

Table des matières

Table des matières	1
Introduction générale	5
I Eléments bibliographiques.....	9
<i>I.1 Revêtements d'hydroxyapatite biocompatibles.....</i>	<i>9</i>
I.1.1 Contexte industriel des prothèses orthopédiques.....	9
I.1.2 Projection de l'hydroxyapatite par plasma	11
<i>I.2 Adhérence de dépôts céramiques projetés à chaud.....</i>	<i>15</i>
I.2.1 Adhérence d'un dépôt projeté à chaud	15
I.2.2 Mesurer l'adhérence d'un dépôt projeté à chaud	18
I.2.3 Adhérence des dépôts plasma d'hydroxyapatite.....	21
<i>I.3 Ondes de choc générées par choc laser</i>	<i>24</i>
I.3.1 Génération et propagation d'une onde de choc.....	24
I.3.2 Ondes de choc dans les systèmes revêtus	31
<i>I.4 Mesure de l'adhérence de dépôts céramiques par essai LASAT.....</i>	<i>37</i>
I.4.1 Méthode d'essai LASAT	37
I.4.2 Types de faciès de ruptures	41
I.4.3 Diagnostics de décohésion en vue de dessus	42
II Matériaux, outils de caractérisation et méthodes expérimentales de l'étude.....	47
<i>II.1 Matériaux de l'étude</i>	<i>47</i>
II.1.1 Poudres de projection	47
II.1.2 Nuances APS.....	48
II.1.3 Nuances VPS.....	49
<i>II.2 Machines de test d'adhérence.....</i>	<i>50</i>
II.2.1 Machines de traction	50
II.2.2 Machine de rayage	52
II.2.3 Machine LASAT.....	53
<i>II.3 Techniques d'observation et d'analyse.....</i>	<i>56</i>
II.3.1 Observations métallographiques	56
II.3.2 Caractérisation des dépôts et substrats.....	59
II.3.3 Diagnostics de décohésion et de mesure des fissures	61
II.3.4 VISAR	62
III Caractéristiques des nuances de dépôt HAP en relation avec la mise au point d'un essai LASAT	65
<i>Introduction</i>	<i>65</i>
<i>III.1 Présentation des nuances de dépôts HAP.....</i>	<i>66</i>
III.1.1 Microstructures des dépôts HAP en modes APS et VPS	66
III.1.2 Interfaces des dépôts HAP sur différents substrats à rugosité contrôlée	72
III.1.3 Caractéristiques et propriétés des dépôts HAP	75
<i>III.2 Analyse en coupe des faciès de fissuration après LASAT</i>	<i>77</i>
III.2.1 Aspects métallographiques.....	77
III.2.2 Typologie des faciès de fissuration	78

<i>III.3</i>	<i>Influence des dépôts, des interfaces et des faciès de fissuration sur les diagnostics non destructifs de décohesion</i>	81
III.3.1	Détection et mesure de fissures par imagerie optique (tache blanche).....	81
III.3.2	Détection et mesure de fissures par thermographie infrarouge	83
III.3.3	Détection et mesure de fissure par profilométrie 3D	85
<i>III.4</i>	<i>Influence du diamètre de choc et des effets tridimensionnels induits sur la fissuration</i>	86
III.4.1	Caractéristiques des fissurations et leurs diagnostics pour différents $\varnothing_{\text{choc}}$	87
III.4.2	Comparaison des $\varnothing_{\text{choc}}$ 3, 6 et 10 mm pour la mise en œuvre d'un essai LASAT	91
	<i>Conclusions du chapitre</i>	93
IV	Propagation des ondes de choc et contraintes à l'interface dans les systèmes revêtus	95
	<i>Introduction</i>	95
<i>IV.1</i>	<i>Etalonnage de la pression et modélisation des substrats de l'étude</i>	96
IV.1.1	Méthode et description de la modélisation par éléments finis	96
IV.1.2	Etalonnage du laser SAGA 330 sur feuillards d'aluminium de 250 μm	98
IV.1.3	Etude des signaux VISAR et modélisation du choc sur substrats Ti6Al4V	106
<i>IV.2</i>	<i>Exploitation de mesures VISAR et modélisation avec dépôt HAP</i>	113
IV.2.1	Cas des chocs côté métal sur cibles Ti6Al4V/HAP-APS	114
IV.2.2	Cas des chocs côté céramique sur cibles Ti6Al4V/HAP-APS	115
IV.2.3	Données matériaux de la céramique pour la modélisation du système Ti6Al4V/HAP-APS.....	119
<i>IV.3</i>	<i>Calculs des contraintes à l'interface du système de référence</i>	121
IV.3.1	Propagation des ondes de choc dans le système de référence (N1)	121
IV.3.2	Profil radial de contrainte à l'interface	129
IV.3.3	Simulation de l'essai LASAT et création d'abaques numériques	134
	<i>Conclusions du chapitre</i>	138
V	Essais d'adhérence conventionnels et développement du LASAT pour le revêtement HAP APS	141
	<i>Introduction</i>	141
<i>V.1</i>	<i>Mesure de l'adhérence du revêtement HAP APS par essais conventionnels</i>	142
V.1.1	Essais de traction sur plots collés	142
V.1.2	Essais de rayage sur échantillons Ti6Al4V/HAP	152
<i>V.2</i>	<i>Etude des conditions d'essai LASAT pour la mesure de l'adhérence du revêtement HAP APS</i>	160
V.2.1	Méthodes LASAT avec choc face métal	160
V.2.2	Méthodes LASAT avec choc face céramique	167
<i>V.3</i>	<i>Comparaison expériences-simulations 2D de l'essai LASAT</i>	170
V.3.1	Influences des configurations de modèle sur les courbes LASAT simulées.....	170
V.3.2	Application pour la mesure d'adhérence du système de référence (N1)	173
<i>V.4</i>	<i>Evaluation de l'essai LASAT pour différentes conditions d'interface</i>	177
V.4.1	Etude des niveaux d'adhérence pour deux rugosités de substrat (N1 et N2)	177
V.4.2	Courbes LASAT pour un substrat rugueux pré-oxydé (N6).....	181
V.4.3	Répétabilité et reproductibilité de l'essai LASAT	183
	<i>Conclusions du chapitre</i>	189
VI	Influence des matériaux du système revêtu sur la conduite de l'essai LASAT	193
	<i>Introduction</i>	193

VI.1	Mesure de l'adhérence des revêtements HAP VPS par essais conventionnels	194
VI.1.1	Essais de traction sur plots collés	194
VI.1.2	Essais de rayage à intervalles décroissants sur les nuances HAP (VPS)	196
VI.2	Influence des matériaux sur la propagation des ondes de choc	197
VI.2.1	Etudes des profils de vitesse des systèmes VPS et APS	198
VI.2.2	Modélisation de HAP VPS et comparaison d'abaques numériques.....	201
VI.3	Mise en œuvre et application du LASAT sur HAP (VPS)	203
VI.3.1	Essais LASAT sur la nuance HAP(VPS)/CoCrMo (N4).....	204
VI.3.2	Influences des matériaux de dépôt et de substrat sur l'essai LASAT.....	207
VI.3.3	Influence de la sous-couche de titane sur l'adhérence (nuance N5).....	211
VI.4	Essais LASAT sur des prothèses revêtues	213
	Conclusions du chapitre	216
	Conclusion générale	219
	Bibliographie	225
	Table des figures	237
A.	Diffraction à rayons X	243
B.	Lois de comportement pour la modélisation.....	246
C.	Complément de résultats de modélisation	247
D.	Calcul de K_{IC} et K_{IIC}.....	250

Introduction générale

L'hydroxyapatite est une céramique biocompatible fréquemment utilisée dans l'industrie des prothèses orthopédiques et dentaires. Ce matériau minéral a une composition proche de l'os et sa présence au sein d'une articulation artificielle assure sa bonne intégration dans le corps humain. La lente décomposition de la céramique dans le corps favorise la repousse osseuse autour du dispositif. Par exemple, une prothèse de hanche est constituée principalement d'une tige et d'une cupule. Dans de nombreux cas, ces deux éléments sont recouverts d'hydroxyapatite sur les zones qui seront en contact avec le fémur et la cotyle du patient. La méthode de prédilection pour la production des dépôts d'hydroxyapatite est la projection thermique par plasma sous air ou sous vide. Cette technique permet d'obtenir un dépôt dense, de structure lamellaire et d'épaisseur contrôlée. Afin d'assurer la conformité de la couche de céramique avant la mise sur le marché, sa composition et son adhérence doivent répondre à des critères précis décrits dans des normes internationales et européennes. Ces caractéristiques doivent être mesurées par des laboratoires indépendants. L'adhérence du dépôt au substrat métallique est déterminée par l'essai standardisé de traction par plots collés (ASTM C633) suivant le protocole de la norme ISO 13779-4 dans le cas précis de l'hydroxyapatite. Les propriétés biocompatibles de la céramique ne nécessitant pas une épaisseur de dépôt très importante, les sociétés de projection et les fabricants de prothèses tendent à limiter les épaisseurs de leurs revêtements pour diminuer les coûts. Cependant, l'essai d'adhérence par plots collés, dont la dispersion des résultats est difficile à maîtriser, est limité pour mesurer l'adhérence de dépôts fins car le protocole nécessite l'emploi d'une colle qui peut pénétrer le dépôt. L'adhérence mesurée est alors celle d'un composite céramique-polymère et, dans le pire des cas, l'adhésif traverse complètement le dépôt et fausse les résultats. Le CRITT MDTS de Charleville Mézières est un laboratoire de transfert technologique à mi-chemin entre la recherche et l'industrie. La certification des dépôts d'hydroxyapatite y est une prestation régulièrement effectuée pour diverses sociétés de projection. La composition des céramiques est mesurée par diffraction des rayons X et des essais mécaniques (traction, fatigue, etc) sont réalisés sur des échantillons représentatifs. Le laboratoire propose aussi des essais sur produits finis avec des environnements d'essai à l'air ambiant ou dans un fluide corporel artificiel (simulated body fluid). Afin de conserver une qualité de prestation à offrir aux sociétés de projection, le CRITT s'est associé au Centre des Matériaux pour étudier des essais d'adhérence alternatifs qui garantiraient une précision de mesure et élargiraient la gamme d'épaisseurs de dépôt étudiable. Les travaux présentés dans cette thèse visent donc à proposer une alternative pour mesurer l'adhérence de dépôts d'hydroxyapatite à mettre en parallèle de l'essai de traction par plots collés. La méthode principalement étudiée dans cette thèse est la mesure de l'adhérence par choc laser mais des méthodes de rayage (scratch test) seront également investiguées.

L'essai LASAT (LAsEr Shock Adhesion Test) est une méthode alternative de mesure de l'adhérence basée sur le choc laser. Elle a démontré sa pertinence pour caractériser des dépôts épais ainsi que des couches minces. Elle semble donc être une bonne candidate pour la caractérisation de l'adhérence de dépôts fins d'hydroxyapatite. Cette méthode a déjà été étudiée au Centre des matériaux pour étudier des dépôts métalliques par plasma ou cold spray, des barrières thermiques céramiques (plasma et EB-PVD) ou des dépôts d'alumine [Fabre, 2013; Bégué, 2015; Sapardanis, 2016]. En 2004, une première étude avait également démontré l'applicabilité de l'essai pour des dépôts d'hydroxyapatite [Boileau, 2004]. L'essai LASAT consiste à générer une onde de choc en illuminant la surface d'un échantillon avec un laser nanoseconde pulsé. La propagation de l'onde dans un système revêtu entraîne la sollicitation de l'interface en traction qui, pour une densité de puissance suffisante, peut céder et conduire à une décohésion. La fissure ainsi créée peut être détectée in situ ou être identifiée *a posteriori* par des vues en coupes ou des contrôles non destructifs classiques. Le choc laser peut mettre en évidence un seuil d'adhérence direct en mesurant l'énergie minimale conduisant à une décohésion (méthode du seuil) ou présenter l'évolution des diamètres de fissures en fonction de la densité de puissance (méthode LASAT 2D). L'analyse de la taille des fissures et la position de cette courbe permettent d'obtenir une valeur de contrainte à rupture pour le système grâce à la modélisation numérique. Suite aux différents travaux conduits sur les barrières thermiques, deux méthodes de diagnostic ont émergé au Centre des matériaux pour la détection et la mesure des fissures. La première méthode se base sur le phénomène de la « tache blanche » et consiste en une observation directe de l'échantillon. Pour certains matériaux, une tache blanche est visible en surface lorsque le système présente une fissure. Déjà utilisée dans la détection de défauts, la thermographie infrarouge est ici introduite comme méthode principale de diagnostic pour l'essai LASAT sur les systèmes biocompatibles. Utilisant un chauffage entretenu, cette technique met en évidence une zone froide au niveau de la décohésion qui modifie localement la température de surface mesurée. L'ensemble des échantillons ainsi que les moyens présents au Centre des matériaux et au CRITT MDTS permettront d'analyser l'influence des conditions d'essai pour définir l'applicabilité, la répétabilité et la reproductibilité du LASAT. La large gamme d'épaisseurs et de natures d'échantillons servira à étudier l'influence des effets tridimensionnels sur la contrainte de traction à l'interface et sur les types de fissuration engendrés. Ces travaux se concentreront aussi sur l'établissement de données matériaux représentatives du dépôt HAP pour la modélisation numérique de la propagation des ondes de choc dans les systèmes. Ces analyses compléteront alors les résultats expérimentaux pour l'étude des effets tridimensionnels. Enfin, ces simulations permettront de quantifier les niveaux de contrainte à l'interface à partir des données obtenues lors de l'essai LASAT (seuil laser). En fin de compte, cette étude doit proposer un protocole applicable aux matériaux de l'étude. Ce protocole constituera une base de travail pour la définition d'une norme de l'essai d'adhérence par choc laser pour l'hydroxyapatite. L'objectif de ces travaux est donc l'étude de la propagation des ondes de choc dans les systèmes biocompatibles en tenant compte des effets de bord afin de mesurer l'adhérence des dépôts HAP par essai LASAT avec un diagnostic thermographique. Pour atteindre ce but, l'étude est décomposée en quatre axes principaux qui seront explorés dans les différents chapitres :

1. Identification des fissures engendrées par le choc laser selon les régimes de propagation
2. Etude de l'hydroxyapatite sous choc et modélisation numérique du système de référence
3. Influence des conditions d'essai et de géométrie d'échantillon sur les résultats LASAT
4. Etude de configurations d'essai alternatives et application du LASAT à divers HAP

L'étude sera menée sur un ensemble d'échantillons fournis par la société VIANT. La production à l'échelle industrielle offre une bonne stabilité du procédé compte tenu de l'expérience et des contrôles systématiques réalisés. Les systèmes revêtus sont produits par projection plasma sous air (APS) et sous vide (VPS) selon diverses dimensions de dépôt et de substrat.

Cette étude est présentée dans un manuscrit composé de six parties. Le premier chapitre est une introduction des différents sujets sous forme d'éléments bibliographiques. L'hydroxyapatite est présentée ainsi que les mécanismes et essais d'adhérence pour caractériser les dépôts obtenus par projection plasma. D'autre part, une attention particulière est portée aux ondes de choc générées par laser pulsé pour finalement décrire les acquis de l'essai LASAT et des diagnostics de décohérence issus des travaux précédents sur dépôts céramiques.

Le deuxième chapitre rassemble les données décrivant les échantillons de l'étude ainsi que l'ensemble des méthodes et outils expérimentaux mis en place pour l'observation et la caractérisation des dépôts ainsi que la mesure de l'adhérence.

Le troisième chapitre décrit précisément les dépôts et interfaces des différentes nuances étudiées de l'étude. Une description exhaustive des fissures dues au choc laser est présentée à travers des observations en coupe pour des conditions d'essai LASAT représentatives. Ces descriptions permettent de relier les endommagements réels aux résultats de méthodes d'imagerie de surface (optiques, thermographie infrarouge et profilométrie 3D) en guise de contrôle non destructif pour l'inspection directe après choc. Il s'agit d'évaluer leurs fiabilités, leurs précisions et leurs limites en fonction des conditions de choc et de la nature des dépôts HAP.

L'objectif du quatrième chapitre est l'analyse des ondes de choc dans le système de référence de l'étude HAP(APS)/Ti6Al4V. Une méthode de mesure de la vitesse de surface libre (VISAR, Velocity Interferometer System for Any Reflector) permet d'obtenir des informations au cours de l'essai de choc laser sur la propagation de l'onde. Ainsi, la pression initiale peut être caractérisée (intensité, profil spatio-temporel) et les données matériaux peuvent être vérifiées ou établies à l'aide de ces données expérimentales. L'étude de la propagation des ondes permet de discuter de l'influence des effets de bord pour chaque configuration de choc (diamètre, tirs face céramique/métal) et dimensions d'échantillon. Suite à cette analyse, le profil de contrainte maximale de traction à l'interface peut être défini pour chaque cas. *In fine*, la modélisation de l'essai doit permettre de produire des abaques numériques qui seront ensuite utilisées lors de la mise au point expérimentale d'un protocole d'essai LASAT sur dépôt HAP.

Le cinquième chapitre est l'étude de l'adhérence des dépôts HAP de référence projetés sous air (APS) selon l'état de l'interface qui peut être standard, à rugosité adoucie ou avec une sous-couche d'oxyde. L'essai de plots collés est appliqué à toutes les nuances APS et à toutes les épaisseurs de l'étude afin de caractériser les adhérences dans le cadre de la norme et définir les limites de la méthode. Un essai mixte de plots collés pré-fissuré par LASAT sera investigué afin de caractériser la ténacité d'interface et l'énergie d'adhérence. En parallèle, trois méthodes de mesure de l'adhérence par rayage (scratch test) sont présentées : les rayures en surface à force croissante, les rayures en coupe transversale et les rayures parallèles à espacements décroissants (méthode originale proposée par le CRITT). Ensuite, ce chapitre se concentrera sur la mise en œuvre de l'essai LASAT pour le contrôle des revêtements HAP APS. L'essai sera appliqué à l'ensemble des échantillons d'épaisseurs et de formats variés selon plusieurs conditions de choc laser. Cette base de données servira à discuter des effets de bord inhérents aux différents régimes de propagation et de leurs influences sur la fissuration et les résultats LASAT. Ensuite, les niveaux d'adhérence de chaque type d'interface seront établis précisément à l'aide d'un grand nombre d'essai. Le cas particulier de la variation de rugosité de substrat sera investigué à travers une étude de reproductibilité et de répétabilité de l'essai LASAT avec un diagnostic par thermographie IR. Enfin, les résultats expérimentaux seront comparés aux modélisations réalisées dans le chapitre précédent pour comprendre les observations et définir les limites des choix de

simulation numérique. L'ensemble des résultats permettra de proposer un protocole applicable aux systèmes biocompatibles pour déterminer l'adhérence des dépôts.

Le dernier chapitre s'intéresse à reprendre et à discuter des différentes méthodes présentées précédemment pour d'autres hydroxyapatites. Cette partie se concentre principalement sur les dépôts projetés sous vide (VPS) pour lesquels l'adhérence est mesurée par plots collés, essai de rayage et essai LASAT. La nature de l'interface est ici modifiée par une sous-couche de titane très rugueuse projetée sous vide avant la céramique projetée également sous vide. Une nouvelle fois, l'influence des dimensions d'échantillon et conditions de choc sur les effets tridimensionnels et les résultats de l'essai LASAT seront discutées. Dans la continuité du quatrième chapitre, une simulation numérique d'un système VPS sera proposée pour étudier les limites des hypothèses du modèle. Enfin, une perspective d'essai LASAT directement sur prothèses revêtues sera décrite à travers une série de chocs laser menés sur une tige et une cupule de prothèse de hanche.

Chapitre

I

Eléments bibliographiques

I.1 Revêtements d'hydroxyapatite biocompatibles

I.1.1 Contexte industriel des prothèses orthopédiques

I.1.1.1 Industriel et économique

En 2018, le marché mondial des implants et prothèses orthopédiques représentait 44 milliards de dollars, enregistrant des progressions entre 2,2 et 4,9 % selon les éléments remplacés [Avicenne and Madani, 2019]. Les prothèses sont utilisées pour reproduire les fonctions motrices des genoux, des vertèbres, de la hanche ou des extrémités comme les prothèses digitales de plus en plus demandées. Des exemples de prothèses composées des matériaux de l'étude sont visibles sur la Figure I.1.

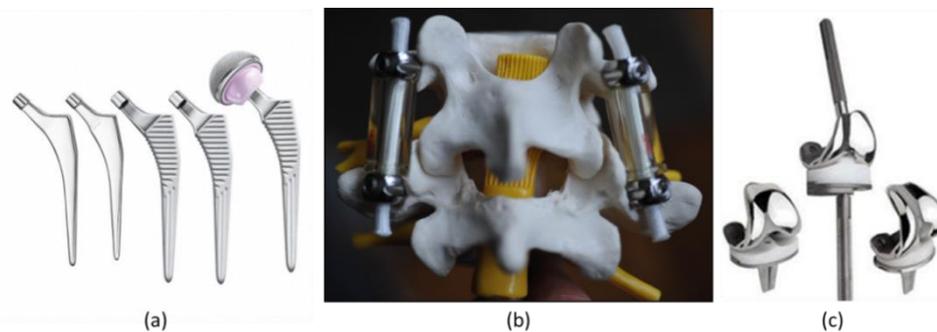


Figure I.1 : Prothèses orthopédiques avec revêtements HAP, (a) hanche, (b) vertèbres, (c) genoux

La production de prothèses orthopédiques mondiale est divisée entre les élaborateurs originaux (Original Equipment Manufacturer, OEM) et les sous-traitants (Contract Manufacturing Organization, CMO). Parmi les centaines d'OEM, cinq entreprises (Depuy-Synthes, Zimmer Biomet, Stryker, Medtronic et Smith & Nephew) représentent 58 % du marché mondial de l'orthopédie. Elles ne sont souvent pas la source de l'innovation, plus présente chez les challengers (prothèses non cimentées, fabrication additive, chirurgie robotique, etc). Les étapes de forgeage ou de projection des dépôts céramiques sont régulièrement sous-traitées chez des CMO comme Tecomet, VIANT, Orchid ou CeramTec par exemple. Bien que les chiffres soient différents selon les types de prothèses, le public américain (USA) représente systématiquement au minimum 45 % du marché mondial. Avant la mise sur le marché, les produits orthopédiques doivent être certifiés par des organismes telle que la Food and Drug Administration (FDA) aux Etats-Unis ou obtenir un marquage CE en Europe. Obtenir ce

marquage requiert de nombreuses étapes de validation concernant l'adhérence ou la composition du dépôt qui doivent être attestées par des laboratoires certifiés comme le CRITT MDTS. Ces centres de certification suivent des normes reconnues à l'échelle européenne (ISO) et/ou mondiale (ASTM). Dans le cadre de l'étude des dépôts d'hydroxyapatite projetés sur des prothèses, la norme appliquée en Europe est l'ISO 13799. Une des étapes clés de la certification est la mesure d'une adhérence minimale de 15 MPa par essai de traction par plots collés [ISO 13779-4, 2018] en plus des caractérisations chimiques et physiques du dépôt [ISO 13779-3, 2008]. La certification de tels dépôts représente une part importante de l'activité d'un laboratoire comme le CRITT MDTS qui doit maintenir ses prestations à la hauteur des exigences normatives modernes. L'essai de traction par plots collés est une méthode critiquée pour sa dispersion et limitée dans la mesure de l'adhérence de dépôts fins de plus en plus plébiscités par les sociétés de projection. Cet essai doit donc être amélioré ou complété par une méthode alternative de mesure de l'adhérence.

1.1.1.2 Revêtements pour les prothèses

L'hydroxyapatite est un matériau biocompatible utilisé comme revêtement pour les prothèses dans le but de faciliter leurs ostéointégrations. L'ostéoconduction est l'aptitude à stimuler le développement osseux au contact de l'os grâce à l'invasion cellulaire et vasculaire. Les revêtements d'hydroxyapatite permettent cette ostéoconduction selon les mécanismes schématisés dans la Figure I.2.

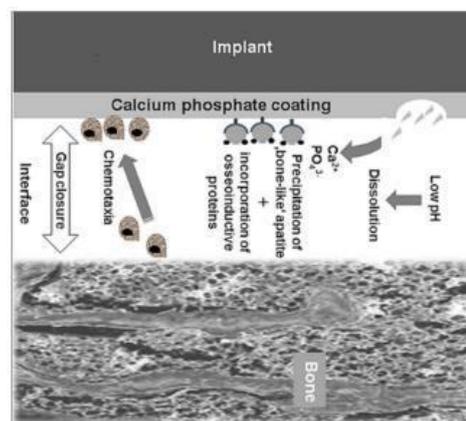


Figure I.2 : Schématisation des transferts entre le dépôt HAP et la prothèse favorisant l'ostéoconduction [Heimann, 2016]

Ces propriétés offrent une bonne tenue de la prothèse à l'os avec une résistance à la traction entre 35 et 100 MPa selon l'épaisseur ce qui permet d'envisager une installation de prothèses sans la cimenter. Néanmoins, si la céramique crée un lien fort avec l'os, son adhésion au métal de la prothèse peut être rompue. C'est pourquoi les essais d'adhérence du dépôt au substrat sont primordiaux dans le développement du produit. Les sociétés de projection cherchent à obtenir un compromis d'épaisseur assez fine pour avoir une bonne adhérence ($<150 \mu\text{m}$) et suffisamment épaisse pour garantir les propriétés chimiques et biologiques ($>50\mu\text{m}$). D'autre part, le revêtement HAP diminue les douleurs post opératoires ainsi que le temps nécessaire à la reprise de l'activité impliquant la prothèse. Il constitue aussi une barrière résistante aux fluides corporels qui empêche les transferts d'ions métalliques provenant du substrat dans le corps humain. Depuis quelques années, des travaux s'intéressent à modifier ce revêtement afin de lui conférer une nouvelle propriété antibactérienne pour augmenter la durée de vie de la prothèse souvent limitée par une infection par l'ajout d'agents antibiotiques [Li et al., 2017] ou le changement de procédé avec des éléments dopant tels que l'argent ou le strontium [Chambard, 2019]. D'autre part, des travaux s'intéressent à la projection d'hydroxyapatite renforcée par des particules d'alumine ou de zirconium pour améliorer les caractéristiques du dépôt comme la cristallinité, la composition ou les propriétés mécaniques [Singh et al., 2018].

I.1.2 Projection de l'hydroxyapatite par plasma

Les méthodes de projection de l'hydroxyapatite sont diverses et permettent d'obtenir des dépôts différents avec des niveaux d'adhérence propres [Harun et al., 2018]. Les techniques électrochimiques, par voies sol-gel, par pulvérisations cathodiques ou d'ablation par laser pulsé sont utilisées pour projeter des épaisseurs fines de HAP (jusqu'à 10 μm) qui ne suivent pas les normes des prothèses (autour de 50 μm). La déposition par cold spray ou en HVOF sont des méthodes de déposition efficaces mais la projection plasma sous air ou sous vide de poudres d'hydroxyapatite est la technique industrielle de prédilection pour les revêtements des prothèses orthopédiques. En effet c'est une méthode rapide, peu onéreuse et qui conduit à des dépôts qui satisfont les critères de microstructure et de composition.

I.1.2.1 Principe de la projection plasma

La projection plasma est utilisée pour construire des revêtements dans de nombreux domaines comme l'aéronautique, l'automobile, le spatial, l'électronique et bien sûr les implants médicaux. Un gaz plasmagène est introduit dans une buse constituée de deux électrodes (cathodes et anodes) afin d'être ionisé pour former un plasma. La température maximale des plasmas formés par APS (Air Plasma Spray) est d'environ 14 000 K et la vitesse des gaz varient entre 100 et 2000 m/s. De la poudre est ensuite introduite dans ce plasma en mouvement afin de lui conférer une grande vitesse et augmenter sa température pour que les particules fondent puis s'impactent et s'étalent sur un substrat. La Figure I.3 est une schématisation du procédé de projection par plasma.

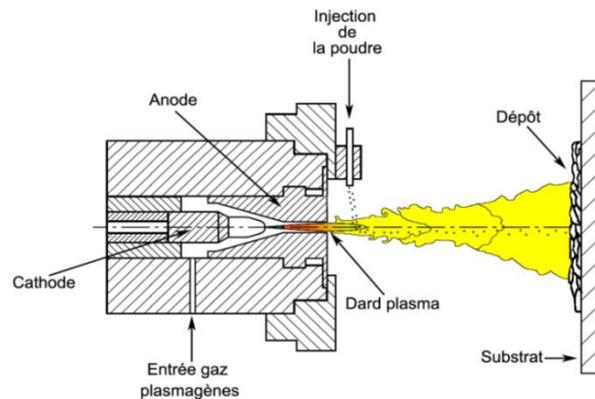


Figure I.3 : Schéma de la projection plasma [Amsellem, 2008]

La distance de projection, le débit de poudre et l'intensité du courant dans la torche sont des paramètres expérimentaux qui conditionnent l'état physique des particules de la poudre (liquide, solide, visqueux). La vitesse de déplacement de la torche, le nombre de passes et la température de substrat sont aussi des paramètres qui influencent les caractéristiques du dépôt telles que l'épaisseur, les contraintes résiduelles de trempe et de refroidissement ainsi que l'adhésion au substrat. Ces paramètres sont régulièrement étudiés pour des dépôts plasma tels que l'hydroxyapatite [Sun et al., 2003]. Enfin, l'environnement de projection (sous air, sous vide ou autre gaz) est déterminant pour la microstructure finale du dépôt comme le présente la Figure I.7.

Le revêtement est construit par empilement de particules fondues ou partiellement fondues qui s'étalent à l'impact avec le substrat sous forme de lamelles ou « splat ». La structure lamellaire obtenue est hétérogène. Elle se compose de lamelles et de particules partiellement fondues mais aussi de défauts comme les pores, les microfissures inter-lamellaires et les oxydes. Ces différents éléments sont schématisés dans la Figure I.4. La porosité des revêtements plasma est due à un mauvais empilement des particules ou l'emprisonnement de gaz lors de la projection.

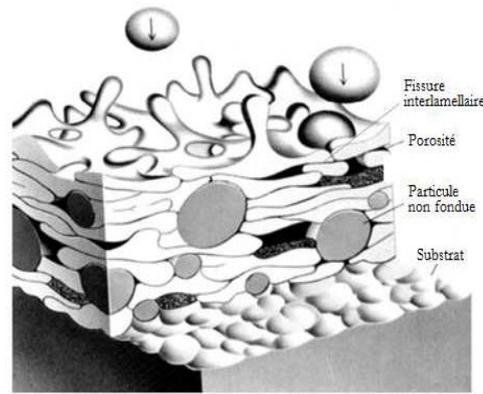


Figure I.4 : Microstructure (lamelles, particules) et défauts (porosité et microfissures) d'un dépôt plasma [Herman, H, 1988]

La différence de température entre les particules projetées chaudes et le substrat froid conduit à une trempe de la céramique lors de l'impact avec le substrat. De plus, lors de refroidissement du système revêtu, la différence de propriétés thermiques (coefficient de dilatation α) entraîne une différence de contraction entre le dépôt ou du substrat comme schématisé sur la Figure I.5. En fonction du rapport $\alpha_{\text{dépôt}}/\alpha_{\text{substrat}}$, les contraintes thermiques résiduelles dans le dépôt sont en traction (comme schématisé) ou en compression. Les différents transferts thermiques intervenant pendant la projection et le refroidissement conditionnent l'état de contraintes résiduelles dans le système final. La contraction des lamelles peut conduire à la fissuration du dépôt perpendiculaire à l'interface ainsi qu'à des contraintes résiduelles qui modifient l'adhérence du dépôt [Berndt and McPherson, 1979].



Figure I.5 : Schématisation de la mise en contrainte du dépôt lors du refroidissement du système

1.1.2.2 Température et phases secondaires dans le dépôt

La projection plasma de l'étude s'effectue à partir d'une poudre d'hydroxyapatite pure qui est convoyée et échauffée par le plasma. Dans le cas particulier de la projection de l'hydroxyapatite, les paramètres de projection doivent être choisis de façon à obtenir un compromis de température qui permet aux particules de se liquéfier partiellement pour garantir un bon étalement autour de la rugosité du substrat mais qui conservent les propriétés de biocompatibilité du HAP pur. En effet, la montée en température de la poudre entraîne un état amorphe de la céramique ainsi que des réactions de déshydroxylation qui font apparaître des phases non désirées comme l'oxyapatite ou les phosphates tricalcique (α et β) et tétracalcique. Ces phases sont bien identifiées dans la littérature [Demnati et al., 2014] et correspondent au diagramme de phase de la Figure I.6.

La composition chimique de l'hydroxyapatite est caractérisée par la valeur du rapport des éléments calcium (Ca) et phosphore (P) égale à 1,67. L'objectif de la projection est d'obtenir un dépôt dont la composition s'approche de cette valeur qui doit donc être calculée par DRX en mesurant les rapports d'intensité des raies selon la norme ISO 13379-3 (voir Annexe A). Les rapports Ca/P des phases secondaires sont connus mais pas celui de la phase amorphe (entre 1,5 et 1,67) qui fait l'objet d'investigations particulières pour la projection plasma [Carayon and Lacout, 2003]. La phase amorphe dans le dépôt est le résultat de la fusion des particules dans le jet plasma qui subissent une trempe au contact du substrat froid et restent figées dans un état non cristallin. Elle permet d'assurer un bon contact avec le substrat mais ne doit pas être trop présente car, contrairement au HAP cristallin, elle pourrait facilement se dissoudre en fonctionnement. De plus, Sun explique des phénomènes de recristallisation sont dus à l'échauffement du revêtement à mesure qu'il se construit

par échanges thermiques ainsi qu'une réhydroxylation avec l'air [Sun et al., 2003]. La cristallinité globale du dépôt est donc un autre paramètre d'intérêt et la norme ISO 13379-3 exige une valeur supérieure à 45 %.

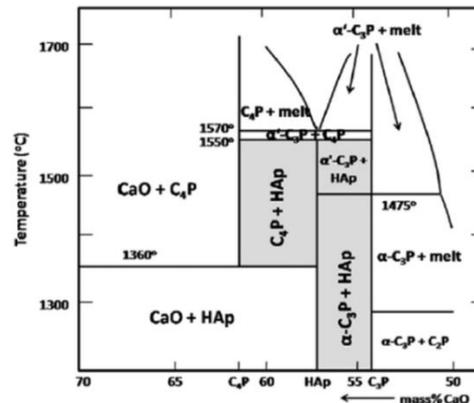


Figure I.6 : Diagramme de phase de l'hydroxyapatite [Heimann, 2013]

Les différents composés présents dans le dépôt final sont référencés par des fiches JCPD (Joint Committee on Powder Diffraction Standard) propres. Elles ont des solubilités plus importantes que le HAP et peuvent se dissoudre dans le corps humain y causant des perturbations. Les valeurs caractéristiques des différentes phases sont rassemblées dans le Tableau I.1.

	Composés		Ca/P	Fiche JCPD	Constante de solubilité K_s à 25 °C
α – TCP	Phosphate tricalcique α	$\alpha - Ca_3(PO_4)_2$	1,50	9-349	$8,46 \cdot 10^{-32}$
β – TCP	Phosphate tricalcique β	$\beta - Ca_3(PO_4)_2$	1,50	9-169	$2,07 \cdot 10^{-33}$
HAP	Hydroxyapatite	$Ca_{10}(PO_4)_6OH_2$	1,67	9-432	$6,62 \cdot 10^{-126}$
CaO	Oxyde de calcium	CaO	-	37-1497	-
TTCP	Phosphate tétracalcique	$Ca_4(PO_4)_2O$	2,00	25-1137	$10,00 \cdot 10^{-4}$

Tableau I.1 : Phases présentes dans l'hydroxyapatites après décomposition thermique lors de la projection plasma [Pons, M. Espanol, 2003]

La présence de ces phases secondaires en quantité minimale ($\leq 5\%$) fait partie des certifications imposées par la norme ISO 13779-3 de 2008. Ces phases sont détectées et quantifiées via des analyses par diffraction à rayon X (DRX) et par spectrométrie infrarouge (FTIR). Chaque phase secondaire possède un pic caractéristique visible sur le diffractogramme et la phase amorphe est caractérisée par une élévation générale, une bosse identifiable dans le signal intégral.

I.1.2.3 Caractérisation des revêtements HAP projetés plasma

Chaque dépôt d'hydroxyapatite déposé par plasma a une microstructure propre, comme on le voit sur les coupes de la Figure I.7 pour des projections sous air et sous vide. Cependant, ils sont constitués des éléments classiques des revêtements céramiques plasma (cf. §I.1.2.1). Ainsi, les dépôts ont une structure lamellaire multiphasée et comportent des particules infondues, des pores et des microfissures entre les lamelles. La porosité est principalement globulaire car l'empilement des splats est garanti par une fusion partielle ou totale des particules dans le jet plasma. Les phases présentes dans le dépôt sont celles présentées dans le Tableau I.1. Le sablage du substrat avant la projection, souvent effectué avec de l'alumine, permet d'augmenter sa rugosité pour assurer l'ancrage mécanique (cf. §I.2.1.2a) mais entraîne la présence de corindons incrustés à l'interface.

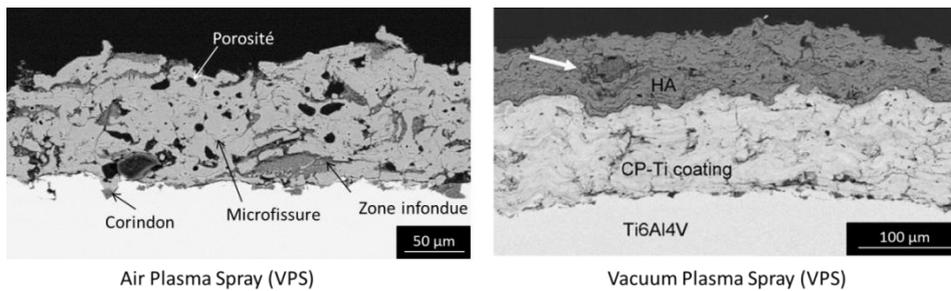


Figure I.7 : Vue en coupe de dépôts d’hydroxyapatite projetés en plasma (a) sous air [Chambard et al., 2019] et sous vide (avec une sous-couche de titane pur) [Yang and Yang, 2013]

Les caractéristiques mécaniques telles que le module d’Young ou la dureté du dépôt dépendent fortement de la technique de déposition. Pour les dépôts projetés par plasma, le module d’Young varie entre quelques GPa [Tsui et al., 1998] et 60 GPa environ [Gadow et al., 2010] en fonction du niveau de porosité, de cristallinité ou de la composition de la céramique [Wen et al., 2000]. Le choix de l’épaisseur de revêtement est important car elle modifie ses propriétés globales. Par exemple, l’augmentation de l’épaisseur diminue la résistance du dépôt à l’écaillage pour une sollicitation en fatigue [Lynn and DuQuesnay, 2002] et plus généralement son adhérence (cf. §I.2.3).

Les contraintes résiduelles dans les céramiques projetées par plasma sont régulièrement étudiées car elles influencent les limites de déposition et influencent l’adhérence des dépôts. Yang a montré qu’elles étaient dépendantes des choix de projection pour une même technique, projection plasma, dans le cas de dépôts HAP [Yang, 2011]. L’épaisseur de dépôt est un des paramètres qui modifie les valeurs de contraintes résiduelles thermiques. Tang a étudié, via des modélisations numériques, les contraintes thermiques résiduelles selon les directions parallèles (x) et perpendiculaires à l’interface (y) pour des dépôts HAP. La Figure I.8 présente les résultats des maxima de contrainte localisés en bord d’éprouvettes (disques). Dans le cas évoqué dans l’article, les contraintes de périphérie (traction) sont supérieures en valeurs absolues et de signes opposés à celles au cœur du dépôt (compression). On note que le préchauffage du substrat a tendance à diminuer les contraintes en traction selon y et en compression selon x. Les résultats de la modélisation indiquent que l’augmentation de l’épaisseur de dépôt ne modifie pas les contraintes en compression selon x, mais augmente celles en traction selon y. On peut alors supposer qu’un dépôt épais conduira à une contrainte à rupture mesurée par un essai de plots collés plus faible.

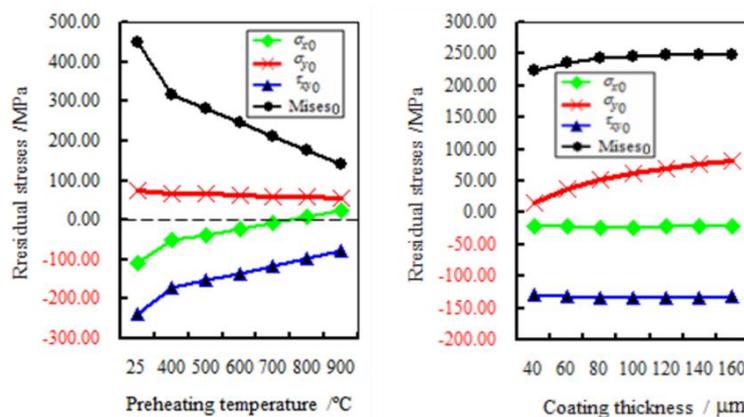


Figure I.8 : Effet du préchauffage du substrat et de l’épaisseur sur les contraintes résiduelles dans les dépôts d’hydroxyapatite projetés par plasma, [Tang, 2015]

D’autre part, certains travaux se sont intéressés aux propriétés optiques et thermiques des dépôts d’hydroxyapatite. Ces données sont intéressantes pour comprendre le comportement de la céramique quand elle est sollicitée et visualisée par thermographie, diagnostic couramment utilisé comme

contrôle non destructif pour les revêtements projetés par plasma (cf. §I.4.3). Bento a travaillé à quantifier certaines caractéristiques thermiques de l'hydroxyapatite, rassemblées dans le Tableau I.2.

Coefficient d'absorption	Diffusivité thermique	Conductivité thermique	Effusivité	Capacité thermique volumique
β ($10^4 m^{-1}$)	α ($10^{-6} m^2 s^{-1}$)	k ($W m^{-1} K^{-1}$)	e ($W s^{1/2} m^{-2} K^{-1}$)	C_v ($10^6 J m^{-3} K^{-1}$)
$2,01 \pm 0,16$	$0,289 \pm 0,045$	$1,2 \pm 0,2$	2185 ± 195	$4,0 \pm 1,3$

Tableau I.2 : Propriétés thermiques d'un dépôt HAP projeté par plasma obtenues par méthode TWI (Thermal Wave Interferometry) [Bento et al., 1996]

I.2 Adhérence de dépôts céramiques projetés à chaud

I.2.1 Adhérence d'un dépôt projeté à chaud

I.2.1.1 Phénomènes à l'origine de l'adhérence

Quelles que soient les méthodes de projection de céramiques (EBPVD, HVOF, APS/VPS) l'adhérence des dépôts est régie par les mêmes phénomènes dont l'importance varie en fonction des méthodes de déposition et des matériaux. Il est nécessaire de différencier les notions d'adhésion, c'est-à-dire les phénomènes qui maintiennent deux surfaces en contact, et d'adhérence qui est la résistance mécanique à la décohésion. L'adhérence dépend de l'adhésion et de la propagation des fissures. Dans le cas des projections plasma, quatre mécanismes d'adhésion ont été décrits par Barradas dans sa thèse [Barradas, 2004]. Les **liaisons interatomiques** sont les liaisons covalentes et ioniques ainsi que les forces de Van der Waals qui lient les deux matériaux. Leur force dépend de l'affinité chimique entre les deux matériaux. La projection thermique d'un dépôt peut conduire à une zone de transition dans laquelle la composition et l'organisation cristalline changent graduellement. Dans certains cas on observe une disparition de l'interface. Ce phénomène de **diffusion** est souvent observé dans le cas de systèmes métalliques. Néanmoins la formation de phases intermédiaires peut améliorer ou détériorer l'adhérence selon les cas. Le **mouillage** est la capacité d'un liquide à s'étaler sur un solide et n'influence l'adhérence que lorsque les particules projetées arrivent sur le substrat à l'état liquide. Enfin, l'**ancrage mécanique** est le phénomène d'accroche des particules liquides lors de l'impact puis pendant leur refroidissement au contact des aspérités du substrat autour desquelles elles se contractent comme schématisé sur la Figure I.9. Afin d'optimiser ce phénomène, il est conseillé de décontaminer le substrat avant projection pour éviter les éventuelles huiles résiduelles ou oxydations locales qui empêchent le contact avec la particule [Vert, Romain, 2011]. Plusieurs travaux ont montré que l'ancrage mécanique est le phénomène d'adhésion prédominant pour les céramiques projetées sur des substrats de rugosités $Ra > 0,5 \mu m$ [Fauchais, 2004; Patru, Julien, 2005].

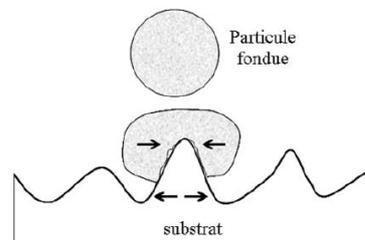


Figure I.9 : Ancrage mécanique d'une particule fondue sur un substrat rugueux [Mellali, 1994]

En plus des phénomènes d'adhésion à l'origine de l'adhérence, les processus de projections thermiques impliquent un refroidissement rapide des particules qui conduit régulièrement à la présence de **contraintes thermiques résiduelles** (voir Figure I.5). Clyne ou Patru ont montré que ces contraintes devaient être prises en compte lors des essais d'adhérence sur des dépôts métalliques et céramiques car elles se superposent aux sollicitations et modifient les résultats [Clyne and Gill, 1996;

Patru, Julien, 2005]. Des contraintes de compression orientées selon la direction parallèle à l'interface améliorent l'ancrage mécanique par rétraction du dépôt autour du substrat. Au contraire, des contraintes de traction de même direction peuvent conduire à des fissures cohésives perpendiculaires à l'interface. Enfin, certains protocoles de projection induisent des contraintes de traction dans la direction perpendiculaire à l'interface qui, lors d'un essai de mode I (cf. §1.2.1.3), s'ajoutent à la sollicitation et diminuent la valeur de la contrainte à rupture.

1.2.1.2 Modification de l'adhérence

a) Rugosité du substrat

La rugosité du substrat avant déposition et l'un des paramètres de choix pour jouer sur l'adhérence d'un dépôt plasma projeté à chaud. Le sablage et le polissage d'un substrat sont des méthodes qui permettent respectivement d'augmenter ou de diminuer la rugosité. Un profil de rugosité est caractérisé par des paramètres (R_a , R_t , R_z , R_{sk} , R_{ku} , etc) définis dans des normes internationales ISO 4287, 1997 comme présenté dans le Tableau I.3.

Paramètre	Définition
Rugosité arithmétique Ra	Moyenne arithmétique des valeurs absolues des ordonnées $Z(x)$: $Ra = \frac{1}{l} \int_0^l Z(x) dx$
Hauteur maximale Rz	Somme de la plus grande des hauteurs de saillie du profil et de la plus grande des profondeurs à l'intérieur d'une longueur de base.
Hauteur totale Rt	Somme de la plus grande des hauteurs de saillie du profil et de la plus grande des profondeurs à l'intérieur de la longueur d'évaluation.
Facteur d'asymétrie Rsk (skewness)	$Rsk = \frac{1}{Rq^3} \left[\frac{1}{lr} \int_0^{lr} Z(x)^3 dx \right]$ avec $Rq = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l Z(x)^2 dx}$
Facteur d'aplatissement Rku (kurtosis)	$Rku = \frac{1}{Rq^4} \left[\frac{1}{lr} \int_0^{lr} Z(x)^4 dx \right]$ avec $Rq = \sqrt{\frac{1}{l} \int_0^l Z(x)^2 dx}$

Tableau I.3 : Définitions des paramètres de rugosité R_a , R_z , R_t , R_{sk} et R_{ku} [ISO 4287, 1997]

De nombreux travaux ont montré que l'augmentation de la rugosité du substrat permet d'améliorer l'adhérence des dépôts projetés à chaud par ancrage mécanique [Barradas, 2004; Fauchais et al., 2004]. Certains travaux utilisent des motifs de rugosité très marqués pour améliorer l'adhérence comme la structuration laser [Kromer et al., 2015].

b) Sous-couche d'oxyde

La présence d'une sous-couche d'oxyde à l'interface est une autre méthode couramment employée dans le domaine de la projection thermique de céramique pour améliorer l'adhérence du dépôt. Son influence peut être comparée à celle des intermétalliques décrits par Barradas pour le cas dépôts et substrats métalliques qui forment une zone de transition douce et améliorent l'affinité entre les deux matériaux [Barradas et al., 2002]. D'autre part, elle peut constituer une couche isolante qui ralentit les transferts de chaleur du dépôt au substrat et permet un refroidissement plus lent du dépôt. Plusieurs travaux témoignent d'une amélioration de l'adhérence par la présence d'une sous-couche d'oxyde pour des dépôts céramiques [Valette, 2004; Li et al., 2018].

1.2.1.3 Mécanique de la rupture pour un bi-matériau

Soit un système composé d'un revêtement (matériau 1) et d'un substrat (matériau 2) tel que présenté en Figure I.10. Les matériaux sont supposés isotropes avec des propriétés élastiques différentes. Les

paramètres α et β de Dundurs [Dundurs, 1969] permettent de décrire la disparité de comportement élastique des deux matériaux :

$$\alpha = \frac{\mu_1(\kappa_2 + 1) - \mu_2(\kappa_1 + 1)}{\mu_1(\kappa_2 + 1) + \mu_2(\kappa_1 + 1)} \text{ et } \beta = \frac{\mu_1(\kappa_2 - 1) - \mu_2(\kappa_1 - 1)}{\mu_1(\kappa_2 - 1) + \mu_2(\kappa_1 - 1)}$$

Avec $\kappa_i = (3 - 4\nu_i)$ en déformation planes et $\kappa_i = \frac{(3-\nu_i)}{1+\nu_i}$ en contraintes plane, $\mu_i = \frac{E_i}{2(1+\nu)}$ le module de cisaillement, E le module d'Young, ν le coefficient de Poisson et les indices 1 et 2 en référence aux deux matériaux. La constante d'hétérogénéité élastique ϵ est exprimée par :

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

On introduit une fissure de longueur L à l'interface de deux matériaux 1 et 2. Parce qu'ils sont différents, la sollicitation en pointe de fissure est une combinaison de plusieurs modes, c'est la mixité modale. D'après Hutchison et Suo [Hutchinson and Suo, 1991], dans le cas d'une sollicitation mixte (modes I et II), le facteur d'intensité de contrainte complexe s'écrit : $K = (K_I + iK_{II})$ où K_I représente le mode I et K_{II} le mode II. Proche de l'interface, les contraintes σ_{yy} et σ_{xy} respectent la formule :

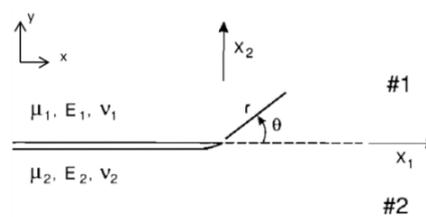
$$(\sigma_{yy} + i\sigma_{xy})_{\theta=0^\circ} = \frac{KL^{i\epsilon}}{\sqrt{2\pi L}}$$


Figure I.10 : Schéma d'un bi-matériau et conventions d'écriture pour une fissure à l'interface [Hutchinson and Suo, 1991]

En 1988, Rice exprime le facteur d'intensité de contrainte à l'interface d'un bi-matériau en fonction des contraintes des modes I et II [Rice, 1988] :

$$K = (\sigma_{yy}^\infty + i\sigma_{xy}^\infty)(1 + 2\epsilon i)L^{-i\epsilon} \sqrt{\frac{\pi L}{2}} = K_I + iK_{II}$$

En supposant un mode I pur ($\sigma_{xy}^\infty = 0, \sigma_{yy}^\infty = \sigma$), on peut alors développer la formule (développement complet en Annexe D) et écrire :

$$K_I = \sigma \sqrt{\frac{\pi L}{2}} [\cos(\epsilon \cdot \ln(r)) + 2 \cdot \epsilon \cdot \sin(\epsilon \cdot \ln(L))] \text{ et } K_{II} = \sigma \sqrt{\frac{\pi L}{2}} [2 \cdot \epsilon \cdot \cos(\epsilon \cdot \ln(r)) - \sin(\epsilon \cdot \ln L)]$$

L'énergie nécessaire à la propagation de la fissure ou le taux de restitution de l'énergie G_c peut être définie à partir des facteurs d'intensité de contrainte K_I et K_{II} :

$$G_c = \frac{1 - \beta^2}{E^*} (K_I^2 + K_{II}^2)$$

Avec $\frac{1}{E^*} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} \right)$ et $\bar{E}_i = E$ en contraintes planes et $\bar{E}_i = \frac{E}{1-\nu^2}$ en déformations planes.

L'analyse complète de G_c nécessite une campagne expérimentale et numérique regroupant plusieurs types d'essai en mode I, II ou mixte comme le présente Pons dans sa thèse [Pons, 2016]. La valeur de G_c peut aussi permettre de comparer les résultats de différents essais d'adhérence de mêmes mode mais de vitesses de sollicitations différentes.

I.2.2 Mesurer l'adhérence d'un dépôt projeté à chaud

I.2.2.1 Essais conventionnels de caractérisation de l'adhérence

Les dépôts céramiques projetés à chaud peuvent être sollicités différemment selon la fonction qu'ils exercent pour le substrat (protection thermique, biocompatibilité, etc) et l'utilisation du produit final (aube, articulation, etc). On distingue deux types de rupture pour des systèmes revêtus. Lorsque la décohésion est située à l'interface, la rupture est **adhésive** et dans les cas où la fissure est dans le dépôt, la rupture est **cohésive**. Les deux sollicitations principales menant à ces ruptures sont les modes I (traction pure) et II (cisaillement pur) qui peuvent être combinées pour obtenir des sollicitations mixtes I/II. Les essais de mesure d'adhérence des systèmes revêtus sont classés selon le mode mais aussi selon l'objectif de caractérisation. Cet objectif peut être l'amorçage de la fissuration à partir d'une interface saine ou la propagation d'un défaut afin de calculer le taux de restitution G_c et la ténacité d'interface K_c . L'essai de traction par plots collés est l'essai de référence pour mesurer l'adhérence en mode I des systèmes revêtus (cf. §I.2.2.2). Néanmoins les limites de cet essai ont conduit à des alternatives comme avec le « Stud-pull test » (Figure I.11a) qui modifie les concentrations de contrainte et n'utilise qu'une épaisseur de colle ou la méthode « Adhesive free » pour se passer de celle-ci [Boruah et al., 2020]. D'autre part, certains travaux ont choisi d'autres méthodes comme l'essai de pelage (Figure I.11c) ou l'essai LASAT (Figure I.11d) qui sont régulièrement comparées à l'essai standard.

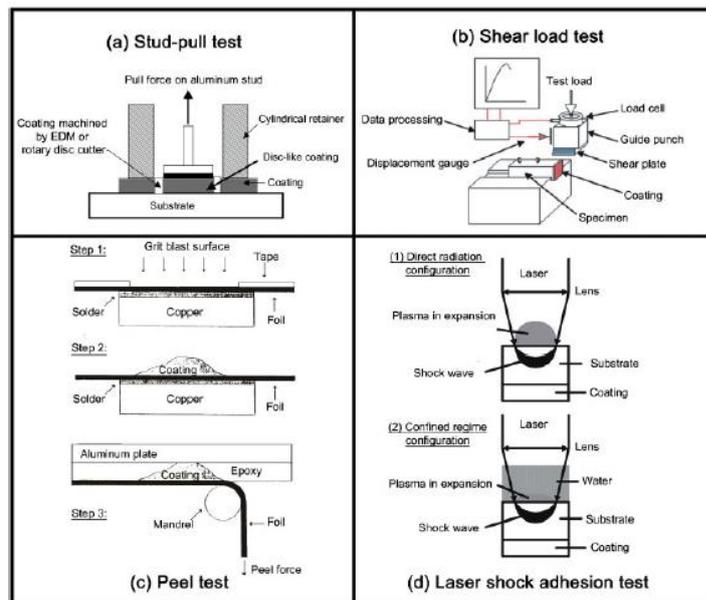


Figure I.11 : Méthodes alternatives aux plots collés pour mesurer l'adhérence de dépôts plasma [Ang and Berndt, 2014].

Par exemple, Perton compare les essais de plots collés et LASAT pour mesurer l'adhérence de dépôts de Ti6Al4V déposés par cold spray [Perton et al., 2012]. Arrigoni a présenté une étude comparative de différentes méthodes (plots collés, gonflement-décollement et LASAT) pour mesurer l'adhérence des systèmes Cu/Al [Arrigoni et al., 2006]. Selon les méthodes, les ruptures observées peuvent être adhésives, cohésives ou mixtes avec une contrainte associée soit par mesures directes de force et de surface soit par la modélisation de l'essai. De la même manière, une multitude d'essais existe pour une sollicitation en cisaillement pur comme présenté en Figure I.11b ou l'essai « End Notched Flexure » en trois ou quatre points. Les essais combinant les deux modes permettent de mieux décrire la complexité de l'adhérence comme l'indentation ou le « bulge test » [Chen et al., 2019] ou encore l'essai de flexion quatre points mais nécessitent parfois des supports et des géométries d'échantillon complexes qui ne sont pas toujours adaptées aux systèmes revêtus (Arcan/Essai Brésilien).

1.2.2.2 Essai de traction par plots collés

L'essai de traction par plots collés est la méthode de mesure de l'adhérence en mode I la plus répandue dans le monde industriel des systèmes revêtus. La conduite de l'essai est décrite dans les normes ASTM C633 ou ISO 14916 pour les revêtements thermiques [ASTM C633-13, 2017; ISO 14916, 2017]. Certaines normes sont spécifiques à la mesure de l'adhérence d'un revêtement comme l'ISO 13779-4 pour l'hydroxyapatite datant de 2002 et mise à jour en 2018 [ISO 13779-4, 2018]. Selon ces documents, l'échantillon doit être un plot revêtu encollé à chaud à un contre-plot de même nature que le substrat. Un schéma de l'assemblage est présenté en Figure I.12.

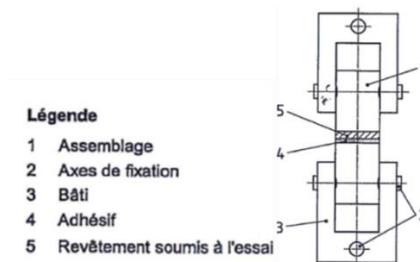


Figure I.12 : Schéma de l'assemblage pour l'essai de traction par plots collés [ISO 13779-4, 2002]

La traction est conduite à vitesse de déplacement constante en quasi-statique en mesurant la force au cours du temps. Lorsque la rupture intervient, la force limite, divisée par la surface de l'échantillon, permet le calcul de la contrainte à la rupture. En parallèle des normes ASTM et ISO, l'essai de traction par plots collés peut être conduit avec des configurations qui varient selon les formes d'échantillons et de contre-plots. Dans ce contexte, Pons a montré que le choix de la géométrie modifie le profil radial de contrainte et donc le lieu d'amorçage de la fissure comme le présente la Figure I.13 [Pons, 2016].

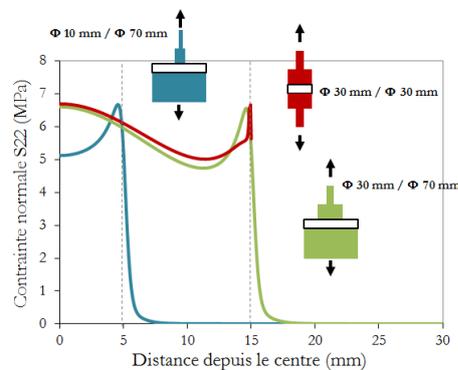


Figure I.13 : Profil de contrainte normale à l'interface pour différents essais plots collés [Pons, 2016]

Bien qu'il soit une référence, l'essai de traction par plots collés n'est pas exempt de défauts qui limitent la répétabilité des résultats ou la comparaison entre les laboratoires. Dès 1988, Rickerby évoque la nécessité d'un bon alignement pour diminuer la dispersion des mesures et la limite de mesure imposée par la contrainte à rupture de la colle ou sa pénétration dans le dépôt [Rickerby, 1988]. Le phénomène de pénétration de l'adhésif dans les dépôts poreux est souvent évoqué pour comprendre l'observation de ruptures mixtes (adhésives et cohésives) comme le cas présenté par Yang pour un système composé d'hydroxyapatite et de Ti6Al4V [Yang et al., 2007]. L'influence de la traversée de la colle dépend bien sûr de l'épaisseur de dépôt car elle peut atteindre l'interface s'il est trop fin. Mušálek a étudié ce phénomène pour diverses épaisseurs de dépôts céramiques (alumine) et métalliques (acier inoxydable AISI 410) [Mušálek et al., 2013]. Dans les deux cas, il montre que les résultats de contraintes à rupture mesurées par plots collés diminuent lorsque l'épaisseur augmente, plus marquée pour les dépôts céramiques. De plus, il suggère que les ruptures cohésives sont dues à des pénétrations de l'adhésif et considère les essais correspondants comme invalides. En effet, dans certains cas, l'observation de la surface de fissure au MEB a révélé des traces de colle sur le substrat

après l'essai de plot collé sans qu'elles ne puissent être décelées à l'œil nu. Il recommande donc une inspection précise, à échelle microscopique, pour garantir que la colle ne traverse pas le dépôt jusqu'à l'interface. D'autre part, il conseille une épaisseur de dépôt minimale (500 μm pour l'alumine) qui permet de s'affranchir de la pénétration de l'adhésif pour caractériser véritablement l'interface de ses systèmes. Malgré les défauts de l'essai, Berndt a relativisé la dispersion de l'essai en 1990 en mesurant un module de loi de Weibull faible (variant de 1,4 à 3,8) pour des résultats d'adhérence de revêtements d'alumine de différentes provenances [Berndt, 1990].

I.2.2.3 Essais d'indentation et de rayage (scratch-test)

L'indentation d'un revêtement permet d'évaluer certaines de ses propriétés grâce à des mesures de profondeur de pénétration, le suivi de la force mesurée ainsi que l'analyse géométrique de la trace. L'indentation, en coupe ou en surface, est une technique classique pour mesurer le module d'Young et de la dureté de dépôts métalliques [Maciejak, 2007] qui peut être appliquée à un revêtement céramique [Nohava et al., 2010]. Parmi les différents essais existants, deux méthodes sont fréquemment utilisées pour mesurer l'adhérence de revêtements. En surface, l'indentation à charge croissante, schématisé en Figure I.14a, identifie une force critique pour laquelle des fissures régulières apparaissent dans le revêtement. Une autre méthode, présentée en Figure I.14b, consiste à appliquer une charge sur une coupe transversale polie à l'interface des deux matériaux. En fonction du niveau de charge appliqué, une fissure à l'interface ou dans le dépôt peut être amorcée et se propager. La charge critique, la géométrie de la marque laissée par l'indenteur et le chargement associé permettent alors de calculer une ténacité d'interface apparente K_{ca} [Chicot and Tricoteaux, 2010].

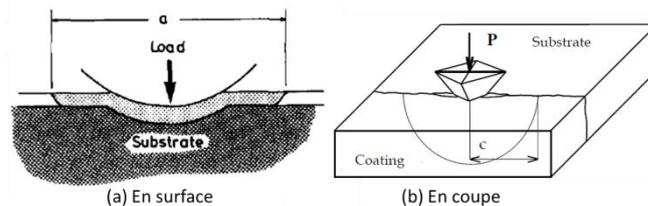


Figure I.14 : Schéma des techniques d'indentation pour la mesure de l'adhérence (a) en surface [Rickerby, 1988] et (b) en coupe [Chicot and Tricoteaux, 2010]

L'essai de rayage se rapproche de l'indentation en ajoutant un mouvement dans une direction en plus de la charge. L'essai en surface permet de caractériser un dépôt par des mesures acoustiques, un capteur de force tangentielle ou grâce à l'analyse du sillon. L'essai de rayure simple à force croissante est une méthode couramment utilisée pour mesurer l'adhérence de systèmes revêtus [Attar and Johannesson, 1996; Rickerby, 1988]. L'essai, schématisé en Figure I.15, permet de mesurer la charge critique qui entraîne la décohésion du dépôt. Les informations d'adhérence peuvent être extraites du sillon de rayure par observation lorsque la décohésion totale est facile à identifier comme le présente Quirama dans le cas de dépôt HAP sur Ti6Al4V [Quirama et al., 2017]. Des capteurs de force de frottement et d'émission acoustique sont souvent présents sur les machines de rayage et permettent aussi l'identification de la force critique menant à la décohésion. L'analyse du sillon laissé par la fissure permet de caractériser les modes de fissuration et de rupture comme le présente la Figure I.16.

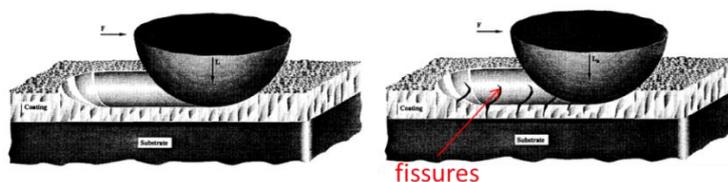


Figure I.15 : Schéma d'une technique de rayage à charge croissante pour la mesure de l'adhérence surface [Attar and Johannesson, 1996]

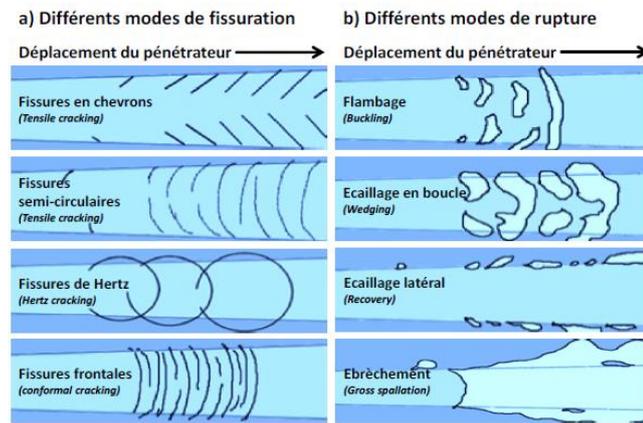


Figure I.16 : Modes d'endommagement d'un revêtement observés par scratch-test, a) les différents modes de fissuration et b) les différents modes de rupture [Kergourlay, 2016].

Comme pour l'indentation, des méthodes de rayage menées en coupe existent et renseignent sur l'adhérence d'un dépôt. Lopez et Nohava ont décrit une méthode de mesure de l'adhérence basée sur l'analyse du sillon formé par une rayure sur coupe enrobée et polie [Lopez et al., 1989; Nohava et al., 2010]. Ils montrent que la surface de cône projeté (voir Figure I.17b) est inversement proportionnelle au niveau d'adhérence en traction du dépôt. Serres applique cette méthode pour classer les niveaux d'adhérence de dépôts métalliques suivant les évolutions des surfaces de projection en fonction de charges appliquées [Serres et al., 2011]. Il distingue aussi les ruptures cohésives des dépôts des ruptures adhésives à l'interface. La norme ISO 27307 de 2015 décrit une méthode simplifiée de rayages successifs sur coupe avec des charges croissantes. Ce protocole ne nécessite pas l'identification de la surface de cône mais l'observation des fissures à l'interface et dans le dépôt après passage de l'indenteur pour différents charges appliquées. La répétition des rayures permet de quantifier les valeurs de forces critiques qui provoquent des ruptures adhésives et cohésives dans le système revêtu.

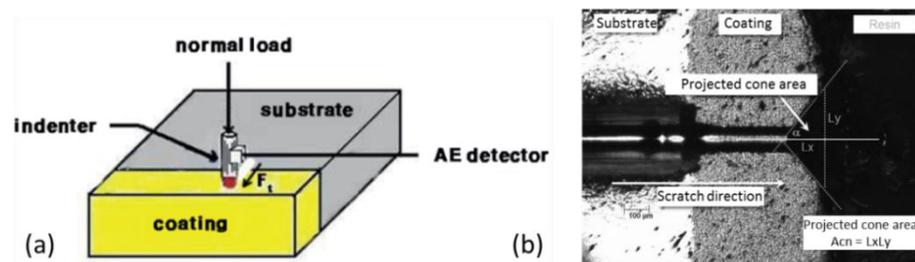


Figure I.17 : (a) Schéma de l'essai de rayage sur coupe enrobée polie [ISO 27307, 2015] (b) exemple de rayure sur un dépôt céramique (surface de cône projeté) [Nohava et al., 2010]

I.2.3 Adhérence des dépôts plasma d'hydroxyapatite

Parmi les caractéristiques importantes de la céramique, l'adhérence au substrat est primordiale pour assurer l'ostéointégration de la prothèse de façon pérenne. La mesure de l'adhérence de tels dépôts est donc une question clé de la validation d'un procédé industriel d'élaboration de prothèse. Ils doivent être en mesure de résister à l'environnement du corps humain, à la fatigue due aux mouvements articulaires et à l'usure. La méthode de dépôt par projection plasma couramment utilisée est peu onéreuse et rapide mais conduit à des dépôts d'adhérence relativement faibles, souvent inférieures à 25 MPa [Mohseni et al., 2014; Harun et al., 2018]. La mesure standard de l'adhérence est la contrainte à rupture obtenue avec l'essai de plots collés (cf. §1.2.2.2) mais l'essai de rayage est également couramment utilisé. Des méthodes alternatives sont aussi présentées comme l'essai mécanique sur éprouvettes plates de traction revêtu de HAP présenté par Remache [Remache et al., 2019] ou l'essai LASAT mené par Ichikawa par exemple [Ichikawa et al., 2007].

L'adhérence d'un dépôt d'hydroxyapatite, comme pour tous les revêtements céramiques plasma, dépend de beaucoup de critères liés au substrat ou au protocole de projection. Un des paramètres principaux est la rugosité du substrat qui permet l'ancrage mécanique de la particule sous forme de lamelle qui se loge dans les anfractuosités et se rétractent autour des protubérances du substrat. Man a travaillé sur des couches minces d'HAP sur substrat en titane et a montré que l'adhérence varie même pour des faibles variations de la rugosité (R_a compris entre 0,10 et 0,94 μm) comme le présente la Figure I.18.

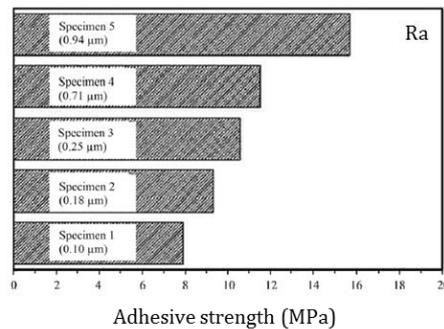


Figure I.18 : Influence de la rugosité sur la contrainte à rupture (plots collés) pour un système Ti/HAP [Man et al., 2009]

Les propriétés d'un dépôt d'hydroxyapatite dépendent aussi de son épaisseur qui, en plus de la température de substrat lors de la projection, influence les contraintes thermiques résiduelles présentes dans la céramique. L'état de contrainte en traction ou en compression du dépôt modifie son adhérence globale (cf. §I.1.2.3). Les coefficients de dilatation de l'hydroxyapatite et du Ti6Al4V, alliage fréquemment utilisé, valent respectivement $11,5 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ et $8,9 \cdot 10^{-6} K^{-1}$ et indiquent que des contraintes résiduelles en traction peuvent subsister dans le dépôt (voir Figure I.5). Néanmoins, la Figure I.19 extraite d'une étude d'un dépôt HAP (épaisseur 180 μm) sur Ti6Al4V, montre des contraintes résiduelles de compression inférieures à 25 MPa. Ces contraintes peuvent diminuer la valeur de la contrainte à rupture mesurée par plots collés. Plus généralement, des travaux ont montré que l'épaisseur de dépôt a tendance à diminuer la résistance à la traction et à la fatigue comme le présente la Figure I.20. De plus, les travaux de Yang et Chang ont dévoilé une dépendance de l'adhérence à la porosité du dépôt pour une même épaisseur. Cependant, une corrélation avec les contraintes résiduelles a écarté l'hypothèse d'une influence propre de la porosité sur les propriétés d'adhérence. Toutefois, il est à noter que dans le cas de dépôts poreux, les résultats de l'essai de plots collés peuvent être faussés par la pénétration de la colle dans le réseau de pores (cf. § I.2.2.2). L'adhérence mesurée pour les dépôts fins est alors davantage contrainte par la pénétration dans le dépôt.

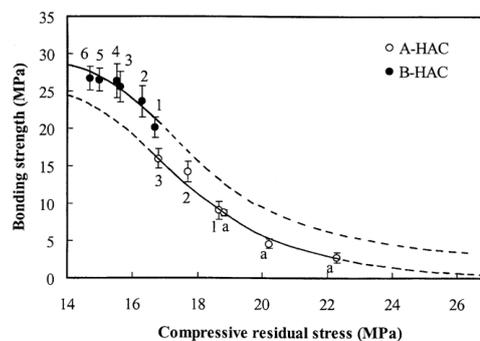


Figure I.19 : Mesure de l'adhérence en fonction des contraintes résiduelles de compression présentes dans le dépôt HAP (substrat Ti6Al4V) [Yang and Chang, 2003]

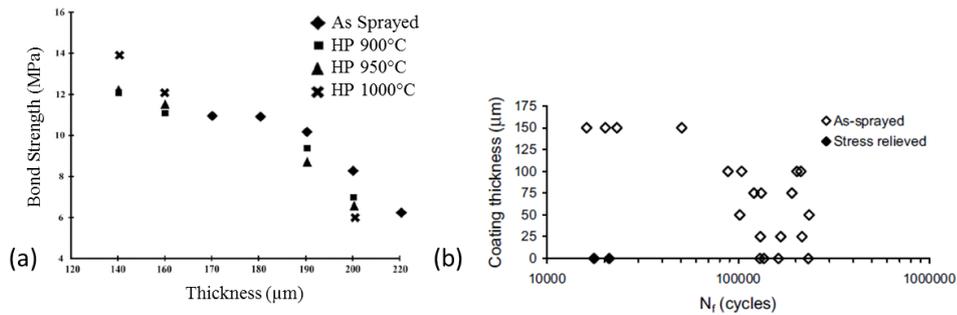


Figure I.20 : Influence de l'épaisseur sur (a) la résistance à la traction [Khor et al., 1997] et (b) la résistance à la fatigue pour un système Ti6Al4V/HAP [Lynn and DuQuesnay, 2002]

Il est possible d'améliorer l'adhérence d'un dépôt en ajoutant une sous-couche d'accroche mécanique ou chimique comme un oxyde (voir Figure I.21) [Kurzweg et al., 1998; Heimann, 2006]. L'oxyde agit comme couche isolante et ralentit le transfert de chaleur de la céramique vers le substrat permettant un refroidissement plus lent. Certains travaux évoquent aussi la projection d'une poudre composée d'hydroxyapatite et d'un autre élément comme du titane par exemple pour augmenter l'adhérence du dépôt en conservant les propriétés bioactives [Zheng et al., 2015].

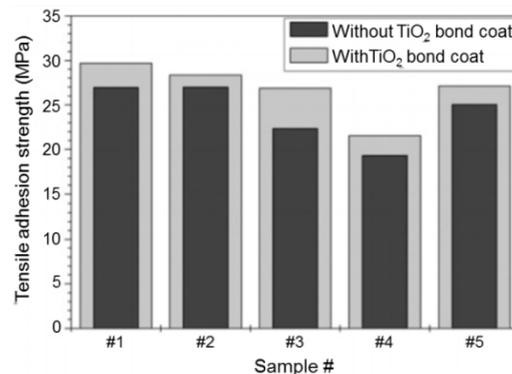


Figure I.21 : Influence de la présence d'une couche d'oxyde TiO₂ sur la valeur de la contrainte à rupture mesurée par plots collés, HAP sur Ti6Al4V [Harun et al., 2018]

Les paramètres décrits précédemment dépendent en partie des procédés de projection qui conduisent à des résultats mesurés par plots collés différents. Mohseni a regroupé des résultats issus de différents procédés de projection de l'hydroxyapatite (Figure I.22). Il montre une contrainte à rupture de 10 MPa pour la déposition par laser pulsé et jusqu'à 80 MPa dans le cas de la pulvérisation cathodique.

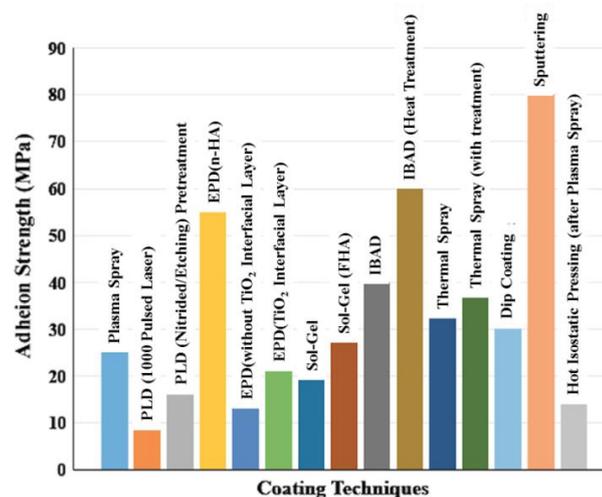


Figure I.22 : Contraintes d'adhérence mesurées par plots collés pour des dépôts HAP obtenus avec différentes techniques de déposition [Mohseni et al., 2014]

I.3 Ondes de choc générées par choc laser

I.3.1 Génération et propagation d'une onde de choc

I.3.1.1 Génération d'une onde de choc par laser

L'irradiation d'un matériau par un faisceau laser impulsionnel de faible durée, nanoseconde ou moins, et de forte énergie permet d'échauffer une fine épaisseur de peau en surface. La densité de puissance laser s'exprime en fonction de la surface S irradiée, de l'énergie E et de la durée à mi-hauteur du pulse τ (Full Width at Half Maximum):

$$\Phi(\text{GW}/\text{cm}^2) = \frac{E}{\tau S}$$

Pour des flux de l'ordre du kW/cm^2 , l'interaction laser-matière (ILM), décrite par Barradas, débute par l'**absorption** soit la réaction de la matière condensée aux ondes électromagnétiques. Elle est suivie par la transformation en chaleur par collisions, la **thermalisation**, et sa **conduction** dans le matériau [Barradas, 2004]. Pour des densités de puissance élevées (GW/cm^2), la conduction est entravée au profit d'une sublimation de la matière qui, vaporisée, continue à absorber l'énergie laser et se transforme en plasma. L'expansion rapide de ce plasma génère par réaction une onde de choc dans la cible. La Figure I.23 schématise le phénomène.

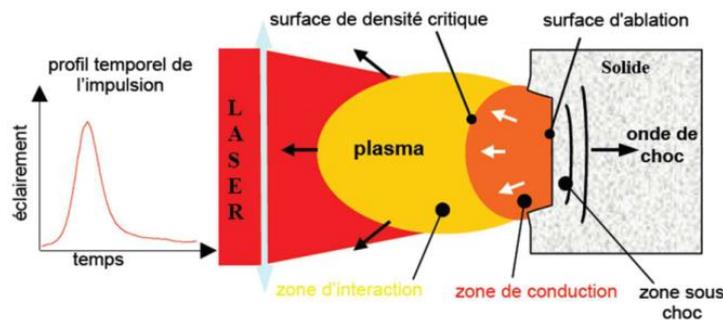


Figure I.23 : Schéma de la génération de l'onde de choc par laser impulsionnel [Arrigoni, 2004]

Le niveau de compression de l'onde de choc dépend de la densité de puissance laser initiale qui est limitée par l'environnement. Pour des flux supérieurs à $3 \text{ GW}/\text{cm}^2$, l'air absorbe une partie du rayonnement laser ce qui limite l'interaction avec la surface de la cible. Ce phénomène est appelé le claquage et limite les flux accessibles sous air mais peut être contourné par un travail sous vide. Par ailleurs, pour des lasers de puissance modérée, il est possible d'amplifier l'effet de choc en durée et en amplitude en utilisant un milieu de confinement transparent pour la longueur d'onde du laser schématisé en Figure I.24.

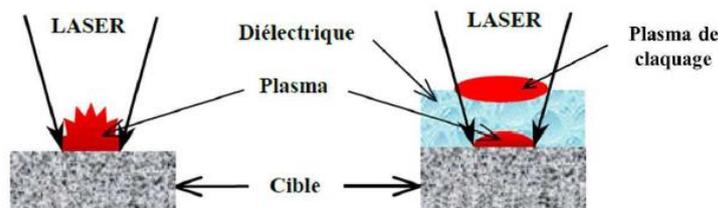


Figure I.24 : Schéma du choc laser en régime confiné [Sollier, Arnaud, 2002]

Différents matériaux ont été utilisés pour confiner l'expansion du plasma comme l'eau [Berthe et al., 1997], le verre [Fabbro et al., 1990; Radziejewska et al., 2020] ou des polymères pliables [Le Bras et al., 2019]. L'amplitude du chargement mécanique peut alors être multipliée par un facteur 5 à 10 et la durée d'impulsion par deux ou trois. En plus d'un milieu de confinement, il est possible d'augmenter la puissance de l'onde de choc en appliquant une peinture absorbante sur la surface [Fox, 1974]. Enfin,

pour protéger les surfaces de l'ablation laser ou lorsqu'elles ne s'y prêtent pas bien (rugosité, transparence, etc), il est possible d'utiliser un milieu d'impédance faible spécifique à l'ablation comme une bande adhésive noire par exemple [Peyre et al., 1998; Bégue, 2015].

I.3.1.2 Propagation de l'onde de choc et pression induite dans la cible

Une onde de choc peut être définie comme la propagation d'une discontinuité de pression dans un milieu sur des temps courts. L'état d'une portion du système est décrit par sa pression P , son énergie interne E et sa masse volumique ρ (ou son volume spécifique $V = 1/\rho$). La propagation d'une onde de choc dans un milieu change son état initial (P_0, E_0, ρ_0) pour un état sous choc (P_1, E_1, ρ_1) comme présenté en Figure I.25 [Arrigoni, 2008]. Le front de choc est supposé parfaitement raide (durée de montée quasiment nulle, front de choc plan et stable).

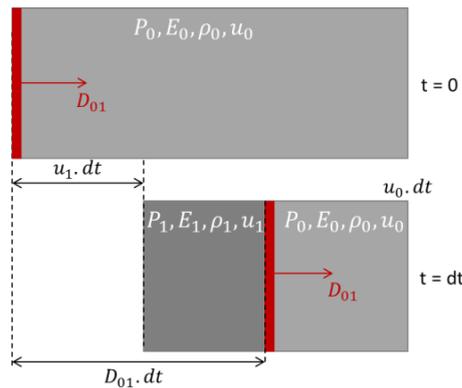


Figure I.25 : Schéma de propagation d'une onde de choc

En faisant l'hypothèse que le matériau sous choc puisse être considéré comme un fluide isotrope et homogène, on écrit les trois équations de conservation de la masse, de l'énergie et de la quantité de mouvement. Ces équations sont les Rankine-Hugoniot. On introduit D_{01} la vitesse de propagation de l'onde de choc pour passer de l'état 0 à 1 et u la vitesse matérielle absolue induite avec $u = u_1 - u_0$.

Conservation de la masse :

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

Conservation de l'énergie :

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

Conservation de la quantité de mouvement :

$$P_1 - P_0 = \rho_0(D_{01} - u_0)(u_1 - u_0)$$

De plus, les trois grandeurs P , V et E sont reliées pour chaque matériau par l'équation d'état de Mie-Grüneisen :

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

Avec Γ le coefficient de Grüneisen du milieu et $P_{réf}$ la pression et $E_{réf}$ l'énergie d'un état de référence donné. La célérité de l'onde de choc D peut être reliée à la vitesse matérielle u par la relation :

$$D = C_0 + S.u$$

Avec C_0 la célérité du son dans le matériau et S une constante propre au matériau.

Les cinq équations précédentes relient toutes les variables thermodynamiques (P , V et E) et cinétiques (D , u) et permettent d'extraire des relations deux à deux dont la représentation de Pression-Vitesse.

$$P - P_0 = \rho_0(C_0 + S.u)u$$

Le tracé relatif à cette relation est la polaire de choc (Figure I.26a) et représente l'ensemble des états (P,u) accessibles par le choc à partir d'un état de repos à pression ambiante. La droite de Rayleigh joint les états initial et final du choc. La pente de cette droite, notée Z est l'impédance de choc du milieu et vaut $Z = \rho_0 D$. Dans les études analytiques, l'approximation acoustique permet d'émettre l'hypothèse $Z = \rho_0 C_0$ afin de simplifier les calculs. La pression exprimée en fonction du volume, appelée courbe d'Hugoniot, est présentée en Figure I.26b et représente les états (P,V) accessibles par le choc. La pente de cette courbe, permet d'exprimer la vitesse de propagation des ondes de compression c :

$$c^2 = -V^2 \frac{\delta P}{\delta V}$$

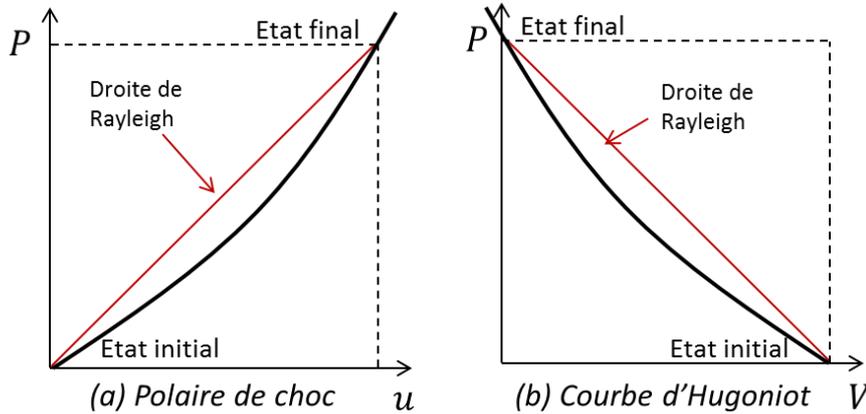


Figure I.26 : Courbe d'Hugoniot (P,V) et polaire de choc (P, u) calculé à partir des équations

Pour la majorité des matériaux, le terme $\frac{\delta P}{\delta V}$ est grand pour de faibles valeurs de V, donc la célérité de l'onde de compression augmente à mesure que le matériau est comprimé. De même, l'onde de détente s'étale au cours de la propagation rognant le front de choc comme on le voit sur la Figure I.27. Ce phénomène est l'atténuation hydrodynamique et peut limiter l'application du choc laser à des cibles épaisses.

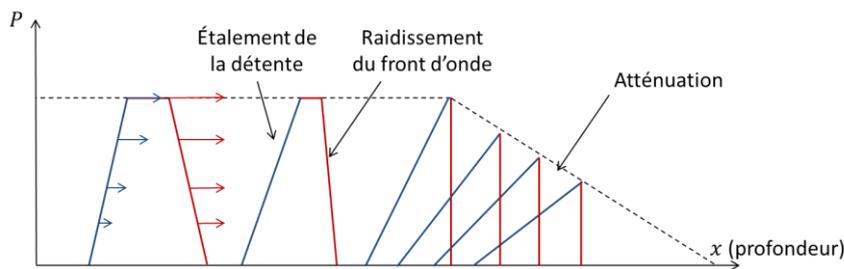


Figure I.27 : Schéma de l'amortissement hydrodynamique

1.3.1.3 Réflexion à la surface et effets de bord

a) Approche monodimensionnelle

Une analyse monodimensionnelle des phénomènes de propagation et réflexion des ondes dans une cible simple, schématisée en Figure I.28, permet de décrire l'apparition de contraintes en traction. Lorsque qu'une onde de choc atteint la surface (1) elle est réfléchiée en une onde de détente qui se propage en sens inverse pour obtenir une pression nulle en surface libre (2). L'onde de choc est toujours suivie par une détente qui permet de ramener le milieu à l'état de départ (0). Lorsque cette onde de détente rencontre la réflexion de l'onde de choc principale, la superposition des détentes conduit à une mise en traction du système (3). La contrainte en traction peut endommager la cible et entraîner un écaillage comme l'ont analysé Cottet et Boustie pour des cibles d'aluminium [Cottet and Boustie, 1989].

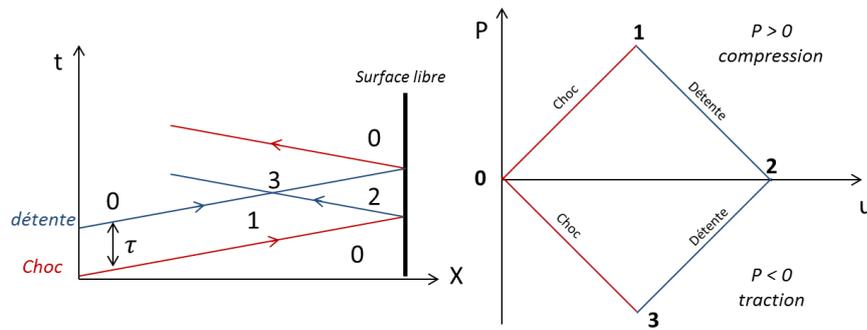


Figure I.28 : Schéma de réflexion à la surface libre et contraintes de traction induites

b) Effets de bord

La description du système sollicité en deux dimensions nécessite la prise en compte du diamètre de choc en plus de l'épaisseur du système pour comprendre les effets de bord spécifiques qui apparaissent et modifient le front d'onde et les lieux de traction. Ces phénomènes ont d'abord été évoqués par Bolis, Arrigoni et Barradas [Bolis et al., 2007] puis ont été analysés rigoureusement par Cuq-Lelandais dans sa thèse [Cuq-Lelandais, 2010]. Lors des premiers instants, un front d'onde de largeur égale au diamètre de choc est généré. Il est accompagné aux bords d'ondes sphériques dont les parties orientées vers le choc sont des détenteurs tandis que les parties extérieures induisent une compression, comme le front. La propagation de ces ondes a deux effets principaux, nommés effets bidimensionnels (effets de bord) par Lelandais et schématisés en Figure I.29a. Le premier est la réduction du diamètre de front accompagné de sa courbure aux extrémités [Cuq-Lelandais et al., 2009] et le second est une poche de traction appelée « traction 2D axiale » qui suit la propagation de l'onde de choc. Lorsque l'onde de choc principale est réfléchiée à la surface libre de la cible, elle devient une onde de détente et se propage en sens inverse. La superposition de l'onde principale avec la traction axiale 2D augmente localement le niveau de traction dans la cible. La localisation de la superposition diffère en fonction du diamètre et de l'épaisseur de cible. Pour une cible fine, un diamètre grand localise les effets de bord en périphérie (cas monodimensionnel) alors que pour une cible épaisse le même diamètre de choc les localise au centre. Les mêmes phénomènes sont observables lorsque le diamètre de choc D est modifié pour une même épaisseur L . Ces effets ont été mis en évidence lors de modélisations par Cuq-Lelandais et Boustie présentées en Figure I.29 (b). Par ailleurs, Rondepierre a récemment présenté un modèle pour lequel la détente du plasma (intensité et température) est aussi dépendante d'effets de bord similaires pour des diamètres submillimétriques [Rondepierre et al., 2021].

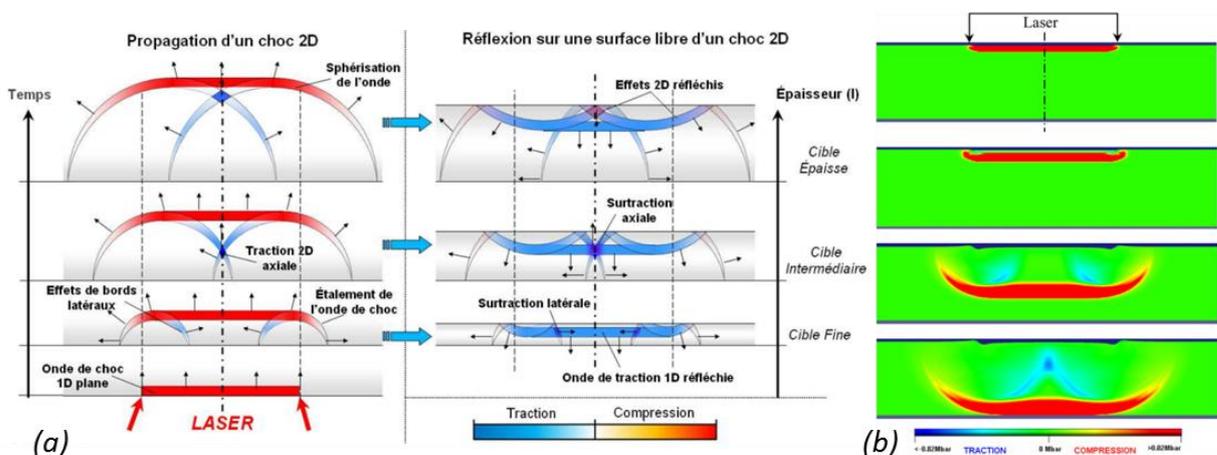


Figure I.29 : Propagation d'une onde de choc et apparition des effets « bidimensionnels » (a) schématisation [Cuq-Lelandais, 2010], (b) modélisation numérique [Boustie et al., 2007]

Cuq Lelandais a introduit le rapport géométrique $R_g = \frac{L}{d}$ qui permet de classer les configurations des effets 2D en trois catégories :

- Régime **quasi 1D**, $R_g < 0,25$: les sur-tractions sont localisées en bord de diamètre de choc, issues de la superposition des tractions de l'onde principale (1D) et les ondes sphériques (2D) ;
- Régime **2D**, $R_g > 0,65$: les ondes sphériques altèrent l'onde de choc en réduisant le diamètre pour obtenir un profil gaussien (2D);
- Régime **mixte**, $0,25 < R_g < 0,65$: cas intermédiaire entre les deux régimes 1D et 2D où les sur-tractions sont présentes au centre et en périphérie (1D+2D).

Ces différentes configurations entraînent des profils de contraintes radiaux avec des surintensités localisées au centre ou en périphérie selon le rapport R_g (voir Figure I.30).

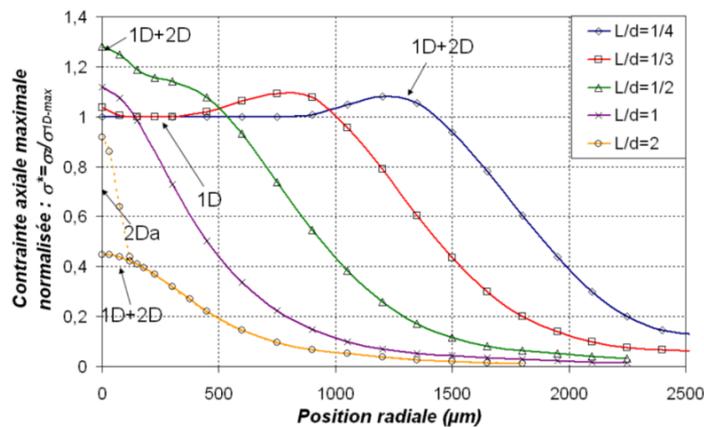


Figure I.30 : Profil radial des maxima de contraintes pour différents rapports $R_g = L/d$ (Aluminium ; $L=1\text{mm}$ Laser: LULI2000 ; $\tau=3\text{ns}$ et $P_{\text{max}}=0.5\text{Mbar}$) [Cuq-Lelandais, 2010]

Les travaux de modélisation numérique 3D réalisés par Cuenca ont récemment complété cette description bidimensionnelle par la mise en évidence d'une onde de cisaillement (S) en plus de l'onde principale (P) et de l'onde de détente issues des effets de bord (R) [Cuenca et al., 2020]. La Figure I.31 présente une modélisation de cibles de titane de 5 mm sollicitée par un choc de flux $F = 41 \text{ J/cm}^2$ avec un diamètre de 3 mm (Figure I.31a) et une superposition de la vitesse de surface modélisée avec le signal expérimental correspondant (Figure I.31b). On note une nette dissociation des ondes P et R par rapport à l'onde S dont le débouché intervient pour des temps supérieurs à $1,5 \mu\text{s}$. L'onde principale produit des pics de vitesses positives P et PPP après un aller-retour dans la cible. Les ondes R et S correspondent à des détentes dans la cible et conduisent à des vitesses négatives visibles sur le signal de vitesse. Comme la vitesse de l'onde S est moins élevée que les deux autres, la grande épaisseur de cible permet de bien séparer le passage en vitesses négatives causé par le cisaillement. Le rapport géométrique de l'expérience présenté vaut $R_g = 1,67$, le profil de contraintes maximales est donc gaussien avec une traction 2D axiale. Elle est temporellement très rapprochée de l'onde principale comme on le voit sur le signal de vitesse. La modélisation présente des valeurs de vitesses négatives proches de la surface initiale pour un temps de $0,5 \text{ ns}$ provoqué par l'onde S. Si la détente associée à ces vitesses est suffisamment élevée, elle peut conduire à une sollicitation en traction. On peut supposer que, dans certains cas, cette traction pourrait endommager la cible épaisse dès les premiers instants. Ces travaux tendent à recommander une simulation complexe (2D ou 3D) du choc laser pour tenir compte de tous les phénomènes de détente et donc de tractions potentielles.

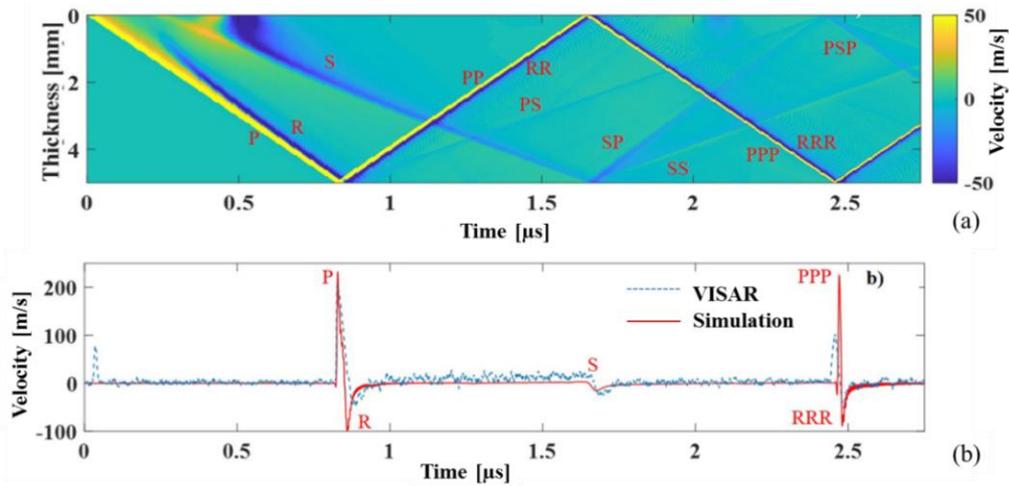


Figure I.31 : Etude des ondes principale (P), de détente due aux effets de bord (R) et de cisaillement (S), titane 5 mm, $F = 41 \text{ J/cm}^2$, $\varnothing_{\text{choc}} = 3\text{mm}$ (a) numérique (b) VISAR [Cuenca et al., 2020]

I.3.1.4 Caractérisation des ondes de choc

La description analytique permet de comprendre les phénomènes de propagation et de réflexion mais la caractérisation complète des ondes de choc requiert la modélisation numérique du phénomène calibrée par des mesures expérimentales *in situ*. En plus des paramètres de choc laser (durée et énergie du pulse et diamètre) il est possible de mesurer la pression en surface libre par jauge EMV ou PVDF [Cottet and Boustie, 1989] mais aussi la vitesse du point matériel avec le VISAR. Ces données expérimentales ont permis de construire des modèles numériques et d'extraire les valeurs de contraintes (compression/traction) pour les différentes applications du choc laser.

a) Velocity Interferometer System for Any Reflector (VISAR)

L'essai de choc laser n'autorise pas l'accès à de nombreuses valeurs *in situ* mais les mesures expérimentales de vitesse de surface libre permettent de décrire la pression engendrée par l'onde de choc. Le diagnostic VISAR (Velocity Interferometer System for Any Reflector) a été présenté par Barker dans les années 70 [Barker and Hollenbach, 1972] puis a été utilisé depuis dans des travaux sur les ondes de choc pour la caractérisation de la génération et de la propagation des ondes [Tollier and Fabbro, 1998; Peyre et al., 1998]. La Figure I.32 présente une modélisation mise en parallèle de la mesure VISAR pour comprendre les phénomènes à l'origine de la forme du signal expérimental.

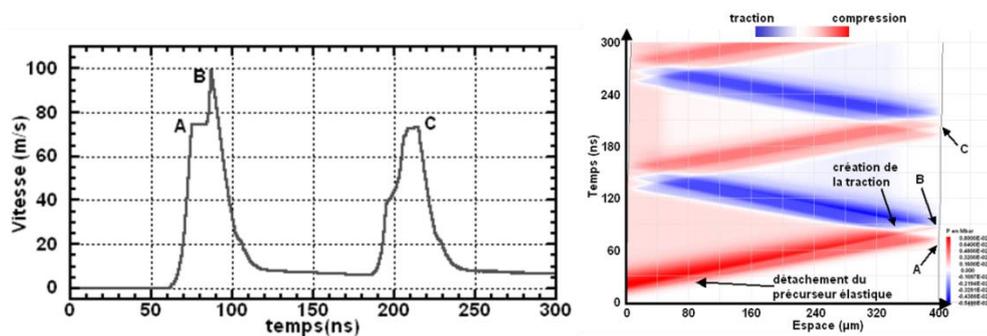


Figure I.32 : Exploitation d'un signal VISAR et lien avec le diagramme (X,t) [Bolis, 2004]

La mesure directe d'un essai VISAR est la vitesse d'un point matériel situé sur la surface opposée au choc laser au cours du temps. Le signal obtenu comporte différentes informations (A, B, C). Le précurseur élastique est un décrochage du signal lors de la première accélération (point A) et correspond à la limite élastique d'Hugoniot (HEL). Cette limite s'exprime à partir de la limite d'élasticité Y_0 et du coefficient de Poisson ν : $\sigma_{HEL} = Y_0 \frac{1-\nu}{1-2\nu}$

La vitesse maximale correspond à la valeur de vitesse du premier pic (point B) et sert à la calibration de la pression d'entrée de la modélisation. La forme globale du signal est liée au confinement utilisé qui modifie la durée totale de chargement. Le point C permet de vérifier la valeur de la vitesse de l'onde dans le système. Ces données sont utiles à la bonne calibration des données matériaux.

Les effets de bord, présentés en partie I.3.1.3b, conduisent à une signature spécifique dans les signaux VISAR comme présenté dans la Figure I.33. Lorsque l'onde sphérique atteint le point de mesure, au centre de la tache focale laser, une décélération est observée sur le signal jusqu'à ce qu'il présente des valeurs négatives propres aux ondes de détente.

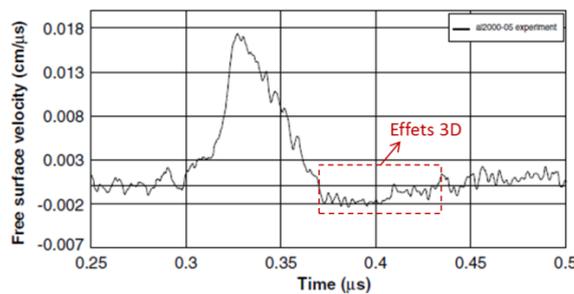


Figure I.33 : Signature des effets de bord dans un signal de vitesse VISAR, cible de 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}} = 4$ mm [Boustie et al., 2007]

b) Modélisation des ondes de choc

La modélisation des ondes de choc créées par choc laser permet d'analyser leurs propagations dans les systèmes ainsi que l'extraction des valeurs de contraintes en tout point. Des codes de calcul ont été mis au point pour reproduire la génération de l'onde de choc à partir du plasma. Par exemple le code **FILM**, a été créé par Jean Virmont et utilisé par Devaux pour reproduire l'interaction laser-matière [Devaux et al., 1991]. Plus tard le code monodimensionnel **ESTHER** a été conçu par le CEA (Commissariat à l'énergie atomique et aux énergies alternatives) pour les régimes confinés [Colombier et al., 2005]. Une fois la pression générée à l'entrée de la cible, la transmission et la propagation des ondes sont modélisées par différents logiciels selon les cas. Le code **HUGO** créé par Bolis [Bolis, 2004] est une simulation analytique de la propagation des ondes qui calcule les vitesses matérielles et les niveaux de pression en fonction de la configuration du système. Il permet de générer des outils comme les diagrammes de marche (X,t) ou les diagrammes de pression-vitesse (P,u) avec pour seules données d'entrée la célérité de l'onde dans le matériau C_0 et sa densité ρ_0 selon une hypothèse d'approximation acoustique. Le code **SHYLAC** (Simulation HYdrodynamique LAgrangienne de Choc) est une modélisation monodimensionnelle des systèmes intégrant une équation d'état de Mie-Grüneisen qui permet l'extraction de valeurs précises de contraintes, d'énergie ou de vitesse.

La modélisation bidimensionnelle des systèmes peut être conduite avec des logiciels commerciaux tels que **Radioss**, développé par Altair ou **Abaqus®/Explicit**, développé par Simulia ou encore **LS-DYNA**, progiciel développé par Livermore Software Technology. Ces codes de calcul permettent aussi l'intégration de loi de comportement pour modéliser les matériaux des systèmes et extraire les contraintes. Ainsi il est possible de choisir des comportements élastiques purs, hydrodynamiques avec l'équation d'état ou en prenant en compte les effets viscoplastiques et la température avec les équations de Johnson-Cook [Johnson and Cook, 1983] ou de Steinberg-Cochran-Guinan [Steinberg et al., 1980]. La complexification des modèles a permis la prise en compte des effets supplémentaires comme la porosité ou la rugosité de surface et d'interface étudiées par Arrigoni et Bolis [Arrigoni, 2004; Bolis, 2004].

La pression en entrée de cible est modélisée avec des paramètres temporels, spatiaux et d'intensité présentés dans la Figure I.34 pour deux installations laser différentes. Le profil temporel permet de rendre compte de la durée d'impulsion laser, mesurable par des photodiodes rapides, mais aussi du

milieu de confinement du plasma par la durée à mi-hauteur et de l'étalement du profil. Le profil spatial de pression modélise la tache focale du laser pour un diamètre donné. Le plus souvent de forme top-hat ou gaussien, il se compose d'un plateau normalisé à 1 et d'une diminution de la valeur jusqu'à 0. La raideur de la pente de diminution du profil est spécifique au laser et peut être aussi fonction du diamètre de choc. Le profil peut être construit par morceaux comme l'a choisi Courapied dans sa thèse [Courapied, 2016] ou par une fonction mathématique comme le profil défini par Fabre (sigmoïde) [Fabre, 2013] avec un paramètre λ qui permet de jouer sur la raideur du profil. Enfin, l'intensité de pression à l'entrée de la cible est définie en fonction d'une courbe d'étalonnage construite à partir des vitesses maximales de signaux VISAR expérimentaux et des reproductions numériques associées. Ainsi, la densité de puissance laser (GW/cm^2) est convertie en pression d'entrée initiale (GPa). Les deux premiers profils étant normalisés à 1, la valeur de la pression est gouvernée par l'intensité choisie avec la courbe d'étalonnage.

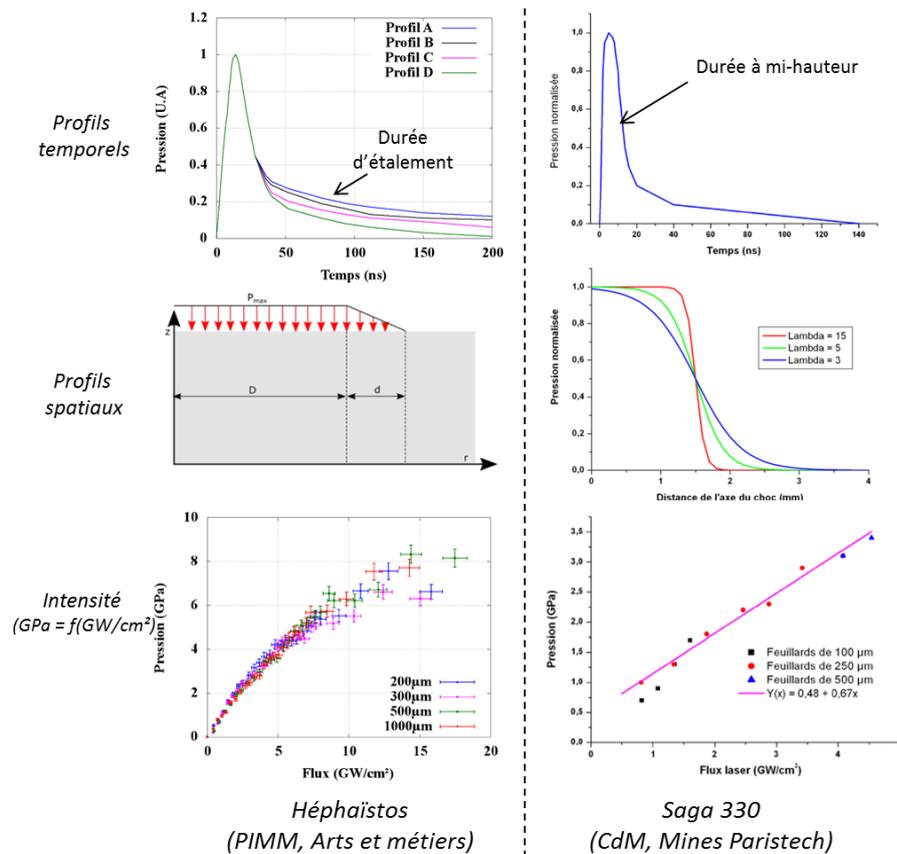


Figure I.34 : Choix de modélisation de la pression d'entrée (profils temporels, spatiaux et intensité) pour deux installations laser, Héphaïstos [Fabre, 2013] et Saga 330 [Courapied, 2016]

I.3.2 Ondes de choc dans les systèmes revêtus

Après l'étude de la génération et la propagation des ondes de choc dans des cibles simples, l'analyse des ondes dans les systèmes revêtus permet la compréhension des mécanismes conduisant aux décohésions du dépôt et donc aux mesures d'adhérence. La première mention de la technologie est un brevet déposé par Anderholm et Goodman en 1970 [Anderholm and Goodman, 1970]. Ensuite, les premières applications du choc laser pour mesurer l'adhérence de revêtements ont été publiées dans les années 70 par Vossen [Vossen, 1978] puis concernaient des couches minces métalliques [Gupta and Yuan, 1993] et céramiques comme la silice [Gupta et al., 1990]. Dans les années 2000, Arrigoni, Barradas et Bolis ont étudié les ondes de chocs sur des systèmes revêtus métalliques dans le but d'appliquer un essai d'adhérence [Arrigoni, 2004; Barradas, 2004; Bolis, 2004] en parallèle à d'autres travaux sur des céramiques comme ceux de Kobayashi avec la zircone [Kobayashi et al., 2004]. Les

ondes de choc ont aussi été appliquées à des systèmes constitués de matériaux biocompatibles comme l'hydroxyapatite pour mesure l'adhérence [van Dijk et al., 1998; Ichikawa et al., 2007; Boileau et al., 2005].

1.3.2.1 Transmission et réflexion à l'interface

On considère deux milieux solides A et B en contact et au repos (P_0, u_0 , Figure I.35). Une onde de choc se propage dans le milieu A vers l'interface (P_1, u_1). Lorsque l'onde traverse l'interface, les conditions d'équilibre y imposent $P_A = P_B$ et $u_A = u_B$ et conduisent à un troisième état (P_2, u_2). Ainsi une onde de choc est transmise dans le milieu B et une onde (choc ou détente) est réfléchiée vers le milieu A.

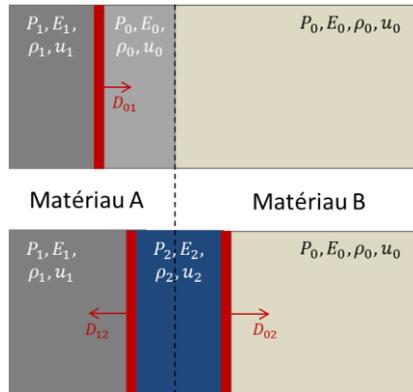


Figure I.35 : Schéma de propagation d'une onde pour un bi-matériau

La nature de l'onde qui se propage dans le milieu A dépend du rapport d'impédance Z entre les deux matériaux. L'étude des polaires de choc des deux matériaux permet de déterminer la nature de l'onde. Comme on le voit sur la Figure I.36, si l'impédance du milieu A est supérieure à celle du milieu B ($Z_A > Z_B$) l'onde réfléchiée est une onde de détente ($P_1 > P_2$). Si l'impédance de A est inférieure ($Z_A < Z_B$), l'onde réfléchiée est une onde de choc ($P_1 < P_2$).

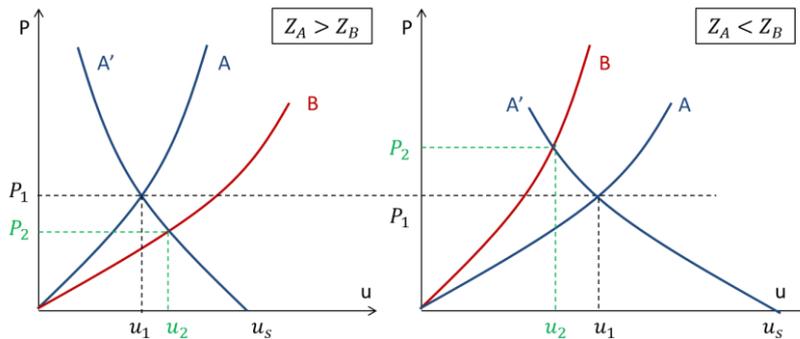


Figure I.36 : Schéma de polaires de choc pour l'étude de l'onde réfléchiée en fonction du rapport des impédances d'un système revêtu (choc ou détente)

Lorsque le milieu B est un gaz ou le vide, la transmission de l'onde est négligeable et la polaire de B est assimilable à l'axe des abscisses ($P=0$). L'onde est donc intégralement réfléchiée dans A pour obtenir une pression nulle à l'interface ou à la surface libre. La valeur de la vitesse de la surface u_s est mesurable à l'intersection entre l'axe des abscisses et A' avec $u_s = 2u_1$. Ainsi, la mesure de la vitesse en surface libre permet de connaître la vitesse de propagation et donc, avec les polaires de choc, la pression induite qui constituent des données de base pour la calibration des modèles numériques.

1.3.2.2 Contraintes de traction dans les systèmes bi-matériau

a) Diagrammes d'étude pour localiser la traction

Les phénomènes de réflexion et transmission des ondes dépendent des matériaux (Z) et modifient les niveaux et la localisation des contraintes de compression et de traction dans les systèmes revêtus.

Pour une cible simple, la traction est obtenue lorsque l'onde principale se réfléchit à la surface libre et croise la détente qui suit le choc (cf. §I.3.1.3). Dans le cas de systèmes revêtus, la propagation des ondes est plus complexe. L'analyse par diagrammes (X,t) permet de mettre en évidence les niveaux de pression dans les systèmes en fonction du temps et de la profondeur. Boustie a analysé les lieux de contraintes de compression et de traction avant d'appliquer les chocs pour différentes configurations de tir avec des chocs du côté substrat ou du côté revêtement [Boustie et al., 1998]. Ensuite, les travaux de Bolis ont constitué une base de données analytique presque exhaustive de diagrammes (X,t) en fonction des matériaux. Un extrait de cette base de données est représenté en Figure I.37 pour des rapports d'impédance différents. Le maximum de contrainte peut être localisé et mis en lien avec l'endommagement potentiel du système (ruptures adhésive et cohésive du dépôt ou du substrat). Ces diagrammes permettent aussi d'étudier l'influence de la durée du pulse laser τ qui sépare l'onde de choc et l'onde de détente qui la suit. L'étude de la durée du pulse peut permettre de prédire les comportements en lien avec l'épaisseur de cible comme montré par Boustie [Boustie et al., 2000] puis exploité par Bolis dans sa thèse .

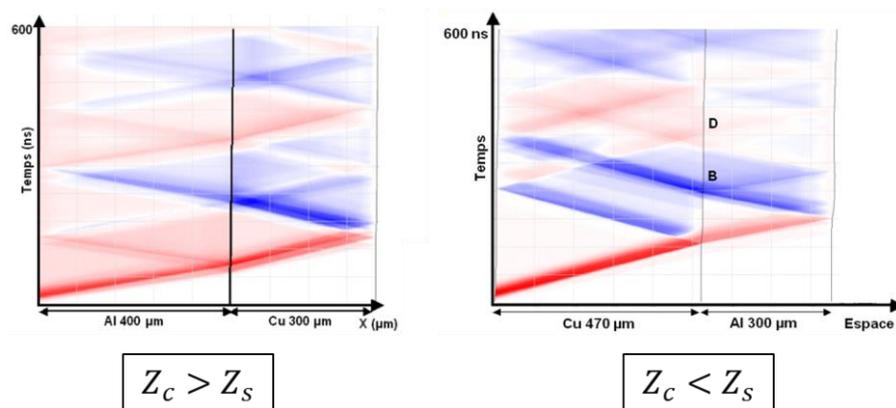


Figure I.37 : Diagramme (X,t) pour des systèmes revêtus en fonction des matériaux [Bolis, 2004].

b) Effets de bord et contraintes dans les systèmes revêtus

Les effets de bord dus au chargement initial présentés en partie I.3.2.2b modifient les lieux de tractions pour des cibles simples comme pour les systèmes revêtus. Ainsi le choix du diamètre de choc en relation avec l'épaisseur du système conditionne le profil de contrainte à l'interface comme l'a présenté Fabre dans sa thèse [Fabre, 2013]. La Figure I.38 présente ce phénomène pour des diamètres de 1 à 6 mm et une cible de 2,4 mm d'épaisseur.

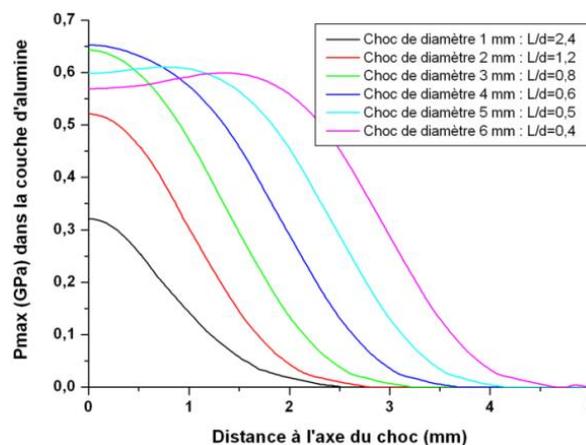


Figure I.38 : Influence du diamètre de choc sur la contrainte à l'interface pour un système revêtu (AM1 2,2 mm ; alumine 1 µm ; zircone 170 µm) [Fabre, 2013]

Les modélisations numériques bidimensionnelles permettent de déterminer le lieu supposé d'amorçage de la fissure en localisant les maxima de contrainte comme le montre la Figure I.39.

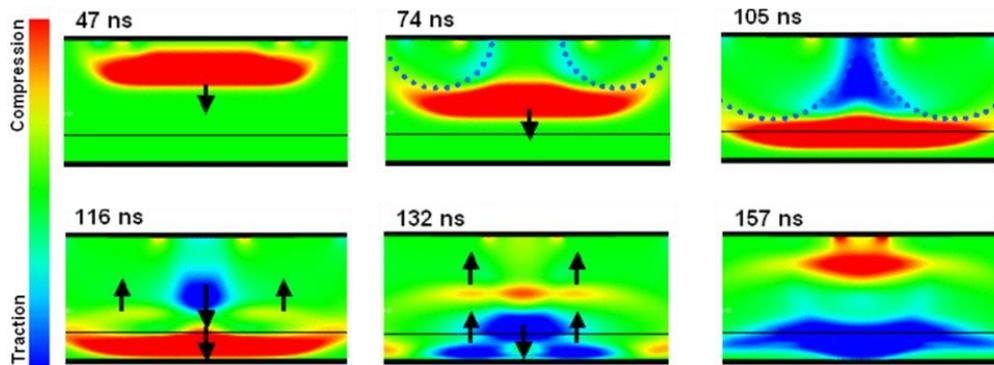


Figure I.39 : Mise en évidence des effets de bord par la modélisation numérique d'une cible Al 530 μm /Cu 130 μm , chargement LALP 1 GPa sur une tache de 1 mm de diamètre [Bolis, 2004]

c) Influence de la rugosité à l'interface

La rugosité à l'interface peut se traduire par des surfaces plus ou moins obliques qui influencent la propagation des ondes de choc. La direction et l'angle de la rugosité influencent fortement les niveaux de traction à l'interface. Pour étudier ce phénomène, Arrigoni a travaillé sur un système Al/Cu avec une rugosité d'interface en dent de scie [Arrigoni, 2004]. Il a montré que cette géométrie entraîne une concentration locale des contraintes de traction sur le profil de plus longue pente et conduit à une mixité modale à l'interface (mode I et II). En parallèle, Bolis a étudié l'influence des rugosités d'interface et de surface avec des profils moins marqués [Bolis, 2004]. Il s'est intéressé à plusieurs cas comportant des vallées et des pics plus ou moins amplifiés pour représenter la rugosité (Figure I.40). Il note aussi que les rugosités avec l'angle dans le substrat modifient davantage le niveau de traction. Dans le cas d'une rugosité induite par sablage ($R_a = 5,15 \mu\text{m}$), Bolis montre la présence de maxima locaux de traction variant entre 140 et 160 % pour des diamètres de choc de 1 à 2 mm. Il suggère alors que ces surintensités sont à l'origine de l'amorçage d'une fissure à l'interface.

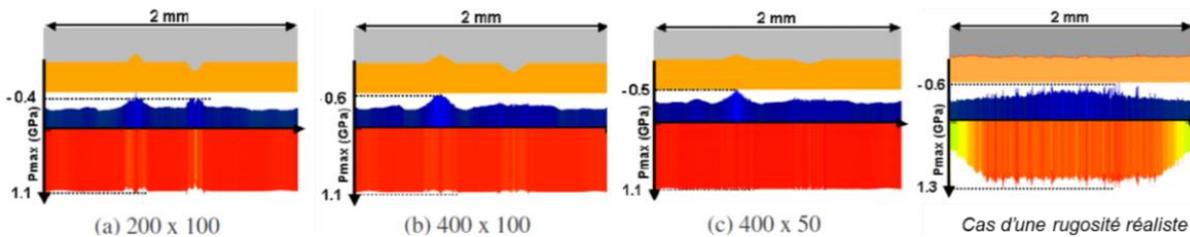


Figure I.40 : Influence de la rugosité d'interface sur la propagation des ondes pour un chargement à 1,1 GPa (nomenclature : base \times hauteur) [Bolis, 2004]

Plus récemment, Courapied et Kromer ont analysé les ondes de choc dans le cas de substrats texturés par laser selon plusieurs motifs [Courapied, 2016; Kromer, 2016]. Des extraits de ces travaux sont rassemblés dans la Figure I.41. Des modélisations numériques ont permis d'étudier l'influence de la texturation sur la propagation de l'onde et les concentrations de contraintes (Figure I.41b). Courapied observe la formation de zones de traction à l'endroit où le substrat n'est pas structuré et explique ce phénomène par la différence d'impédance entre les matériaux (304L/BT). Ses résultats suggèrent que la rupture du dépôt ne se fait pas dans les sillons du motif mais à la surface plane ce qui est confirmé par des vues en coupe (Figure I.41a). Finalement Courapied estime que l'erreur commise sur la contrainte seuil mesurée par choc laser est de $\pm 10\%$ si un tel motif de rugosité n'est pas pris en compte.

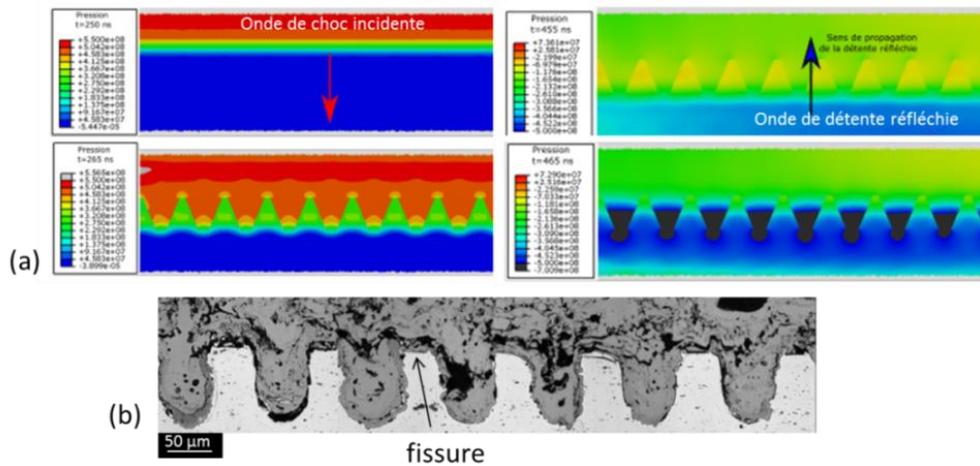


Figure I.41 : Onde de choc dans les systèmes Al/Ni-Al texturés par laser, (a) modélisation d'un système simplifié [Courapied, 2016] (b) vue en coupe après essai LASAT [Kromer et al., 2015]

Travaillant avec Courapied sur ce type de dépôts, Kromer a étudié la fissuration à l'interface et dans le dépôt de ces systèmes à rugosité d'interface très marquée. Il mesure l'angle entre l'interface horizontale et la pente de la rugosité et montre qu'il existe une valeur critique qui permet de définir le mode de rupture. Lorsque cette valeur dépasse ce seuil, la fissure bifurque dans la céramique au lieu de se propager à l'interface. Grâce à l'étude du ratio des énergies de rupture en mode I pur de l'interface G_{IC} et du dépôt G_{CC} , Kromer obtient une valeur de l'angle critique de 70° . Les observations de la Figure I.42 confirment ce résultat avec une rupture adhésive pour un angle de 60° et cohésive pour un angle de 75° .

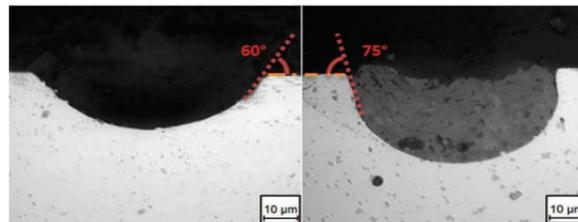


Figure I.42 : Influence de l'angle de la rugosité sur le mode de rupture : adhésive (60°) et cohésive (75°), vu en coupe de système YSZ/AM1, substrat texturés par laser [Kromer, 2016]

I.3.2.3 Endommagement du système revêtu

a) Etude analytique de la propagation avec endommagement

Les contraintes de traction dans un système revêtu peuvent entraîner une rupture adhésive (à l'interface) ou cohésive (dans le dépôt ou le substrat). La présence d'une fissure modifie la propagation des ondes car elle équivaut à une lame d'air d'impédance négligeable et empêche la bonne transmission d'un milieu à l'autre. Les études analytiques des systèmes en fonction des épaisseurs et des matériaux (Z) permettent de prévoir la propagation des ondes et les pressions induites comme l'a résumé De Rességuier avec l'étude de ruptures adhésives pour des chocs face substrat [de Rességuier, 2018]. La Figure I.43 décrit, à travers des diagrammes (X,t) et (P,u) schématiques, l'historique de la propagation des ondes et les pressions associées. Dans le cas présenté, l'onde de choc se propage dans un état (1) et la transmission à l'interface diminue la pression jusqu'à un état (2). L'onde de choc est ensuite réfléchiée en onde de détente (4) et induit le niveau de traction maximale (5) qui peut conduire à une décohésion. Si le dépôt se désolidarise du substrat, des réflexions supplémentaires se propagent vers la surface libre (6) et induisent des pics successifs sur le signal de vitesse. Sur le diagramme de la Figure I.43b, les points (4) et (7) correspondent aux rebonds dans le dépôt provoqués par la décohésion. La différence de vitesse entre ces deux points est notée Δu .

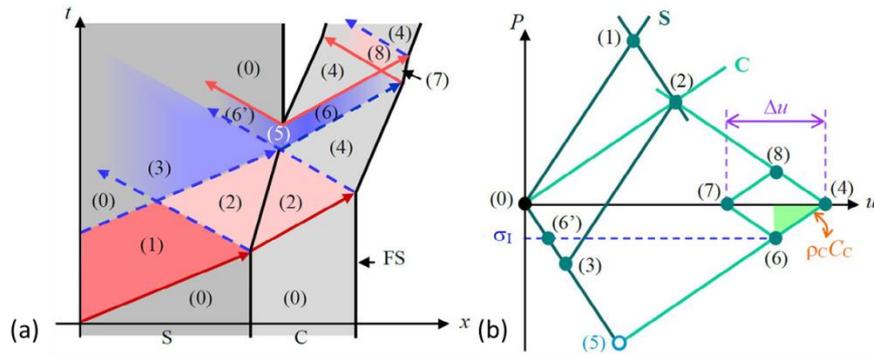


Figure I.43 : Cas idéal d'un chargement de pression, schématisé par des diagrammes (X,t) et (P,u) pour un système $Z_c < Z_s$ (a) diagramme (X,t), (b) diagramme (P,u) [de Rességuier, 2018]

Les réflexions propres à la rupture peuvent donc être détectées en mesurant la vitesse en surface libre par VISAR. Des pics de vitesse rapprochés apparaissent lorsque le seuil d'adhérence est dépassé mais que l'écaille ne s'est pas envolée. En plus de détecter la décohésion, les travaux antérieurs de Novikov repris par Antoun ont montré que la contrainte à l'interface pouvait être approchée à partir de la différence de vitesse Δu par la formule [Novikov, 1966; Antoun et al., 2003]:

$$\sigma_{exp} = \frac{1}{2} C_0 \rho_0 \Delta u$$

Avec C_0 la vitesse du son dans le matériau, ρ_0 la densité et Δu défini comme la différence entre la valeur maximale de vitesse et le plateau après le premier pic pour un tir ayant entraîné une décohésion. Il est à noter que cette approche n'intègre pas les aspects concernant le mode de rupture ou la longueur de la fissure qui témoignent du mécanisme de fissuration complet dans le bilan mécanique à réaliser. Courapied a montré que la méthode est applicable à des dépôts céramiques comme le présente la Figure I.44 [Courapied et al., 2016].

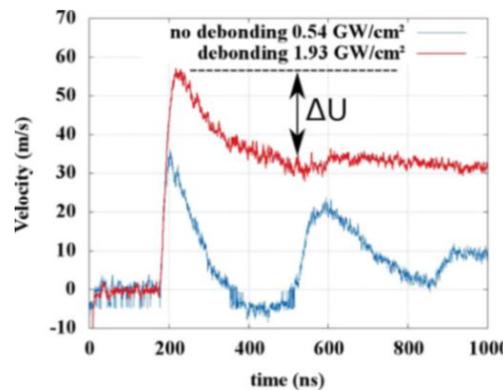


Figure I.44 : Exemple de signaux de vitesse avec et sans rupture adhésive pour calculer la contrainte à rupture [Courapied et al., 2016]

b) Critère de modélisation pour l'endommagement

La prise en compte de l'endommagement dans les modèles numériques est donc importante pour la description des phénomènes de propagation d'onde et pour la mesure des contraintes. Plusieurs modèles existent pour décrire les ruptures à l'interface avec différents niveaux de complexité. Pour simuler la présence d'air ou de vide lors d'une fissuration fragile, un simple critère **Cut-Off** peut être utilisé mais il ne prend pas en compte le caractère dynamique de l'endommagement. Ce critère est simple à mettre en place en modélisation et a été utilisé comme première approche dans des travaux sur le choc laser [Barradas et al., 2005; Bolis et al., 2007] :

$$\begin{cases} \sigma < \sigma_{seuil} \rightarrow tenue \\ \sigma > \sigma_{seuil} \rightarrow rupture \end{cases}$$

Le critère empirique de **Tuler-Butcher** repose sur une approche énergétique de la fissuration. Il permet de modéliser un endommagement cumulatif en intégrant les contraintes en fonction du temps [Tuler and Butcher, 1968]. Avec ce critère, plus le niveau de traction est élevé, plus la fissuration apparaît rapidement. On considère qu'une rupture survient lorsque l'intégrale I dépasse une valeur K :

$$I = \int (\sigma - \sigma_{seuil})^A dt > K$$

Les paramètres K, A et σ_{seuil} sont propres à chaque système. Ce critère a été choisi par Tollier pour décrire les ruptures observées après des chocs laser sur des feuillards de Ti6Al4V [Tollier et al., 1994]

Le critère de **Kanel** décrit l'évolution du volume de vide dans le matériau au cours du temps [Kanel et al., 1983]. Il permet de prendre en compte l'ouverture (traction $P < 0$) et la fermeture (compression $P > 0$) des vides en plus de la fracture complète. Ce modèle a été privilégié par Bolis pour la modélisation de l'endommagement dans sa thèse [Bolis, 2004]. L'équation cinétique reliant le taux d'accroissement du volume de vide à la contrainte et aux vides déjà présents est la suivante :

$$\begin{cases} \text{Si } |\sigma| < \sigma_{seuil} : \frac{dV_t}{dt} = -k \cdot \text{signe}(P) (|\sigma| - \sigma_{seuil}) (V_t + V_{t1}) \\ \text{Si } |\sigma| > \sigma_{seuil} : \frac{dV_t}{dt} = 0 \end{cases} \quad \text{Avec } \sigma_{seuil} = \sigma_{seuil}^0 \frac{V_{t1}}{V_t + V_{t1}}$$

Les paramètres k , σ_{seuil}^0 et V_{t1} sont des données propres à chaque matériau :

- k : coefficient multiplicateur qui permet de faire intervenir la viscosité du matériau ;
- V_{t1} : valeur critique de V_t . Lorsque $V_t \gg V_{t1}$, la variation du volume devient exponentielle ;
- σ_{seuil}^0 : tension seuil pour laquelle l'endommagement débute avec la création de vides.

La modélisation de la rupture finale est assurée par un dernier paramètre V_{idmax} . Lorsque $V_t > V_{idmax}$, le critère n'est plus calculé, la matière est considérée comme rompue.

La modélisation des ruptures cohésives de la céramique peuvent être conduites selon plusieurs modèles rassemblés par Zinsner dans sa thèse [Zinsner, 2014]. Par exemple, le modèle de Johnson et Holmquist, très utilisé, décrit le comportement du matériau pour des conditions de pression et de vitesses extrêmes. Néanmoins, il ne permet pas l'assemblage des fragments et ne distingue pas les nuances microstructurales de la céramique. Dans son étude Zinsner préconise le modèle de Denoual Forquin et Hild (DFH) qui se base sur l'amorçage de fissure à partir de défauts critiques du matériau décrit avec une loi de Weibull.

I.4 Mesure de l'adhérence de dépôts céramiques par essai LASAT

I.4.1 Méthode d'essai LASAT

I.4.1.1 Principe général et configurations de tir

La méthode LASAT (Laser Shock Adhesion Test), utilise le choc laser pour induire des ondes de choc et solliciter les systèmes revêtus en traction pour mesurer l'adhérence. En 2011, Berthe a synthétisé divers travaux qui ont permis de mieux comprendre l'essai LASAT et assurer sa fiabilité [Berthe et al., 2011]. L'essai LASAT est une méthode alternative pour mesurer l'adhérence des systèmes revêtus déjà évoquée par Boileau et Bossi comme solution industrielle [Boileau et al., 2005; Bossi et al., 2009]. L'essai a été développé selon plusieurs variations et appliqué à des systèmes constitués de métaux, de céramiques ou de composites. La durée d'un essai est courte, la zone testée est de quelques mm^2 et une intégration à une ligne d'assemble est envisageable. Les différents points abordés précédemment permettent de comprendre la propagation des ondes avec les effets de bord pour mesurer précisément les contraintes et faire de l'essai de choc laser une alternative aux essais conventionnels (cf. §I.2.2). La première partie de l'essai est une campagne expérimentale constituée de chocs laser à densités de puissance croissantes pour déterminer un seuil de rupture (GW/cm^2) ou étudier l'évolution des tailles

de fissure. La configuration classique de l'essai LASAT est une série de tirs laser sur la surface du substrat mais il peut aussi être conduit en configuration de tir face céramique. Ce type d'essai permet d'envisager des essais sur produits finis mais doivent être étudiés en amont car ils modifient les lieux de contraintes de traction maximale. Afin de faciliter la génération de l'onde de choc et de protéger la surface du dépôt, un milieu ablateur absorbant peut être utilisé pour la création du plasma. Bégué a étudié l'ensemble de ces cas dans sa thèse sur des céramiques utilisées comme barrières thermiques avec une bande adhésive noire en PVC comme milieu ablateur et de l'eau ou du scotch comme milieu de confinement [Bégué, 2015]. Les différentes configurations de tir qu'il a étudiées sont représentées dans la Figure I.45.

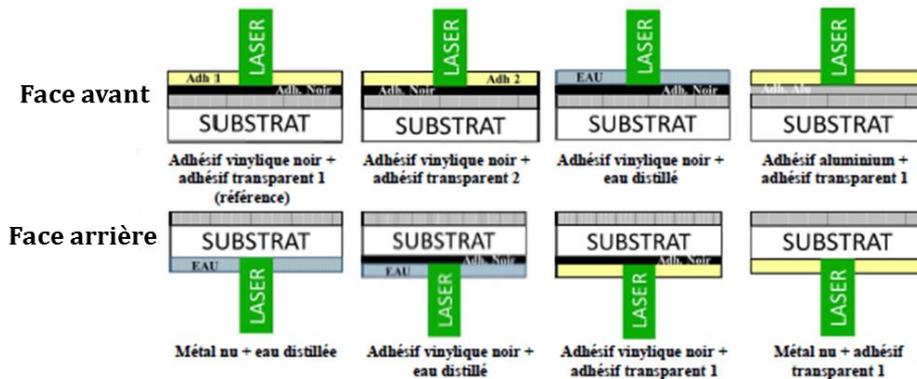


Figure I.45 : Configuration d'essai LASAT face revêtement et face substrat avec milieux de confinement (eau/scotch) et ablateur (ruban adhésif noir), [Bégué, 2015]

D'autres méthodes alternatives pour la génération de l'onde ont été investiguées en fonction des cas de la littérature. Arrigoni a proposé une méthode détournée du LASAT baptisée Flyer Laser Shock Adhesion Test (F-LASAT) applicable aux cibles épaisses [Arrigoni, 2004; Boustie et al., 2006]. L'ablation est effectuée sur un feuillard métallique proche du système d'intérêt et l'accélération induite dans le feuillard est convertie en énergie mécanique lors de l'impact avec la cible puis en onde de choc. Dans le but de mieux contrôler la localisation du maximum de traction dans l'épaisseur de la cible et de viser l'interface, des méthodes à doubles impulsions ont été proposées par Ecault dans sa thèse centrée sur des cibles composites pour ensuite être brevetées [Ecault, 2013; Boustie et al., 2014]. Deux méthodes sont schématisées sur la Figure I.46 avec des diagrammes (X,t) qui mettent en évidence les lieux de concentrations de contraintes.

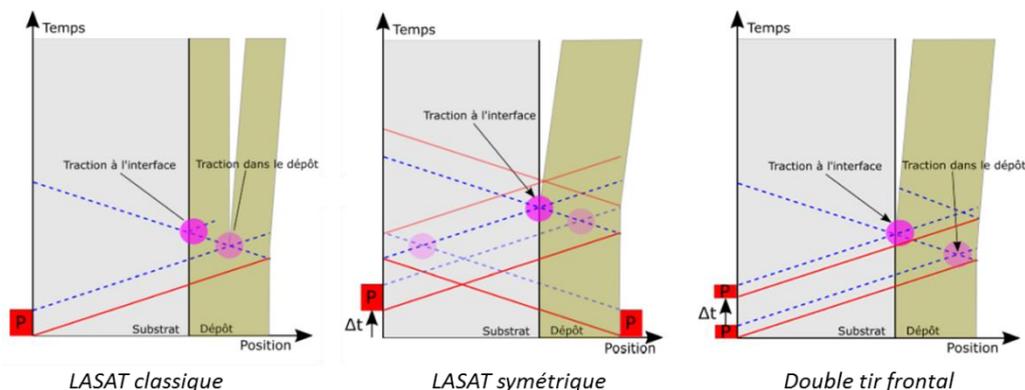


Figure I.46 : Configurations d'essai LASAT à deux impulsions [Courapied et al., 2016]

La première méthode est le double tir frontal qui consiste à effectuer deux chocs successifs sur la même surface et qui a été développée par Courapied (2 ns de décalage) sur des cibles à substrats texturés [Courapied et al., 2016]. La seconde méthode est le LASAT symétrique (S-LASAT) où deux chocs sont effectués de chaque côté de la cible, synchronisés ou décalés dans le temps. La méthode a été mise en œuvre par Sagnard pour des systèmes composites [Sagnard et al., 2019].

I.4.1.2 Protocoles expérimentaux pour la mesure de l'adhérence de dépôts céramiques

Plusieurs méthodes ont été utilisées au cours des différents travaux qui utilisaient l'essai LASAT pour classer les adhérences de différents échantillons ou pour mesurer la contrainte menant à la rupture d'un dépôt. Cette partie rassemble des protocoles expérimentaux qui ont été mis en place pour mesurer la contrainte seuil de dépôt céramiques.

a) Contrainte à rupture par mesure de la vitesse

Une méthode direct de calcul de la contrainte selon une approximation acoustique est décrite en partie I.3.2.3a et utilise le signal de vitesse correspondant à une décohésion. Cette méthode nécessite un équipement supplémentaire de mesure de la vitesse comme le VISAR par exemple. Elle a été appliquée dans de nombreux travaux sur des cibles métalliques [Bolis et al., 2007] ou céramiques [van Dijk et al., 1998; Courapied et al., 2016]. Les signaux de vitesse servent aussi à la calibration de données pour la modélisation numérique des ondes de choc dans la cible grâce à la reproduction des vitesses expérimentales. Une fois la simulation calibrée, les contraintes à l'interface peuvent, être extraites à l'interface pour les différentes conditions de choc par exemple. Kobayashi se sert du VISAR pour étalonner la contrainte à la surface libre du substrat nu en fonction de la densité de puissance laser. Il utilise ensuite une modélisation numérique du système pour extraire la contrainte à l'interface substrat/zircone afin de s'affranchir de la mesure de la vitesse de surface libre de son dépôt [Kobayashi et al., 2004].

b) Seuil d'adhérence laser et contrainte à l'interface

Le seuil directement mesuré par l'essai LASAT est la densité de puissance laser (GW/cm^2) correspondant à la première décohésion détectée par mesure de vitesse, vue en coupe ou par des contrôles non destructifs. Cette méthode permet de classer l'adhérence de plusieurs systèmes. Boileau et Ichikawa l'ont appliquée pour étudier l'adhérence de revêtements d'hydroxyapatite par LASAT (substrat Ti6Al4V) [Boileau et al., 2005; Ichikawa et al., 2007]. Boileau a mesuré un seuil laser d'adhérence avec un diagnostic par VISAR de $0,56 \text{ GW}/\text{cm}^2$ pour une épaisseur de céramique de $130 \mu\text{m}$ et un diamètre de choc de $3,5 \text{ mm}$. Ichikawa a étudié l'effet de la rugosité ainsi que des paramètres de projection APS sur l'adhérence et a mesuré des seuils compris entre $0,10$ et $0,55 \text{ GW}/\text{cm}^2$ en utilisant un diagnostic visuel et des vues en coupe. Dans la continuité des travaux de Boileau, une procédure expérimentale a été proposée par Bansard et Guipont sur des dépôts HAP pour mesurer précisément le seuil d'adhérence avec un diagnostic visuel basé sur le phénomène de la tache blanche (cf. §I.4.3.1) [Bansard et al., 2006; Guipont et al., 2010]. La Figure I.47 présente un exemple de seuil mesuré sur trois plaquettes de Ti6Al4V revêtues d'hydroxyapatite.

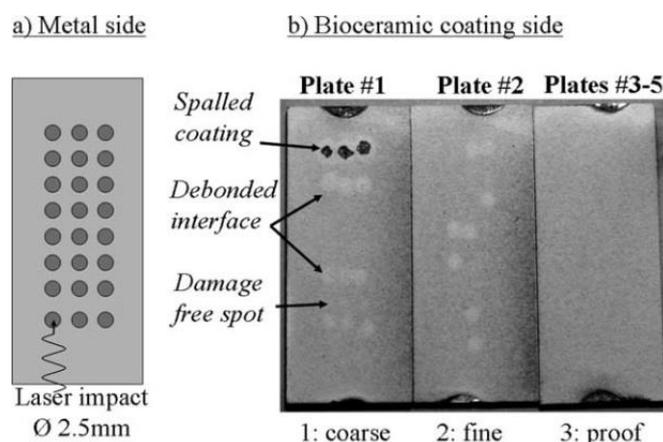


Figure I.47 : Essai LASAT avec la méthode du seuil appliquée à des dépôts HAP [Guipont et al., 2010]

Une grande plage de densité de flux permet d'identifier grossièrement le seuil qui est ensuite approché plus précisément en diminuant le pas de densité entre chaque tir. Guipont définit le critère de validation de l'essai LASAT par la méthode du seuil comme une série de tirs (21 dans l'exemple) de densités de puissance 10 % inférieures au seuil pour lesquelles trois décohésions sont détectées au maximum sur chaque échantillon [Guipont et al., 2010]. Sur la première (1) on voit douze ruptures, sur la suivante (2) huit ruptures sont relevées et aucune n'est présente sur la dernière (3).

La modélisation numérique des systèmes revêtus sollicités par l'essai LASAT sert à compléter la méthode du seuil avec l'extraction des valeurs de contraintes à l'interface correspondant. En associant les données d'adhérence observées et mesurées pendant l'essai, il est possible de traduire un seuil d'adhérence laser (GW/cm^2) en une contrainte à rupture à l'interface (GPa). Néanmoins, le caractère dynamique de l'essai LASAT empêche la comparaison directe avec les mesures obtenues à partir d'essais conventionnels en quasi-statique comme la traction sur plots collés qui seront systématiquement plus faibles [Arrigoni et al., 2006].

c) Méthode LASAT 2D : suivi de l'évolution des tailles de fissures

La méthode LASAT 2D est un protocole d'essai qui suit l'évolution de la taille des fissures en fonction de la densité de puissance. Elle a été ébauchée par Cuq Lelandais [Cuq-Lelandais, 2010] puis développée par Fabre en choc face métal et par Bégué en choc face céramique sur des barrières thermiques EBPVD [Fabre, 2013; Bégué, 2015]. Sapardanis a utilisé cette méthode sur des dépôts d'alumine APS pour évaluer l'influence de l'état de l'interface sur l'adhérence [Sapardanis, 2016]. Récemment, Maurel l'a utilisée comme méthode de suivi lors de travaux sur des cycles thermiques menés sur des barrières thermiques [Maurel et al., 2019].

Pour chaque densité de puissance de choc laser, le profil de contrainte associé peut être extrait à l'interface grâce à une modélisation numérique calibrée pour reproduire les mêmes conditions. Lorsque la densité de puissance augmente, la contrainte à l'interface augmente aussi. Soit un seuil d'adhérence σ_{adh} en GPa, si la contrainte à l'interface est supérieure à cette limite, l'interface cède et une fissure est observée. Un critère de « cut-Off » permet d'extraire le rayon de décohésion qui est l'intersection du seuil d'adhérence avec le profil de contrainte comme schématisé en Figure I.48. Si des échantillons 1 et 2 n'ont pas le même niveau d'adhérence alors il est possible de les classer l'un par rapport à l'autre à l'aide de la position du seuil et des tailles de fissure (courbes LASAT 2D).

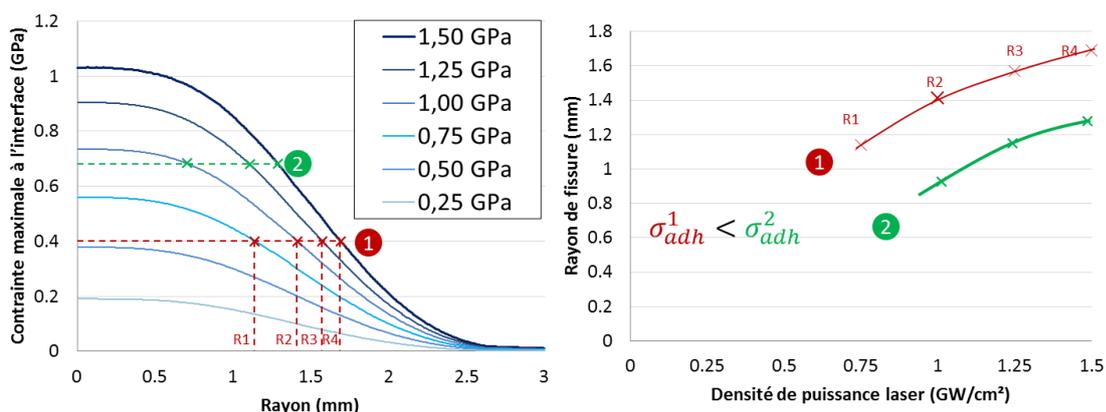


Figure I.48 : Méthode LASAT 2D : lien entre contraintes et tailles de fissure[Fabre et al., 2013]

Cette méthode permet de générer des abaques de courbes LASAT 2D pour des seuils d'adhérence théoriques à partir des données de contraintes à l'interface $\sigma_{22} = f(R)$ pour plusieurs niveaux de densité de puissance (GW/cm^2). Les rayons obtenus sont ensuite transposés pour l'établissement de courbes LASAT simulées qui peuvent être mises sous la forme d'abaques d'iso-valeurs de contrainte à rupture pour un système et un diamètre de choc donnés. La Figure I.49 présente une superposition des courbes LASAT expérimentales avec des abaques numériques qui ont permis l'identification du

niveau d'adhérence. Sapardanis a utilisé cette méthode pour mesurer l'adhérence de dépôts d'alumine pour différents états de surface [Sapardanis et al., 2017]. La prise en compte de l'endommagement dans la modélisation n'est pas nécessaire pour générer des abaques.

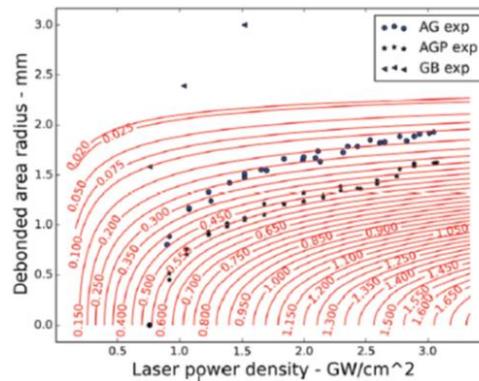


Figure I.49 : Superposition de courbes LASAT 2D expérimentales et d'abaques de courbes simulées pour différents niveaux d'adhérence [Sapardanis et al., 2017]

L'analyse de la fissuration peut aussi permettre d'accéder à d'autres valeurs communes entre l'essai LASAT et les autres essais mécaniques conventionnels. Arrigoni propose une approche énergétique fondée sur les caractéristiques laser et la taille de fissure en utilisant la modélisation d'un choc menant à une décohésion pour calculer son énergie mécanique [Arrigoni et al., 2006]. Il obtient alors une énergie correspondant à l'amorçage et à la propagation de la fissure qui est proche de celles calculées pour des essais de traction par plots collés et de gonflement pour les mêmes systèmes.

I.4.2 Types de faciès de ruptures

Le choc laser permet de solliciter un système revêtu avec une contrainte en traction qui peut entraîner une délamination à l'interface [Gupta et al., 1990] ou une rupture interne du dépôt [Boustie et al., 2002]. La relaxation des contraintes résiduelles dans le dépôt peut conduire au cloquage du revêtement après choc laser, identifiable en coupe et en vue de dessus [Ikeda et al., 2006]. La vue en coupe des faciès de rupture est la seule méthode qui permet de statuer sur le mode de fissuration du système (adhésif, cohésif, mixte, autre). Différents types de faciès de rupture étudiés dans la littérature sont présentés en Figure I.50.

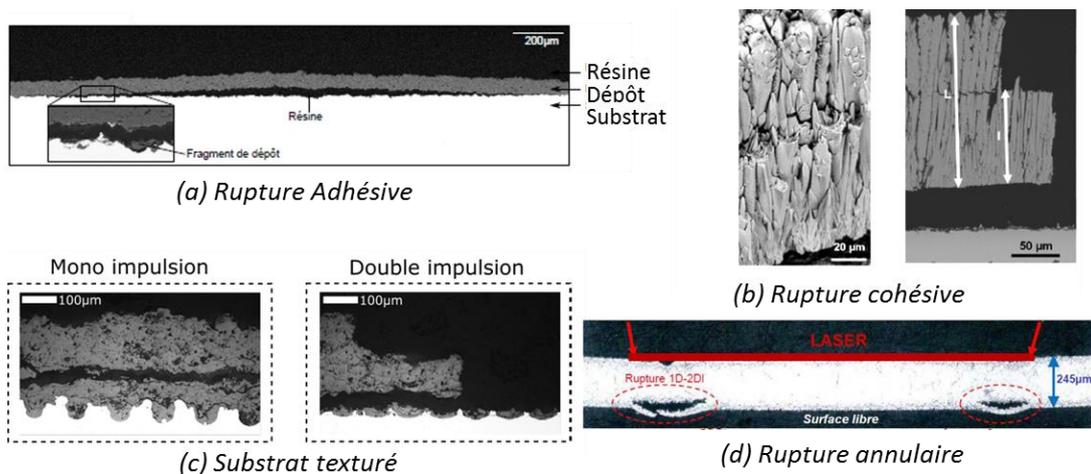


Figure I.50 : (a) Rupture adhésive [Sapardanis et al., 2017], (b) Rupture cohésive [Bégué, 2015], (c) Ruptures pour interface texturée [Courapied, 2016], (d) Rupture annulaire [Cuq-Lelandais, 2010]

Le cas (a) présente une rupture adhésive visible à l'interface ainsi qu'un cloquage du dépôt inhérent à la relaxation des contraintes visualisée par Sapardanis sur des revêtements d'alumine [Sapardanis et al., 2017]. Parfois, les conditions de choc laser conduisent à une concentration de contraintes en

traction dans le dépôt (cf. §I.3.2.3a) qui peut rompre de manière cohésive (b) comme le présente Bégué pour des dépôts en zircone yttrée [Bégué, 2015]. L'étude de l'essai LASAT dans le cas d'interfaces texturées menée par Courapied a conduit à des ruptures cohésives dans sa configuration classique et quasi adhésives en double impulsion (c) [Courapied, 2016]. Enfin, les effets de bord présentés en I.3.1.3b et en I.3.2.2b peuvent être responsables de fissures localisées en bord de tache focale (d) comme a pu l'observer Cuq-Lelandais [Cuq-Lelandais, 2010].

I.4.3 Diagnostics de décohésion en vue de dessus

Les décohésions dans les systèmes revêtus obtenus par projection plasma font l'objet de nombreux travaux visant à mettre au point des méthodes de diagnostic non destructives pour les détecter et les mesurer [Chen, 2011]. L'essai LASAT reposant sur la création d'un défaut à l'interface d'un système revêtu pour une densité de puissance donnée, les mêmes diagnostics ont été associés au choc laser. Le mode de fissuration, adhésif ou cohésif, ne peut être étudié avec les méthodes de diagnostic en vue de dessus mais une fois le mode de rupture établi par les vues en coupe, l'essai LASAT peut être mené avec des méthodes de diagnostic non destructives. Avec la méthode du seuil (cf. §I.4.1.2b), la détection de la première fissure nécessite une résolution importante de l'image pour identifier le plus petit diamètre de décohésion. La méthode LASAT 2D (cf. §I.4.1.2c) requiert une bonne résolution spatiale afin de mesurer les diamètres de fissure pour des densités de puissance supérieures au seuil d'adhérence.

Les méthodes de diagnostic de décohésion sont nombreuses, à commencer par la détection VISAR qui permet de calculer la contrainte directement (cf. §I.3.2.3a). La piezospectroscopie photoluminescente est une méthode de mesure des contraintes dans les barrières thermiques basée sur la fluorescence des ions Cr excités. L'analyse spectroscopique, utilisée par Fabre, permet de cartographier l'échantillon mais la méthode n'est pas applicable à tous les systèmes [Fabre et al., 2012]. L'émission d'ondes acoustiques dans les systèmes est une méthode classique pour détecter la présence d'un défaut [Sezer et al., 2006] tout comme l'utilisation d'ultrasons sur des barrières thermiques [Chen et al., 2019] ou dans des composites [Ecault, 2013]. Watanabe a présenté une technique de scan laser basée sur des ondes ultrasonores pour détecter et mesurer la décohésion en 2D ou en 3D [Watanabe et al., 2016]. Les diagnostics sont parfois associés pour obtenir davantage d'informations comme avec l'émission acoustique et la thermographie [Nies et al., 2012]. Les méthodes de détection optique (œil nu), de thermographie infrarouge et de profilométrie optique sont décrites dans les paragraphes ci-dessous.

I.4.3.1 Diagnostic optique par la tache blanche

Le diagnostic optique est le plus simple à mettre en place lors d'un essai LASAT et consiste à inspecter à l'œil nu la surface de la cible. Lorsque les propriétés optiques du dépôt le permettent, la décohésion apparaît sous la forme d'une tache blanche. Ce phénomène a été observé pour des dépôts d'hydroxyapatite dans les travaux de Boileau puis Bansard qui ont utilisé l'essai LASAT pour évaluer leur seuil d'adhérence [Boileau et al., 2005; Bansard et al., 2006]. Guipont a ensuite relié la tache blanche en surface à la présence d'une fissure à l'interface grâce à des coupes métallographiques [Guipont et al., 2010]. Les travaux de Fabre ont étendu l'observation de la tache blanche à des barrières thermiques faites en zircone yttrée (EB-PVD) [Fabre, 2013]. Il s'est intéressé précisément aux origines optiques du phénomène pour comprendre l'influence d'une fissure sur la propagation des ondes lumineuses (transmission, réflexion, Figure I.51a). Grâce à des mesures optiques, il a démontré que la présence d'une lame d'air (jusqu'à 1 μm observé) modifie localement la réflectance du dépôt (Figure I.51b). L'observation directe de la tache blanche par optique lui a ensuite permis de suivre l'évolution des tailles de fissure engendrées par le choc laser dans ses systèmes (Figure I.51c) pour appliquer la méthode LASAT 2D (cf. §I.4.1.2c). Lorsque le matériau s'y prête, le diagnostic optique par

la tache blanche est une méthode simple et rapide pour la détection et la mesure des fissures. Cependant, le contraste de l'image obtenue est dépendant des propriétés de transmission et de diffusion de la lumière dans le revêtement. Dès lors, l'efficacité de la technique dépend de l'épaisseur et de la microstructure du dépôt ainsi que son état de surface.

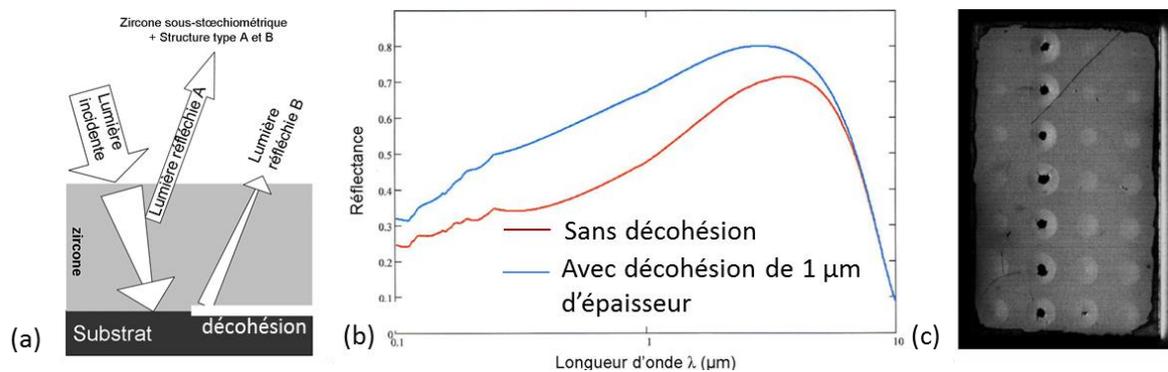


Figure I.51 : Phénomène de la tache blanche inhérent à la décohésion (a) schématisation (b) mesure de réflectance (zone saine, zone fissurée), (c) vue de dessus contrastée [Fabre, 2013]

La forme des fissures est identifiable par le diagnostic optique en vue de dessus. Fabre a observé des fissures circulaires classiques, mais aussi des fissures toriques pour des diamètres de choc supérieurs à 5 mm (Figure I.52). Ces dernières décohésions sont des signatures des effets de bord présentés en partie I.3.2.2b et peuvent être rapprochées à la fissure vue en coupe de la Figure I.50d. De plus, l'optique permet de distinguer l'écaillage de la céramique (interne ou à l'interface) par différence de contraste.

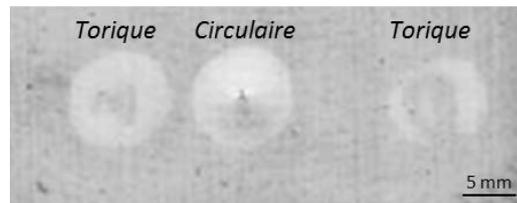


Figure I.52 : Fissures circulaires et toriques observées par optique (zirconium yttrifié) [Fabre, 2013]

I.4.3.2 Thermographie infrarouge

Le transfert de chaleur dans un système revêtu est dépendant de la conduction dans les matériaux ainsi que le rayonnement émis vers l'extérieur. La thermographie infrarouge est une méthode non destructive utilisée pour détecter la présence de défauts dans des matériaux massifs ou des systèmes multicouches. Ces défauts sont des lames d'air isolantes qui modifient les transferts thermiques internes. La caméra thermique capte les rayonnements issus de la montée en température de la surface de l'échantillon pour créer une image. Cette température est localement diminuée à l'aplomb de la fissure car la conduction de la chaleur est entravée par l'air. Lorsque l'émissivité du matériau rayonnant est connue, la valeur de la température peut être extraite précisément. Elle doit être mesurée pour chaque dépôt car elle dépend de la microstructure et de la rugosité de surface [Wang et al., 2013]. Cependant, une mesure de température n'est pas nécessaire dans le cadre d'une cartographie pour identifier la présence et la taille d'un défaut.

Maldague décrit deux approches de la thermographie, les voies actives et passives [Maldague, 2002]. La voie passive permet de diagnostiquer des matériaux dont les contrastes thermiques naturels mettent en évidence les décohésions. La voie active est l'observation de systèmes avec une sollicitation thermique extérieure pour obtenir des contrastes. La thermographie infrarouge active est une méthode rapide et sans contact pour inspecter une zone de plusieurs mm^2 (voire cm^2) qui est cependant dépendante de l'homogénéité du flux thermique de sollicitation ainsi que des pertes liées aux matériaux. Si l'épaisseur du revêtement est trop importante, l'isolation provoquée par la fissure

peut être compensée par les transferts thermiques. Néanmoins, la méthode a été éprouvée dans le cadre de la détection de défauts pour des systèmes céramique/métal [Franke et al., 2005]. Une sollicitation thermique pulsée permet d'observer les transferts thermiques au cours du temps en lien avec les paramètres de diffusivité et d'effusivité du dépôt [Marinetti et al., 2007]. Analyser l'historique du déplacement de l'onde thermique permet aussi de mesurer l'épaisseur d'un dépôt [Mezghani et al., 2016; Unnikrishnakurup, 2020] ou d'obtenir la position ainsi que la forme d'un défaut en 3D [Sirikham et al., 2020]. De plus, l'aspect dynamique de la technique pourrait permettre de détecter des défauts dans des cibles plus épaisses tout en étant moins sensible aux effets de surface. Néanmoins, le chauffage continu est plus simple à mettre en place, ne nécessitant pas un suivi temporel très résolu. Il peut être envisagé lorsque les sollicitations thermiques conduisent à un équilibre stable avec des contrastes entre les zones saines et fissurées. L'origine de la sollicitation peut être des lampes chauffantes situées au-dessus de l'échantillon (Figure I.53a) ou une source de chaleur en contact avec le substrat comme une plaque chauffante (Figure I.53b). La thermographie peut être associée à d'autres essais afin d'obtenir des informations in situ à différentes étapes d'un traitement thermique [Newaz and Chen, 2005] ou pour l'étude d'impact sur les revêtements [Santangelo et al., 2017].

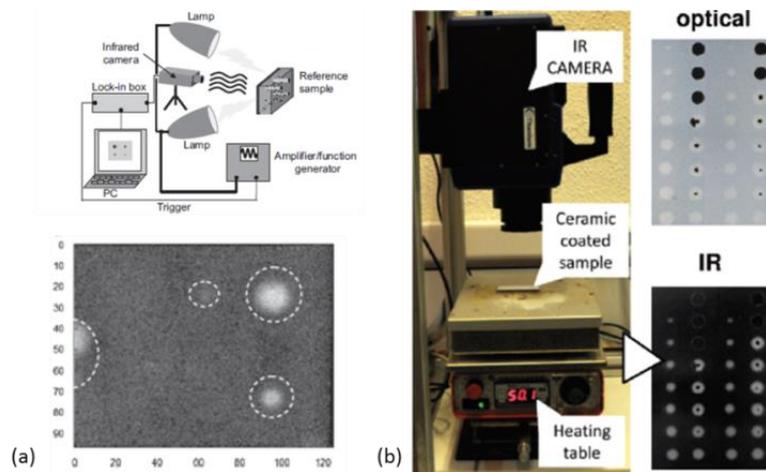
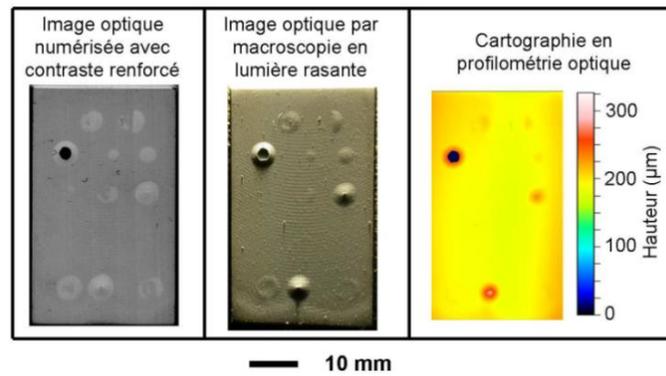


Figure I.53 : Détections de défauts dans des revêtements Al_2O_3 par thermographie à sollicitations continues (a) par lampes [Chaki et al., 2011], (b) par plaque chauffante [Sapardanis, 2016].

La technique a été introduite par Bégué pour comparer avec des clichés optiques [Bégué, 2015]. Il s'agissait alors d'établir un seuil de détection et de mesure en relation avec une taille de fissure la plus petite possible lors du développement d'un contrôle non destructif par LASAT sur aube de turbine revêtue. Le contraste entre les zones saines et fissurées permet de détecter et de mesurer des ruptures de diamètre minimum de $500 \mu\text{m}$ mais ne permet pas toujours de différencier la décohésion de l'écaillage. La méthode a ensuite été reprise et systématisée par Sapardanis dans le cas d'un dépôt d'alumine plasma soumis au LASAT avec un bon accord entre les mesures optique et thermographique [Sapardanis, 2016].

1.4.3.3 Profilométrie optique et contraintes résiduelles

L'essai de choc laser entraîne parfois la présence d'une cloque en plus de la décohésion à l'interface, pour certains dépôts. Ikeda a relié le cloquage du dépôt à la présence de contraintes résiduelles dépendantes des matériaux et représentatives de l'histoire thermique du dépôt [Ikeda et al., 2006]. Le choc laser permet la relaxation de ces contraintes résiduelles lors de la décohésion du dépôt. Par la suite, ces cloques ont été observées et étudiées pour des barrières thermiques en zircone yttrée [Fabre, 2013; Guipont et al., 2019] et pour des revêtements d'alumine par exemple [Sapardanis, 2016]. Lorsque la cloque est suffisamment proéminente, la profilométrie optique permet de mesurer sa hauteur mais aussi son diamètre dont la valeur minore le diamètre de fissure à l'interface. Un exemple est présenté en Figure I.54 pour des chocs laser sur une barrière thermique en zircone yttrée.



Saito a conduit une analyse complète du phénomène de cloquage observé pour des dépôts d'oxydes de fer dans le but d'étudier la ténacité à l'interface [Saito et al., 2019]. Avec la méthode LASAT, une décohésion a été créée et a conduit à une relaxation des contraintes résiduelles de compression mesurées par DRX au préalable. Les mesures profilométriques ont été complétées par une modélisation numérique du système avec et sans cloque pour étudier le champ de contrainte associée à la propagation des ondes et les contraintes résiduelles dans le film d'oxyde. Ces calculs ont permis de quantifier la valeur de contrainte à rupture du film. Ensuite, un second choc laser a été effectué sur la même zone avec un diamètre plus grand de façon à propager la fissure. Les mesures expérimentales et la reproduction numérique du système ont permis de calculer les facteurs d'intensité de contrainte K_I et K_{II} en pointe de fissure.

Chapitre

II

Matériaux, outils de caractérisation et méthodes expérimentales de l'étude

II.1 Matériaux de l'étude

Les dépôts de l'étude ont été projetés par la société VIANT sans que les paramètres de projection ne puissent être communiqués. Néanmoins, les matériaux et nuances suivent des normes biomédicales connues et ont été caractérisés a posteriori. Les descriptions microstructurales et les caractérisations des dépôts sont présentées dans le Chapitre III.

II.1.1 Poudres de projection

Le matériau utilisé pour la projection est une poudre transportée et chauffée par le plasma jusqu'à l'impact avec le substrat. Deux poudres d'hydroxyapatite différentes ont été utilisées pour les projections sous air (Air Plasma Spray – APS) et sous vide (Vacuum Plasma Spray – VPS) des dépôts céramique. Une poudre de titane a été sélectionnée pour produire une sous-couche métallique présente dans deux systèmes revêtus VPS. Les différentes nuances sont présentées dans les parties suivantes. La Figure II.1 regroupe les observations en coupes des trois poudres après un enrobage suivant le protocole métallographique présenté en partie II.3.1. Les deux poudres d'hydroxyapatite sont constituées de particules majoritairement sphériques. La porosité apparente de la poudre APS est plus élevée que celle du VPS qui semble plus compact. D'un point de vue qualitatif, ces observations indiquent que la poudre VPS est plus fine. La méthode appliquée pour quantifier la taille des particules est la granulométrie laser par voie sèche utilisant la diffraction de la lumière. Les essais ont été conduits avec le granulomètre présent au Centre des matériaux (Mastersizer 3000 de la société MALVERN) et les valeurs sont synthétisées dans le Tableau II.1. Les nombres permettent de rendre compte de la distribution de la taille des grains. Un D50 de 41 μm signifie que 50% des grains (en nombre) ont un diamètre de moins de 41 μm . Bien que les plus petites particules soient présentes dans la poudre APS ($D_{10\text{APS}} < D_{10\text{VPS}}$), les valeurs confirment que la poudre VPS est globalement plus fine avec une valeur de D90 divisée par deux ($D_{90\text{VPS}} < D_{90\text{APS}}/2$). La poudre de titane est très différente des poudres céramiques. Irrégulière, elle est constituée de particules anguleuses, plus grosses et très compactes. Les mesures de D10, D50 et D90 sont mentionnées à titre indicatif mais ne sont pas représentatives de la poudre de titane car ils correspondent à des diamètres équivalents.

	D10 (μm)	D50 (μm)	D90 (μm)
APS	4,8	54,0	128,4
VPS	16,6	41,0	63,5
Titane poreux	89,8	135,0	200,6

Tableau II.1 : Granulométrie des poudres APS et VPS (D10, D50 et D90)

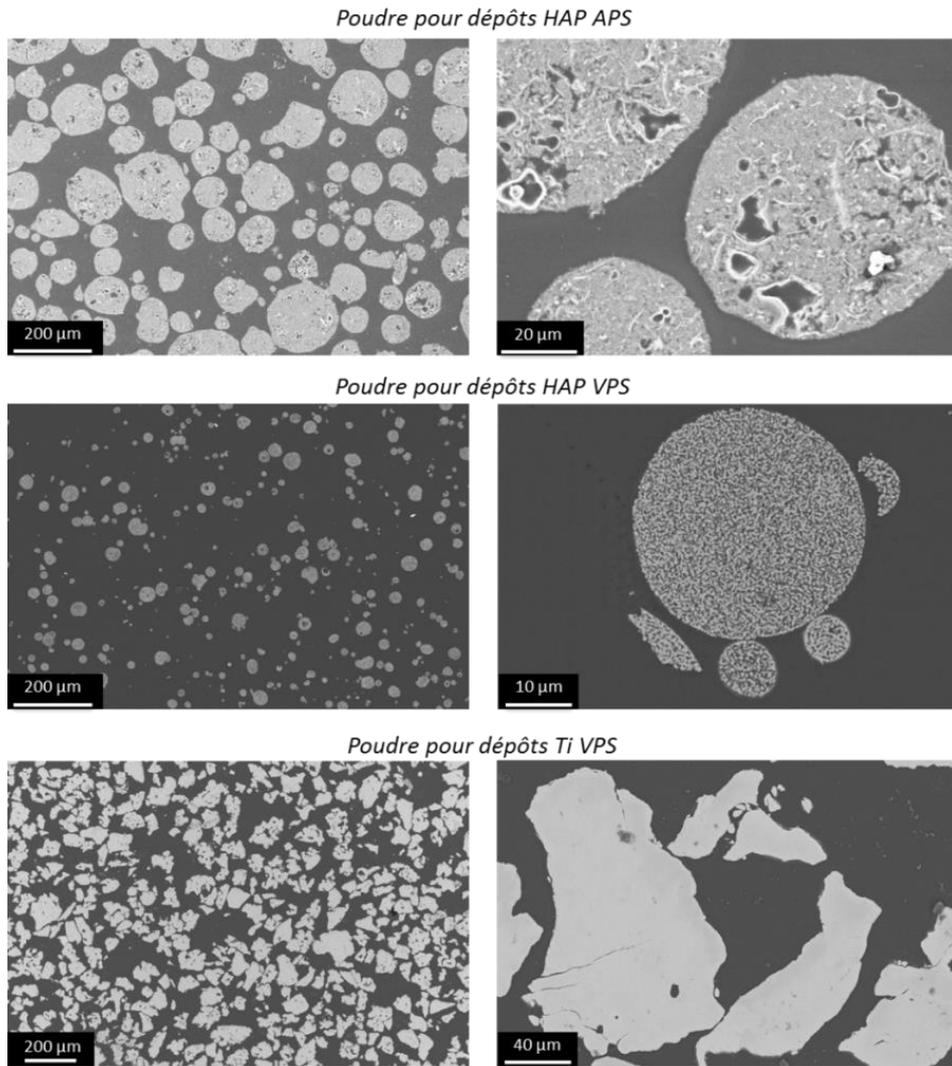


Figure II.1 : Vue en coupe des poudres HAP APS, HAP VPS et Ti VPS utilisées pour la projection thermique (MEB, e⁻ rétrodiffusés)

II.1.2 Nuances APS

Les échantillons issus de la projection APS sont constitués d'un dépôt d'hydroxyapatite de 60 ou 150 μm et d'un substrat Ti6Al4V de 2, 3 ou 6,35 mm. Les deux épaisseurs de dépôt sont obtenues avec deux débits de poudre différents. La composition du dépôt est investiguée par diffraction à rayons X en partie III.1.1.1 et celle de l'alliage Ti6Al4V ELI commercial, constitué principalement de titane d'aluminium et de vanadium, est présentée dans le Tableau II.2.

(%m)	Fe	O	N	C	H	Al	V	Ti
Ti6Al4V ELI	≤ 0,25	≤ 0,13	≤ 0,05	≤ 0,08	≤ 0,012	5,5 – 6,5	3,5 – 4,5	<i>Solde</i>

Tableau II.2 : Composition de l'alliage Ti6Al4V ELI commercial selon la norme ASTM B348

Les échantillons sont fabriqués selon deux formats schématisés en Figure II.2. Les plaquettes, de dimension 20 × 50 mm² et d'épaisseur de substrat 2 ou 3 mm, ont été utilisées pour les essais de rayage et les essais LASAT car elles autorisent un grand nombre de mesures par échantillon. Les disques de diamètre 25 mm ont été produits avec des épaisseurs de substrat de 2, 3 et 6,35 mm. Ces échantillons ont servis à la conduite de tous les essais de l'étude (plots collés, LASAT, rayage) et permettent donc une comparaison directe.

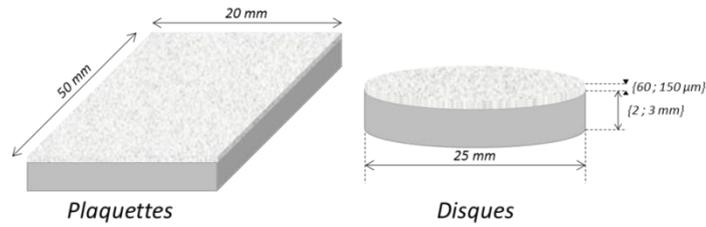


Figure II.2 : Schéma des échantillons APS (N1, N2, N6), plaquettes 20×50 mm² et disques Ø 25 mm

La Figure II.3 présente deux photographies en vue de dessus de disques APS avec une épaisseur de 60 µm (gauche) et 150 µm (droite). On note que ces échantillons présentent deux aspects distincts en fonction de l'épaisseur de dépôt. Les propriétés optiques de l'hydroxyapatite semi-transparente confèrent un pouvoir de recouvrement au dépôt dont la blancheur visible à l'œil nu augmente à mesure que l'épaisseur croît.

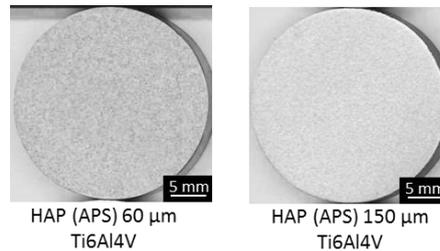


Figure II.3 : Images optiques d'échantillons APS (nuance N1) avec deux échantillons représentatifs qui présentent le lien entre blancheur et épaisseur de dépôt (60 et 150 µm)

Les dépôts APS constituent la référence de l'étude et seront étudiés principalement dans les chapitres suivants. Les échantillons créés par les projections plasma sous air sont séparés en trois nuances N1, N2 et N6 chacune constituée d'un dépôt HAP et d'un substrat Ti6Al4V. Elles ont été pensées pour obtenir des niveaux d'adhérence distincts à évaluer avec les différents essais proposés dans l'étude (Chapitre V). Le Tableau II.3 rassemble les caractéristiques de fabrication pour les trois types de systèmes. La nuance N1 est le système revêtu de référence issu du procédé APS standard de l'industriel. Le substrat subit un sablage par corindons (Al₂O₃) pour augmenter sa rugosité et garantir l'ancrage mécanique du dépôt produit par la projection plasma sous air. La nuance N2 est construite à partir du même substrat sablé mais la rugosité est ensuite diminuée par une étape supplémentaire de microbillage. L'objectif de ce groupe d'échantillon est de quantifier la baisse de l'adhérence inhérente à la rugosité adoucie. La dernière nuance produite joue sur l'introduction d'une sous-couche d'oxyde pour modifier l'adhérence du dépôt (cf. §1.2.1.2b). Les substrats de la nuance N6 ont subi un traitement thermique d'une heure à 700 °C pour faire croître une fine sous-couche d'oxyde (1 µm) avant la projection de la céramique.

	Nuances APS	Préparation de surface
N1	Ti6Al4V/HAP(APS), S1*	Sablage
N2	Ti6Al4V/HAP(APS), S2**	Sablage + microbillage
N6	Ti6Al4V/HAP(APS), S1 + pré-ox.	Sablage puis oxydation (1h 700°C)

Tableau II.3 : Caractéristiques de préparation des nuances APS (N1, N2 et N6)

II.1.3 Nuances VPS

Les échantillons issus de la projection VPS sont constitués d'un dépôt d'hydroxyapatite de 60 ou 150 µm et d'un substrat CoCrMo de 2, 3 ou 6,35 mm. Les deux épaisseurs de dépôt sont obtenues en variant le nombre de passes. La composition du dépôt est investiguée par diffraction à rayons X en

partie III.1.1.1 et celle de l'alliage CoCrMo à usage biomédical, constitué principalement de cobalt, de chrome et de molybdène, est présentée dans le Tableau II.4.

(%m)	Fe	Ni	Si	Mn	N	Cr	Mo	Co
CoCrMo	≤ 0,75	≤ 1	≤ 1	≤ 1	≤ 0,25	26 – 30	5 – 7	<i>Solde</i>

Tableau II.4 : Composition de l'alliage de cobalt-chrome (CoCrMo) selon la norme ASTM F1537

La Figure II.4 présente deux clichés en vue de dessus de systèmes VPS avec une épaisseur de 60 µm (gauche) et 150 µm (droite). Les échantillons VPS n'ont été produits que sous forme de disques de 25 mm de diamètre. Le pouvoir de recouvrement de la céramique, évoqué au paragraphe précédent, est plus important pour le dépôt VPS. Le dépôt paraît très blanc dès 60 µm et la différence avec un dépôt plus épais est difficile à apprécier.

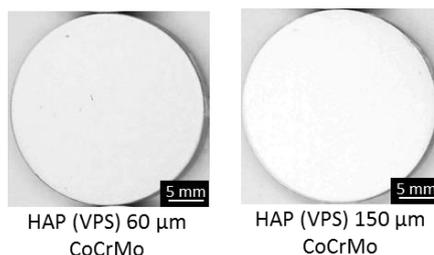


Figure II.4 : Images optiques d'échantillons VPS avec des échantillons représentatifs de la nuance N4 qui présentent le lien entre blancheur et épaisseur de dépôt (60 et 150 µm)

Les échantillons VPS ont été produits dans le but d'appliquer les méthodes de mesure d'adhérence à des systèmes revêtus différents des nuances standards (APS). Les échantillons créés par projections plasma sous vide sont divisés en trois nuances principales N3, N4 et N5 dont les caractéristiques de production sont résumées dans le Tableau II.5. Le choix des systèmes revêtus a été dicté par la nuance N5 représentative d'une gamme de revêtements projetés en cours de développement. Cette nuance est composée d'une sous-couche de titane très rugueuse et d'un dépôt d'hydroxyapatite projetés l'un après l'autre par VPS sur un substrat CoCrMo. Les autres nuances ont été spécialement conçues pour cette étude afin d'étudier séparément chaque élément constitutif de la nuance N5. La nuance N3 est constituée d'un dépôt de titane projeté sur l'alliage de cobalt de façon à analyser la sous-couche seule. La nuance N4 est composée du dépôt HAP et d'un substrat CoCrMo est sera particulièrement étudiée dans ces travaux pour caractériser le comportement de la céramique VPS. Enfin, la nuance N4 bis est un système composé de HAP VPS projetée sur un substrat Ti6Al4V et permet de faire le lien entre N1 et N4 pour comprendre les influences respectives des matériaux du dépôt et du substrat. La préparation de surface par sablage (corindons) est la même pour toutes les nuances VPS, identique à celle de la nuance N1.

	Nuances VPS	Préparation de surface
N3	<i>CoCrMo/Ti(VPS), S1</i>	<i>Sablage</i>
N4	<i>CoCrMo/HAP(VPS), S1</i>	<i>Sablage</i>
N4 bis	<i>Ti6Al4V/HAP(VPS), S1</i>	<i>Sablage</i>
N5	<i>CoCrMo/Ti(VPS)/HAP(VPS)</i>	<i>Couche de titane</i>

Tableau II.5 : Caractéristiques de préparation des nuances VPS (N3, N4, N4bis et N5)

II.2 Machines de test d'adhérence

II.2.1 Machines de traction

Les essais de traction de plots collés conduits pour l'étude de l'adhérence des nuances de l'étude ont suivi le protocole présenté dans la norme ISO 13779-4, 2002. La Figure II.5 rassemble les deux montages utilisés lors de l'étude pour la mesure des contraintes à rupture (gauche) et pour une tentative d'instrumentation de l'essai (droite).

Toutes les mesures de contrainte à rupture ont été obtenues avec l'équipement du CRITT MDTS de Charleville Mézières (MTS 810 – ESM-05, MTS, Figure II.5 à gauche). La machine possède une traverse supérieure fixe comprenant un capteur de force qui permet la mesure pendant l'essai. La traction est assurée par le vérin situé sur la partie inférieure et piloté en déplacement par un capteur LVDT.

La machine de traction du Centre des Matériaux (5982 100KN avec cellule charge RDP de 5KN de la société INSTRON, Figure II.5 à droite) n'a été utilisée que pour instrumenter l'essai de plots collés et obtenir plus d'informations. Son fonctionnement est similaire à la précédente mais une caméra rapide a été ajoutée pour suivre l'évolution des déformations pendant l'essai au bord du système dans les différentes strates qui le compose (substrat, dépôt, colle et contre-plot). La camera utilisée était un modèle Baumer 5MP avec un objectif Navitar ou FOV 10 mm. En plus de la visualisation du système en direct, deux extensomètres (jauges de contrainte) à couteau, développés au centre des Matériaux ont été utilisés pour mesurer l'allongement du système. Monté sur une électronique à forte amplification, ils ont été placés de part et d'autre de l'échantillon avec des points de mesure sur les contre-plots.

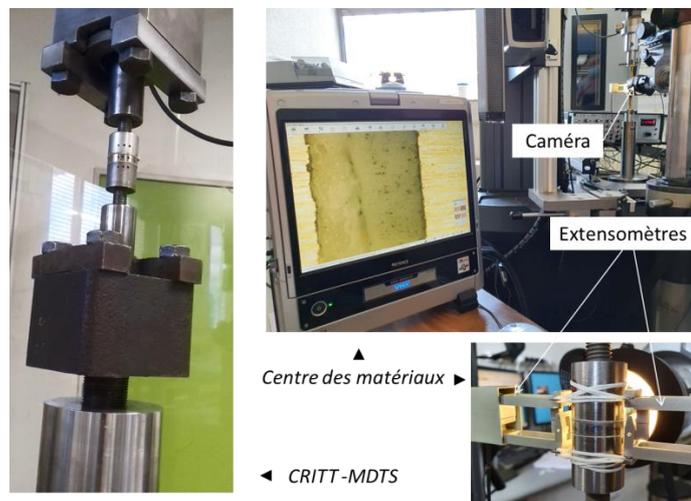


Figure II.5 : Machines de traction pour l'essai de plots collés du CRITT (gauche) et du Centre des Matériaux avec une caméra et deux extensomètres (à droite)

Le protocole de préparation des échantillons est le même pour les deux machines d'essai mais a été mené avec des outils différents. Les systèmes revêtus sont encollés de part et d'autre à des cylindres de hauteurs égales et grandes devant l'épaisseur de substrat. Le matériau et le diamètre des contre-plots doivent être identiques à ceux du substrat. L'adhésif utilisé est un film de colle FM 1000 d'épaisseur 250 μm environ qui polymérise à chaud pendant deux heures à 180 $^{\circ}\text{C}$. Le refroidissement est effectué en conservant la porte de l'étuve fermée. Lors de cette étape, le système est maintenu dans un outil présenté en Figure II.6 qui permet d'appliquer un couple de serrage et qui garantit l'alignement de tous les éléments. L'outil d'encollage du CRITT a la particularité d'être équipé de rotules au niveau des points de pression qui permettent d'améliorer la précision de l'alignement. Le couple de serrage est choisi en fonction de la rugosité de surface du dépôt et de l'épaisseur pour garantir une bonne adhésion de la colle sans qu'elle ne pénètre trop dans l'épaisseur du dépôt. Ces couples ont été choisis par le CRITT d'après leur expérience et ont été conservés pour l'ensemble de l'étude. Pour les dépôts fins (60 μm), le couple appliqué était de 1,8 N.m et pour les dépôts épais, il était de 3,2 N.m. Une fois refroidi, le système est placé dans la machine de traction à l'aide de vis et des filetages présents dans les contre-plots. Les rotules de la machine situées de chaque côté assurent l'alignement du système lors de la traction. L'essai est piloté en déplacement avec une consigne de vitesse de 1 mm/min et la force est mesurée en direct. Lorsque le système rompt, la force est relevée et permet de calculer la contrainte à rupture en rapportant à la surface totale de l'échantillon. Généralement le dépôt cède avant que l'adhérence de la colle ne soit dépassée. La contrainte à rupture

de la FM 1000 vaut entre 40 et 80 MPa. L'inspection de la surface permet d'estimer la proportion de rupture adhésive (à l'interface) et la rupture cohésive (dans le dépôt). Aucun échantillon n'est écarté si la rupture est majoritairement cohésive d'après la norme appliquée (ISO 13779-4, 2002). Datant de 2002, elle a été revue en 2018 pour corriger certaines limites de l'essai comme l'inclusion des ruptures cohésives dans les résultats de mesure de l'adhérence. Cependant, par soucis de continuité, ces travaux ont suivi l'ancienne norme.

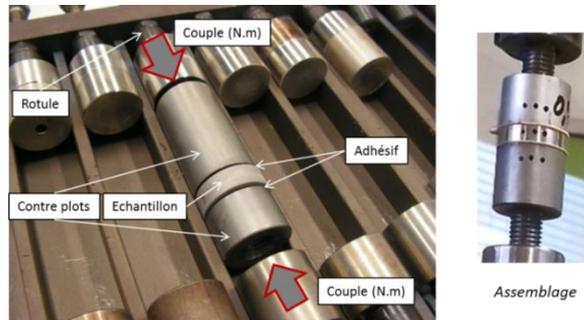


Figure II.6 : Outils d'encollage du système pour l'essai de traction par plots collés

II.2.2 Machine de rayage

Les machines utilisées lors des essais de rayage et d'indentation sont les micro-indenteur MHT³ et nano-indenteur NHT³ fabriqués par Anton Paar et présentes au CRITT MDTS. Les deux machines fonctionnent de la même manière mais pour des échelles de force, des résolutions et de tailles d'indenteur différentes. La nano-indentation permet d'appliquer des charges de 0,06 mN à 120 mN tandis que la micro-indentation peut appliquer une charge comprise entre 0,5 et 30 N. Les deux instruments possèdent des objectifs servant à analyser les zones d'essai et une platine (x,y) pour déplacer l'échantillon maintenu immobile par des mors. Des capteurs présents sur la machine permettent de connaître la force normale appliquée, la force tangentielle mesurée et la profondeur de la pointe. De plus, un capteur d'émission acoustique détecte le contact avec le substrat lorsque les matériaux le permettent. Les essais sont pilotables en charge appliquée ou en vitesse de déplacement. Les pointes utilisées en micro-indentation sont en carbure de tungstène (WC) angulée à 90°. Pour la nano-indentation, les pointes sont en diamants sphériques de 2 µm de diamètre puis angulées à 90° pour le rayage et en diamants Berkovich pour l'indentation. Les logiciels fournis avec la machine permettent de lancer des séquences d'acquisition et d'effectuer des post traitements automatiques des signaux expérimentaux. Ainsi, la machine de nano-indentation applique automatiquement la méthode d'Oliver & Pharr pour la mesure du module d'Young et de dureté grâce à la complaisance mesurable sur les signaux (cf. §III.1.3)

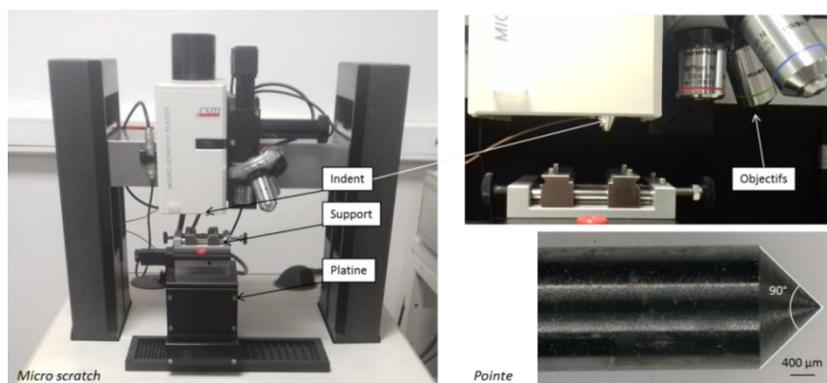


Figure II.7 : Machine de micro-indentation et pointe en carbure de tungstène angulée à 90°

II.2.3 Machine LASAT

II.2.3.1 Equipement du Centre des matériaux

La source laser du Centre des matériaux est un modèle SAGA 330 construit par Thalès qui délivre un pulse gaussien de 2J et de durée moyenne à mi-hauteur 5,2 ns pour un diamètre de 22 mm. Le laser est un Nd-YAG doublé en fréquence, de longueur d'onde $\lambda = 532$ nm. Il a été conçu pour travailler en mode pulsé avec une cadence de tir de 10 Hz mais permet de choquer l'échantillon en mono-tir. L'énergie délivrée par le laser est toujours la même mais le faisceau qui choque la cible a une intensité variable. Sur le schéma de la Figure II.8, la zone **1** correspond à un polariseur monté sur un système rotatif piloté par un vernier mécanique dont l'orientation permet de sélectionner l'énergie laser souhaitée. Une portion infime du faisceau est réfléchi vers une photodiode (zone **2**) connectée à un Joulemètre calibrée ce qui permet de lire l'énergie sélectionnée. Le faisceau laser est ensuite dévié par un miroir à 45° (zone **3**) puis traverse une lentille convergente de focale $f = 198$ mm (zone **4**) dont la position par rapport à l'échantillon permet de choisir le diamètre du choc par focalisation. La lentille est montée sur un support mobile en hauteur avec une course de 10 mm qui permet de sélectionner finement le diamètre de choc, à 0,05 mm près. L'échantillon est posé ou fixé à un support monté sur une platine (zone **5**) qui permet de le mouvoir dans le plan (x,y). Un laser HeNe rouge, colinéaire à la source SAGA, aide à viser la zone de choc avant l'essai. En complément de l'installation historique du LASAT, deux diagnostics ont été acquis en 2020 par le laboratoire pour mesurer l'énergie et la durée du pulse. Un calorimètre, calibré pour la longueur d'onde du laser, permet de mesurer précisément l'énergie au cours du temps mais doit être illuminé en direct ce qui empêche son utilisation tir à tir. Une photodiode rapide placée derrière le miroir à 45° (zone **3**) et reliée à un oscilloscope permet un signal temporel correspondant au pulse laser à partir des résidus de lumière qui traversent l'optique.



Figure II.8 : Installation LASAT du centre des matériaux de Mines ParisTech

II.2.3.2 Calibrations des conditions de tir

Les trois paramètres de l'essai laser sont la durée et l'intensité du pulse ainsi que le diamètre de choc qui définit la surface de l'échantillon sublimée lors du tir. Ils doivent être vérifiés et calibrés avant chaque campagne expérimentale pour garantir une bonne précision.

La durée du pulse mesurée par la photodiode rapide a été comparée à celle datant de l'installation du SAGA 300 en 2009. Les deux profils sont présentés en Figure II.9. Les allures du pulse sont similaires avec une chute de l'intensité aux environs de la moitié de la durée totale du pulse. Les mesures de la durée à mi-hauteur (FWHM, Full Width at Half Maximum) sont comparables avec une valeur mesurée de 5,2 ns en 2009 et de $5,5 \pm 0,4$ ns en 2020. Cette mesure a été obtenue grâce à la photodiode rapide et l'analyse d'une cinquantaine de tir à différents niveaux d'énergie compris entre 0,1 et 1,7 J.

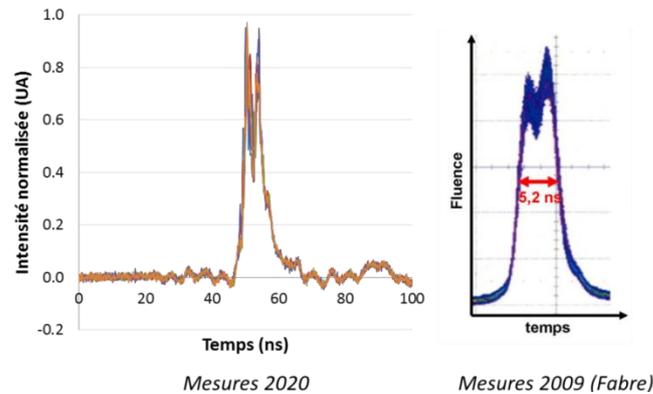


Figure II.9 : Mesures de la durée du pulse laser du SAGA 330 : comparaison des résultats de 2020 (photodiode rapide – 5 signaux représentés) et à l'installation de 2009 [Fabre, 2013]

L'énergie laser est sélectionnée grâce à un vernier mécanique dont le mouvement entraîne la rotation d'un polariseur qui laisse passer une certaine portion de l'intensité lumineuse. La course du vernier est de 23 mm et la graduation est indiquée tous les 0,1 mm. Pour la grande majorité des essais de l'étude, l'énergie a été lue avec le joulemètre relié à la photodiode (zone 2 de la Figure II.8). Cependant, la position du vernier a été calibrée vers la fin des travaux pour s'affranchir d'une lecture par calorimètre avant chaque tir. La Figure II.10 présente la calibration effectuée à température constante avec une centaine de mesures pour chaque position et un écart relatif maximal de 0,6 %.

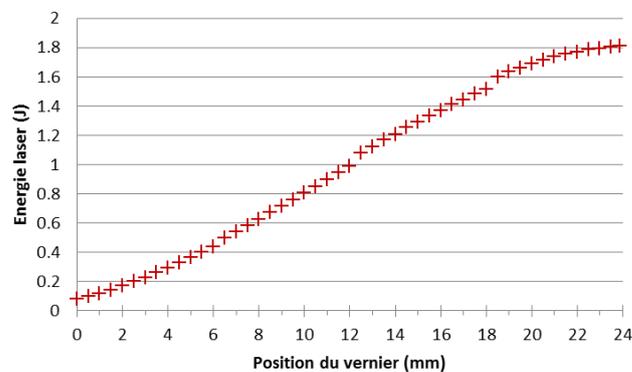


Figure II.10 : Calibration de l'énergie en fonction de la position du vernier mécanique

Notons que cette calibration n'est valable que dans des conditions de température de refroidissement précises, entre 18 et 19,6 °C. Lorsque le laser est utilisé en mode cadencé, une baisse de l'énergie est observée en corrélation directe avec l'augmentation de la température de l'eau de refroidissement (Figure II.10). Il est donc important d'avoir un système de refroidissement stabilisé pour garantir une énergie précise et constante.

Le diamètre de choc est choisi grâce à la position de la lentille de focalisation mais doit être vérifié avant chaque campagne pour garantir la stabilité du faisceau et discerner d'éventuelles hétérogénéités. La méthode la plus simple est l'utilisation de papier thermique (exemple en Figure II.11) sur lequel l'ablation laisse une marque nette qui permet la mesure du diamètre.

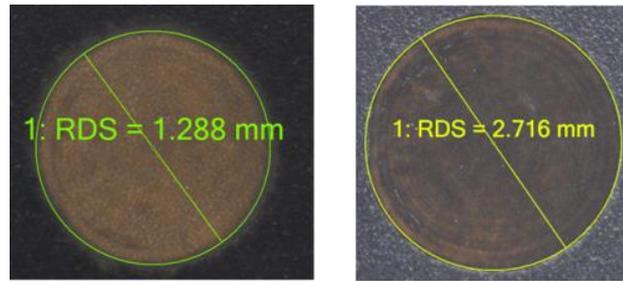


Figure II.11 : Exemples de papiers photos utilisés pour la mesure du rayon de choc pour deux positions de la lentille de focalisation

Une analyse plus précise de l'intensité surfacique laser a été conduite avec un profileur de faisceau (Beamage de GENTEC avec un capteur CMOS (Complementary Metal Oxide Semi-Conductor)). Les hétérogénéités du faisceau sont plus faciles à identifier et peuvent alors être quantifiées comme on le voit sur la Figure II.12 pour un diamètre 3 mm. Cette méthode a permis de discuter de la répartition de l'intensité surfacique du laser en fonction du diamètre de choc (cf. §IV.3.2.1).

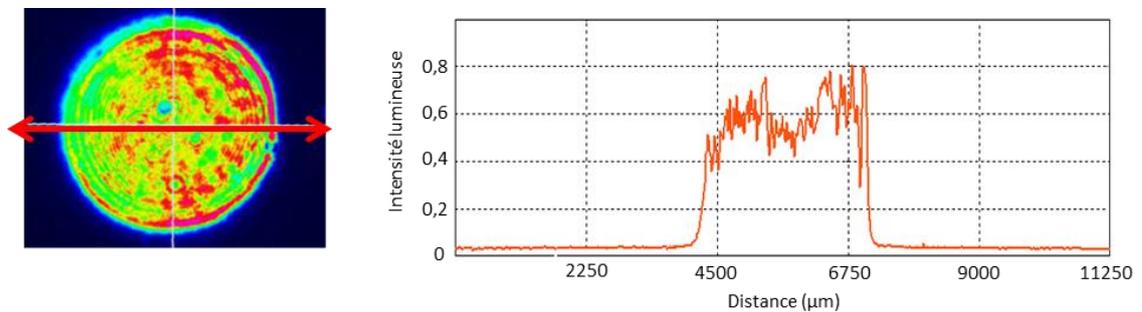


Figure II.12 : Analyse du faisceau laser par profileur de faisceau laser pour $\varnothing_{\text{choc}} = 3 \text{ mm}$

II.2.3.3 Configuration de choc laser

La configuration de l'essai de choc laser conditionne le comportement des ondes à l'intérieur de la cible et donc les valeurs et localisations des contraintes de traction (cf. §I.4.1.1). La configuration standard pour un essai sur un système revêtu est l'ablation directe du substrat avec milieu de confinement comme schématisé en Figure II.13a. Le milieu de confinement choisi pour cette étude est le ruban adhésif transparent 550 de la marque 3M d'épaisseur 50 μm environ. Ce matériau est plus simple à manipuler que l'eau, confinement traditionnel du choc laser. Les principales densités de puissance de l'étude, autour de 1 GW/cm^2 ou moins, n'atteignent pas son seuil de claquage. D'après Courapied, son pouvoir de confinement est moins élevé que l'eau mais la différence n'est pas notable pour les densités de puissance d'intérêt [Courapied, 2016]. L'application du ruban adhésif est faite à la main avec un soin particulier pour qu'il adhère parfaitement à la surface du substrat. Dans le cadre de l'objectif d'essai sur produits finis, des configurations de tirs face céramique ont été investiguées avec un milieu ablateur. En effet, un tir direct sur la céramique détériore le dépôt en plus d'être peu efficace compte tenu de la semi-transparence de l'hydroxyapatite pour cette longueur d'onde. Le milieu ablateur choisi est une bande adhésive en PVC noire de marque 3M et d'épaisseur 0,2 mm qui se rapproche de celles utilisées par les électriciens. Tout comme le ruban adhésif transparent, l'application du milieu ablateur s'est faite manuellement avec une pression appuyée pour qu'il puisse adhérer aux surfaces rugueuses des différentes nuances de l'étude. Chaque choc en configuration de tir face céramique a été conduit avec ce milieu ablateur et un confinement par ruban adhésif transparent comme le présente la Figure II.13b.

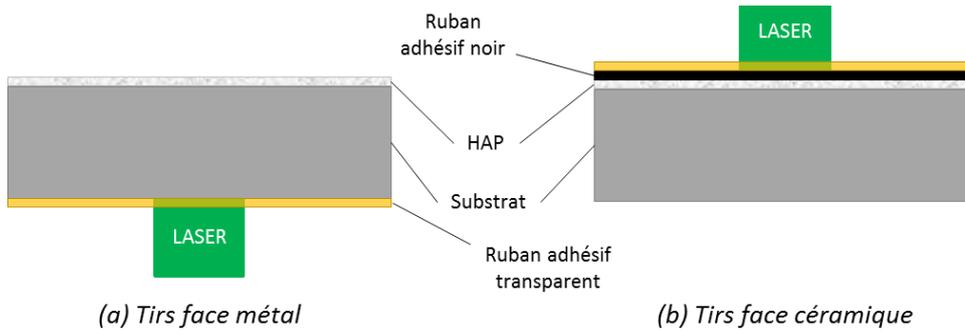


Figure II.13 : Schématisation des configurations de tir (a) face métal avec confinement par ruban adhésif et (b) face céramique avec ablation par scotch noir

Les essais LASAT ont été menés sur des plaquettes 20×50 mm² et des disques de 25 mm de diamètre. La dimension des plaquettes permet d'effectuer 21 tirs avec un diamètre de choc de 3 mm et 12 tirs avec un diamètre de 6 mm. La surface des disques permet respectivement 17 et 9 tirs pour les diamètres 3 et 6 mm. Les différents schémas de tirs sont présentés en Figure II.14. Les chocs sont placés de façon à optimiser l'espace (minimum 1 mm) et sont alignés au maximum pour faciliter la préparation métallographique afin d'observer plusieurs zones à partir d'une seule découpe. Dans la mesure du possible, une distance minimale d'un millimètre sépare chaque choc.

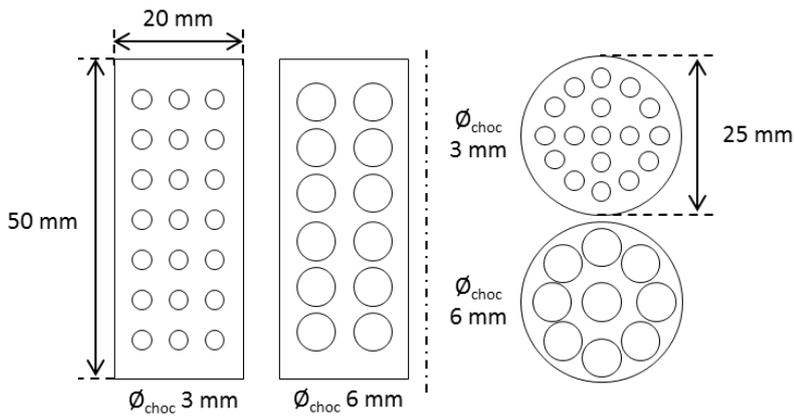


Figure II.14 : Schémas de position des tirs pour les plaquettes et les disques pour \varnothing_{choc} 3 ou 6 mm

II.3 Techniques d'observation et d'analyse

II.3.1 Observations métallographiques

II.3.1.1 Protocole de préparation

La préparation métallographique d'un système revêtu constitué d'un dépôt de céramique et d'un substrat métallique est une étape délicate mais primordiale pour la caractérisation. Les vues en coupes permettent d'analyser la microstructure induite par la projection et l'état de l'interface. Cependant, la différence de matériau et donc de dureté peut rendre l'obtention de la planéité difficile. De plus, le système peut être endommagé par le phénomène de rétractation de la résine qui le sollicite en traction ou par des arrachements provoqués par le polissage ou le tronçonnage. Dans une étude sur l'essai LASAT, il est important de conserver l'état de l'échantillon après la préparation pour observer véritablement les fissures dues au choc laser.

Le protocole, schématisé en Figure II.15, débute par un enrobage complet de l'échantillon pour adoucir l'effet de la découpe en figeant le système au préalable (Figure II.15a). L'enrobage s'effectue à froid avec deux résines possibles en fonction du délai avant l'observation. La première polymérise à

température ambiante pendant 9 à 10h et la seconde pendant 3h dans une étuve à 50 °C. Lorsque la résine est versée dans le moule, plusieurs itérations de mise sous vide permettent de dégazer l'échantillon pour garantir la pénétration de la résine et s'affranchir d'éventuelles bulles d'air. Aucune différence notable n'a été observée lors du changement de résine avec un résultat final schématisé en (Figure II.15b). Une fois figé, le système est découpé à l'aide d'un disque diamanté de 0,5 mm d'épaisseur avec une attaque côté céramique. La rotation du disque et la vitesse de découpe sont choisies au cas par cas en fonction des nuances mais sont généralement de 1200 tr/min et 0,200 mm/min. Le plan de découpe est choisi à environ 1 mm du diamètre des fissures cibles (Figure II.15c). Le positionnement se fait manuellement grâce à la visualisation des taches blanches (cf. §I.4.3.1) à travers la résine transparente ou avec les traces d'ablation sur le substrat. Les chocs laser sont alignés au moment de l'essai LASAT afin d'observer plusieurs fissures pour une seule découpe. Le polissage de l'échantillon est effectué avec des draps SiC classiques en diminuant progressivement la granulométrie. L'échantillon est lavé à l'eau claire entre chaque étape. Enfin, les finitions sont obtenues avec des draps diamantés de 3 µm puis 1 µm et sont conduites jusqu'à obtenir une surface polie miroir. Cette fois le nettoyage de l'échantillon entre les deux draps est effectué par immersion dans un bécher d'éthanol placé dans un bac à ultrason pendant au moins deux minutes.

Afin d'étudier la microstructure du dépôt, des attaques chimiques ont été conduites sur des échantillons de nuance N1 (HAP APS) et N4 (VPS) après le protocole de préparation. La solution d'attaque était constituée d'acide nitrique diluée à 2 % en volume et l'immersion durait 5 secondes.

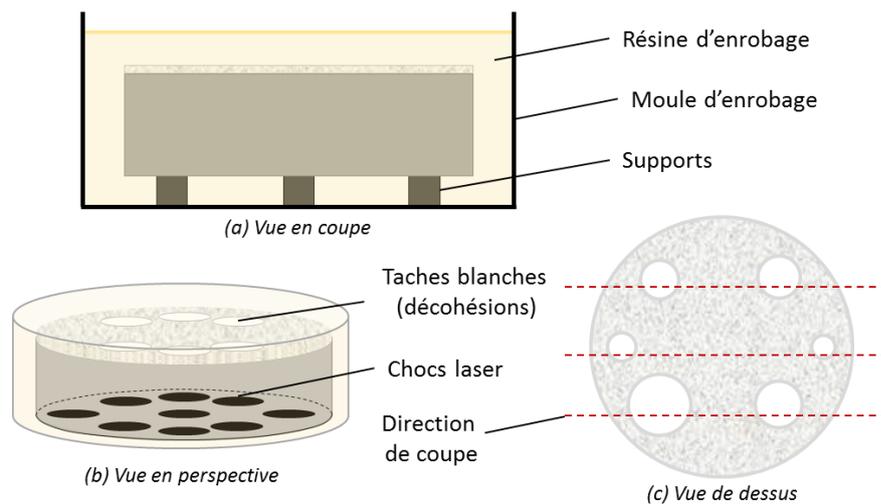


Figure II.15 : Schématisation du protocole d'enrobage pour un échantillon disque après essai LASAT

II.3.1.2 Observation par microscopie optique à balayage

L'observation optique du système est possible avec un microscope classique mais l'image obtenue n'est pas très contrastée et il est difficile d'étudier les caractéristiques microstructurales du dépôt. Cette technique a néanmoins servi aux étapes de vérification lors de la préparation de l'échantillon pour suivre la disparition des rayures. La méthode de choix pour l'observation du système et la description de la microstructure est la microscopie électronique à balayage (MEB). Les deux méthodes sont comparées en Figure II.16. Parmi les deux systèmes principaux de l'installation MEB, les électrons rétrodiffusés ont été préférés aux électrons secondaires car le contraste est directement lié au numéro atomique de l'élément. La méthode produit donc des clichés où les contrastes chimiques dans la céramique sont mis en évidence. Ainsi il est possible de discerner diverses phases et zones non fondues sur les coupes par nuances de gris. De plus, on observe des zones noires où la porosité n'a pas été remplie de résine (réseau non percolant) et les ruptures à l'interface provoquées par la

préparation. Les deux appareils d'observation utilisés lors de l'étude sont le LEO 1450VP et le FEG HR Zeiss Sigma 300 en fonction de la précision requise pour l'observation et des disponibilités.

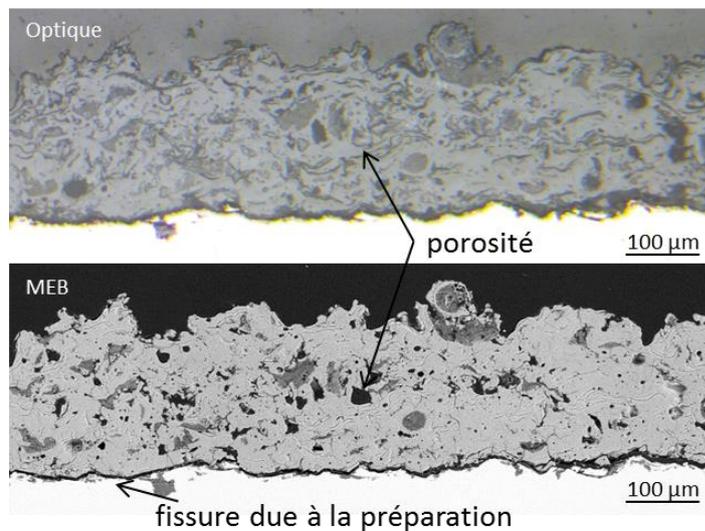


Figure II.16 : Comparaison de vue en coupe par optique et par microscopie électronique (e-rétrodiffusés) d'un échantillon de nuance N1 constitué de HAP APS et de Ti6Al4V

II.3.1.3 Analyse d'image pour mesurer l'épaisseur et la porosité des dépôts

Les vues en coupe métallographiques présentées précédemment ont été utilisées pour mesurer les fissures après l'essai LASAT mais aussi pour la description des dépôts. L'épaisseur de dépôt est mesurée chez l'industriel par courants de Foucault pour chaque échantillon afin de garantir une valeur comprise dans la tolérance de production. En complément, des mesures par analyse d'image ont été effectuées par le CRITT MDTS afin d'obtenir une épaisseur moyenne à partir de 100 images (grossissement $\times 100$). Les mesures sont faites à la main pour des écartements réguliers pour obtenir 5 mesures par image.

Si dans cette étude, la microstructure est décrite qualitativement, il est possible d'estimer les valeurs de porosité de la céramique à partir de ces clichés. La base de données pour le calcul est constituée d'une dizaine d'images par nuance et par épaisseur avec un grossissement $\times 250$ permettant un champ de largeur $450 \mu\text{m}$. Un exemple est présenté en Figure II.17 avec une taille d'images de $1024 \times 768 \text{ pixel}^2$ qui garantit une bonne précision de la mesure effectuée avec le logiciel ImageJ. Une fois l'image MEB recentrée sur le dépôt, un seuillage par niveaux de gris permet d'obtenir une image binarisée, noire et blanche. Le choix des valeurs seuils (minimum et maximum) est dépendant de chaque cliché mais doit permettre de ne mettre en valeur que la porosité du dépôt. Pour cela, le contraste initial de l'image MEB est choisi pour que la résine apparaisse en gris. Ainsi lors du seuillage, les arrachements, les fissurations dues à la préparation et les zones non fondues disparaissent de l'image binarisée. L'application d'un filtre permet de ne conserver que les zones assez grandes et d'enlever le bruit de l'image. La porosité est évaluée en faisant le rapport du nombre de pixels noirs sur le nombre de pixels blancs. Néanmoins, cette méthode est limitée pour les systèmes où la résine ne pénètre pas toute l'épaisseur du dépôt pour lesquels les espaces vides (pores) apparaissent en noir et ne sont pas pris en compte. De plus, les fissures entre lamelles sont trop petites et disparaissent au moment du seuillage. La méthode permet donc d'estimer une valeur minimale de la porosité du dépôt. Les résultats sont présentés dans la partie III.1.1.2c.

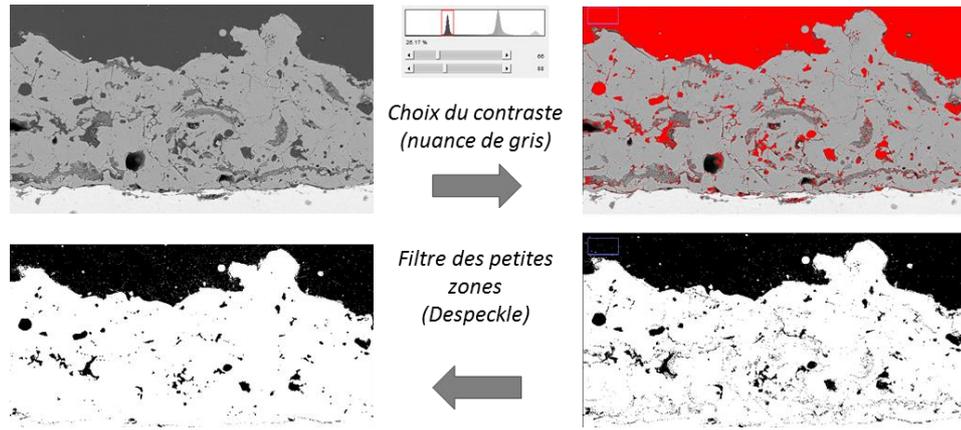


Figure II.17 : Méthode de traitement d'image pour la mesure de la porosité par analyse d'image

II.3.2 Caractérisation des dépôts et substrats

II.3.2.1 Diffraction à rayons X

L'étude par diffraction à rayons X a pour objectif d'identifier et de quantifier son taux de phases secondaires dans le dépôt, de mesurer son rapport Ca/P global et de calculer sa cristallinité. Une dizaine d'échantillons avec des dépôts d'épaisseur 150 µm est nécessaire pour obtenir une quantité de poudre suffisante à la conduite de l'ensemble des mesures. La poudre de céramique est obtenue à l'aide d'une lime à diamant appliquée directement sur le dépôt. Elle est ensuite broyée dans un mortier en agate puis tamisée (tamiseur : Fritsch-Norlabo) de façon à obtenir une granulométrie inférieure à 40 µm. Pour la détermination du rapport Ca/P, une partie de la poudre est ensuite calcinée dans un four (Nabertherm HT 04/17) à air à 1000 °C ± 25°C pendant au moins 15 heures dans un creuset puis retirée et placée dans un dessiccateur. Les caractéristiques de l'essai de diffraction par rayons X et de la spectrométrie infrarouge ou FTIR sont résumées en annexe A. L'installation de diffraction à rayons X est présentée en Figure II.18. Le rapport Ca/P est déterminé par le calcul du rapport d'intensité intégrée des raies des différentes phases pour trois acquisitions différentes. Des abaques HAP/PTCβ et HAP/CaO ont été réalisés au préalable avec des mélanges standards obtenus à partir de produits purs et permettent de calculer le rapport Ca/P. La même méthode sans calcination permet de calculer les proportions de chaque phase secondaire à partir des fiches JCPDS (voir Tableau I.1). La cristallinité est calculée avec la formule :

$$\% \text{ Cristallinité} = \frac{\text{Somme des 10 intensités intégrées de l'échantillon}}{\text{Somme des 10 intensités intégrées de la référence HAP}} \times 100$$

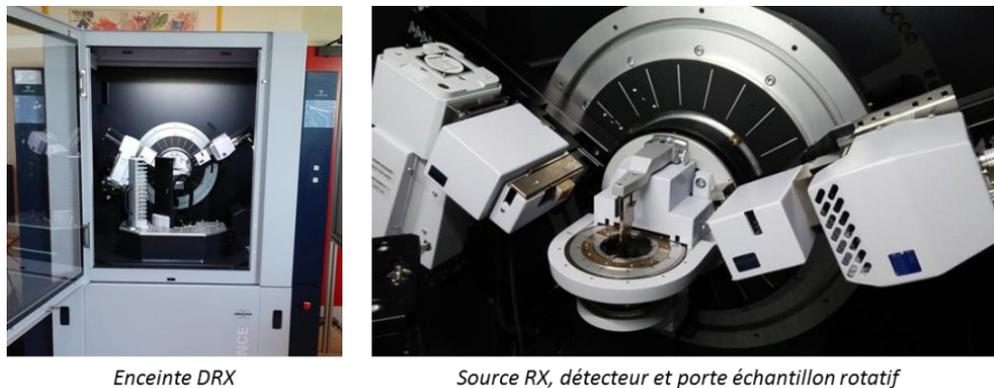


Figure II.18 : Appareil de caractérisation par diffraction à rayons X INEL - EQUINOX 3000 avec détecteur CPS 120 – MIC-03

II.3.2.2 Profilométrie optique laser

La profilométrie laser est une technique qui permet de cartographier précisément la surface d'un échantillon. L'appareil utilisé dans cette étude est le profilomètre optique 3D Altisurf 500 de la société Altimet présenté en Figure II.19. La mesure sans contact est basée sur le principe d'aberration chromatique (CLA) et fonctionne avec une source de lumière blanche. La réflexion de cette lumière est ensuite interprétée par la machine pour en déduire une hauteur. La résolution en altitude est fixe (25 nm) et la résolution dans le plan (x,y) est choisie par l'utilisateur (jusqu'à 1 µm). Le traitement des cartographies des surfaces est effectué avec le logiciel Altimap. La méthode a été utilisée pour les mesures d'épaisseur et de rugosité mais aussi pour la caractérisation d'éventuelles cloques, peu présentes dans cette étude.

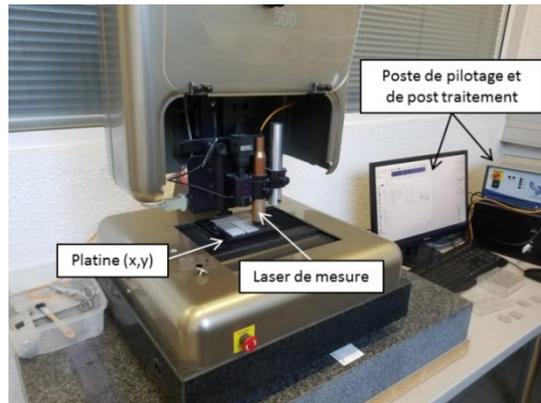


Figure II.19 : Appareil de mesure de surface par profilométrie laser (Altisurf 500)

L'acquisition des données a nécessité une double intégration du pic de lumière pour s'affranchir de la semi-transparence de la céramique et diminuer les zones non mesurées. Après l'acquisition, la surface brute est redressée par la méthode de rotation de plan pour compenser le manque de planéité de l'échantillon comme présenté en Figure II.20 pour un échantillon de nuance N1 après un essai de choc laser. Lorsque la densité de puissance du choc est suffisamment élevée, la céramique s'écaille dévoilant le substrat. Ainsi, des profils peuvent être extraits de la cartographie pour mesurer l'épaisseur de dépôt par la méthode de hauteur de marche avec deux zones de référence pour aplanir le profil. Ces valeurs ont permis de compléter les mesures par courants de Foucault effectuées par l'industriel.

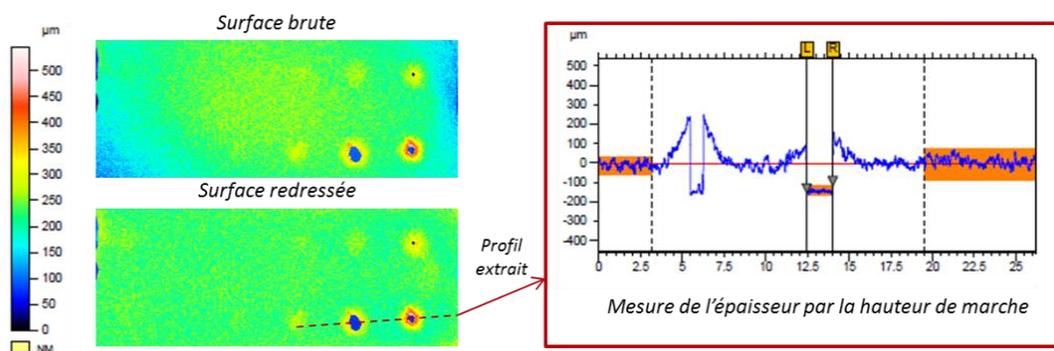


Figure II.20 : Traitement des images brutes par profilométrie pour l'épaisseur de dépôt

Le protocole de mesure de la rugosité appliqué dans cette étude a suivi la norme ISO 4288 datant de 1996 et les données extraites (R_a , R_t , R_z , R_{sk} et R_{ku}) sont définies en partie I.2.1.2a. Les valeurs qui définissent la rugosité dépendent de la longueur de profil mesurée et le choix de la longueur de base. La norme préconise, pour un R_a compris entre 2 et 10 µm, une mesure de 12,5 mm pour une longueur de base valant 2,5 mm. De plus, elle exige un minimum de cinq profils pour obtenir des valeurs moyennes. Toutes les mesures de rugosités de surface des dépôts et substrat ont été conduites selon

ce protocole et avec logiciel Altimap configuré pour extraire automatiquement les valeurs dans le respect des normes.

II.3.3 Diagnostics de décohésion et de mesure des fissures

II.3.3.1 Diagnostic optique par la tache blanche

Le diagnostic optique de détection et de mesure de fissure est basé sur le phénomène de la tache blanche inhérente à la présence d'une décohésion décrite dans la partie I.4.3.1. Dans cette étude, le diagnostic optique a été systématiquement utilisé lors des essais LASAT avec une inspection à l'œil nu après chaque tir. De cette manière, il était possible de juger qualitativement de la présence de la fissure autour du seuil et de l'évolution de sa taille en lien avec une densité de puissance croissante au-delà. Une fois l'essai terminé, chaque échantillon a rapidement été photographié par un scanner optique (TASKalfa 3050ci KYOCERA) avec une densité de contraste sombre et une taille d'image de 600x600 dpi (résolution de 40 $\mu\text{m}/\text{px}$). La Figure II.21 présente deux images de plaquettes avec des dépôts de 60 μm (gauche) et 150 μm (droite) obtenues avec le scanner optique. Cette méthode est simple, rapide à mettre en place et permet d'illuminer l'échantillon de façon homogène. Des essais ont été menés avec des appareils photos situés à l'aplomb de l'échantillon pour différents types de lumières (blanches, colorées, UV) et pour différents domaines (visible ou proche IR) sans apporter d'amélioration notable. Les clichés ont parfois été traités avec le logiciel ImageJ pour améliorer le contraste comme on le voit sur la Figure II.21 (bas).

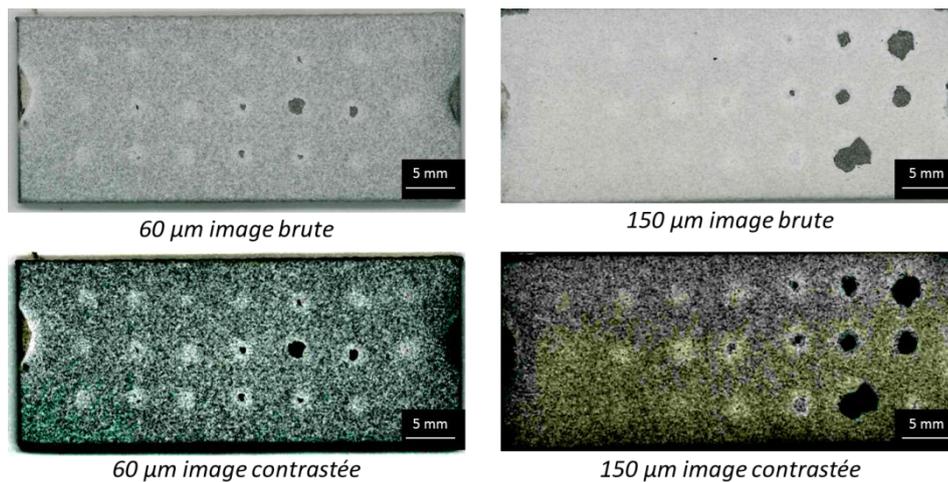


Figure II.21 : Exemples d'images optiques brutes et contrastées numériquement pour des systèmes de la nuance N1 avec des épaisseurs de dépôt 60 et 150 μm

II.3.3.2 Thermographie infrarouge

Parmi les techniques de thermographies présentées dans le paragraphe I.4.3.2, la méthode proposée dans cette étude est la thermographie active à sollicitation continue. Les échantillons sont chauffés par le substrat en contact avec une plaque chauffante configurée pour obtenir une température de 60 °C. La Figure II.22 présente la configuration de mesure utilisée pour l'ensemble des clichés thermographiques de l'étude. L'échantillon est simplement posé sur la plaque, sans matériau conducteur de transition et l'observation est menée lorsque le système est thermiquement stable. La caméra thermique utilisée pour les observations est le modèle TITANIUM 520 fabriqué par CEDIP Infrared système. Elle comporte un capteur CMOS (Complementary Metal Oxide Semi-Conductor) de résolution 320x256 pixels. La sensibilité de la caméra dans le domaine IR (0,8 μm -40 μm) est dite « middle wave » soit 1,9 μm - 5,1 μm . La sensibilité thermique NETD (Noise Equivalent Temperature Difference) est de 20,4 mK à 25 °C. La résolution des images est de 160 $\mu\text{m}/\text{px}$ mais peut être améliorée par l'utilisation d'une bague d'allonge qui permet d'obtenir une résolution de 45 $\mu\text{m}/\text{px}$

mais réduit le champ d'observation. Le contraste des images est choisi en diminuant la fenêtre des températures (ou digital levels DL) affichées sur l'image en noir et blanc.

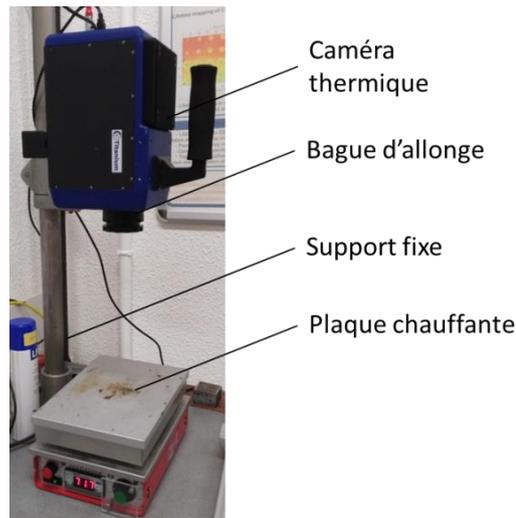


Figure II.22 : Installation du dispositif de thermographie infrarouge active avec sollicitation continue par plaque chauffante

Les mesures de fissures ont été effectuées avec le logiciel ImageJ en superposant manuellement des cercles dessinés autour des fissures. Des exemples de mesures (cercles rouges) sont présentés pour les deux épaisseurs de dépôts sur la Figure II.23. Le dessin du cercle est choisi de manière à se superposer au bord de la fissure. Si la fissure est elliptique, le diamètre est choisi comme étant la longueur du grand axe. L'échelle de mesure était conservée d'un échantillon à l'autre grâce à une potence qui maintenait la caméra thermique toujours à la même hauteur quelle que soit la mesure. Le contraste de la caméra seule permet de garantir une précision de mesure à 2 ou 3 pixels près. La bague d'allonge n'a pas été utilisée pour tous les échantillons car elle réduit le champ jusqu'à parfois empêcher l'obtention d'un contraste suffisant. De plus, la bague nécessite de prendre plusieurs clichés et de multiplier les phases de traitements des images pour visualiser l'échantillon dans son ensemble.

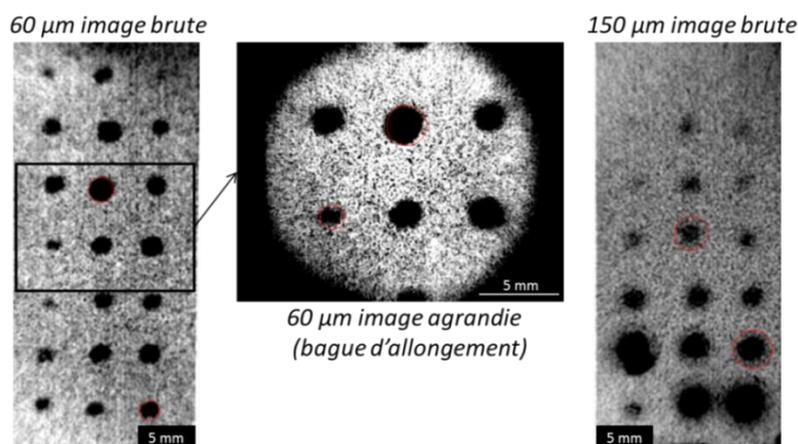


Figure II.23 : Exemples d'images thermographiques d'échantillons de la nuance N1 (HAP APS 60 et 150 µm) et d'une image prise avec la bague d'allonge sur le dépôt 60 µm pour améliorer la résolution

II.3.4 VISAR

Le VISAR (Velocity Interferometer System for Any Reflector) est utilisé pour mesurer de la vitesse de surface libre opposée à la surface choquée $v(t)$. Le signal mesuré contient des informations concernant la propagation des ondes de choc et peut être utilisé comme méthode de détection de décohérence au sein du système (cf. § I.3.1.4a). Cette technique est la méthode de référence pour

mesurer des vitesses de points matériels de 10 à 2000 m.s⁻¹. Le principe de l'essai est de pointer un laser continu de longueur d'onde λ_0 sur une cible et de récupérer la lumière réfléchie de longueur d'onde $\lambda(t)$ pour extraire la vitesse à partir de l'expression :

$$\frac{\Delta\lambda}{\lambda_0} = \frac{-2v(t)}{c}$$

avec $\Delta\lambda = \lambda(t) - \lambda_0$ et c la célérité de la lumière.

II.3.4.1 Installation et mesure de la vitesse

Le montage optique du VISAR utilisé dans cette étude est le CICLOP conçu et prêté par l'entreprise Nuclétudes semblable à celui présenté par Bolis [Bolis et al., 2007]. Une source continue (THORUS 532, Laser quantum) émet un laser de longueur d'onde 532 nm à travers un miroir percé jusqu'à une lentille achromatique ($f = 14$ mm) parallèle à la cible positionnée à une distance de 14 mm. Le faisceau est focalisé en un point de mesure d'environ 90 μm de diamètre sur la surface libre. La réflexion diffuse de la cible augmente la taille du rayon retour qui traverse à nouveau la lentille vers l'infini. Le diamètre du faisceau est alors plus large que le trou du miroir qui le réfléchit vers une lentille convergente pour qu'il soit focalisé dans une fibre optique. Ce montage permet d'augmenter la quantité de lumière capturée surtout dans le cas de cible rugueuse. Le signal lumineux est ensuite conduit dans l'interféromètre et séparé en deux branches par une lame séparatrice : une branche de référence et une branche retard. La seconde partie du signal traverse des étalons en verre BK7 qui permettent de le retarder et d'induire un déphasage avec le premier pour faire défiler les franges d'interférence. Les étalons doivent être choisis en fonction de la vitesse recherchée pour garantir une bonne précision. Un second système d'interférence, déphasé de $\pi/2$, est généré grâce à un polariseur et une lame de déphasage placée après les étalons. Le polariseur permet de découpler le faisceau en une composante verticale et une horizontale qui sont séparées par les prismes placés juste avant les sorties du signal. Les quatre signaux sont alors convoyés par fibre optique jusqu'à des photomultiplicateurs (PM) pour que l'information lumineuse soit convertie en signal électronique par le système VALYN. Le post traitement de la Lissajous obtenue est effectué avec le logiciel PlotData développé pour le VISAR et permet d'extraire la courbe de vitesse $v(t)$.

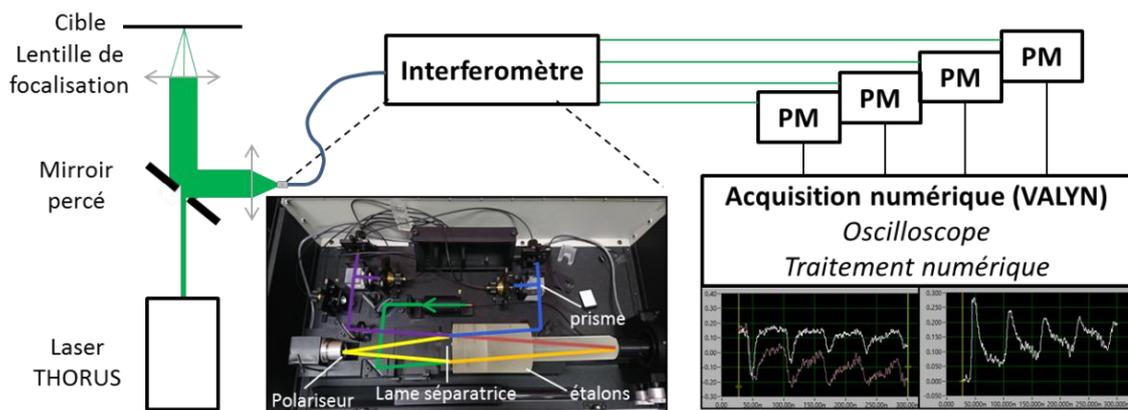


Figure II.24 : Schématisation du montage optique du VISAR avec l'installation CICLOP de Nuclétudes et l'appareil VALYN de Barker

II.3.4.2 Méthodes de mesures classique et décentrée de la vitesse

Les essais de mesure de vitesse ont été conduits selon deux protocoles différents. Le premier est une mesure standard au point correspondant au centre de la tache focale sur la surface opposée. Le second consiste à décentrer la mesure par la rotation de la lentille achromatique en gardant le signal source au centre à l'entrée de manière à se déplacer le long du rayon de choc sur la surface libre. Cette

méthode permet d'effectuer des filiations radiales de mesure de vitesse pour étudier les éventuels effets de bord (cf. §I.3.1.3b) et l'homogénéité de l'onde de choc en lien avec celle du faisceau laser (cf. § IV.1.2.2).

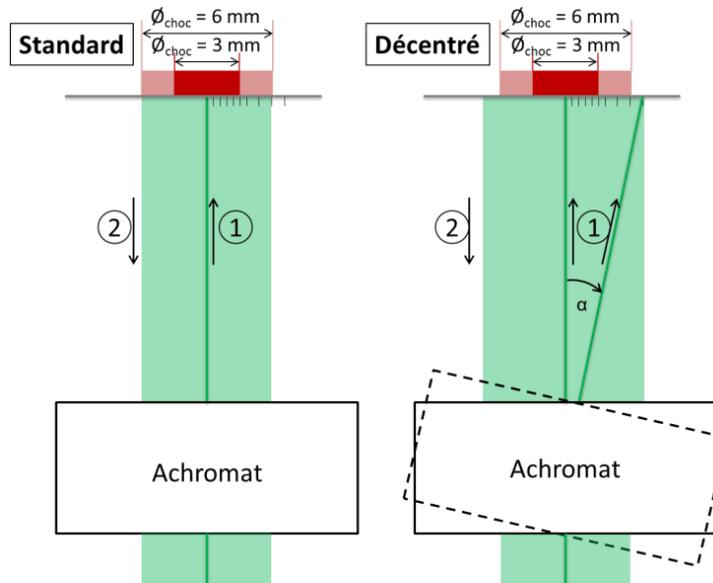


Figure II.25 : Schéma des méthodes de mesures VISAR standards et décentrées

Chapitre

III

Caractéristiques des nuances de dépôt HAP en relation avec la mise au point d'un essai LASAT

Introduction

La mise au point de l'essai LASAT pour mesurer l'adhérence de revêtements HAP nécessite une connaissance des matériaux et des interfaces afin d'extraire les données utiles à la mise en œuvre et à l'analyse de l'essai selon le protocole choisi. Dans ce chapitre, il s'agit essentiellement de relier les conditions de choc à la fissuration générée et son rendu via le diagnostic de décohésion par imagerie. Par ailleurs, ces caractéristiques matériaux interviennent également dans le volet de modélisation de l'essai LASAT qui doit permettre de remonter au chargement mécanique dynamique à l'interface métal/céramique. L'étude menée comporte deux groupes de nuance selon que l'hydroxyapatite est projetée sous air (APS) ou sous vide (VPS). Le premier groupe, sur lequel se fonde la mise au point de l'essai LASAT, concerne une nuance industrielle de revêtement HAP(APS) qui sera la référence de l'étude (Nuance N1). Le second groupe concerne une nuance complémentaire (Nuance N4) d'un revêtement HAP(VPS) qui permettra d'aborder les possibilités et les limites de l'essai LASAT pour un dépôt de même nature chimique mais de microstructure différente qui sera traité dans le Chapitre VI. Dans ce chapitre, les premières informations d'intérêt concernent les données propres aux deux types de dépôt céramique comme la composition, la microstructure, la morphologie (rugosité/épaisseur) et la porosité. Dans le but d'analyser et de comparer les effets dimensionnels lors du LASAT, les dépôts sont produits systématiquement selon deux épaisseurs cibles 60 et 150 μm . Le dépôt le plus épais correspond à une gamme d'implants industriels standard alors que le dépôt le plus fin concerne des implants de dernière génération chez les fabricants de prothèses qui tendent à réduire l'épaisseur de la couche céramique. Pour contribuer à l'établissement des données matériaux pour les calculs numériques, les caractéristiques mécaniques du dépôt de référence (module d'Young) sont évaluées par nano-indentation. De plus, les propriétés optiques du dépôt HAP de référence sont mesurées par thermo-rélectométrie pour mieux appréhender les caractéristiques de mise-en-œuvre de la thermographie infrarouge sur dépôt HAP.

Dans cette thèse, l'étude de l'essai LASAT repose sur des modifications des interfaces pour les systèmes de référence et complémentaires de façon à générer des variations de niveau d'adhérence à mesurer et comparer. Ainsi, à partir des dépôts APS de référence, deux types de modifications des substrats Ti6Al4V ont été obtenues : morphologique par la diminution de la rugosité du substrat (nuance N2) et physico-chimique par la croissance d'une couche d'oxyde par un traitement au four (nuance N6). Dans le cas des dépôts VPS, l'interface est modifiée par la projection préalable d'une sous-couche de titane poreux très rugueuse (Nuance N3) qui conduit à la nuance N5 après ajout de la couche céramique. Dans ce chapitre, on s'attache à expliciter et comparer les caractéristiques des

interfaces par des mesures de paramètre de rugosité complétées par des observations à relier aux conditions de dépôt et à la présence de décohésion locales initiales. Il s'agit d'aider à l'analyse des ruptures interfaciales provoquées lors des essais d'adhérence.

Aux analyses et observations des différentes nuances avant choc laser, s'ajoute dans ce chapitre l'étude approfondie des différents types de faciès de fissuration rencontrés après choc laser. Ces types correspondent à des conditions de choc représentatives des différents paramètres étudiés pour la mise au point de l'essai LASAT. Il s'agit des paramètres d'échantillon (nuances, épaisseurs) et des paramètres de choc laser (diamètre de choc, densité de puissance). A la lumière des vues micrographiques en coupe (méthode destructive), il est également proposé dans ce chapitre d'examiner et de comparer les possibilités et les limites de méthodes de contrôle non destructif de la fissuration générée par choc laser. Ainsi, les méthodes d'imagerie optique, de thermographie infrarouge ou par profilométrie sont analysées en fonction des caractéristiques des fissures générées et en relation avec des conditions de choc variées. Cette approche du diagnostic en vue de dessus comporte deux aspects selon que l'on souhaite détecter l'apparition d'une fissure ou selon que l'on souhaite en mesurer la taille et évaluer la forme. L'ensemble de ces analyses doit permettre de mieux cerner les influences des matériaux de l'étude lorsqu'ils sont soumis à un protocole LASAT à mettre au point.

III.1 Présentation des nuances de dépôts HAP

La méthodologie de l'étude de l'essai LASAT se fonde sur la possibilité de comparer différents niveaux d'adhérence de dépôts HAP pour deux groupes de nuances selon que la couche céramique est préparée en APS (groupe 1 de référence) et ou VPS (groupe 2 complémentaire). L'examen des microstructures, des interfaces et des caractéristiques des dépôts doivent permettre d'appréhender mieux l'influence des matériaux lors de la mise au point et de l'analyse de l'essai LASAT. Les nuances sont résumées dans le Tableau III.1.

Groupe 1		Groupe 2	
N1	<i>Ti6Al4V/HAP(APS), S1*</i>	N3	<i>CoCrMo/Ti(VPS), S1</i>
N2	<i>Ti6Al4V/HAP(APS), S2**</i>	N4	<i>CoCrMo/HAP(VPS), S1</i>
N6	<i>Ti6Al4V/HAP(APS) S1 + pré-ox.</i>	N4 bis	<i>Ti6Al4V/HAP(VPS), S1</i>
		N5	<i>CoCrMo/Ti(VPS)/HAP(VPS)</i>

* S1 : sablage de référence, ** S2 : sablage doux

Tableau III.1 : Récapitulatif des nuances de revêtements HAP

III.1.1 Microstructures des dépôts HAP en modes APS et VPS

L'étude des microstructures des dépôts HAP permet d'établir les différences notables entre les deux procédés de projection APS et VPS. La composition est obtenue par DRX et la structure des dépôts est analysée grâce à des observations au MEB avec et sans attaque chimique afin de révéler mieux les contours des particules et les zones les plus solubles ayant subies les échauffements les plus élevés pendant le dépôt. De plus, l'étude de la porosité par analyse d'image permet d'estimer la densité des dépôts. D'autre part, les vues des dépôts en coupe ainsi que les mesures par profilométrie permettent d'évaluer les rugosités et les épaisseurs types des différents cas des nuances N1 et N4 représentatives des deux types de dépôts. Les nuances ont été observées en coupes métallographiques selon la méthode de préparation décrite en paragraphe II.3.1.

III.1.1.1 Composition de phase des dépôts HAP

L'analyse des revêtements par diffraction de rayons X (DRX) fait partie des contrôles nécessaires avant leur mise sur le marché suivant la norme ISO 13779-3, 2008. La méthode utilisée ainsi que les

phases recherchées sont définies dans la partie II.3.2.1. Elle a été appliquée sur les poudres avant projection et sur les dépôts APS et VPS. Toutes les valeurs mesurées par DRX sont conformes à la norme et des exemples de diffractogrammes sont présentés en Annexe A.

Dosage phases HAP*	Poudre APS	Dépôt APS	Poudre VPS	Dépôt VPS
HA	96,5	90,0	98,8	89,2
Cristallinité (%)	104,1 ± 0,2	56,5 ± 0,3	107,2 ± 0,2	60,8 ± 0,5
Ca/P	ND	1,7 ± 0,01	ND**	1,7 ± 0,01
α-TCP	1,5 ± 0,1	2,9 ± 0,2	1,2 ± 0,2	3,3 ± 0,3
β-TCP	1,0 ± 0,1	2,1 ± 0,2	ND	3,5 ± 0,3
TTCP	1,0 ± 0,7	2,8 ± 0,7	ND	2,3 ± 0,7
CaO	ND	0,5 ± 0,1	ND	ND

* ISO 13 779-3 [2008], **ND : non détecté

Tableau III.2 : Taux de cristallinité, rapport Ca/P et %massique des poudres et des dépôts HAP émaïs (150 µm) APS et VPS par DRX

Selon la méthode employée, on note que les deux poudres issues de procédés modernes sont plus riches en HAP cristallin que les étalons utilisés plus anciens (taux > 100%). Dans la nouvelle version de la norme, de 2018, la comparaison s'effectue avec la même poudre mais préalablement calcinée (cristallinité supposée à 100%) afin d'améliorer la précision des valeurs du taux. Malgré le biais imposé par l'étalon, les valeurs de cristallinité des dépôts sont valides car supérieures à 45 %. La poudre VPS est sensiblement plus pure et cristalline ne faisant apparaître que 1,2% de TCP tandis que la poudre APS contient 3,5% au total des phases secondaires (TCP α et β, TTCP). Les deux poudres sont exemptes de CaO. Néanmoins, comme la mesure n'est pas précise en dessous de 3 % car sujettes au bruit de fond, les poudres sont considérées comme relativement pures. En comparant la composition des phases cristallines dans les dépôts, on mesure que la cristallinité du dépôt VPS est sensiblement plus élevée que celle du dépôt APS. Toutefois, les ratios finaux des phases secondaires sont assez proches pour les deux dépôts. Si la décomposition thermique et l'augmentation du taux de phases secondaires cristallines correspondantes sont plus prononcées dans le cas du dépôt VPS par rapport à la poudre initiale, seul le dépôt APS fait apparaître la présence de CaO. Celui-ci témoigne de la décomposition ultime de HAP en relation avec une température la plus élevée subie par la poudre pendant le procédé sous air. Ce constat indiquerait également une présence de phase amorphe décomposée thermiquement plus importante pour ce cas. Enfin, des analyses par spectrométrie infrarouge (FTIR) ont permis de vérifier l'absence d'oxyapatite dans les dépôts APS et VPS.

III.1.1.2 Microstructures des dépôts HAP

a) Dépôt plasma HAP par APS

Les nuances de dépôts HAP N1, N2 et N6 sont projetées en APS sur substrats Ti6Al4V. La Figure III.1 montre une microstructure type de la nuance N1 de référence observée au MEB avec et sans attaque chimique dans le cas du dépôt le plus épais.

Le dépôt présente une microstructure lamellaire conventionnelle de dépôt HAP APS (cf. §I.1.2.3). La microstructure est homogène, y compris en épaisseur malgré un profil de rugosité à l'amplitude prononcée (cf. §III.1.1.3). Le dépôt est compact avec un bon contact inter-particules et une porosité principalement globulaire constituée de pores dont la taille peut attendre 20 µm. Les fissures visibles dans le dépôt sont de l'ordre de 10 à 50 µm et sont orientées préférentiellement perpendiculairement à l'interface. On note la présence de résine dans les pores jusqu'à l'interface ce qui est révélateur d'un réseau percolant. Avec les vues b et c de la Figure III.1, on observe également des particules infondues ou partiellement fondues qui préservent la structure caractéristique de la poudre (cf. §II.1.1). Cela conduit à un second type de pores micrométriques dans ces zones non fondues où la résine s'est aussi

III. Caractéristiques des nuances de dépôt HAP en relation avec la mise au point d'un essai LASAT

infiltrée. Ces particules, en nombre assez limité, sont bien enchâssées dans le dépôt et participent également au niveau de cristallinité du dépôt

Avec l'attaque chimique (Figure III.1-d, e, f), l'enlèvement de matière concerne en priorité des phases amorphes et deshydroxylées très solubles, plutôt localisées en pourtour des particules fondues, puis éventuellement des autres phases secondaires également plus solubles que HAP. On observe ainsi plus facilement le contour des lamelles isolées et la structure lamellaire qui résulte des particules bien étalées. Ce bon étalement est observé également en vue de dessus avec des zones lisses (« splats » étalés et peu fissurés) en présence de nombreuses micro-gouttelettes solidifiées qui témoignent également de l'état liquide et de la fragmentation de la matière (« splashing ») à l'impact. Au sein des lamelles, les phases HAP et secondaires les moins solubles sont sous la forme de grains assez allongés de forme aciculaire qui témoignent d'un passage par un état fondu et probablement d'un refroidissement et d'une solidification rapide de zones au sein d'une particule. Ces observations en coupes contribuent également aux analyses quantitatives de l'épaisseur et de la porosité rassemblées dans les parties suivantes.

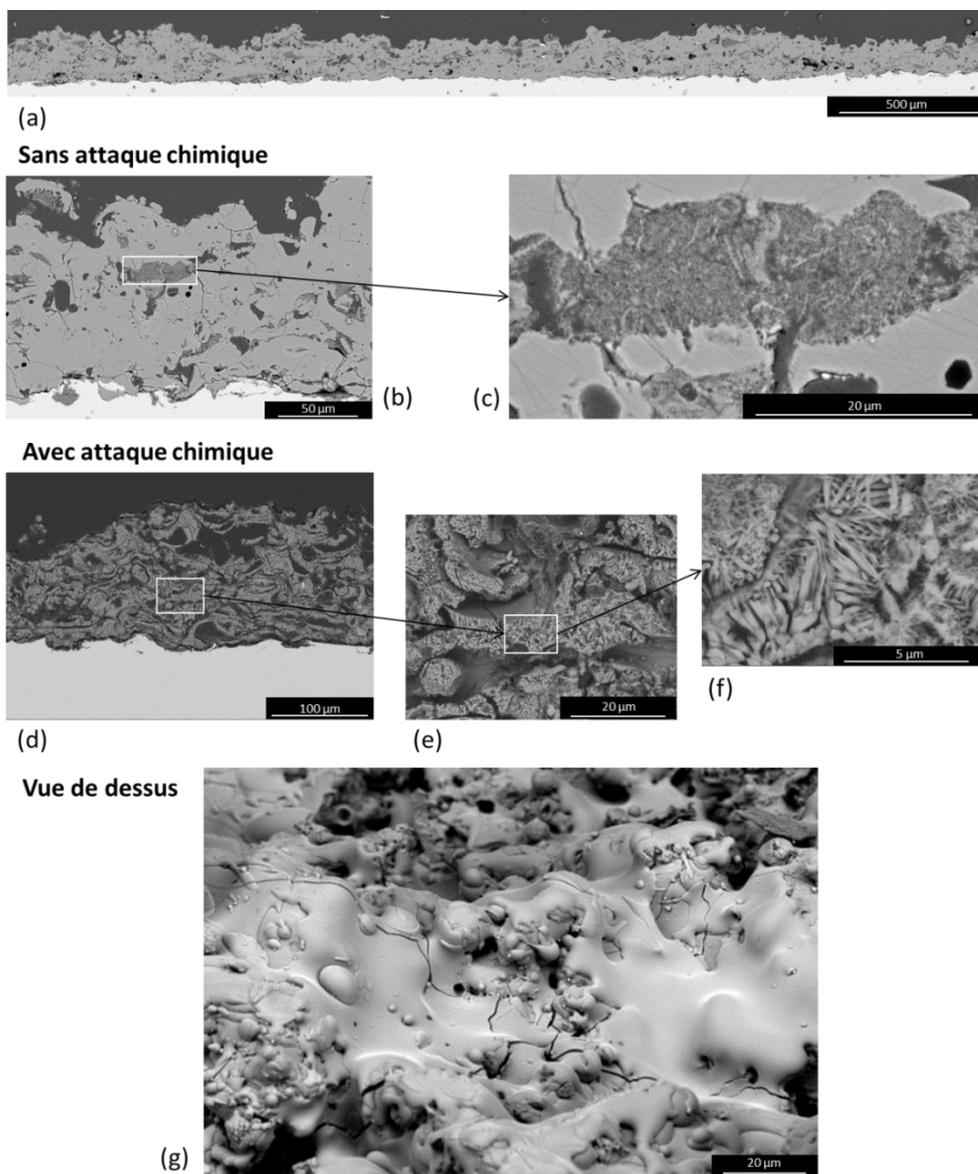


Figure III.1 : Dépôt HAP APS (N1) : Observations MEB (e- rétrodiffusés) en coupe transverse (a, b, c), après attaque chimique (d, e, f) et en vue de dessus (g).

b) Dépôt plasma HAP par VPS

Les nuances N4 et N5 sont projetées en VPS sur substrat CoCrMo en présence ou non d'une sous-couche Ti (également en VPS) et sur substrat Ti6Al4V dans le cas de la nuance complémentaire N4bis. La Figure III.2 montre une microstructure représentative observée au MEB avec et sans attaque chimique dans le cas du dépôt le plus épais de la nuance N4 (sans sous-couche Ti).

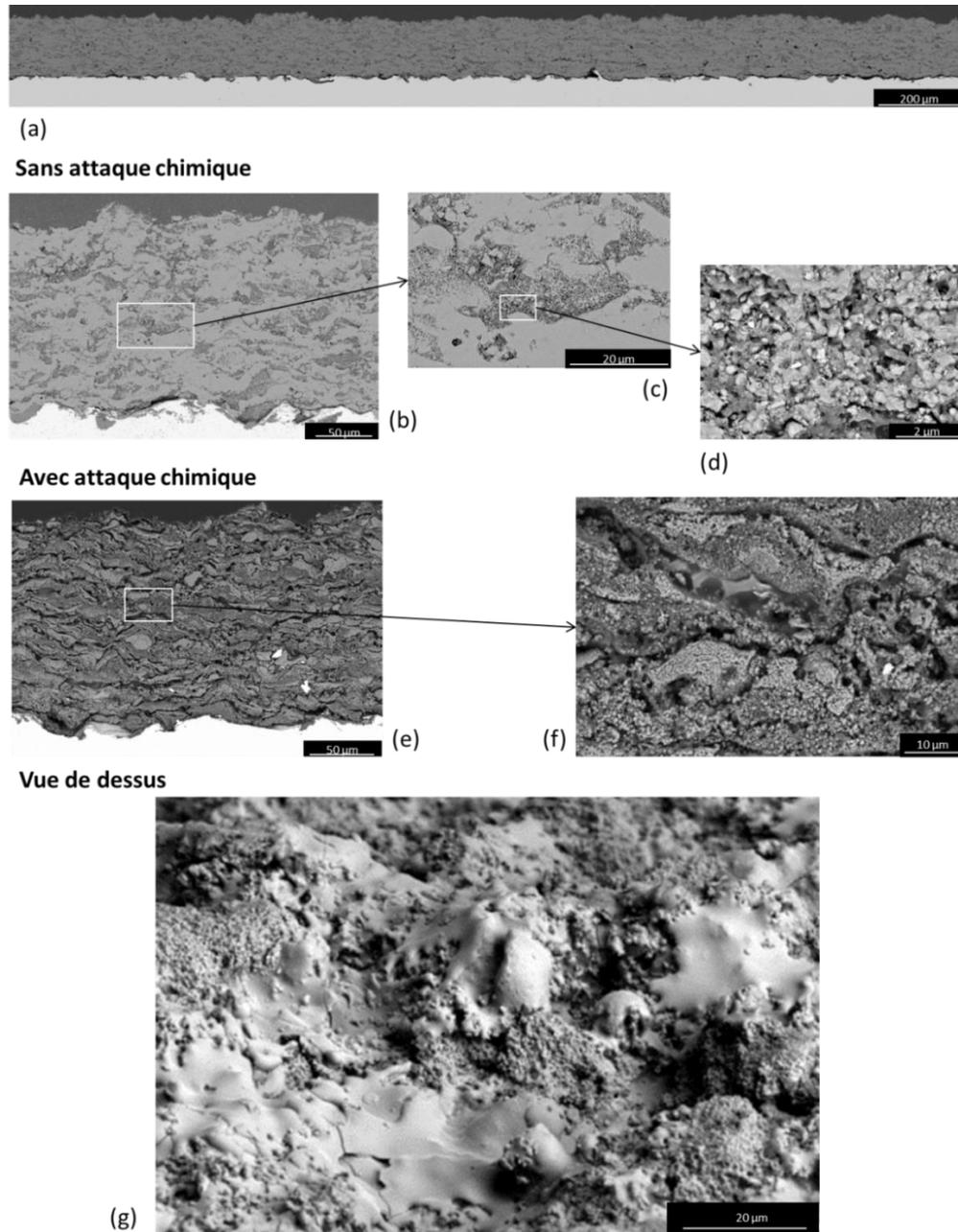


Figure III.2 : Dépôts HAP VPS (N4) : Observations MEB (e- rétrodiffusés), en coupe transverse (a, b, c, d), après attaque chimique (e et f) et en vue de dessus (g)

Une morphologie lamellaire plus prononcée et compacte est clairement visible avec cette nuance sur les vues a et b de la Figure III.2. Le dépôt semble donc plus dense et présente une porosité globulaire composée de pores fins ne dépassant pas 5 µm avec des fissures entre lamelles majoritairement orientées horizontalement et plus rapprochées entre elles par rapport au dépôt APS. La compacité de l'empilement des lamelles du dépôt VPS est liée à la poudre d'hydroxyapatite utilisée qui est plus fine (cf. § II.1.1). Cela se traduit aussi visuellement par une morphologie de surface moins rugueuse que pour le dépôt APS. Dans ce cas, la pénétration de la résine d'enrobage ne dépasse pas la moitié du

dépôt le plus épais alors qu'elle parcourt l'ensemble de l'épaisseur du dépôt fin. L'élaboration du dépôt épais nécessite certainement une passe supplémentaire, ce qui crée peut-être une discontinuité dans la microstructure à l'échelle de la porosité et des fissures. Comme pour le dépôt APS, certaines zones du dépôt VPS présentent des particules infondues ou partiellement fondues présentant une porosité plus fine en relation avec la poudre initiale (Figure III.2.c et .d). On note que ces zones qui contribuent à la cristallinité du dépôt sont plus nombreuses dans le cas de la projection sous vide.

Une attaque chimique permet de révéler davantage la structure lamellaire compacte et le bon étalement de ces particules composées de grains équiaxes ultra-fins, de taille submicronique, bien visibles sur la Figure III.2.f. Cette microstructure différente peut être observée aussi en vue de dessus, sans fissures apparentes et avec la présence de nombreux grains ultra-fins enchâssés en surface (Figure III.2.g). La proportion d'enlèvement de matière due aux phases les plus solubles aux frontières entre les lamelles est proche de la nuance N1.

c) Analyse de la porosité et évaluation de la densité

D'un point de vue qualitatif, les porosités des deux dépôts APS et VPS sont différentes avec, dans le cas de la projection sous air, une porosité plus importante avec des pores plus gros. Le second dépôt est plus dense et ne présente pas de pores de plus de 5 µm. Les microporosités présentes dans les zones infondues des deux dépôts sont comparables en taille et en nombre. La porosité a été estimée par analyse d'image sur images MEB. Le protocole est explicité en partie II.3.1.3 et il ne prend pas en compte la microporosité ou les fissurations internes du dépôt et ne permet donc qu'une estimation de la porosité minimale. Cette méthode a été appliquée sur 10 images pour chaque dépôt céramique (fin et épais) des nuances N1, N3, N4 et N5 et les résultats sont synthétisés dans le Tableau III.3 ci-dessous.

Porosité	Dépôt fin	Dépôt épais
HAP APS (N1)	2.80 ± 0.86	2.90 ± 1.19
Titane rugueux (N3)	1.93 ± 0.87	
HAP VPS (N4)	2.06 ± 0.51	0.88 ± 0.57
HAP VPS/Titane rugueux (N5)	0.82 ± 0.52	0.45 ± 0.26

Tableau III.3 : Mesures de porosité pour les nuances de l'étude par analyse d'image

Les valeurs de porosité sont cohérentes avec les observations métallographiques, les dépôts APS sont moins denses que les dépôts VPS et la nuance N5 est la moins poreuse de l'étude. D'autre part, les observations des dépôts fin et épais VPS révèlent une porosité plus élevée dans le cas des dépôts fins. Néanmoins, la différence de plus de 1 % est sans doute moins grande en réalité car, dans le cas du dépôt épais, la porosité proche de l'interface n'est pas prise en compte dans la méthode. En moyenne, l'épaisseur de dépôt n'influence que peu le taux de porosité qui peut être fixé pour chaque nuance et servira à modéliser le dépôt APS de référence. La densité du dépôt n'est pas celle de l'hydroxyapatite pur car des phases supplémentaires sont présentes (Tableau III.2). Elle peut néanmoins être estimée à partir des valeurs de porosité obtenues et de données matériaux déjà présentées dans la littérature [Tsui et al., 1998] et dans le cadre d'essai de choc laser [Guipont et al., 2010]. Les valeurs qui seront utilisées dans cette étude sont : $\rho_{APS} = 3,13 \text{ g.cm}^{-3}$ et $\rho_{VPS} = 3,16 \text{ g.cm}^{-3}$

III.1.1.3 Rugosité et épaisseurs des dépôts HAP

Des relevés d'épaisseur effectués par courants de Foucault ont été fournis par le CRITT sur les nuances N1, N2 et N4 systématiquement. Elles ont été complétées le plus souvent possible par des mesures locales par profilométrie sur trois à dix zones écaillées en fonction de la nuance et des résultats disponibles (cf. §II.3.2.2). L'échantillonnage des courants de Foucault est plus élevé et réduit les incertitudes des résultats qui sont consignés dans le Tableau III.4.

Nuance	Epaisseur par courants de Foucault (μm)	Epaisseur par profilométrie (μm)
HAP APS (N1) – fin	61,9 \pm 1,9	54,9 \pm 4,2
HAP APS (N1) – épais	151,0 \pm 3,1	145,9 \pm 7,9
HAP VPS (N4) – fin	66.3 \pm 2.9	69.6 \pm 11,1
HAP VPS (N4) – épais	147.4 \pm 5.0	127 \pm 8,5

Tableau III.4 : Epaisseurs des dépôts APS (N1) et VPS (N4)

Les valeurs d'épaisseur mesurées par profilométrie sont plus dispersées et plus faibles que celles fournies par l'industriel (sauf pour le N4 fin). Les incertitudes sont plus élevées pour les dépôts VPS bien que les épaisseurs soient moins variables sur les vues en coupe pour un même échantillon. Les épaisseurs de dépôts sont donc moins reproductibles d'un échantillon à un autre pour les projections sous vide. Néanmoins, pour chacune des configurations de projection, les épaisseurs restent stables, dans les tolérances industrielles, et permettent de comparer les résultats obtenus par la suite sur les différents échantillons supposés identiques.

Les deux méthodes mises en œuvre ne permettent pas de mesurer les épaisseurs de dépôts de la nuance N5 présentée en Figure III.3. La vue en coupe permet néanmoins d'observer une variation importante de l'épaisseur d'hydroxyapatite due à la présence de fortes hétérogénéités locales (picots) de la sous-couche de titane. Le dépôt présente même des zones où la céramique est absente dans le cas du dépôt fin. L'épaisseur de céramique varie de 50 à 200 μm lorsque le dépôt est souhaité épais (cible 150 μm) et de 0 à 80 μm pour le dépôt fin (cible 60 μm). Il est difficile de définir une épaisseur pour cette nuance car la dispersion est trop importante à cause de la rugosité.

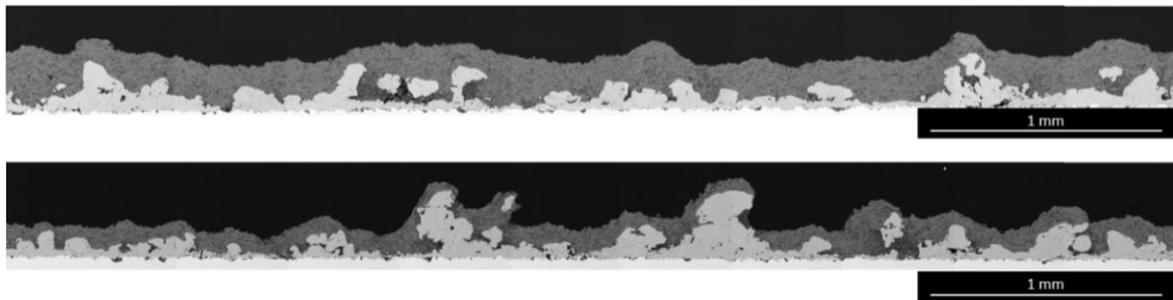


Figure III.3 : Images MEB de vues en coupe des dépôts *HAP(VPS)/Ti(VPS)/CoCrMo* (Nuance 5) : dépôt fin (image bas) et épais (image haut)

La rugosité des dépôts après projection est une donnée importante pour la bonne intégration de la prothèse non cimentée dans le corps humain. Bien qu'elle ne fasse pas l'objet d'une norme, plus elle est élevée, plus les anfractuosités et la surface développée comme zone d'appui sont importantes. Dans le cadre de la mise au point de l'essai LASAT, une telle rugosité de surface du dépôt joue un rôle important pour la réflexion des ondes à la surface libre mais aussi sur les diagnostics optiques et thermographiques. De plus, la rugosité d'un dépôt influence son épaisseur qui est un paramètre clé de la mise en œuvre de l'essai. Les rugosités des dépôts ont été mesurées au profilomètre optique et sont rassemblées dans le Tableau III.5 ci-dessous.

Rugosité (ISO 4287)	Ra (μm)	Rt (μm)
HAP APS (N1)	11,1 \pm 2.5	74,6 \pm 23,2
HAP VPS (N4)	4,2 \pm 0.1	29,2 \pm 1,1
HAP VPS (N5)	29,5 \pm 2.3	200,4 \pm 14,8

Tableau III.5 : Paramètres de rugosité des dépôts APS (N1) et VPS (N4, N5)

Les valeurs de référence est la hauteur moyenne arithmétique du profil notée Ra et la hauteur maximum du profil Rt mesurées dans le cadre de la norme ISO 4288 de 1996. Le dépôt d'hydroxyapatite VPS (N4) est moins rugueux que le dépôt APS (N1) avec des valeurs de Ra(N4)=4,2µm et Rt(N4)=29,2µm très inférieures aux valeurs de la nuance N1, Ra(N1)=11,1µm et Rt(N1)=74,6µm. Ces mesures sont en accord avec l'analyse qualitative permise par les vues en coupe. Malgré la différence de rugosité entre les nuances N1 et N4, les dispersions d'épaisseur présentées précédemment sont similaires et plutôt faibles. Dans le cas de la nuance N5, la rugosité du titane VPS est adoucie par la déposition de la céramique. Cependant, le dépôt conserve des valeurs de Ra(N5) et Rt(N5) élevées, respectivement 29,5 et 200,4, quelle que soit l'épaisseur.

III.1.2 Interfaces des dépôts HAP sur différents substrats à rugosité contrôlée

L'adhérence des dépôts peut être modifiée dans une certaine mesure en variant la rugosité du substrat. Il est surtout possible de diminuer l'adhérence en abaissant la rugosité par rapport à la rugosité de référence qui a déjà été optimisée selon les retours des nombreux essais de plots collés pratiqués industriellement. Dans la thèse, on propose donc d'opérer un microbillage sur les substrats sablés afin d'obtenir une nuance N2 reproductible moins rugueuse. Une tentative supplémentaire et exploratoire pour modifier la nuance N1 sablée est également envisagée en pratiquant un traitement thermique au four avant projection APS pour obtenir la croissance d'une couche d'oxyde de titane (Nuance N6). Cette oxydation permet à la fois de modifier la rugosité et la nature physico-chimique du matériau au contact des premières lamelles.

En projection, une autre manière de modifier la rugosité et d'obtenir une meilleure accroche est l'ajout d'une sous-couche intermédiaire qui permet de réaliser des rugosités beaucoup plus élevées par exemple avec la texturation laser du substrat [Kromer, 2016]. Dans la thèse, l'ajout d'une sous-couche rugueuse est exploré avec la nuance N5. Elle modifie drastiquement la morphologie de l'interface métal/céramique. Dans cette partie, on résume les données d'observation et la caractérisation des interfaces pour les différentes rugosités contrôlées des dépôts APS et VPS. Toutes les interfaces comportent des particules de corindon incrustées. La moyenne du taux d'incrustation linéaire est de 7%. Le maximum permis par la norme NF-S 90.438-3 (norme annulée et non remplacée) est de 15%. Le Tableau III.6 rassemble les valeurs des paramètres de rugosité (Ra, Rz, Rt, Rsk, Rku) des substrats qui serviront lors de la description des interfaces dans les parties à suivre.

	Ra_{moy}	Rz_{moy}	Rt_{moy}	Rsk_{moy}	Rku_{moy}
Ti6Al4V (N1)	5,7 ± 0,3	44,7 ± 1,7	83,9 ± 13,4	-0,4 ± 0,1	4,4 ± 0,7
Ti6Al4V (N2)	2,4 ± 0,1	15,2 ± 1,0	26,6 ± 3,6	-0,4 ± 0,1	3,6 ± 0,3
Ti6Al4V (N6)	4,3 ± 0,3	28,1 ± 1,2	40,8 ± 4,9	-0,2 ± 0,04	3,0 ± 0,2
CoCrMo (N4)	5,8 ± 0,4	96,7 ± 11,1	113,0 ± 17,1	2,4 ± 0,2	15,2 ± 1,8
Ti rugueux (N3)	35,4 ± 3,0	200 ± 10,6	311,6 ± 31,0	0,1 ± 0,2	3,6 ± 0,4

Tableau III.6 : Paramètres de rugosité pour les substrats Ti6Al4V et CoCrMo (N1, N2, N6, N4 et N5)

III.1.2.1 Interfaces variées des dépôts APS (N1, N2 et N6)

Les nuances N1 et N2 constituent les deux références à comparer de manière systématique pour l'étude et la mise au point d'un essai LASAT dans l'objectif d'un contrôle industriel. Ces systèmes sont également soumis en parallèle à des essais de traction et de rayage afin de comparer les méthodes et les résultats lors de la caractérisation de deux niveaux d'adhérence différents. Dans le Tableau III.6, on note que les rugosités arithmétiques Ra sont bien discriminées avec des valeurs deux fois plus faibles pour N2 par rapport à N1 et trois fois moins élevées pour les paramètres Rt et Rz. Les coefficients d'asymétrie (skewness) Rsk et d'aplatissement (kurtosis) Rku n'ont pas été changés par le

microbillage. Les profils présentent plutôt avec des arêtes vives ($Rku > 3$) et plutôt symétrique ($Rsk < 0$ mais peu élevé). La Figure III.4 présente une comparaison des deux interfaces pour les nuances N1 et N2. On observe la présence de défauts d'interface de l'ordre de $50 \mu\text{m}$ pour N1 et environ $20 \mu\text{m}$ pour N2. Les images binarisées rendent mieux visible le lissage du profil de rugosité par le microbillage avec moins d'anfractuosités pour la nuance N2.

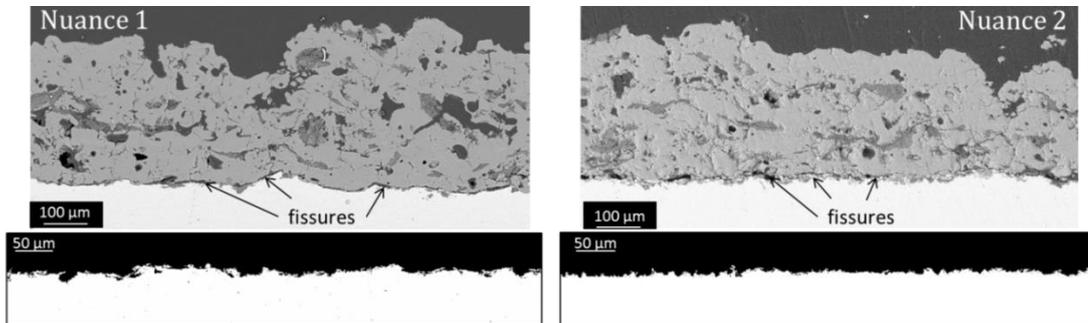


Figure III.4 : Observation MEB des interfaces et profils d'interface des nuances N1 et N2

Dans le cas de la nuance N6 la surface préalablement sablée présente une couche assez homogène de TiO_2 (rutile) identifiée par DRX et d'épaisseur environ $1 \mu\text{m}$. Cette couche conduit à une rugosité intermédiaire entre les nuances N1 et N2 avec des valeurs de skewness et de kurtosis qui traduisent un profil adouci plus symétrique (Rsk plus proche de 0) et moins saillant (Rku plus proche de 3).

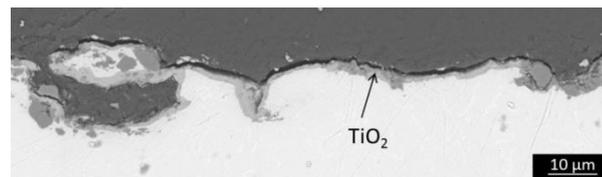


Figure III.5 : Observation MEB de l'interface rugueuse avec une couche de TiO_2 de la nuance N6

III.1.2.2 Interfaces variées des dépôts VPS (N4, N4bis)

Les données de rugosité arithmétiques Ra et de hauteur totale Rt du Tableau III.6 pour le substrat en alliage de cobalt sont proches de celles du titane de la partie précédente. Néanmoins, la hauteur maximale du profil vaut plus du double pour la nuance N4, le coefficient d'asymétrie de l'alliage de cobalt indique une proportion plus importante des vallées ($Rsk > 2$) et le kurtosis correspond à un substrat avec des arêtes plus proéminentes ($Rku > 15$). Ces analyses montrent une influence de la nature du métal sur les morphologies de surface après sablage. Les défauts visibles à l'interface sont de l'ordre de $20 \mu\text{m}$ pour les deux nuances, sans influence notable du type de substrat et avec des incrustations de particules de corindon systématiques (Figure III.6).

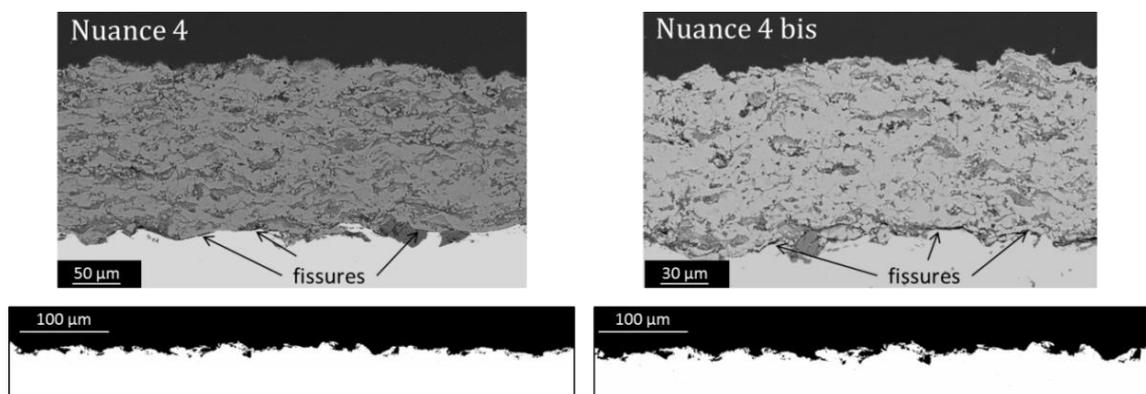


Figure III.6 : Observation MEB des interfaces et profils d'interface des nuances N4 et N4 bis

III.1.2.3 Interface du dépôt VPS avec la sous-couche de titane (N5)

Le dépôt de titane a été observé en coupe et en vue de dessus sans la couche céramique (Figure III.7) Les paramètres de projection du titane sont choisis afin de construire un dépôt fortement rugueux de faible épaisseur. Cette rugosité est provoquée par un étalement limité des particules de titane mais qui ne doit pas être au détriment de l'adhérence et l'homogénéité du dépôt. Du fait de cette forte rugosité qui conduit en effet à un Ra très élevé de 35µm (voir Tableau III.6). On mesure un Rz de 200 µm ce qui traduit une variation forte de l'épaisseur au sein même du dépôt. On observe des picots qui peuvent mesurer jusqu'à 150 µm et des vallées situées à environ 50 µm de l'interface avec le CoCrMo. Les paramètres de skewness Rsk et de kurtosis Rku sont très proches de ceux des substrats sablés représentatifs de variation d'amplitude régulière mais avec des profils saillants qui correspondent probablement à la présence des picots. La vue de dessus de la Figure III.7 montre bien les anfractuosités profondes et l'aspect très rugueux de la couche de titane. Aux sommets des particules de titane, les profils sont lisses. On voit bien que la notion de rugosité pour ces dépôts n'est pas à la même échelle que pour les substrats sablés.

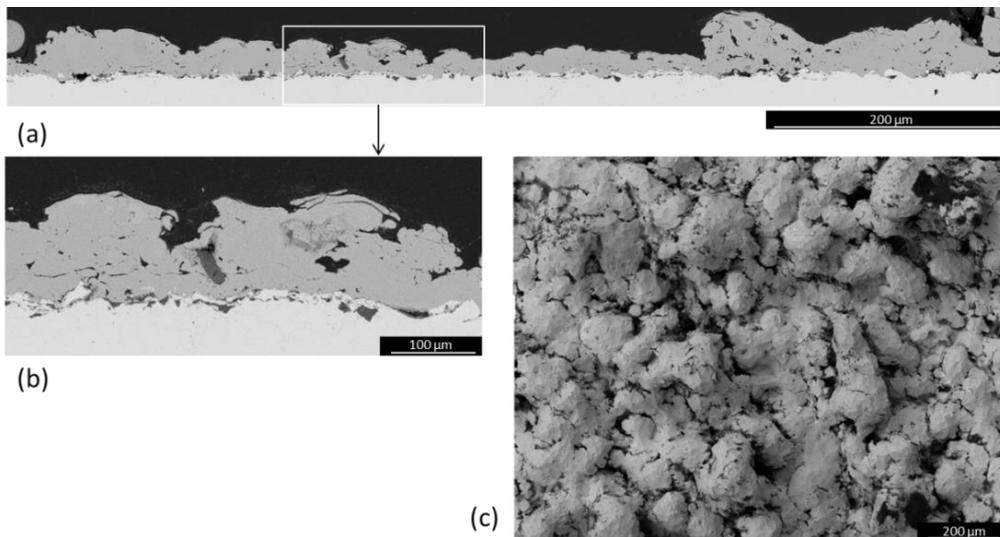


Figure III.7 : Observations MEB du dépôt de titane rugueux (VPS)

Le dépôt de céramique de la nuance N5 est similaire à celui de la nuance N4 et présente une bonne adhésion au titane sans que des défauts puissent être mis en évidence (Figure III.3). Néanmoins, on note des différences de morphologie et de contraste chimique dans les zones où le titane forme un monticule avec un creux comme le présente la Figure III.8. Dans ces retranchements, le dépôt est constitué en majorité de zones granuleuses proches de la structure originale de la poudre et des défauts d'adhérence apparaissent. La topologie de ces zones représente une difficulté lors de la projection pour que le revêtement vienne adhérer à la surface du titane.

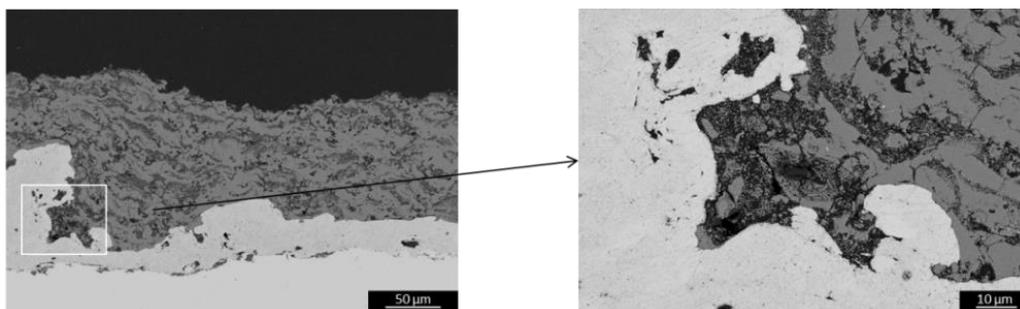


Figure III.8 : Observations MEB du dépôt HAP (VPS) avec la sous-couche de titane (VPS)

III.1.3 Caractéristiques et propriétés des dépôts HAP

Les observations des systèmes revêtus d'HAP déposés sur des substrats métalliques ont permis de décrire les microstructures, les interfaces et d'évaluer des caractéristiques propres telles que la porosité, la densité ou la rugosité. Dans le cadre de la mise en œuvre de l'essai d'adhérence par choc laser, le comportement mécanique des dépôts est une donnée d'entrée pour la modélisation numérique et permet de comparer les configurations de l'étude. Un moyen d'obtenir les valeurs des modules d'Young et des duretés des dépôts APS et VPS est la nano-indentation avec la méthode d'Oliver et Pharr. D'autre part, la fissure créée par le passage de l'onde de détente est observable par optique mais aussi par thermographie infrarouge grâce aux propriétés des dépôts d'hydroxyapatite. Ces propriétés sont à l'origine des mécanismes sous-jacents aux contrôles non destructifs et leurs analyses permettent l'identification des fenêtres spectrales pour lesquelles l'observation est possible.

III.1.3.1 Modules d'Young réduits et duretés par nano-indentation

La nano-indentation est une méthode d'évaluation du module d'Young pour les matériaux qui peut être appliquée aux dépôts céramiques projetés par plasma [Dey et al., 2009]. Le module réduit E_r est extrait de la courbe d'indentation puis, connaissant le coefficient de Poisson, le module d'Young peut être calculé suivant la méthode Oliver & Pharr. La machine utilisée est présentée en partie II.2.2. Des dépôts épais des nuances N1 (HAP APS) et N4 (HAP VPS) ont été indentés en surface et sur des coupes polies enrobées. Les premiers essais sur la surface de l'hydroxyapatite n'ont pas permis d'obtenir des courbes d'indentation satisfaisantes (voir Figure III.9, courbe en pointillés) avec des effondrements manifestes de l'indenteur dans le dépôt caractérisés par des discontinuités de la courbe. Les dépôts ont ensuite été polis afin de limiter le phénomène ce qui a permis d'obtenir des courbes exploitables et d'améliorer la reproductibilité entre les mesures.

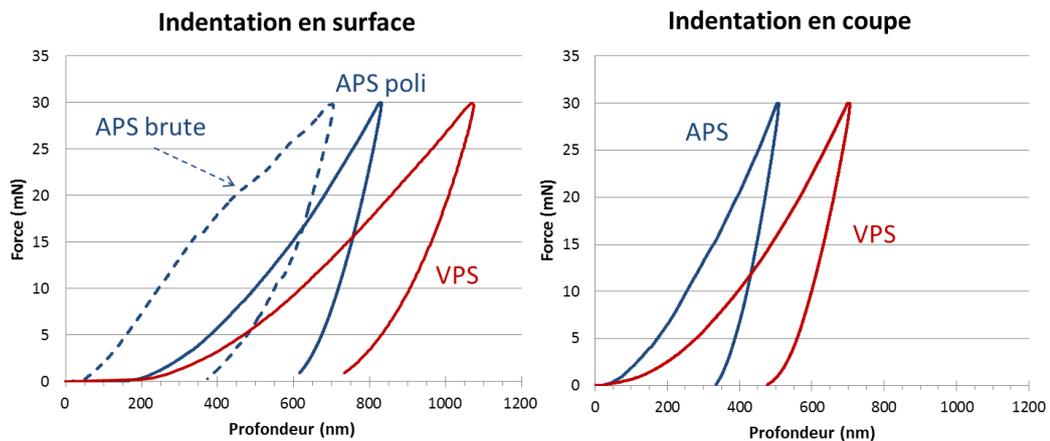


Figure III.9 : Exemple de courbes d'indentation obtenues sur HAP APS et VPS en surface et en coupe

Les valeurs mesurées sont rassemblées dans le Tableau III.7. Elles sont proches de celles de la littérature obtenues par indentation Knoop [Pons, M. Espanol, 2003] et sur des dépôts issus d'autres méthodes de projection [Gadow et al., 2010]. On note que les valeurs sur coupe sont similaires pour les deux dépôts alors qu'elles sont différentes en surface, peut-être en raison du polissage manuel. Des essais ont aussi été effectués sur le Ti6Al4V pour évaluer la différence entre le module réduit E_r et le module E réel. Le module mesuré était de 149 ± 19 GPa pour le Ti6Al4V alors que la valeur standard est de 110 GPa. On sait donc que la valeur mesurée par nano indentation est surestimée dans le cas du métal, on peut supposer qu'il en est de même pour les céramiques. Néanmoins, les résultats constituent des premières valeurs qui pourront être discutée lors de la simulation numérique des matériaux et de l'essai LASAT (cf. §IV.2.3 et §VI.2.2). Les indentations effectuées sur les échantillons mesurent aussi la dureté des céramiques, systématiquement plus élevées pour des relevés sur coupes.

III. Caractéristiques des nuances de dépôt HAP en relation avec la mise au point d'un essai LASAT

La dureté des dépôts VPS est inférieure à celle des dépôts APS malgré la porosité plus faible. Les mesures obtenues sont dispersées et ne permettent pas de garantir une précision satisfaisante.

Matériaux	Modules d'Young (GPa)	Dureté Vickers (HV)
APS surface	46 ± 6	183 ± 56
APS coupe	59 ± 4	281 ± 60
VPS surface	27 ± 7	117 ± 43
VPS coupe	59 ± 7	245 ± 60

Tableau III.7 : Modules d'Young et duretés par nano-indentation

III.1.3.2 Analyse des propriétés optiques du HAP

Les travaux précédents sur le phénomène de la tache blanche de Fabre [Fabre, 2013], Guipont [Guipont, 2013] et de Boileau ont permis de comprendre l'origine optique de la visualisation du défaut grâce aux propriétés de la céramique (cf. §I.4.3.1). Des mesures optiques sur des échantillons avant et après choc laser ont mis en évidence une augmentation de la réflectance après création de la fissure à l'interface coïncidant avec l'apparition de la tache blanche. La thermographie infrarouge est une autre méthode de contrôle non destructif qui s'appuie sur une modification de la température de surface due à la présence d'une lame d'air isolante à l'interface (cf. §I.4.3.2). Il est intéressant d'étudier les propriétés des dépôts d'HAP dans le domaine IR afin de comprendre les observations de thermographie infrarouge de la partie III.3.2. Des mesures de propriétés optiques ont été effectuées avec une sphère intégrante par Rémi Gilblas et son équipe à l'institut Clément Ader de l'IMT Mines Albi suivant la méthode publiée en 2019 [Boztepe et al., 2019]. Elles ont permis d'obtenir des informations de réflectance (R) et de transmittance (T) puis d'en déduire l'absorbance (A) du dépôt dans la gamme de longueur d'onde de 1 à 20 µm. Les échantillons étaient deux pastilles de HAP APS pures d'épaisseurs 150 µm obtenues par décohésion sans contact par choc laser.

$$A = 1 - R - T$$

Sur la Figure III.10, on observe deux pics d'absorbance qui correspondent à une augmentation de la transparence pour des longueurs d'onde de 4 et 6 µm. L'hydroxyapatite est semi-transparente pour la bande spectrale [1-8] µm du domaine infrarouge et opaque au-delà en absorbant la majorité du signal.

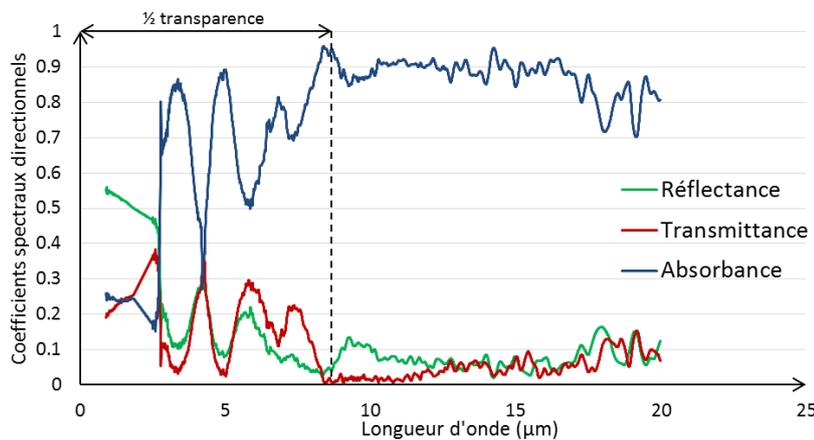


Figure III.10 : Propriétés optiques spectrales (réflectance, transmittance et absorbance) d'un dépôt HAP APS de 150 µm d'épaisseur

La transmittance est exprimée à partir de l'épaisseur e et du coefficient d'extinction k_{ext} par une loi de Beer-Lambert. La valeur de ce coefficient définit la perte par diffusion et absorption du signal transmis

et dépend de la longueur d'onde et de la température. L'inverse de cette valeur correspond à la profondeur p pour laquelle 63 % du signal n'est pas transmis et l'opacité est garantie pour $3 \cdot p$. Pour une bonne observation de l'échantillon, l'épaisseur de dépôt ne doit pas dépasser cette valeur de pénétration pour garantir une information issue de l'interface et visualiser les fissures.

$$k_{ext} = -\frac{1}{e} \ln(T) \text{ [m}^{-1}\text{]} \text{ et } p = \frac{1}{k_{ext}}$$

Les mesures optiques dans le domaine infrarouge [1-20] μm permettent de calculer la profondeur de pénétration en fonction de la longueur d'onde pour l'hydroxyapatite APS (voir Figure III.11). La courbe spectrale de profondeur de pénétration garantit une transmission du signal jusqu'à 200 μm pour la gamme [1,9-5] μm de la caméra infrarouge utilisée dans cette étude (cf. II.3.3.2). La méthode thermographique est donc applicable aux systèmes de l'étude dont l'épaisseur de dépôt ne dépasse pas 200 μm mais ne pourrait être moins discriminante pour des dépôts de plus de 600 μm .

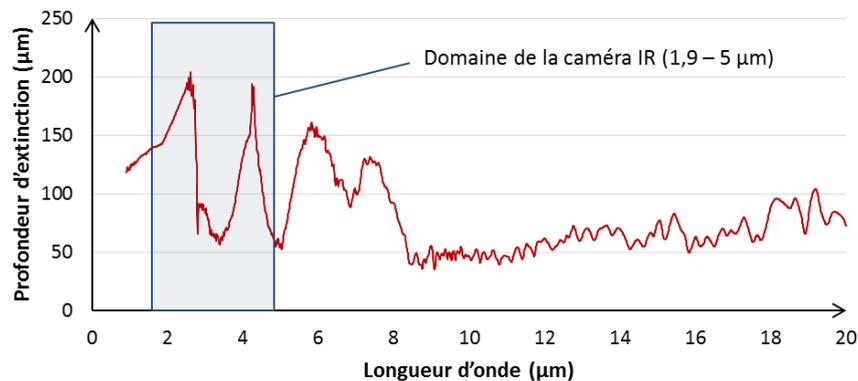


Figure III.11 : Profondeur d'extinction (63% du signal non transmis) pour le dépôt HAP APS

III.2 Analyse en coupe des faciès de fissuration après LASAT

Le choc laser et l'étude de la méthode LASAT pour l'évaluation de l'adhérence est fondée sur la création d'une décohésion à l'interface de systèmes revêtus. Dans le cadre de cette étude approfondie du choc laser appliqués à différentes configurations de systèmes revêtus et différentes conditions de choc laser, il est important d'identifier les faciès de rupture caractéristiques des configurations APS et VPS. Parmi les méthodes qui permettent d'observer les défauts, la coupe métallographique est le seul moyen pour analyser directement l'interface et le dépôt bien qu'elle soit destructrice et requiert du temps de préparation pour chaque tir à analyser.

III.2.1 Aspects métallographiques

Les observations en coupe permettent de bien localiser le chemin de fissure et de différencier une rupture adhésive à l'interface métal/céramique d'une rupture cohésive avec une fissure interne au dépôt. Chacune des nuances a été observée après des essais de choc laser avec différents paramètres (diamètre de choc et énergie) et les résultats sont présentés dans les paragraphes suivants. Bien que les échantillons aient été enrobés au préalable dans une résine à froid pour assurer une bonne pénétration sans retrait trop important (cf. §II.3.1.1), des décohésions à l'interface ont été observées après les étapes de tronçonnage et de polissage (Figure III.12.a). Cependant, lorsqu'un échantillon est observé après un essai de choc laser, il est possible de discerner les fissures de préparation des décohésions LASAT recherchées grâce aux nuances de gris des images obtenues au MEB par électrons rétrodiffusés selon que le défaut est vide ou rempli de résine.

Par ailleurs, le plan de découpe doit être permettre d'observer la fissure selon le diamètre médian de la zone de choc. La découpe est effectuée à environ 1 mm du diamètre visé qui est atteint ensuite par

des polissages successifs. Cependant, ce protocole entraîne toujours une incertitude sur la position du plan d'observation sélectionné et donc sur la taille de fissure mesurée.

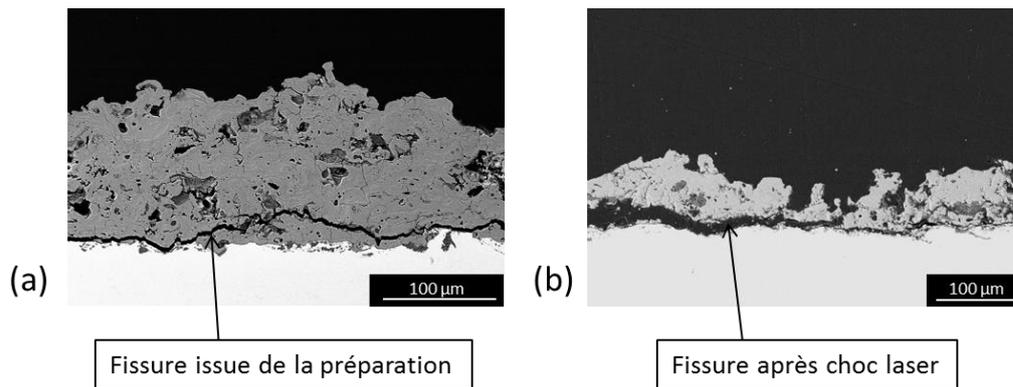


Figure III.12 : Exemples de contraste sur images MEB (e- rétrodiffusés) (a) fissures de métallographie ou (b) engendrée par le choc laser

III.2.2 Typologie des faciès de fissuration

La traction générée par la (ou les) onde(s) de détente peut engendrer des fissures à différents endroits selon le niveau de chargement et la ténacité locale. Dans le cas des revêtements céramiques, l'interface est souvent le siège de cette fissuration [Gupta and Yuan, 1993; Ichikawa et al., 2007; Fabre, 2013] mais on peut également avoir des fissurations dans les dépôts [Boustie et al., 2002]. Celles-ci traduisent des zones de fragilités internes et/ou un lieu de concentration de contraintes situé dans le dépôt. Pour cette dernière l'épaisseur de dépôt et également les effets de bord peuvent jouer sur la position et la taille du défaut en relation avec ce maximum. La superposition des effets peut engendrer des fissures multiples. D'autre part, la configuration de tir peut influencer le mode de rupture du dépôt comme dans les travaux de Bégué où des chocs face métal menaient à des ruptures cohésives et adhésives alors que des chocs face céramique n'entraînaient que des ruptures à l'interface [Bégué, 2015]. Le faciès de rupture est donc une signature de la propagation bidimensionnelle et temporelle des ondes de choc qui reflète également les dimensions du choc et de la cible, ainsi que la ténacité du dépôt et celle de l'interface que l'on cherche à caractériser. Les différents cas de rupture des dépôts HAP de l'étude sont présentés dans cette section pour les deux épaisseurs de dépôt et pour différents niveaux de densité de puissance (GW/cm^2). Il s'agira ensuite de relier ces faciès de fissuration interne avec les images optiques ou en thermographie obtenues afin de constituer une bibliothèque de références des fissurations générées.

III.2.2.1 Fissures des systèmes HAP projetés par APS (N1 et N2)

Le premier cas d'étude est le système de référence avec les dépôts HAP APS pour les deux niveaux de rugosité de substrat N1 et N2. Pour une énergie laser croissante, les échantillons présentent successivement des zones sans décohésion, avec une décohésion simple et un écaillage de la céramique quelle que soit l'épaisseur de dépôt. Dans le cas des dépôts de $150\ \mu\text{m}$, pour un diamètre de choc de $3\ \text{mm}$ uniquement, un type de faciès intermédiaire est observé. Un écaillage partiel de la céramique au centre dû à une fissuration interne est obtenu pour des densités de puissance supérieures à celles entraînant une décohésion simple. Les fissures cohésives n'apparaissent pas avant l'écaillage partiel et l'épaisseur de l'écaillage est d'environ $75\ \mu\text{m}$, la moitié de celle du dépôt (voir Figure III.13 milieu). Les effets de bord (3D) liés au choix du diamètre de choc en fonction des épaisseurs de cibles sont discutés en partie III.4. Les observations des faciès représentatifs d'une décohésion sans écaillage révèlent des ruptures adhésives bien localisées à l'interface céramique/métal comme le montre la Figure III.13. L'ouverture des fissures, quand elle est observée, peut-être très significative

avec un bombé marqué. Toutefois, on suppose que l'imprégnation de la résine est à l'origine de ce gonflement. En effet, les mesures profilométriques réalisées avant enrobage sur ces dépôts APS après choc ne montrent jamais de tels cloquages pouvant aller jusqu'à 100 μm par exemple sur l'image de la Figure III.13. Les fissures des systèmes N1 et N2 suivent les mêmes comportements avec des ruptures principalement adhésives avec peu de céramique résiduelle (deux ou trois zones de 10 à 30 μm) qui reste adhérente au substrat.

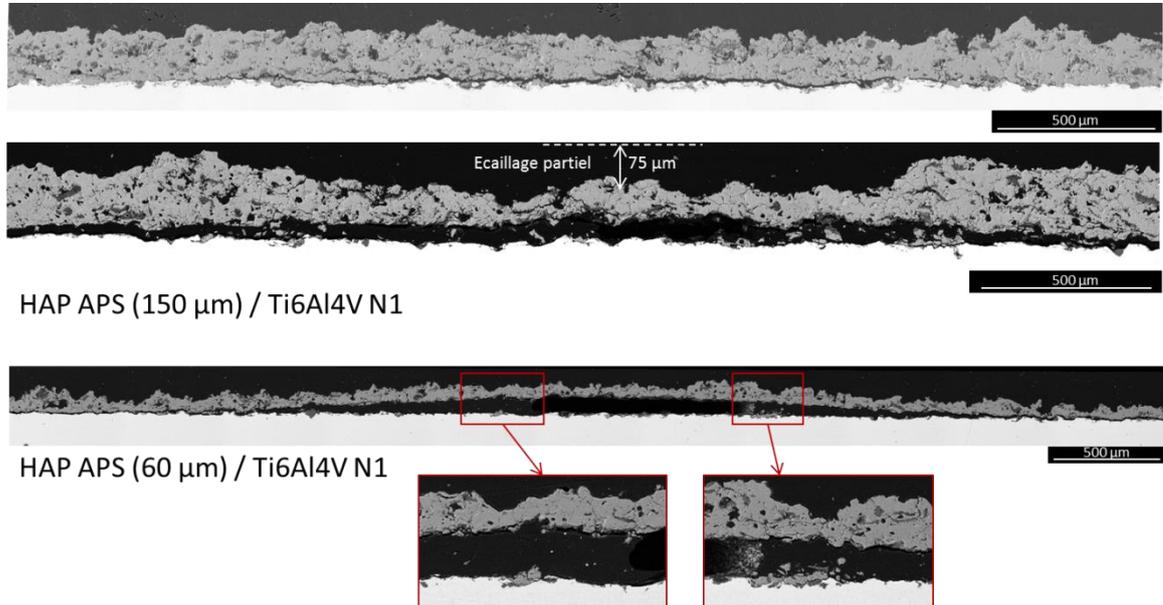


Figure III.13 : Exemples de fissures représentatives provoquées par le choc laser sur dépôt APS

Dans le cadre de la mise en œuvre de l'essai LASAT et de l'étude de la propagation des ondes dans les systèmes, des chocs côté céramique ont été menés avec un milieu ablateur (cf. § II.2.3.3). La Figure III.14 présente un exemple de fissure vue en coupe pour cette configuration de tir. On vérifie que la rupture est toujours adhésive pour ce type de tir sur les nuances APS.

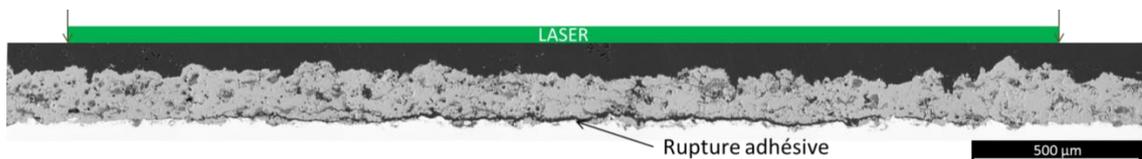


Figure III.14 : Exemples de fissures provoquées par un choc laser face céramique sur le dépôt APS

III.2.2.2 Fissures des systèmes HAP projetés par VPS (N4 et N4bis)

Pour une énergie laser croissante, on observe successivement des zones sans décohésion, des décohésions doubles (à l'interface et dans le dépôt) et des écaillages de la céramique quelle que soit l'épaisseur de dépôt (Figure III.15). Dans le cas des dépôts de 150 μm , comme pour le dépôt APS, l'écaillage partiel de la céramique est observé pour un diamètre de choc spécifique (3 mm) et pour des densités de puissance intermédiaires entre les décohésions simples et l'écaillage total. Ces fissures sont situées à environ 100 μm de l'interface pour la nuance N4 (substrat CoCrMo) et 70 μm pour la nuance N4bis (substrat Ti6Al4V) et bifurquent parfois vers l'interface et former une seule fissure cohésive et adhésive. Pour chaque rupture cohésive observée, une fissure de taille au moins équivalente est située à l'interface. Les ruptures adhésives à l'interface de la nuance N4 sont nettes mais les ilots de céramique résiduelle peuvent parfois être plus présents que pour les dépôts APS et mesurer jusqu'à 100 μm . Dans le cas de la nuance N4bis, les ruptures adhésives sont moins marquées avec des ilots encore plus nombreux qui mesurent jusqu'à 200 μm . On suppose que la fissuration adhésive survient avant la rupture cohésive qui serait provoquée par des allers-retours de l'onde dans

le dépôt suite à la décohésion à l'interface. Aux fragilités locales dues aux passes de déposition qui peuvent être à l'origine des fissures internes s'ajoutent les effets tridimensionnels qui maximisent les contraintes de traction dans le dépôt en périphérie comme observé sur la Figure III.15. L'ouverture des fissures observée, jusqu'à 120 μm , n'est pas due qu'à la pénétration de la résine d'enrobage. Des mesures profilométriques réalisées après le choc laser montrent des cloques pour certaines fissures (Figure III.22) et dont les mesures correspondent aux observations en coupe.

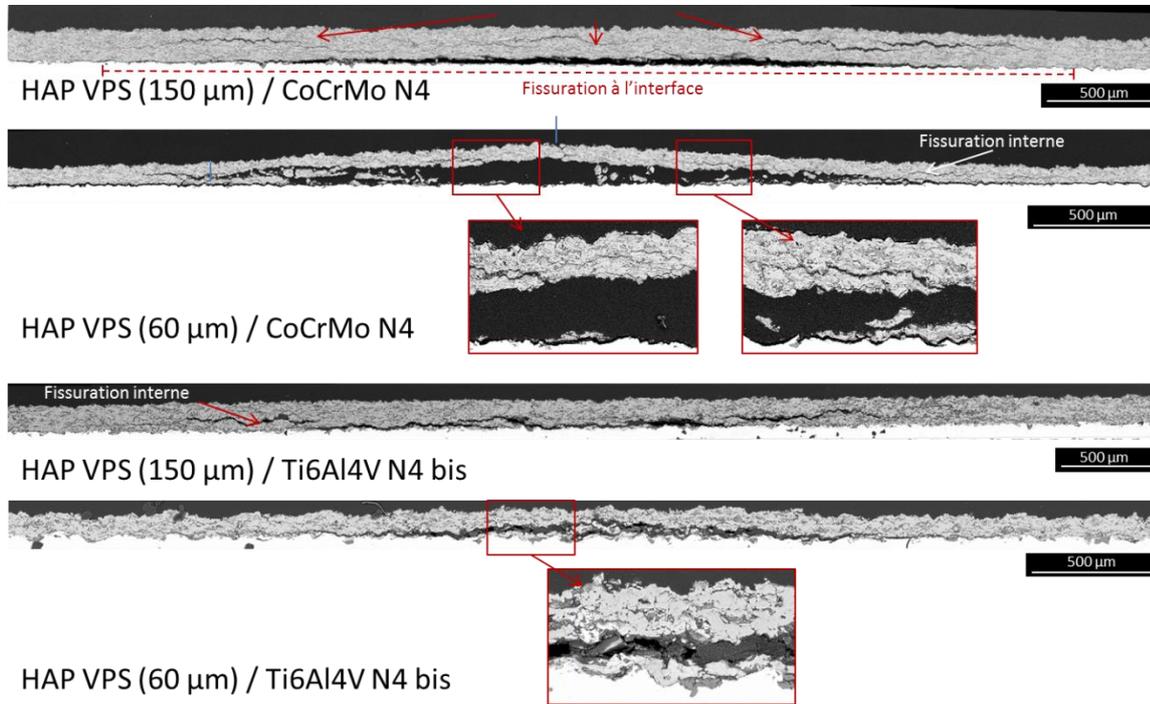


Figure III.15 : Exemples de fissures provoquées par le choc laser sur dépôt VPS (N4 et N4 bis)

III.2.2.3 Fissures des systèmes Ti/HAP projetés par VPS (N5)

En réponse à la sollicitation du choc laser, les dépôts Ti/HAP sont systématiquement fissurés de manière cohésive à l'intérieur du dépôt céramique comme le montre la Figure III.16. Pour cette nuance particulière, il paraît difficile de remonter à une adhérence en relation avec une décohésion interfaciale qui serait majoritairement adhésive. Par ailleurs, les chemins de fissures dans la céramique, parfois discontinus, semblent hériter de la morphologie très rugueuse de la sous-couche de Ti avec quelques affleurements de l'interface lorsque celle-ci est proche d'un pic très prononcé. Les effets de rugosité et de structure sur la fissuration générée par le choc sont d'autant plus visibles sur le dépôt fin qui se comporte comme le dépôt épais malgré des zones de céramique d'épaisseurs très faibles. Dans le cas de la nuance N5, les ondes sont certainement perturbées par la rugosité de l'interface avec des valeurs de R_z élevées mais aucun patronne régulier n'a pu être observé compte tenu de la répartition aléatoire des protubérances. La rugosité très élevée du dépôt de titane tend à rapprocher ces résultats des travaux de Kromer ou Courapied qui ont étudié les ondes de choc dans le cas de substrats texturés par laser [Kromer et al., 2015; Courapied et al., 2016]. Après la traversée d'une interface structurée, le front d'onde de choc est lissé mais des perturbations persistent dans les ondes de détente responsables de la traction. Leurs modélisations numériques ont montré que des motifs creux très marqués conduisent à des concentrations de contrainte à l'extérieur des cavités, dans les zones non structurées (cf. §1.3.2.2c). Les fissures engendrées dans les systèmes de la nuance N5 présentent des résultats similaires. En effet, on note que les ruptures sont situées dans le dépôt, en dehors des vallées du dépôt de titane rugueux. Ce type de rupture rend l'application de la méthode

LASAT délicate. Néanmoins, cette nuance sera traitée et analysée dans l'éventualité d'un contrôle par choc laser à comparer avec un essai de traction par plots collés (cf. §VI.3.3.1).

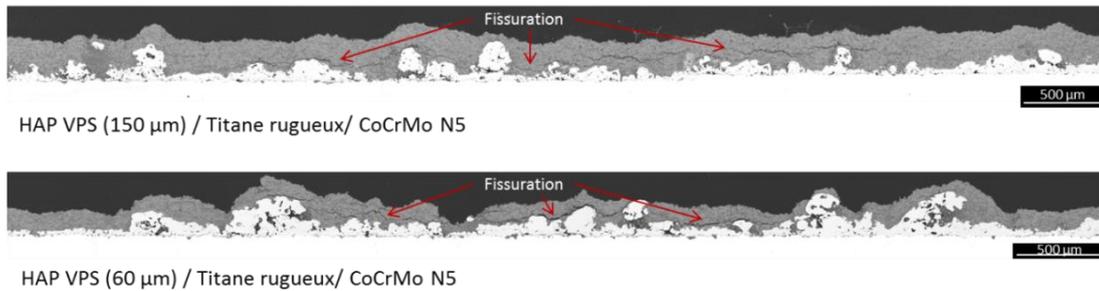


Figure III.16 : Exemples de fissures représentatives provoquées par le choc laser sur la nuance N5 Ti/HAP (épais, fin, $\varnothing_{\text{choc}} = 6\text{mm}$, $1,2\text{ GW/cm}^2$)

III.3 Influence des dépôts, des interfaces et des faciès de fissuration sur les diagnostics non destructifs de décohésion

Lors d'un essai LASAT sur dépôt HAP, un diagnostic direct de la décohésion par imagerie en vue de dessus permet de détecter un seuil de rupture (méthode du seuil). De plus, si la taille des fissures générées est mesurable, on peut également appliquer la méthode LASAT-2D développée sur les barrières thermiques. Si la méthode du seuil a déjà été utilisée grâce à l'apparition d'une tache blanche dans le visible pour des dépôts céramiques [Fabre, 2013] et sur dépôts HAP [Boileau et al., 2005; Guipont et al., 2010; Ichikawa et al., 2007], la méthode LASAT-2D est nouvelle pour le cas de dépôts plasma HAP. Pour les deux méthodes LASAT, le diagnostic de décohésion est un outil central qui interviendra lors de la mise au point de l'essai et plus tard lors de son application pour la détection ou la mesure.

La première méthode est l'imagerie optique qui a déjà été appliquée sur ces revêtements. La seconde est la thermographie à l'aide d'un capteur infrarouge. Elle a déjà été utilisée pour l'application de l'essai LASAT sur barrières thermiques ou dépôts d'alumine. Elle n'a jamais été employée dans le cas d'un dépôt plasma HAP. Il est important d'étudier les caractéristiques typiques des images IR et optique en fonction des différents dépôts, interfaces et faciès de fissuration présentés au paragraphe précédent. En complément de ces méthodes, on peut également envisager une technique d'imagerie non destructive par profilométrie de surface qui peut renseigner également sur la présence et la taille d'une fissure. La profilométrie renseigne aussi sur le cloquage qui peut être un indicateur de la relaxation de contraintes résiduelles dans un dépôt [Guipont et al., 2019].

III.3.1 Détection et mesure de fissures par imagerie optique (tache blanche)

Les fissures internes peuvent être détectées à l'œil nu grâce au phénomène optique de réflexion diffuse qui est amplifié en présence d'une lame d'air sous-jacente (cf. §II.3.3.1). Ce contraste d'intensité lumineuse peut également être capté par un cliché optique en vue de dessus pour être mesuré (image scannée ou photographie). La méthode d'acquisition des images optiques et de mesure des diamètres est décrites au paragraphe II.3.3.1. La méthode de la tache blanche a déjà été utilisée pour déterminer des seuils de décohésion mais l'applicabilité aux dépôts HAP de l'étude doit être évaluée dans l'hypothèse d'un dépouillement avec des courbes LASAT-2D. Cette méthode offre l'avantage d'être très facile à mettre en œuvre et très peu onéreuse mais nécessite un œil entraîné pour bien détecter la fissure. Des clichés ont été pris systématiquement après chaque essai de choc laser sur les différentes nuances et pour les mêmes conditions d'éclairage. Des exemples représentatifs sont donnés sur la Figure III.17.

III. Caractéristiques des nuances de dépôt HAP en relation avec la mise au point d'un essai LASAT

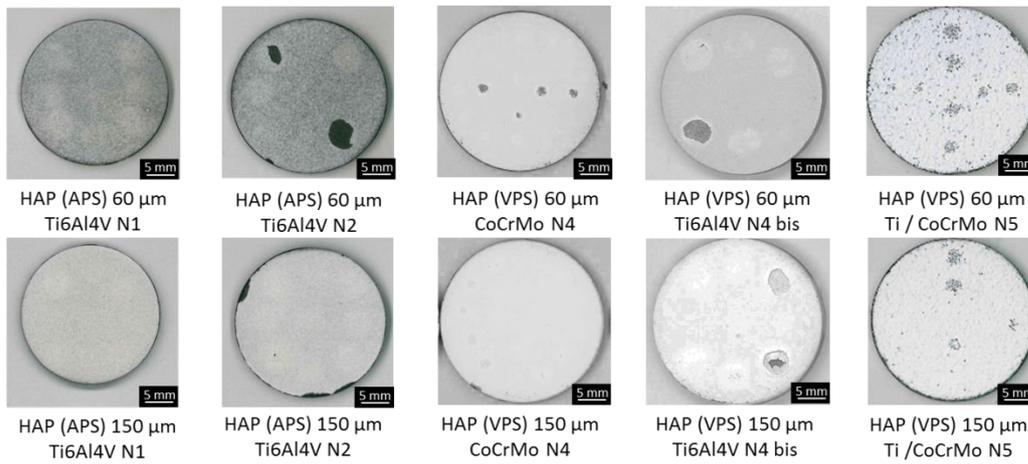


Figure III.17 : Images optiques de dépôts APS (N1, N2) et VPS (N4, N4bis, N5) pour 60 et 150 μm d'épaisseur (résolution 40 μm/px)

La diffusion de la lumière blanche par l'hydroxyapatite lui confère un pouvoir couvrant qui augmente la blancheur d'un échantillon proportionnellement à son épaisseur. De plus, les dépôts VPS et APS ne renvoient pas la même lumière pour une même exposition ce qui indique une dépendance du pouvoir couvrant au matériau. La diffusion de la lumière est plus importante dans le cas du dépôt VPS à la microstructure plus compact et dense. Ainsi, les taches des dépôts APS sont plus faciles à discerner pour des dépôts fins car le dépôt APS de 60 μm paraît plus gris que pour 150 μm augmentant le contraste avec les zones blanches. La méthode s'applique de la même manière aux dépôts N1 et N2, elle n'est pas influencée par la variation de rugosité du substrat. Au contraire, les deux dépôts de la nuance N4 (60 et 150 μm) ont des blancheurs élevées comparables qui diminuent les contrastes entre des zones saines et fissurées et demande parfois un œil expérimenté pour les détecter. Des essais de polissage de la céramique après choc laser ont permis d'affirmer que la rugosité du dépôt ne semble pas avoir d'influence sur le diagnostic optique sauf dans le cas de la nuance N5 où certains picots qui apparaissent en noir sur la surface de la céramique. Pour toutes les nuances, la détection des fissures est possible mais le manque de contraste entre les zones avec et sans défaut rend difficile la détection et la mesure dans le cas des dépôts épais. La comparaison des mesures des diamètres des fissures avec les images microscopiques a néanmoins été effectuée pour les épaisseurs de dépôts de 60 μm comme le présente la Figure III.18. On note un bon accord entre les deux types de mesures.

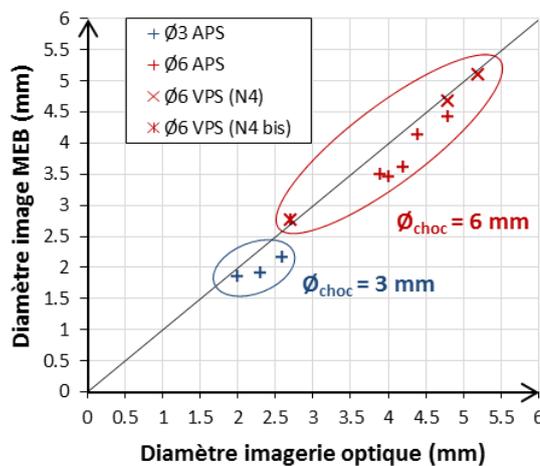


Figure III.18 : Comparaison des mesures de diamètres de fissures par coupes métallographique et par optique pour les systèmes APS (N1/N2) et VPS (N4/ N4 bis) d'épaisseur de dépôt 60 μm

Une limitation commune à tous les méthodes de diagnostic en vue de dessus est l'incapacité à discerner une rupture adhésive, cohésive ou mixte dans le cas de décohésion sans écaillage. Aucune variation de niveaux de blanc n'est visible en optique alors que les images microscopiques montrent des fissures multiples à l'interface et dans le dépôt pour le dépôt VPS de 150 μm par exemple (III.2.2.2, Figure III.15). L'écaillage partiel ou total de la céramique est néanmoins détectable à l'œil nu (exemple avec le dépôt épais de N4 bis).

III.3.2 Détection et mesure de fissures par thermographie infrarouge

La méthode thermographique développée pour accompagner le LASAT permet de cartographier les variations de température de surface du dépôt en relation avec un transfert de chaleur entre tenu en présence d'une lame d'air perpendiculaire à la direction du flux de chaleur. La méthode d'acquisition des images thermographiques et des mesures des diamètres sont décrites au paragraphe II.3.3.2. L'acquisition d'image thermographique a été appliquée systématiquement de manière reproductible pour un contraste maximum à l'ensemble des nuances de l'étude et des exemples représentatifs sont donnés sur la Figure III.19.

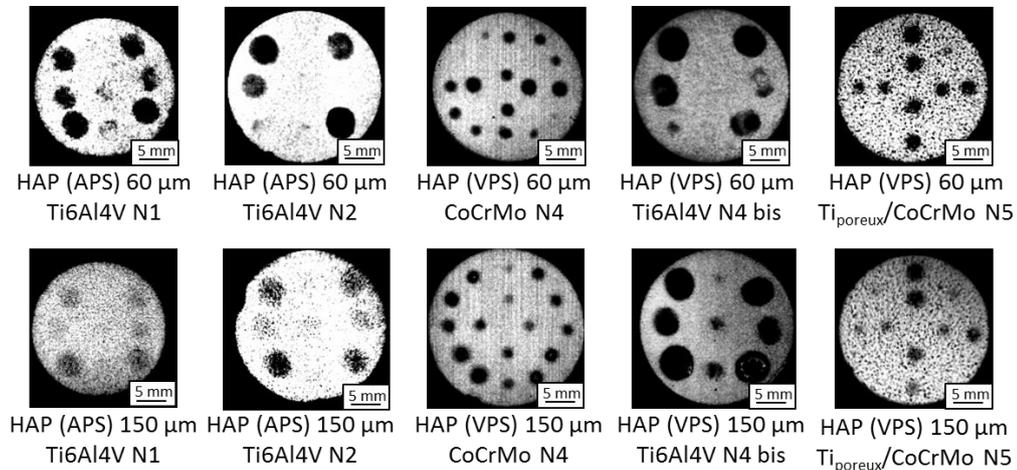


Figure III.19 : Images thermographiques de dépôts d'hydroxyapatite de dépôts APS (fin/épais, N1/N2), VPS (fin/épais, N4/N4 bis) et le bicouche (fin/épais, N5)

La thermographie permet de mesurer des tailles de fissures dans le plan de l'ordre du millimètre pour une taille du capteur de 320×256 px² avec une résolution d'image fixe de 160 $\mu\text{m}/\text{px}$ garantie par une distance de mesure identique pour tous les échantillons (cf. §II.3.3.2). La gamme de mesure des fissures de ces travaux s'étant de 1,5 mm à 9 mm. L'épaisseur de dépôt a une influence sur le cliché thermographique en infrarouge que l'on peut lier à des propriétés thermiques et optique de la céramique. L'augmentation du dépôt permet à la température de s'homogénéiser davantage avant d'être relevée en surface ce qui diminue le contraste entre les zones froides (supposées fissurées) et chaudes (supposées saines). D'autre part, à la gamme de mesure thermographique de la caméra, correspond une profondeur de pénétration pour laquelle la température est intégrée (cf. §III.1.3.2). La précision de la mesure peut diminuer lorsque l'épaisseur de dépôt augmente voire devenir impossible si elle est trop élevée, ce qui n'est pas le cas ici. Néanmoins, on observe que les contours des fissures sont moins faciles à discerner dans le cas du dépôt épais sans que les ruptures soient différentes, exclusivement adhésives dans le cas des dépôts APS par exemple. Les fissures des nuances VPS sont plus faciles à identifier et à mesurer car le contraste avec les zones non fissurées est bon sauf dans le cas de la nuance N5 à forte rugosité de surface. On observe que les images thermographiques sont bruitées dans les zones saines avec une alternance fine entre des pixels blancs et noirs. La comparaison entre les nuances N4/N4bis, N1/N2 et N5 permet de faire le lien entre une rugosité de surface élevée et ce bruit dans le cliché. Au contraire, la comparaison entre les deux nuances APS

permet d'affirmer que la variation de rugosité d'interface n'influe pas sur les résultats. Comme la méthode optique, cet outil de mesure est également limité dans la distinction des types de ruptures (adhésives, cohésives et mixtes). Néanmoins, il ne rend pas compte des écaillages totaux ou partiels qui apparaissent comme des zones froides comme les décohésions. Chaque tache blanche visible sur la Figure III.17 est détectée et mesurable sur les clichés thermographique de la Figure III.19 avec une résolution plus faible mais un contraste qualitativement plus élevé. L'extraction des histogrammes de niveaux de gris pour des zones fissurées en optique (tache blanche) et en thermographie (zone froide), permet de mettre en évidence la différence de contraste entre les deux méthodes, par exemple pour un dépôt fin (Figure III.20).

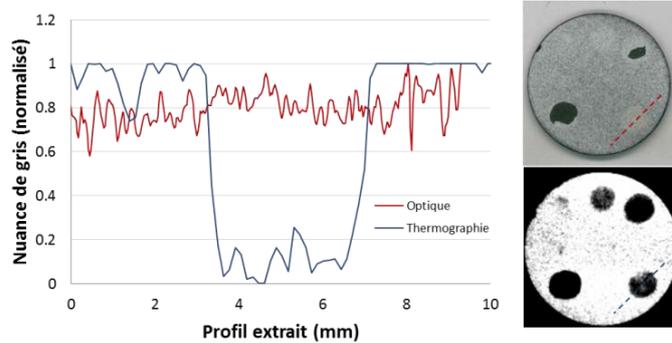


Figure III.20 : Différence de contraste par des histogrammes de niveaux de gris pour des zones fissurées observées en optique et en thermographie (dépôt fin)

Afin de vérifier la précision de la méthode de thermographie infrarouge, les résultats ont été comparés à des mesures issues des coupes métallographiques des nuances de l'étude observées au MEB pour les trois diamètres 3, 6 et 10 mm (voir Figure III.21). On note qu'il y a un bon accord entre les mesures non destructives et les fissures réelles des dépôts APS, systématiquement adhésives, mesurées au MEB. On note toutefois que la thermographie et le protocole associé semble plutôt minimiser la valeur. L'écart moyen entre les valeurs des deux méthodes est de 11,6% pour le diamètre 3 mm et de 7,2% pour le diamètre 6. L'augmentation du diamètre de choc entraîne une augmentation de la taille de fissure et permet de diminuer l'erreur relative commise sur la mesure du diamètre. Dans le cas des dépôts VPS, les diamètres thermographiques sont systématiquement plus grands que les observations au MEB. Pour rappel, ces dernières mesures couvrent la largeur totale de fissure dans les cas de multifissurations (cohésive et adhésive). L'écart moyen entre les mesures IR et MEB est de 9,3%. On peut aussi supposer que la préparation métallographie entraîne une ouverture de la fissure qui justifie cet écart entre les deux types de mesure.

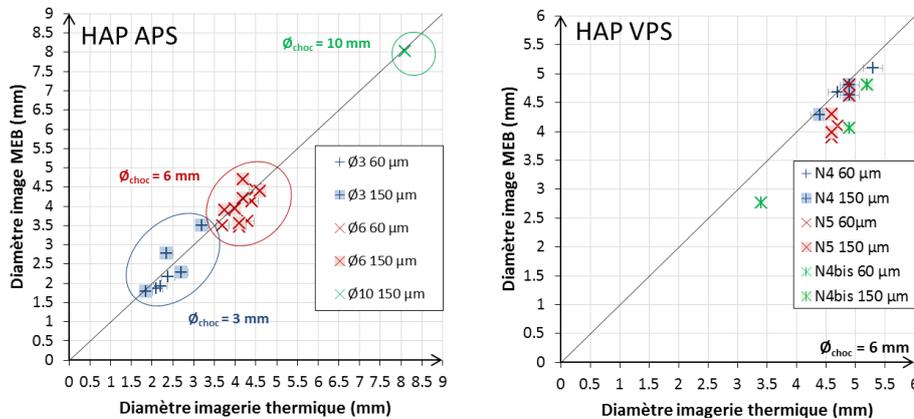


Figure III.21 : Comparaison des mesures de diamètres de fissures par coupes métallographique et par thermographie infrarouge pour les systèmes APS (N1/N2) et VPS APS (N4/N4 bis/N5)

Néanmoins, la méthode reste limitée par la résolution du capteur (320×256) de la caméra infrarouge qui détermine la quantité de pixel de l'image (160µm/px) et donc l'incertitude de mesure en plus du choix que fait l'opérateur qui dessine le cercle autour de la fissure (cf. §II.3.3.2). Une étude de répétabilité et de reproductibilité est présentée en paragraphe V.4.3.1 pour déterminer les limitations de la méthode. Cette technique permet d'obtenir un bon contraste entre les zones fissurées et les zones saines et les mesures sont cohérentes avec les vues en coupe microscopiques. Grâce à ce contraste, la méthode thermographique est préférée au diagnostic optique pour la mesure des diamètres des fissures des essais LASAT conduits dans les Chapitre V et VI.

III.3.3 Détection et mesure de fissure par profilométrie 3D

Dans le cadre de l'étude, le phénomène de cloquage n'a été observé que sur certains dépôts d'hydroxyapatite après choc laser. Dans le cas des nuances N1, N2, N4 bis et N5 et quelles que soient les épaisseurs, les profils enregistrés ne montrent pas de cloquage malgré ceux observés en coupe qui sont donc attribués systématiquement à l'étape d'enrobage. En revanche, des cloques non écaillées ont été mesurées juste après choc sur la nuance N4 et sont aussi visibles à l'œil nu. Un exemple est donné dans la Figure III.22 pour la nuance N4 et une épaisseur de revêtement HAP de 60 µm. On obtient une hauteur de cloque significative de 119 µm en accord avec l'observation au MEB (120 µm) attestant d'une action modérée de la résine d'enrobage. D'autre part, la cloque scannée par profilométrie est elliptique alors que la tache blanche ou la zone froide sont circulaires. Les cloques ont été observées pour les deux diamètres de choc 3 et 6 mm sur la nuance N4 et pouvaient mesurer jusqu'à 120 µm de hauteur. Ces cloques peuvent éventuellement s'affaisser au cours du temps par relaxation ou micro-endommagement, c'est pourquoi ces mesures ont été faites dans un délai court après le choc. L'absence de cloquage des autres nuances permet de garantir qu'une ouverture de fissure de l'ordre de 3 à 5 µm est suffisante pour activer les phénomènes optique et thermique. De même, une fissure avec cloquage n'est pas mieux détectée par nos méthodes. De manière indirecte, les cas sans gonflement renforcent l'hypothèse faite dans les travaux précédents que le cloquage est bien dû aux contraintes résiduelles relaxées lors de la rupture de l'interface. Au final, ces aspects de cloquage vont nous aider à renseigner de manière qualitative la présence et la relaxation (totale ou partielle) de contraintes résiduelles de compression dans le dépôt (cf. §VI.3.2.3). Ce type d'information est très utile pour l'analyse mécanique de la tenue d'interface.

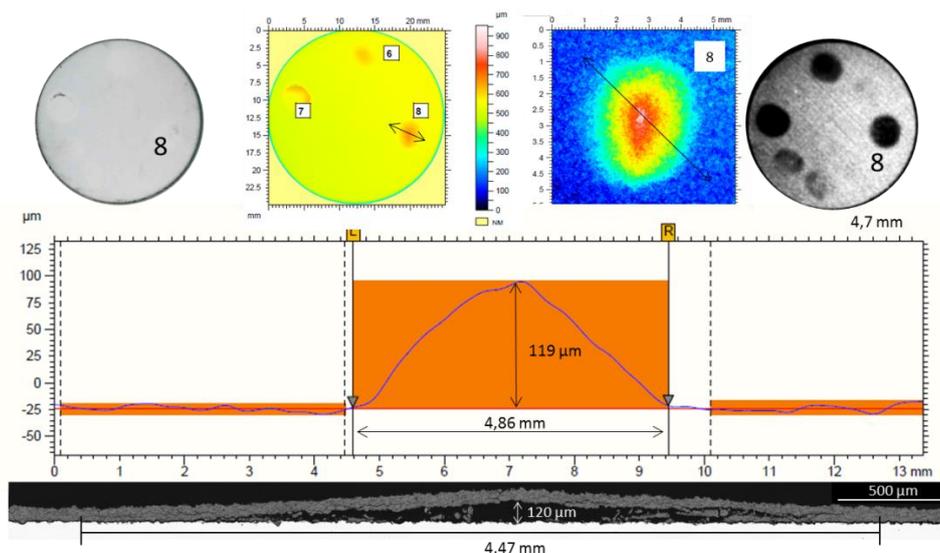


Figure III.22 : Etude d'un cloquage par profilométrie sur échantillon VPS après essai de choc laser (N4, 60 µm, $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, $F = 1,1 \text{ GW/cm}^2$) avec les méthodes optique et thermographique en comparaison

III.4 Influence du diamètre de choc et des effets tridimensionnels induits sur la fissuration

Les paramètres laser qui influencent l'onde de choc, et donc la contrainte à l'interface générée dans les systèmes revêtus sont la durée et l'énergie du pulse et le diamètre de choc. Un essai LASAT classique se conduit à diamètre de choc et durée de pulse constants uniquement en faisant varier l'énergie pour appliquer différentes densités de puissance (GW/cm^2). L'onde de choc générée est divisée en un front d'onde plan (représenté sous une forme de couronne) et des ondes sphériques situées en périphérie qui sont reliées aux effets de bord. Ces dernières sont à l'origine d'effets tridimensionnels qui interviennent dans l'atténuation radiale (cf. §I.3.1.3b) et peuvent également amplifier localement la détente et la traction dans certains cas. Typiquement, avec un diamètre de choc de l'ordre de l'épaisseur de la cible (cas 2D), les ondes de détente sphériques incidentes convergent vers le centre et se superposent pour former une poche de traction le long de l'axe. Cette poche de traction pourra alors amplifier notablement le chargement en traction dans cette zone centrale et contribuer à l'établissement d'un profil de pression gaussien dans le plan de propagation. Lorsque le diamètre est grand devant l'épaisseur du système (cas 1D), les ondes sphériques n'ont pas le temps d'affecter le centre du choc mais provoquent une amplification des ondes de détente en périphérie induisant une allure de profil en couronne par rapport au front de détente central qui reste plan. Dans la thèse, les diamètres de choc étudiés pour l'étude des systèmes biocompatibles sont 3, 6 et 10 mm. Ces diamètres ont été choisis afin de modifier drastiquement les conditions géométriques du choc et d'étudier leurs influences sur la fissuration générée pour différentes conditions. Ces effets tridimensionnels dépendent également des épaisseurs de cible (substrat/dépôt) des systèmes étudiés. Pour les épaisseurs 2 et 3 mm des substrats de cette étude, on s'attend plutôt à un profil de chargement radial monotone de forme gaussienne pour les chocs de diamètre 3 mm et un profil plan pouvant faire apparaître des surintensités en périphérie pour le diamètre 10 mm. Le cas d'un diamètre de choc à 6 mm est supposé être un cas intermédiaire qui peut éventuellement combiner les deux allures de profils. Les trois configurations hypothétiques sont schématisées dans la Figure III.23.

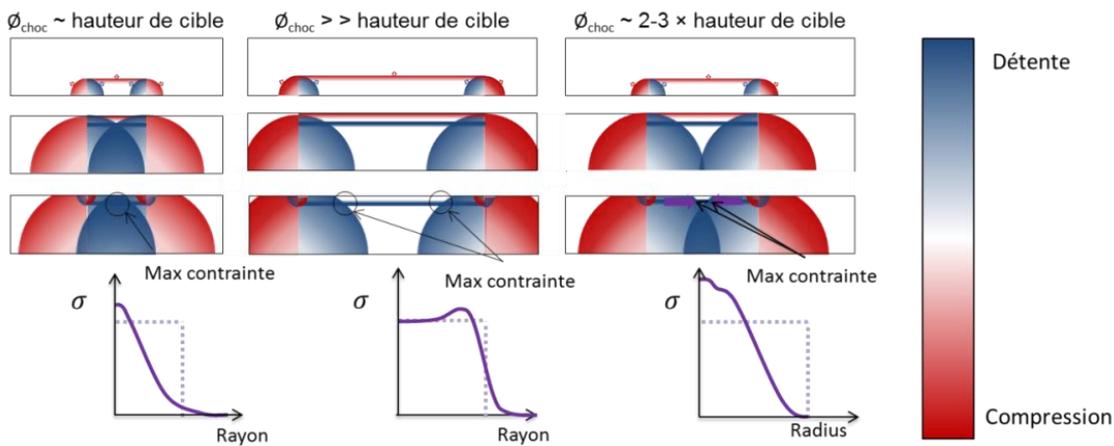


Figure III.23: Représentation schématique des effets géométriques 2D avec atténuation et amplification des ondes de détente au centre ou en périphérie de la zone de choc

Notons que ces considérations d'effets géométriques sur la propagation des ondes de choc sont valables sur une cible mono-matériau. Dans notre cas, nous recherchons la signature de ce chargement radial selon une position donnée le long de la direction principale de propagation qui est celle de l'interface céramique/métal. Cette signature correspond à la fissure générée c'est-à-dire sa taille et sa forme. Ainsi, selon les différents cas de fissuration rencontrés sur les différentes nuances, il convient d'examiner l'influence des conditions géométriques. L'influence des effets tridimensionnels sur le profil de contrainte de traction à l'interface sera discutée dans la partie IV.3.2.

III.4.1 Caractéristiques des fissurations et leurs diagnostics pour différents \varnothing_{choc}

III.4.1.1 Effets de bord favorisant un profil de chargement gaussien : $\varnothing_{choc} = 3 \text{ mm}$

Le diamètre de choc de 3 mm a été appliqué à toutes les nuances de l'étude pour permettre d'étudier les méthodes du seuil et des courbes LASAT et conduit à des fissures circulaires. Le plus petit diamètre mesurait 690 μm pour un échantillon de la nuance N4 (dépôt 60 μm) et le plus grand a été obtenu sur la nuance N1 (dépôt 150 μm) avec un écaillage de 6,4 mm. La Figure III.24 regroupe les vues optiques et thermographiques des deux échantillons et rend compte de la circularité et de la continuité systématique des fissures de façon représentative même proche du seuil. Les observations en vue de dessus ont été vérifiées par des vues en coupe comme présenté dans le paragraphe III.2.2 et sont cohérentes avec un profil de contrainte gaussien comportant un maximum au centre du choc.

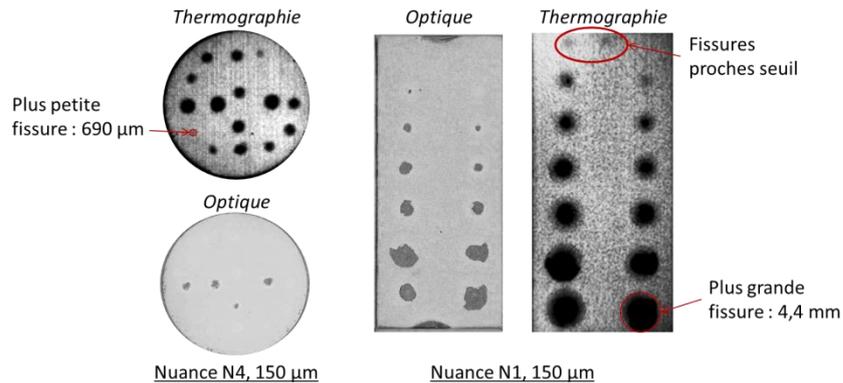


Figure III.24 : Echantillons de la nuance N4 pour la plus petite fissure mesurée (gauche) et de la nuance N1 pour la plus grande fissure (droite), $\varnothing_{choc} = 3 \text{ mm}$ (optique et thermographie)

Un phénomène propre à l'utilisation du diamètre de choc 3 mm a été observé pour les échantillons à dépôt de 150 μm des nuances APS (N1 et N2). En partie III.1.2.1, des écaillages partiels de la moitié de la céramique ont été observés en coupe pour des densités de flux intermédiaires entre les décohésions simples et l'écaillage total. Les vues en coupe effectuées pour différents niveaux de densité de puissance n'ont pas révélé de fissure cohésive avant l'écaillage partiel de la céramique. Ils sont toujours situés au centre de la tache focale ce qui est en accord avec un profil des contraintes centré de forme gaussienne. L'utilisation du diamètre de choc 3 mm entraîne donc une concentration de contrainte dans le dépôt spécifique qui est en lien direct avec la propagation du front d'onde et des effets tridimensionnels. Cette hypothèse n'a pas pu être confirmée par les essais de choc sur les dépôts VPS qui présentent des ruptures cohésives systématiques quel que soit le diamètre de choc.

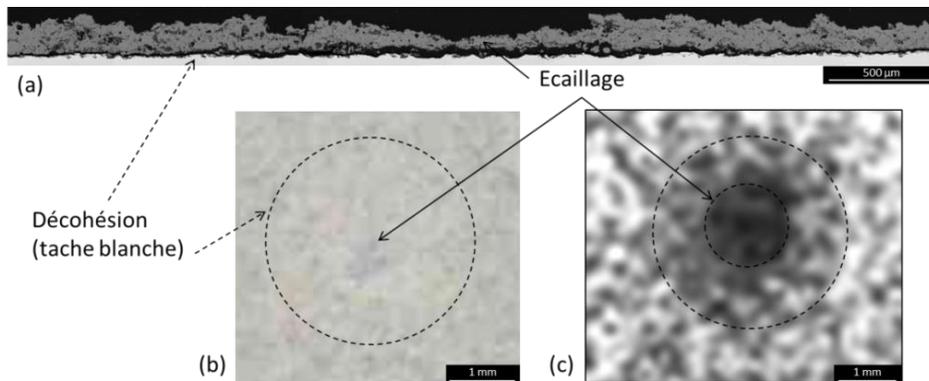


Figure III.25 : Rupture cohésive avec écaillage partiel, vue en coupe (a), en optique (b) et en thermographie (c), nuance N1, $F = 2,26 \text{ GW/cm}^2$, $\varnothing_{choc} = 3 \text{ mm}$

III.4.1.2 Effets de bord favorisant un profil de chargement en couronne: $\varnothing_{choc} = 6, 10 \text{ mm}$

Les dépôts d'hydroxyapatite de l'étude ont des ténacités d'interface et des énergies d'adhérence relativement faibles (cf. §V.1.1.3). Aussi, les métaux employés comme substrats (Ti6Al4V et CoCrMo) amortissent peu les ondes de choc pour ces domaines de densité de puissance et le rapport des impédances acoustiques est favorable au transfert de l'onde de compression incidente dans le dépôt. C'est pourquoi, le cas des dépôts HAP ne nécessite pas de densités de puissance laser élevées, moins de 1 GW/cm^2 , pour atteindre un seuil de rupture à l'interface auquel s'ajoutent dans certains cas des décohésions dans le dépôt. Ainsi, par rapport aux cas généralement rencontrés dans la littérature, des diamètres de choc très grands ont pu être étudiés de manière systématique. L'objectif était d'investiguer et éventuellement d'utiliser à bon escient les effets tridimensionnels de la propagation des ondes de chocs dans des cas géométriquement très différents. Le laser du Centre des matériaux est limité à des pulses de durée 5,5 ns et d'énergie allant de 0,1 à 2 J restreignant les densités de puissance comme présenté dans la Figure III.26. Un laser à plus haute énergie, comme le laser Héphaïstos du laboratoire PIMM (Procédés et Ingénierie en Mécanique des Matériaux) des Arts et Métier (7 J max, [Courapied, 2016]) aurait permis d'atteindre des diamètres supérieurs jusqu'à solliciter l'ensemble de la surface. Par ailleurs, l'augmentation du diamètre de choc permet de solliciter une zone plus grande au niveau de l'interface et ainsi de limiter l'influence d'hétérogénéités locales sur le phénomène de décohésion et la répétabilité de la mesure. On estime aussi qu'une décohésion plus grande en surface sera plus facilement détectable et mieux mesurable même si cela peut être au détriment de la statistique en diminuant le nombre des chocs disponibles sur un même échantillon. Les diamètres 6 et 10 mm ont permis de conduire des protocoles d'essai LASAT (seuil et courbe LASAT-2D) sur tous les systèmes de l'étude sauf la nuance N5 qui requiert un niveau d'énergie supérieur. Le diamètre 10 mm permet d'assurer une propagation des ondes en monodimensionnel et de séparer les phénomènes périphériques et centraux. Le diamètre 6 mm est intéressant car il regroupe potentiellement les deux types de propagation et d'effets tridimensionnels. Les observations révèlent généralement de fissures circulaires mais d'autres faciès de rupture qui n'avaient pas été observés pour $\varnothing_{choc} = 3 \text{ mm}$ ont été mis en évidence. Ces décohésions particulières peuvent correspondre à une fissuration discontinue, annulaire dans certains cas proches du seuil ou complète mais de forme elliptique dans d'autres cas.

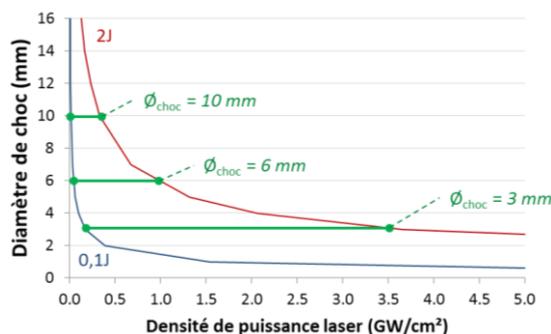


Figure III.26 : Limite de densité de puissance laser pour des diamètres de choc de 3, 6 et 10 mm dans le cadre de l'installation laser du Centre des matériaux de Mines Paris Tech

a) Cas de fissurations annulaires pour des dépôts APS

Lors de la conduite des essais de choc, pour des densités de puissance proches du seuil de décohésion, certains échantillons présentent des fissures interfaciales circulaires qui ont des signatures particulières en optique et en infrarouge. On observe des contrastes hétérogènes au sein des taches comme on peut le voir sur les Figure III.27 (diamètre 6), Figure III.28 (diamètre 10, fissures discontinue) et Figure III.29 (diamètre 10, fissures continue). Ce type de fissure est apparu pour des échantillons de 60 ou 150 μm d'épaisseur de HAP. Sur les vues en coupe au MEB on observe une décohésion discontinue avec une zone non fissurée au milieu de la zone de choc. La fissure est donc de

forme annulaire. On attribue ce faciès particulier aux amplifications des déformations latérales provoquées par les effets de bord pour ces rapports géométrique $R_g = L/D$ élevés (cf. §I.3.1.3b). Si cette hypothèse est confirmée, alors on peut considérer que la zone centrale a subi un chargement en dessous du seuil de décohésion (pas de rupture) tandis qu'en périphérie le choc a permis un chargement au-dessus du seuil de rupture. Ce genre de constat montre que le phénomène de décohésion, qui traduit la réponse de l'interface à une sollicitation intense et brève en traction, peut-être très localisée. Indirectement, la connaissance du profil radial de ce chargement spécifique permettrait d'encadrer le seuil de rupture entre les valeurs du centre et en périphérie. Plus généralement, l'exploitation d'essais LASAT avec des conditions géométriques pouvant mener à des profils de chargement radial en couronne doit donc tenir compte des maxima locaux pour définir la valeur de contrainte à rupture (cf. §IV.3.2.1). Pour les cas de dépôts HAP de cette étude, les images optiques et thermographiques ne montrent pas de contrastes suffisants pour révéler les contours exacts d'une fissure en anneau. On peut aussi supposer que la fissure engendrée se propage partiellement vers le centre ce qui explique les fissures partielles. On observe plutôt des contrastes avec une distribution inhomogène de maxima locaux qui traduisent bien cependant une fissure discontinue. Le réglage en énergie combiné avec des diamètres grands permet un pas de seuillage plus fin en densité de puissance qui est avantageux pour la recherche d'une valeur seuil de la décohésion mais qui conduit à des zones choquées partiellement décollées qui peuvent être difficiles à diagnostiquer en vue de dessus dans le cas de nos dépôts HAP.

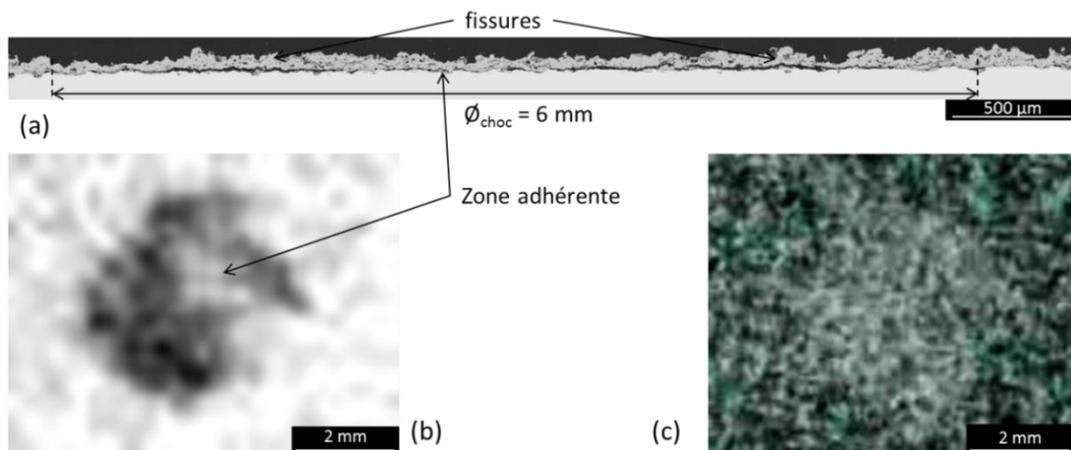


Figure III.27 : Fissuration discontinue dans le cas d'un choc de 6 mm sur la nuance N1 (60 µm), vue en coupe (a), en thermographie infrarouge (b) et en photographie optique (c)

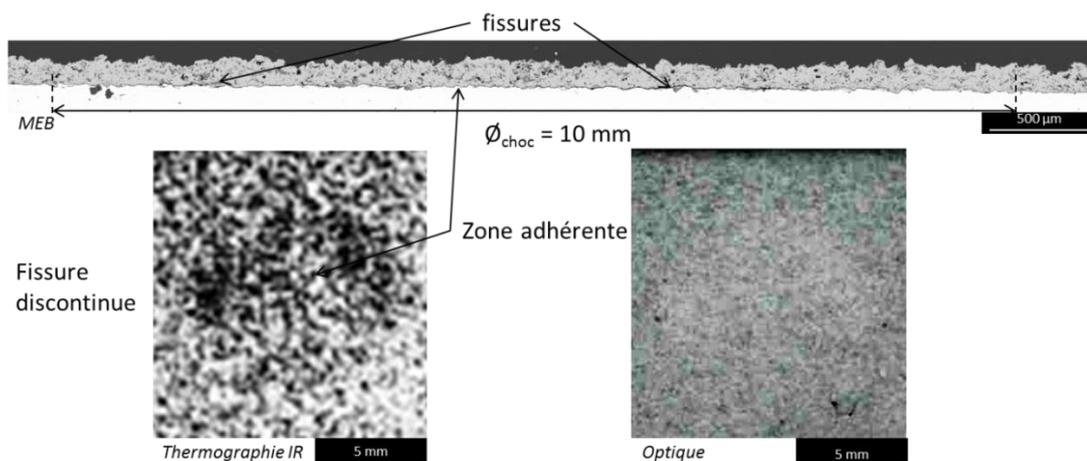


Figure III.28 : Fissuration discontinue dans le cas d'un choc de 10 mm sur la nuance N1 (150 µm), vue en coupe, en thermographie infrarouge et en photographie optique

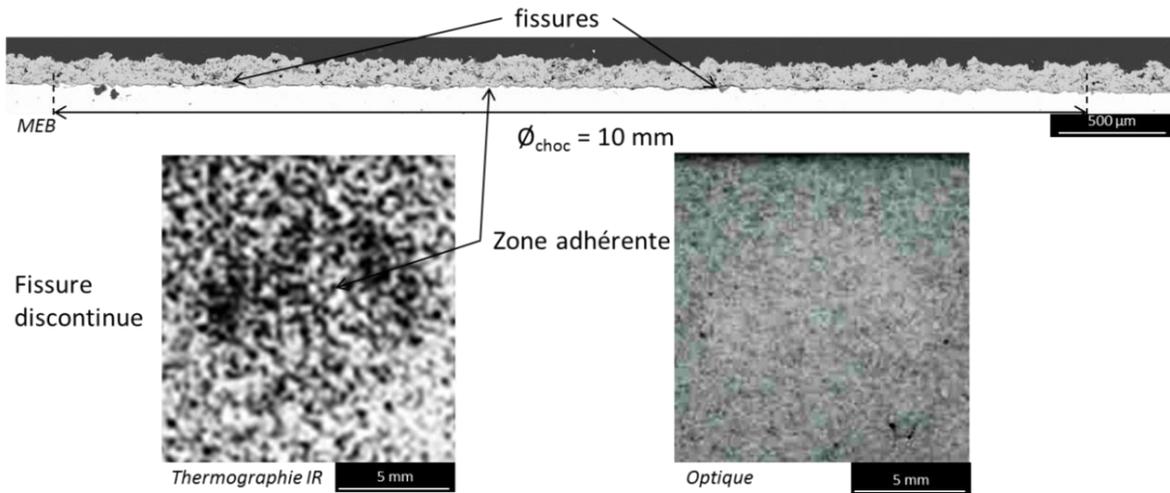


Figure III.29 : Fissuration continue dans le cas d'un choc de 10 mm sur la nuance N1 (150 µm), vue en coupe, en thermographie infrarouge et en photographie optique

b) Cas de fissuration annulaires pour des dépôts VPS

Comme pour les dépôts APS, les dépôts VPS (nuances N4, N4 bis et N5) présentent des fissures partielles proches du seuil avec des irrégularités de contraste au sein de la décohésion, visibles uniquement sur les thermographies. De plus, l'observation en coupe révèle un autre type de fissure dû à la propension des dépôts VPS à la rupture cohésive. La Figure III.30 rassemble les vues en coupe (MEB) associées aux clichés thermographiques pour des chocs au-dessus du seuil sur des échantillons de nuance N4 (1,35 GW/cm²) et N4 bis (0,62 GW/cm²) pour un diamètre de choc de 6 mm.

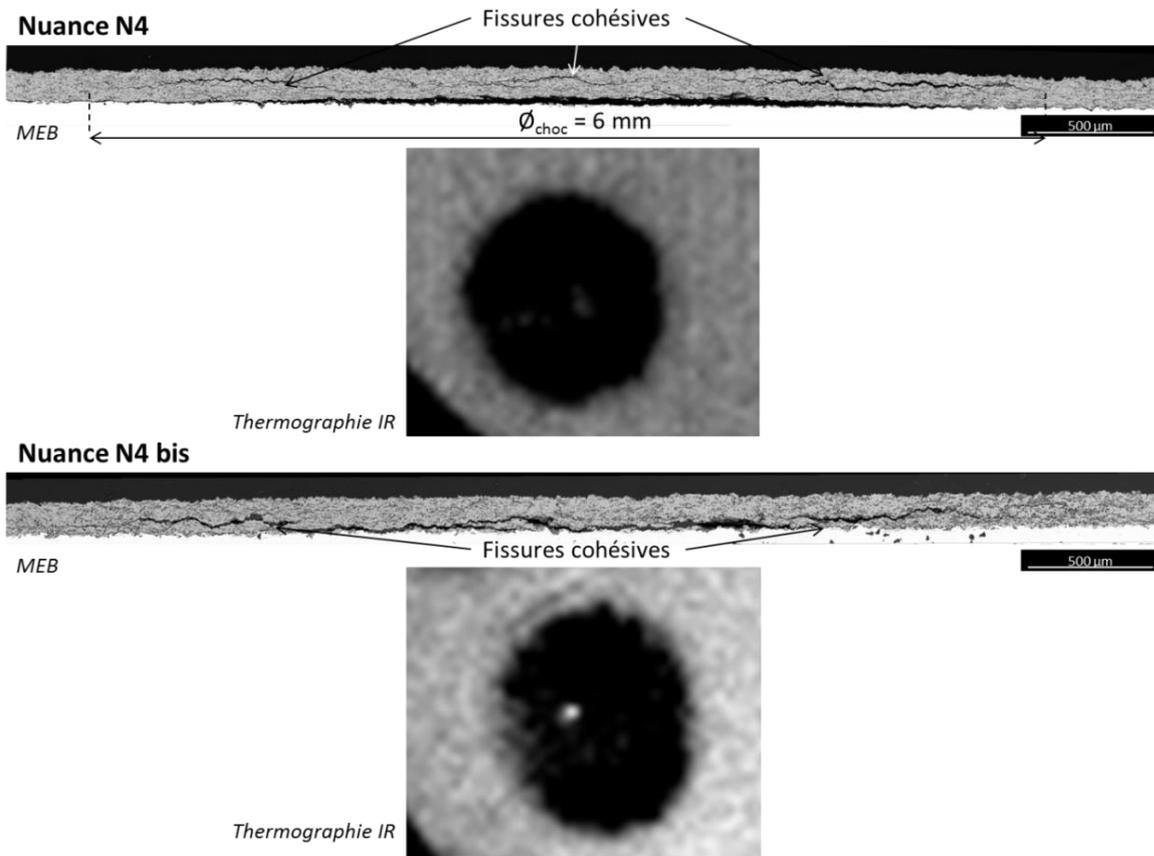


Figure III.30 : Fissurations annulaires cohésives de dépôts VPS dans le cas de chocs de 6 mm sur les nuances N4 et N4 bis (150 µm), vue en coupe et en thermographie infrarouge

Dans les deux cas, la céramique n'est pas écaillée, la signature thermique ne présente pas de défaut et son contraste définit une frontière de fissure nette. Néanmoins, les observations en coupe révèlent deux types de ruptures cohésives indiscernables en vue de dessus. Le dépôt N4 possède trois fissures non conjointes symétriques (une au centre et deux en périphérie) associées à une rupture adhésive dont la longueur, 4,9 mm, couvre toute la largeur de la décohésion mixte. Les fissures dans le dépôt, à environ 80 μm de l'interface, semblent indépendantes de la rupture à l'interface et sont dues aux effets tridimensionnels responsables de concentrations de contraintes en son sein. Le dépôt N4 bis présente des fissures similaires mais plus proches de l'interface (environ 60 μm) avec une continuité de la rupture avec bifurcation dans la céramique. Le diamètre observé en thermographie, 5,0 mm, correspond à la longueur totale de la décohésion mixte. La symétrie du faciès de rupture semble indiquer qu'il est le résultat du même phénomène de concentration de contrainte plutôt que de bifurcations simples dans le dépôt. Les dépôts VPS présentent donc des fissurations annulaires cohésives qui délimitent les périmètres de fissures sans que les diagnostics en vue de dessus ne puissent les mettre en évidence ce qui complique l'application de l'essai LASAT pour jauger les adhérences des interfaces.

c) Cas de fissurations elliptiques

En plus des fissures partielles, l'emploi du diamètre 6 mm, a parfois conduit à des fissurations elliptiques rappelant les travaux de Bégué [Bégué, 2015]. Dans son cas, il explique ce type de fissure par l'anisotropie de son substrat monocristallin. Les dépôts d'hydroxyapatite APS ne présentent pas d'anisotropie particulière et les nuances VPS ont une structure lamellaire marquée alors que des fissures elliptiques ont été observées pour toutes les configurations (dépôts, épaisseurs et format disques/plaquettes). Des effets de bord liés à la géométrie de l'échantillon ou à la proximité avec une autre fissure auraient pu expliquer la forme de certaines fissures mais aucune tendance n'a pu être dégagée lors des essais de répétabilité des chocs de la partie V.4.3.1 ou avec l'ensemble des échantillons. Au maximum, les rapports des longueurs des petits axes sur les grands axes valent 0,8. Pour notre étude, les fissures elliptiques ont été considérées comme des cercles de diamètre égal au grand axe de l'ellipse. Le phénomène n'a pas été observé pour un $\varnothing_{\text{choc}} = 10$ mm où les fissures sont circulaires et il est difficile à déterminer s'il est présent pour un $\varnothing_{\text{choc}} = 3$ mm à cause de la taille réduite des fissures.

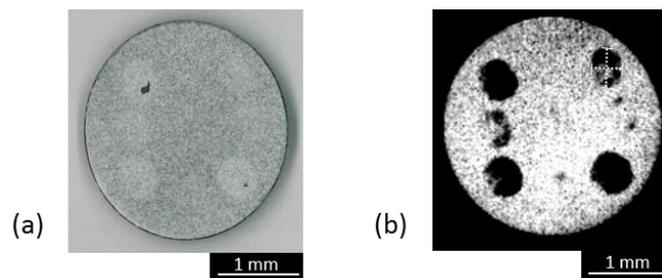


Figure III.31 : Images optique (a) et thermographique (b) d'un dépôt APS fin après essai de choc laser

III.4.2 Comparaison des $\varnothing_{\text{choc}}$ 3, 6 et 10 mm pour la mise en œuvre d'un essai LASAT

Un des objectifs de l'étude est l'établissement d'un protocole d'essai applicable dans un laboratoire de certification de dépôts céramiques biomédicaux tel que le CRITT. Le choix d'un diamètre de choc impacte les conditions opératoires (choc et diagnostic) qui seraient à préconiser en fonction des cas. Le choix des diamètres 3, 6 et 10 mm couvrent une gamme étendue qui permettent de favoriser des cas géométriquement très différents ($R_g = L/D$ de 0,2 à 1 environ). Le diamètre de choc 3 mm se rapproche le plus des conditions usuels dans le domaine du choc. Il autorise des flux jusque 5 GW/cm^2 et permet d'effectuer 21 tirs sur des plaquettes 20x50 et 16 tirs sur des disques de diamètre 25 mm (voir Figure II.14). Ce diamètre a servi à la phase exploratoire pour évaluer des valeurs d'adhérence

pour chacune des nuances et dessiner les premières courbes LASAT (cf. §V.2.1). Sur la base des densités de puissance enregistrées pour $\varnothing_{\text{choc}}=3\text{mm}$, il a été possible d'augmenter le diamètre de choc jusqu'à 10 mm et ainsi de solliciter une surface plus importante en diminuant l'influence des hétérogénéités locales et en améliorant la détectabilité et la mesurabilité des bords de fissure même si d'autres effets sont apparus (cf. §III.4.1.2). Le diamètre 6 mm limite les densités de puissance accessibles (maximum $1,3 \text{ GW/cm}^2$) mais celles-ci restent suffisantes pour notre étude puisque l'on peut aller jusqu'à l'écaillage des dépôts HAP. Enfin, le diamètre 10 mm ne permet de choquer qu'à des densités de puissance très basses (maximum $0,5 \text{ GW/cm}^2$) sans pouvoir créer de décohésions nettement identifiables par les diagnostics optiques et thermographiques. La surface choquée est proche de 80 mm^2 , soit plus de dix fois la surface d'un choc à 3 mm et plus de trois fois celle d'un choc à 6 mm. De plus, le nombre de tirs est forcément très réduit sur une même plaque. Ce cas reste très intéressant car il permet d'atteindre une grande surface de fissure même si on a montré qu'il pouvait y avoir une sensibilité de la fissuration vis-à-vis de maxima locaux de chargement. Ce diamètre a été utilisé uniquement pour la nuance N1 dans le but d'étudier et d'exacerber les effets géométriques sur la conduite de l'essai LASAT (cf. §V.2.1.1). Avec l'augmentation du diamètre de choc, les diamètres de fissures sont plus faciles à distinguer et l'erreur absolue commise sur la mesure est plus faible. De plus, elle permet logiquement de diminuer le pas de densité de puissance laser pour un même pas d'énergie et de réduire facilement l'intervalle encadrant le seuil. Pour une variation de l'énergie de 50 mJ, les diamètres de choc de 3, 6 et 10 mm permettent respectivement de faire varier la densité de puissance laser de 0,14 ; 0,03 et 0,01 GW/cm^2 . Néanmoins, un essai LASAT nécessite un nombre suffisant de décohésions visibles et non visibles (en dessous du seuil), le choix du diamètre peut dépendre aussi de la configuration et du type de l'échantillon. De plus, pour les grands diamètres, les chocs autour du seuil engendrent parfois des fissures inhomogènes (voir §III.4.1.2a). Comme la surface sollicitée est grande, des décohésions indépendantes peuvent apparaître lorsque l'adhérence est localement plus faible ou par des effets de surintensité dans la largeur du choc (voir Figure III.23). Ces décohésions locales peuvent toutefois être interprétées comme une mise en évidence fine du seuil de rupture qui serait alors compris dans le profil radial de contraintes à l'interface. Ces profils seront discutés pour chaque diamètre à l'aide de la modélisation numérique dans la partie IV.3.2.2.

Le Tableau III.8 résume les conditions de tirs applicables, leurs avantages et limites et rassemble les caractéristiques des diagnostics optique et infrarouge lors d'une série de tirs à énergie croissante sur systèmes revêtus HAP de nuance N1 avec les trois diamètres de choc 3, 6 et 10 mm. Notons qu'à partir de l'étude de trois diamètres de choc 3, 6 et 10 mm et sur la base des constats effectués, il serait possible de choisir des diamètres intermédiaires selon les critères à privilégier. Cependant le choix du diamètre repose également sur une connaissance approfondie des profils de chargement en traction à l'interface dont on voit qu'il est fortement influencé par les conditions géométriques. Dans la suite de l'étude le diamètre 6 mm est privilégié car il permet un nombre de tirs suffisant, améliore la détectabilité et la mesure des diamètres de fissure et augmente la surface sollicitée par l'onde de choc. Néanmoins les trois diamètres sont étudiés en modélisation dans le Chapitre IV et lors des campagnes expérimentales du Chapitre V afin d'étudier les profils de contraintes induits et les résultats LASAT spécifiques.

III. Caractéristiques des nuances de dépôt HAP en relation avec la mise au point d'un essai LASAT

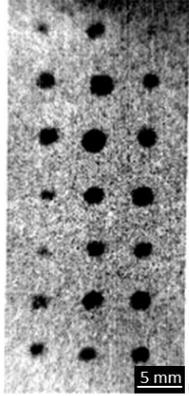
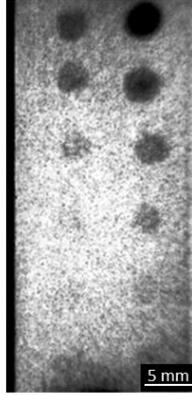
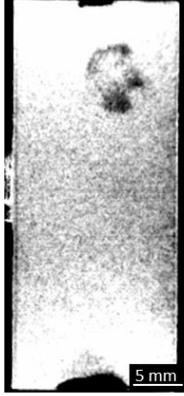
$\varnothing_{\text{choc}} = 3\text{mm}$		$\varnothing_{\text{choc}} = 6\text{mm}$		$\varnothing_{\text{choc}} = 10\text{mm}$	
0,22 - 5,31 GW/cm ² .		0,05 - 1,33 GW/cm ²		0,02 à 0,48 GW/cm ²	
Plaque : 21 tirs max		Plaque : 12 tirs max		Plaque : 4 tirs max	
Disque : 6 tirs max		Disque : 9 tirs max		Disque : 2 tirs max	
<i>Optique</i>	<i>Thermographie</i>	<i>Optique</i>	<i>Thermographie</i>	<i>Optique</i>	<i>Thermographie</i>
					
<u>Avantages</u>					
<ul style="list-style-type: none"> • Plage de densité • Nombre de tirs 		<ul style="list-style-type: none"> • $\Delta 50\text{mJ} \rightarrow \Delta 0,03 \text{ GW/cm}^2$ • Visibilité de la tache • Surface sollicitée 		<ul style="list-style-type: none"> • $\Delta 50\text{mJ} \rightarrow \Delta 0,01 \text{ GW/cm}^2$ • Grande surface sollicitée 	
<u>Inconvénients</u>					
<ul style="list-style-type: none"> • $\Delta 50\text{mJ} \rightarrow \Delta 0,14 \text{ GW/cm}^2$ • Visibilité de la tache • Surface sollicitée 		<ul style="list-style-type: none"> • Nombre de tirs • Effets de bord conduisant des fissures cohésives • Fissures elliptiques 		<ul style="list-style-type: none"> • Nombre de tirs • GW/cm² limitante 	

Tableau III.8 : Paramètres, avantages et limites des diamètres 3, 6 et 10 mm pour la mise en œuvre de l'essai LASAT avec l'utilisation d'un diagnostic direct en vue de dessus (optique et thermographique)

Conclusions du chapitre

La caractérisation des dépôts et des interfaces des deux groupes d'échantillons (APS et VPS) permet d'évaluer l'influence des matériaux sur l'application d'un essai LASAT utilisant un diagnostic direct de décohésion par imagerie. Bien que de compositions et de cristallinités très similaires, les dépôts projetés sous air ou sous vide ont des différences importantes en termes de microstructure. En effet, le dépôt HAP VPS présente une microstructure très lamellaire et compacte tandis que le dépôt HAP APS, plus conventionnel dans le domaine biomédical, présente des empilements de lamelles moins réguliers car plus perturbés par des particules mal étalées partiellement fondues ou solidifiées au moment de l'impact. Cela se traduit par des niveaux de porosité sensiblement différents et des paramètres de rugosités de surface très éloignés. Le dépôt HAP APS est le plus poreux et le plus rugueux. Ces aspects morphologiques internes aux dépôts peuvent affecter la propagation des ondes de choc. Dans notre étude, il est difficile de les appréhender autrement que par les caractéristiques et la localisation de la fissuration générée. Dans ce but, on essaye cependant d'estimer le lien entre les endommagements produits avec les profils de chargement pour chaque cas étudiés dont on a volontairement fait varier les géométries à cet effet. On note également, à travers la mise en évidence d'un cloquage de la céramique après choc laser que le dépôt VPS est le siège de contraintes résiduelles de compression tandis que le dépôt APS est libre de contraintes internes de compression au repos.

Concernant la morphologie externe (rugosité), cela impacte nécessairement l'incertitude sur la mesure d'épaisseur des couches qui est donc plus importante dans le cas du dépôt APS mais qui n'affecte pas l'homogénéité et la répétabilité des valeurs mesurées pour chaque nuance et ses variantes.

En revanche, concernant les diagnostics par imagerie en vue de dessus, on constate que les images thermographiques des dépôts APS, le plus rugueux, sont les plus bruitées. Par contre, le dépôt VPS, plus dense et homogène paraît plus blanc dans le visible et se prête donc moins bien au diagnostic optique. Dans tous les cas, les dépôts fins de 60 μ m se prêtent mieux aux deux diagnostics que le dépôt épais de 150 μ m. Au final, il est bien établi que les tailles de fissures évaluées par l'une ou l'autre des méthodes non destructives sont en très bon accord avec les mesures obtenues sur coupes métallographiques. On note cependant que la précision de chaque méthode dépend de la résolution numérique des capteurs et de la sensibilité des contrastes lumineux ou de température.

En plus des dépôts, les caractéristiques surfaciques des substrats à rugosité contrôlée, en présence d'une couche d'oxyde ou d'une sous-couche de Ti ont été étudiées avant projection. Les observations serviront à la discussion autour de la variation de l'adhérence due à ces modifications et mesurées par différentes méthodes qui seront restituées et discutées dans les chapitres V et VI respectivement pour le groupe de référence (APS) et le groupe complémentaire (VPS). Les essais de choc laser ont permis d'obtenir des décohésions nettes à l'interface céramique/métal avec quelques îlots de céramique résiduelle pour les nuances N1/N2. Dans le cas des systèmes N4/N4 bis on observe moins de céramique encore adhérente et des ruptures cohésives en plus de la fissuration à l'interface. Dans le cas de la nuance complémentaire N5 (CoCrMo/Ti VPS/HAP-VPS) les fissures obtenues après les chocs laser sont toutes majoritairement cohésives et semblent être localisées préférentiellement le long de la ligne de crête de la sous-couche de Ti extrêmement rugueuse.

Les méthodes d'imagerie optique et thermographiques permettent toutes deux de détecter la présence d'une fissure dans chacun des systèmes revêtus de l'étude mais sans toutefois distinguer les fissures adhésives et cohésives, différence uniquement visible en coupe métallographique. Dans le cadre d'un essai LASAT, ce diagnostic doit permettre soit de mesurer un seuil de décohésion soit d'établir une courbe LASAT-2D expérimentale. Le diagnostic par thermographie infrarouge permet un contraste élevé entre les zones saines et les fissures et sera privilégié pour la mesure et la détection des fissures dans la suite de l'étude.

Selon les diamètres de choc et des épaisseurs de dépôt, il a été possible de relier les faciès de fissuration et le rendu sur image optique ou infrarouge dans l'hypothèse d'un diagnostic direct. Lorsque le diamètre est du même ordre que l'épaisseur d'échantillon (ici 3 mm), les fissures sont circulaires, continues situées à l'interface mais les effets tridimensionnels groupés au centre peuvent provoquer des écaillages partiels de la céramique. L'augmentation du diamètre (6 et 10 mm) délocalise les effets tridimensionnels en périphérie et provoque, pour des densités de puissance proches du seuil, des fissures annulaires adhésives dans le cas des dépôts APS et cohésives pour les dépôts VPS. Dans le cas particulier du diamètre 6 mm, certaines fissures sont elliptiques sans que l'on puisse l'attribuer à une anisotropie du système.

Afin de comprendre ces types de fissuration, les profils de contrainte à l'interface devront être analysés spécifiquement sur les systèmes de l'étude avec les paramètres du laser utilisé. Cette démarche est développée dans le chapitre suivant à l'aide de la modélisation de l'onde de choc qui est réalisée par simulation numérique sur la base des données matériaux collectées ou mesurées. Cela ouvrira sur la modélisation de l'essai LASAT pour l'établissement des profils de la contrainte en traction le long de l'interface qui pourra être relié au seuil de rupture expérimental.

Chapitre

IV

Propagation des ondes de choc et contraintes à l'interface dans les systèmes revêtus

Introduction

L'essai de mesure de l'adhérence par choc laser nécessite la modélisation des conditions de choc pour simuler la propagation des ondes dans un système substrat/revêtement. Cette simulation permet d'extraire la contrainte à l'interface qu'il faut ensuite associer à un seuil de rupture expérimental. Avec la simulation numérique, on souhaite donc renseigner la chronologie et la distribution spatiale du chargement mécanique dynamique qu'il faut ensuite relier aux fissures diagnostiquées expérimentalement. Dans cette thèse, différents cas de cibles impliquant différentes épaisseurs de substrat et de dépôt ainsi que différents diamètres de choc sont traités numériquement et expérimentalement. A travers l'examen de ces aspects dimensionnels, il est proposé d'une part de calibrer au plus près de la réalité les comportements des matériaux de l'étude et d'autre part d'investiguer plus avant les effets de bord. En effet, ces derniers sont importants car ils interviennent dans l'atténuation de l'onde principale en trois dimensions et peuvent aussi engendrer des amplifications locales des contraintes provoquées par le croisement des ondes de détente latérales. Cette approche qui vise à faire dialoguer expérience et simulation nécessite une modélisation 2D axisymétrique de la propagation des ondes de choc.

Le modèle numérique hydrodynamique requiert des données sur le chargement liées à la calibration des conditions de choc laser et sur la propagation de l'onde en fonction de la géométrie du tir et des lois de comportement des matériaux. Pour ce faire, une étude approfondie des signaux de vitesse expérimentaux obtenus par VISAR est menée. Celle-ci vise à calibrer la pression initiale, le comportement des substrats ainsi qu'à analyser celui du dépôt d'hydroxyapatite. L'objectif est une modélisation complète du système de la nuance de référence HAP(APS)/Ti6Al4V pour la gamme de chargement laser utile sur ces revêtements. Pour ce faire, l'étalonnage de la pression initiale (profils temporel et spatial) du laser est mené sur des feuillards d'Al pour le domaine d'énergie à considérer spécialement pour les dépôts HAP de cette étude. A cette étape, la prise en compte des effets de bord est améliorée par des mesures de vitesse le long du diamètre de choc. Ces mesures permettront d'étudier une alternative au profil spatial « top-hat » généralement employé. Ensuite, l'analyse numérique des vitesses expérimentales est menée sur les substrats Ti6Al4V sans dépôt et également avec dépôt pour différentes épaisseurs. Dans le cas des cibles complètes, les mesures vélocimétriques sont réalisées en configuration de choc face métal comme c'est le cas lors d'un essai LASAT mais également en face céramique avec une mesure VISAR du côté métal. Ces dernières expériences sont motivées par la volonté de mieux estimer les données de propagation d'onde dans la céramique déposée pour les dimensions réelles des échantillons de l'étude.

Fort de ces expériences de calibration numérique des signaux de vitesse expérimentaux, des simulations de l'essai LASAT sur la nuance de référence sont entreprises en tenant compte des différentes hypothèses étudiées. Ces simulations doivent permettre de mieux comprendre la propagation des ondes dans le système et le lien avec la fissuration observée. Il s'agit également d'établir les profils de contrainte maximale de traction le long de l'interface. D'une part, la densité de puissance laser seuil (GW/cm^2) détectée à l'aide d'un diagnostic d'apparition de la fissure pourra être traduite en une valeur maximale à l'interface (méthode du seuil). D'autre part, on peut proposer un critère de décohésion de type « Cut-off » pour une rupture adhésive. Ce critère conduira à la valeur d'adhérence recherchée à partir de l'évolution de la taille de cette fissure (Méthode LASAT-2D). Le but de ce chapitre est donc l'établissement d'abaques numériques pour ces deux méthodes d'essai et les différents cas d'application.

IV.1 Etalonnage de la pression et modélisation des substrats de l'étude

Avant de modéliser les systèmes revêtus complets, la simulation numérique de cibles simples (Aluminium, Ti6Al4V) permet d'établir une partie des données d'entrée du modèle et d'étudier les comportements des substrats métalliques dans le domaine des énergies employées pour cette étude. L'aluminium est un matériau souvent étudié dans le cadre de l'étude fondamentale des ondes de choc pour l'établissement d'équation d'état et de modèles [Migault, 1972; Cottet and Boustie, 1989] et étudier l'écaillage. Les signaux de vitesses sur cible Al servent à étalonner, dans les domaines de flux d'intérêt (moins de $1 \text{ GW}/\text{cm}^2$), les données de pression d'entrée : profil temporel, spatial et niveaux de pression associés. En parallèle, les nombreux essais VISAR sur les substrats métalliques fins (250 μm) et épais (2 et 3 mm) permettent d'analyser mieux les effets tridimensionnels en lien avec le diamètre de choc et l'épaisseur et les atténuations dans le Ti6Al4V en vue de sa modélisation sur un système complet.

IV.1.1 Méthode et description de la modélisation par éléments finis

La modélisation de l'essai LASAT a été réalisée avec le logiciel ABAQUS et le solveur Explicit compte tenu du phénomène dynamique de propagation d'une onde de choc et des vitesses de déformation engendrées par le choc laser (10^5 - 10^7 s^{-1}). Des simulations monodimensionnelles (1D) ont d'abord été calculées pour étudier la résolution du maillage et le profil temporel de chargement par la calibration des signaux de vitesse sur feuillards d'aluminium. Les calculs bidimensionnels (2D) sur feuillards ont en revanche été menés pour exploiter les acquisitions de signaux de vitesse en configuration décentrée (cf. § IV.1.2.2) pour étudier et paramétrer le profil radial du chargement. Les calculs de la thèse sont presque intégralement réalisés en 2D pour étudier les effets du choc dans la largeur de la cible.

IV.1.1.1 Mise en données du comportement des matériaux

Les données numériques des matériaux de l'étude sont choisies pour décrire leurs comportements hydrodynamiques ainsi que les effets viscoplastiques inhérents à la propagation d'ondes de choc. Le modèle analytique est décrit dans le Chapitre I (cf. §I.3.1) et les lois de comportement retenues pour la modélisation sont présentées en Annexe B. Une modélisation avec la densité, une composante élastique, une équation d'état de type Mie-Grüneisen et une loi de Johnson-Cook sans la composante thermique ont été choisies pour les cibles d'aluminium dans la lignée des travaux antérieurs. Les paramètres du calcul sont rassemblés dans le Tableau IV.1.

Données matériaux												
	Densité	Elastique	EOS			Johnson Cook						
Unités	(g.cm ⁻³)	G (GPa)	C ₀ (km/s)	S	Γ ₀	A (GPa)	B (GPa)	n	m	Tfus (K)	C	ε ₀
Aluminium*	2,7	26,5	5,386	1,339	2,09	0,09	0,426	0,34	1	775	0,015	1

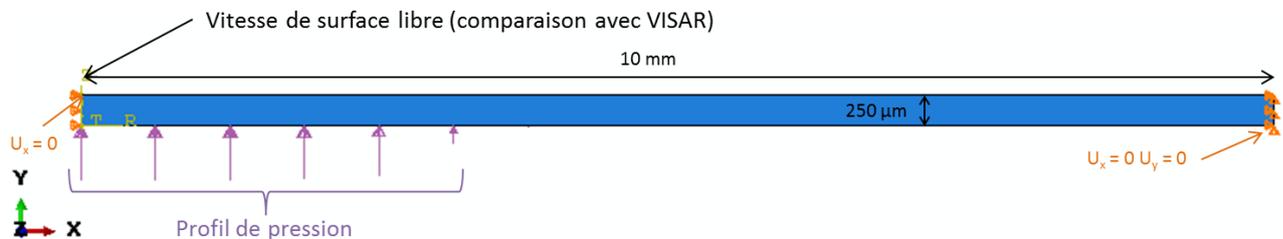
Tableau IV.1 : Données matériaux pour l'aluminium *[Cuq-Lelandais, 2010; Fabre, 2013]

IV.1.1.2 Description du modèle par élément finis

L'essai LASAT possède une symétrie axiale qui permet d'utiliser un modèle axisymétrique et de limiter la taille des calculs numériques (Figure IV.1). Les mailles du modèle sont les mêmes pour tout le système et sont de formes carrées pour la bonne description des phénomènes dans le sens de propagation du front d'onde mais aussi dans le sens transverse pour les ondes latérales (Tableau IV.2).

Géométrie du modèle					
Type	Dimensions		Maillage		
Modèle : Axisymétrique	Epaisseur :	Largeur :	Type :	Hauteur :	Largeur :
	250 μm	10 mm	CAX4R	2,5 μm	2,5 μm

Tableau IV.2 : Paramètres géométrique du modèle des cibles aluminium


 Figure IV.1 : Vue générale du modèle 2D pour les feuillets d'aluminium ($\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, $\lambda=5$)

Dans le modèle numérique, la pression de choc générée à l'entrée de la cible est représentée sous la forme de deux profils normalisés selon la valeur P_{max} qui détermine le niveau crête de chargement :

- Le profil temporel de pression $f(t)$ normalisé en P/P_{max} est caractérisé par une durée à mi-hauteur pour l'impulsion du choc confiné et une durée totale jusqu'au retour à $P=0$;
- Le profil spatial de pression $g(r)$ normalisé également en P/P_{max} pour $r=0$ qui traduit la distribution spatiale du chargement initial et son atténuation aux bords de la zone choquée.

La pression à l'entrée de la cible est donc définie par la relation : $P = P_{\text{max}} \cdot f(t) \cdot g(r)$.

La valeur de P_{max} d'un tir laser est étalonnée au préalable pour un confinement donné en fonction de la densité de puissance surfacique appliquée. Ces étalonnages du laser sont réalisés sur cibles fines d'aluminium (cf. §IV.1.2.3.) Les profils temporel et spatial de cette étude sont définis dans les paragraphes suivants.

a) Profil temporel $f(t)$

Le profil temporel utilisé dans les calculs numériques est celui introduit par Fabre [Fabre, 2013] sur la base de mesures VISAR et de calculs sur cibles aluminium de 100, 250 et 500 μm qui correspondent au laser SAGA 330 du Centre des Matériaux en mode confiné avec de l'eau (Figure IV.2). Il a été construit pour des densités de puissance de 1 à 5 GW/cm² avec une modélisation bidimensionnelle. La durée à mi-hauteur est égale à 11,3 ns et la durée totale du profil est choisie à 140 ns pour correspondre à un confinement par ruban adhésif transparent. Dans le cas d'un confinement par de l'eau, la partie terminale du profil est plus étendue comme cela est discuté au paragraphe IV.1.2.1b.

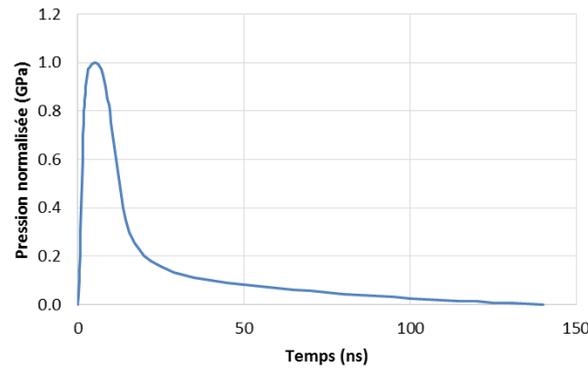


Figure IV.2 : Profil temporel $f(t)$ normalisé du laser SAGA300 – Confinement adhésif transparent

b) Profil spatial $g(r)$

La distribution spatiale d'énergie du laser pulsé est un profil top-hat selon le constructeur. Le choix direct pour la description du profil normalisé peut être une fonction sigmoïde de la forme :

$$g(r) = 1 - \frac{1}{1 + \exp(-\lambda \cdot (r - r_{choc}))}$$

Le coefficient de gain de la sigmoïde λ est un entier positif dont la valeur conditionne la forme du profil. Pour les faibles valeurs de λ le profil est proche d'une allure gaussienne tandis qu'il devient top-hat pour des valeurs de λ plus élevées (Figure IV.3). La valeur du coefficient à sélectionner pour notre étude peut être évaluée par l'interprétation des effets de bord sur les signaux de vitesse obtenus sur cibles épaisses. Cette démarche est présentée dans le cas de cibles Ti6Al4V au § IV.1.3.2.

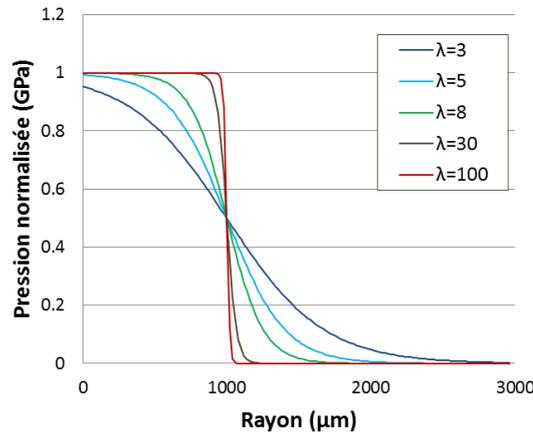


Figure IV.3 : Exemples de profils spatiaux $g(r)$ d'allure top-hat en fonction de λ

La validité de ce type de profil sera discutée dans le paragraphe IV.1.2.2 à partir de filiations de mesures de vitesse de surface libre le long d'un rayon de choc

IV.1.2 Etalonnage du laser SAGA 330 sur feuillards d'aluminium de 250 μm

L'aluminium est étudié depuis longtemps dans le domaine du choc laser pour calibrer le chargement en termes de pression, d'ablation et de confinement [Fabbro et al., 1990; Berthe et al., 1997; Le Bras et al., 2019; Bardy et al., 2020]. Les données établies de ce matériau, utilisées par Fabre [Fabre, 2013] et correspondant aux hypothèses de calcul sont indiquées dans le Tableau IV.1. Une campagne de mesures VISAR et de modélisation des feuillards d'aluminium a donc servi à vérifier les données d'entrée du chargement pour des densités de puissance allant de 0,10 à 1,20 GW/cm^2 afin de compléter la calibration faite pour l'étude des barrières thermiques pour différents milieux de confinement et différents diamètres de choc. Les feuillards sont des cibles de 250 μm d'épaisseur en

aluminium dur, pur à 99,0% fournis par Goodfellow. Cette épaisseur permet de limiter les effets d'atténuation de l'onde de choc et les effets de bord (rapport géométrique $Rg=L/D >12$).

IV.1.2.1 Modélisations 1D pour l'étude du maillage et du profil temporel $f(t)$

Le maillage de la simulation numérique du choc laser doit être suffisamment fin pour ne pas modifier artificiellement la pression transmise et la vitesse de surface libre relevée [Cuq-Lelandais, 2010]. Une maille trop grossière ne permet pas de reproduire les changements d'état associés à la propagation de l'onde d'une maille à l'autre. L'étude de la taille de maille à partir d'un profil temporel $f(t)$ donné peut être menée en 1D car la mesure de vitesse par VISAR est réalisée au centre du choc sur la surface libre.

a) Etude du maillage pour la calibration temporelle

Des simulations des vitesses de sortie ont été calculées pour différentes tailles de maille, pour une pression d'entrée et pour un profil temporel $f(t)$ donnés. La taille de maille a d'abord été choisie à $1\ \mu\text{m}$ puis augmentée pour choisir la valeur la plus élevée permettant de reproduire fidèlement les phénomènes. Le pas de temps du calcul est automatiquement choisi par le logiciel pour assurer la convergence. Des résultats sont repris dans la Figure IV.4 pour illustrer la démarche. Une maille de $10\ \mu\text{m}$ ne semble pas adaptée car on observe un décalage temporel du pic de vitesse relatif au premier débouché qui s'amplifie pour les suivants et qui n'est pas observé pour les mailles plus petites (Figure IV.4a). Une vue de détail des premiers pics (Figure IV.4b) permet de mieux comparer les autres tailles de maille entre elles. Les profils de vitesse sont bien superposés dans tous les cas sauf le précurseur élastique qui est moins fidèle pour une maille de $5\ \mu\text{m}$. Par ailleurs, si l'on examine le profil de la contrainte σ_{22} calculé sur le premier élément (Figure IV.4c), on constate des instabilités importantes dans le cas d'une maille à $10\ \mu\text{m}$ de côté qui ne paraît donc pas du tout adaptée. Même si on ne peut distinguer de différence avec $5\ \mu\text{m}$ au sujet de la vitesse maximale qui nous servira lors de l'étalonnage sur feuillards, on choisit une $2,5\ \mu\text{m}$ pour les simulations.

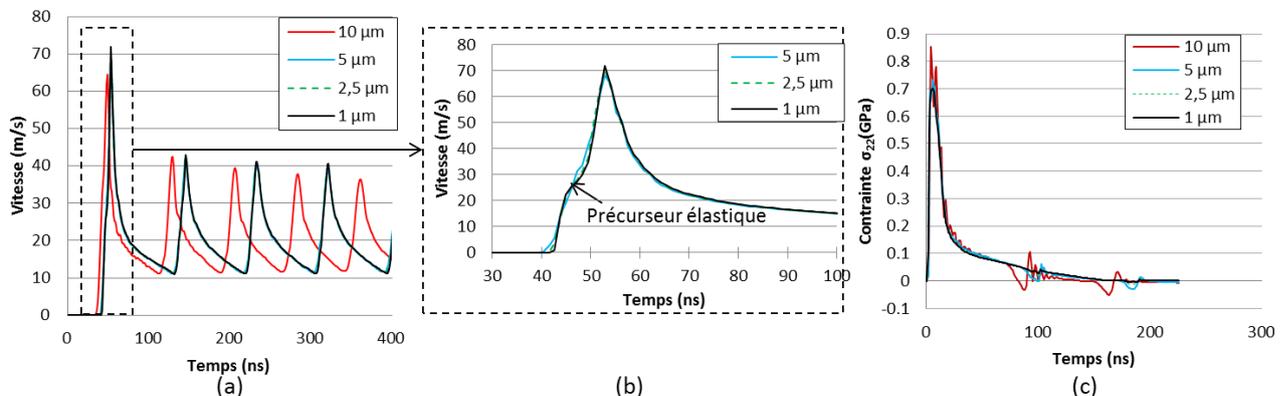


Figure IV.4 : Signaux de vitesse (a et b) et (b) contrainte σ_{22} à l'entrée selon le maillage, $P_{\text{max}} = 0,7\ \text{GPa}$

b) Validation du profil temporel $f(t)$ et influence du milieu de confinement

Le profil temporel utilisé pour les calculs numériques de cette étude est celui établi par Fabre [Fabre, 2013] qui correspond au laser SAGA 330 (THALES) du Centre des Matériaux. Néanmoins, des analyses paramétriques supplémentaires ont été menées afin d'appréhender plus précisément l'influence de la durée d'impulsion et de son étalement à partir de ce profil préétabli et sur la base de nouvelles expériences VISAR avec le dispositif optique de focalisation "CICPLOP" mis à disposition par la société Nuclétudes (cf. §II.3.4). Ce type d'expérience permet de vérifier la stabilité dans le temps de cette calibration et également d'investiguer plus le domaine des densités de puissance inférieures à $1,5\ \text{GW}/\text{cm}^2$. Cinq profils $f(t)$ sont envisagés pour différents cas de durée d'impulsion (profils A, B et C) et d'étalement (profils 1, 2, 3). Ces profils sont représentés sur la Figure IV.5 et leurs grandeurs caractéristiques sont indiquées dans le Tableau IV.3. Le profil A1 correspond au profil établi par Fabre.

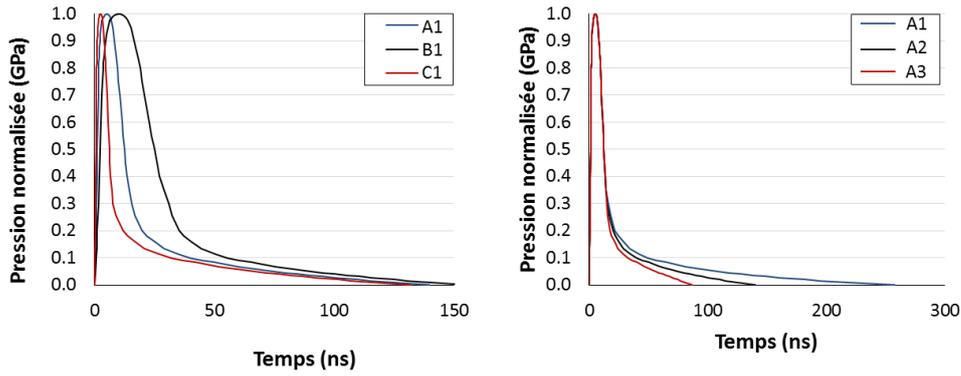


Figure IV.5 : Différents cas de profils temporels f(t)

Profil	A1	B1	C1	A2	A3
Durée à mi-hauteur (ns)	11,3	22,6	5,7	11,3	11,3
Durée totale (ns)	140	140	140	260	87

Tableau IV.3 : Durées caractéristiques des profils temporels f(t)

Les simulations présentées dans la Figure IV.6 ont été calculées pour $P_{max} = 1,0$ GPa qui correspond à une valeur basse exploitée dans l'ancienne calibration et plutôt haute dans la nouvelle calibration. Pour ce niveau de chargement, la modification de la durée à mi-hauteur entraîne une variation de la valeur maximale des pics de vitesse ainsi qu'une modification de leurs formes générales (voir Figure IV.6.a). Plus particulièrement, on remarque que l'amplitude et la position du premier pic, qui sert à l'étalonnage en pression du choc laser, sont sensibles à la durée à mi-hauteur. Les valeurs de v_{max} issues des trois profils A1, B1 et C1 montrent bien l'influence d'un changement de durée à mi-hauteur. Avec le profil C1, la vitesse maximale vaut $v_{max}^{C1} = 55$ m/s alors qu'avec le profil de Fabre elle vaut $v_{max}^{A1} = 100$ m/s. La valeur a presque doublé pour une durée multipliée par deux. Néanmoins, si cette durée est à nouveau doublée (B1), la vitesse maximale n'augmente que jusqu'à $v_{max}^{B1} = 120$ m/s et les pics suivant conservent une valeur très supérieure. Plus largement, les autres pics sont aussi fortement influencés par le choix de durée à mi-hauteur même si les instants de débouché restent identiques. Lorsque la durée à mi-hauteur croît, les pics s'élargissent et la vitesse minimale atteinte lors de la décélération augmente.

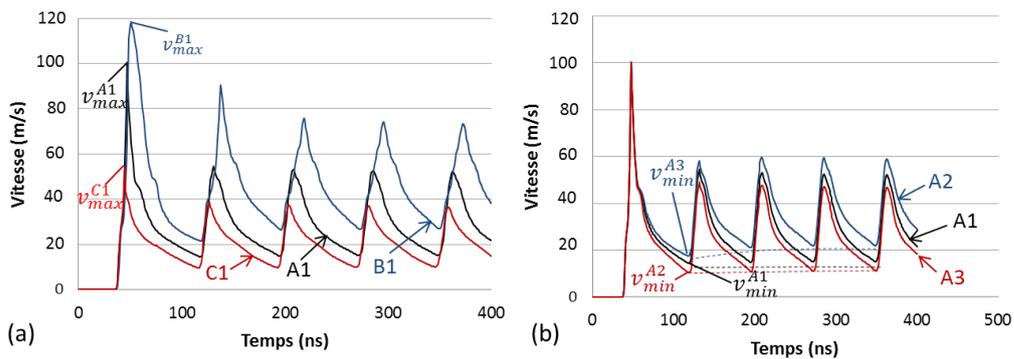


Figure IV.6 : Signaux de vitesse pour différents profils temporels, $P_{max} = 1$ GPa

Par contre, lorsque l'étalement temporel total du profil f(t) augmente, seule l'allure des profils est modifiée comme cela est observé sur la Figure IV.6.b. La détente, caractérisée par la décélération du point, est moins rapide et la valeur minimale est plus élevée pour une durée de chargement plus longue. On observe que la vitesse minimale atteinte après une décélération notée v_{min} est plus basse lorsque l'étalement est plus faible ($v_{min}^{A3} < v_{min}^{A1} < v_{min}^{A2}$) pour chaque pic des signaux de vitesse. Plus précisément, les profils A1 et A3 conduisent à des valeurs de v_{min} plutôt stables, l'enveloppe minimale

du signal est relativement plate. Avec le profil A2, l'étalement allongé conduit à une des valeurs de v_{min} croissantes. Il est possible de relier cette observation au confinement utilisé grâce aux retours des expériences VISAR. La forme du signal de vitesse A2 est plus proche d'une mesure avec un confinement eau alors que les signaux A1 et A3 correspondraient à un ruban adhésif transparent (Figure IV.7).

La superposition avec des signaux VISAR expérimentaux a permis de confirmer le choix de la durée à mi-hauteur représentée selon le profil A1 pour le confinement privilégié (Figure IV.7). Ces investigations ont été menées pour un domaine d'énergie assez bas, proche et moins de 1 GW/cm^2 . Les résultats sont dépendants du niveau d'énergie des essais de choc laser et ne sont pas forcément applicables pour des domaines de densités plus élevées.

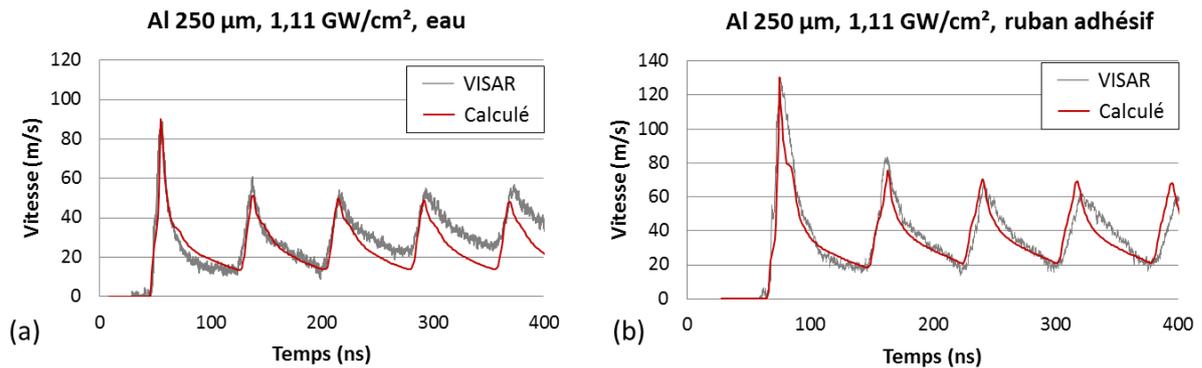


Figure IV.7 : Signaux de vitesse VISAR (a) confinement eau, (b) confinement ruban adhésif pour un profil temporel de type A1

IV.1.2.2 Filiations de mesures VISAR selon le rayon et étude du profil radial $g(r)$

Les sources laser utilisées pour les ondes de choc sont systématiquement caractérisées expérimentalement avant d'être reproduites numériquement. Le profil radial $g(r)$ peut être analysé par topographie en visualisant la répartition énergétique au sein du faisceau laser. En parallèle, des filiations de mesures VISAR permettent d'analyser les valeurs de vitesse dans le rayon de choc pour mettre en évidence d'éventuelles hétérogénéités qui modifient la pression. De telles filiations ont déjà été conduites dans les travaux de Tollier sur des cibles Al et Cu de 100 et 250 μm [Tollier, 1996]. Il a mesuré le profil moyen de répartition énergétique de la source LALP visible en Figure IV.8a et a noté quelques hétérogénéités dans un profil de type top-hat. Ensuite, des mesures de vitesse de points matériels sur la surface libre le long du rayon de choc ($\varnothing = 1,2 \text{ mm}$) ont mis en évidence un profil relativement top-hat avec un maximum au centre (point a), une légère augmentation en périphérie (point d) et une baisse juste avant la limite du rayon (point e). On note un lien direct entre les hétérogénéités de la répartition énergétique et le profil de vitesse et l'auteur ajoute aussi que les effets de bord diminuent la valeur de la vitesse en bord de rayon.

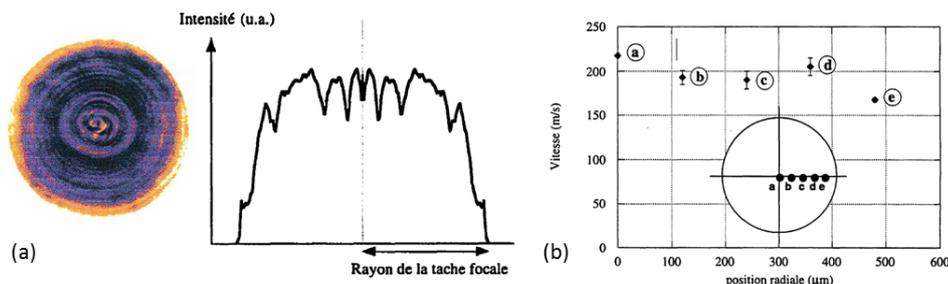


Figure IV.8 : Distribution spatiale d'énergie ($\varnothing 1,2 \text{ mm}$) et filiation de vitesses ($\varnothing_{\text{choc}} 1,2 \text{ mm}$, Cible : Al 250 μm) pour le laser LALP [Tollier, 1996]

IV. Propagation des ondes de choc et contraintes à l'interface dans les systèmes revêtus

Des travaux similaires ont été menés par Courapied [Courapied, 2016] sur des cibles Al 500 μm choquées avec la source HEPHAISTOS du PIMM (Arts et Métiers, Paris). Courapied montre une influence des hétérogénéités du faisceau qui semblent très localisées et peuvent atteindre jusqu'à 500% comme le présente la Figure IV.9.

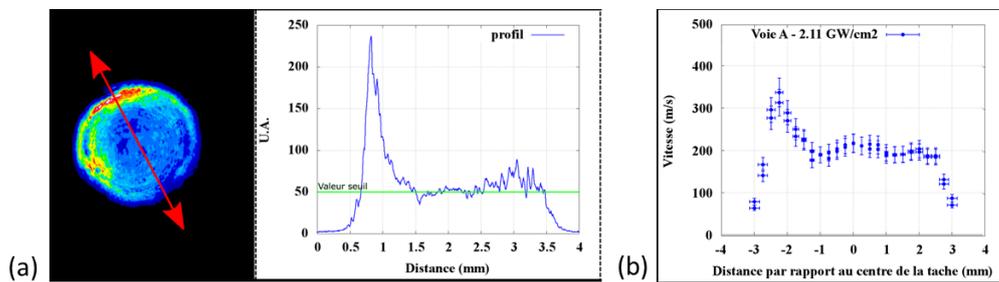


Figure IV.9 : Distribution spatiale d'énergie (\varnothing 3mm) et filiation de vitesses ($\varnothing_{\text{choc}}$ 6mm, Cible : Al 500 μm) pour le laser Héphaïstos [Courapied, 2016]

Ces hétérogénéités ne représentent que 6 % de la surface et sont positionnées en périphérie d'une tache de 3 mm de diamètre (Figure IV.9a). Elles sont directement reliées au profil spatial des vitesses établi par VISAR pour un diamètre complet de 6 mm où la vitesse de plateau est de 200 m/s et augmente jusqu'à 350 m/s au niveau de la surintensité. Ce profil diamétral présente un gradient de vitesse très prononcé près d'un bord. Ceci donne une allure non axisymétrique aux vitesses enregistrées selon ce diamètre spécifique. En revanche, on note au centre un autre gradient moins prononcé et axisymétrique cette fois (Figure IV.9b). On pourrait attribuer ce gradient aux effets tridimensionnels inhérents à des chocs sur cibles épaisses (ici 500 μm), mais l'asymétrie prouve le lien entre les hétérogénéités et l'augmentation locale de la vitesse. On constate donc que les profils spatiaux de vitesses sur une tache circulaire de grand diamètre peuvent être affectés par des gradients d'énergie près du bord dans le faisceau focalisé. Ces effets peuvent conduire à des augmentations significatives d'énergie (500 %) et de vitesses (140%) également sur des distances relativement étendues spatialement. Ces gradients dépendent donc de la source laser concernée. Dans le cas des travaux de Courapied, ces hétérogénéités n'avaient pas été prises en compte dans la suite de ses calculs pour l'établissement du profil spatial. Son allure simplifiée comprenait une partie centrale constante et une atténuation linéaire symétrique dépendante d'un paramètre d (étalée sur 200 μm) défini à partir des signatures des effets de bord dans les signaux de vitesse.

Des études similaires ont été menées avec un profileur de faisceau pour le laser SAGA 330 (cf. §II.2.3.2) et pour deux diamètres de choc comme le présente la Figure IV.10.

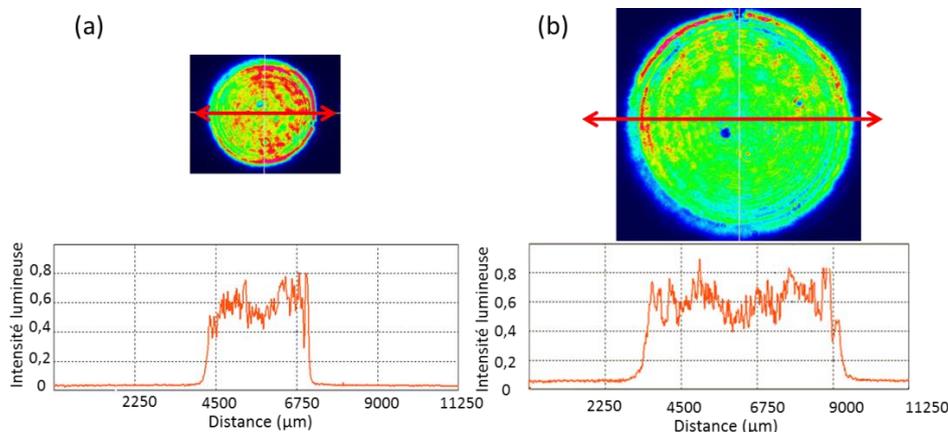


Figure IV.10 : Distribution spatiale d'énergie du laser et exemple de profil extrait pour un diamètre focalisé de (a) 3 mm et de (b) 6 mm

Les cartographies en énergie des taches laser focalisées à 3 ou 6 mm étudiées montrent une distribution spatiale avec des gradients locaux réguliers et annulaires. Les surintensités sont visibles pour les deux diamètres dans les mêmes zones. Ces anneaux de diffraction avec des surintensités fortes à la périphérie sont inhérents à la technologie laser solides Nd-YAG avec des améliorations sur les installations actuelles pour garantir une meilleure reproductibilité de la qualité de faisceaux et limiter les endommagements potentiels du laser. D'autre part, le bord de tâche est marqué pour les deux diamètres avec un gradient d'intensité de 80% à 1-6 % sur 500 μm . Une telle baisse d'intensité est reproduite dans un profil top-hat avec une sigmoïde de coefficient λ entre 10 et 15.

Dans le cadre des essais VISAR sur cible aluminium de 250 μm , des mesures décentrées de la vitesse le long d'un rayon de choc laser ont été obtenues pour deux diamètres de choc. Pour le diamètre 3 mm, le pas de filiation était fixé à 300 μm et les vitesses ont été mesurées jusqu'à 2100 μm du centre pour une densité de flux valant 1,54 GW/cm^2 . Pour le diamètre 6 mm, le pas était de 600 μm pour une distance maximale de 3600 μm et une densité de flux de 1,41 GW/m^2 . Le point correspondant au diamètre de la tâche n'a pas été mesuré car nous nous attendions à un comportement aléatoire ce qui n'aurait sans doute pas été le cas. Chaque tir a été répété deux fois. Les fronts de montée et les décélérations de chaque pic de vitesse sont superposables quelle que soit la position de mesure. Seules les intensités changent comme cela est montré sur la Figure IV.11.

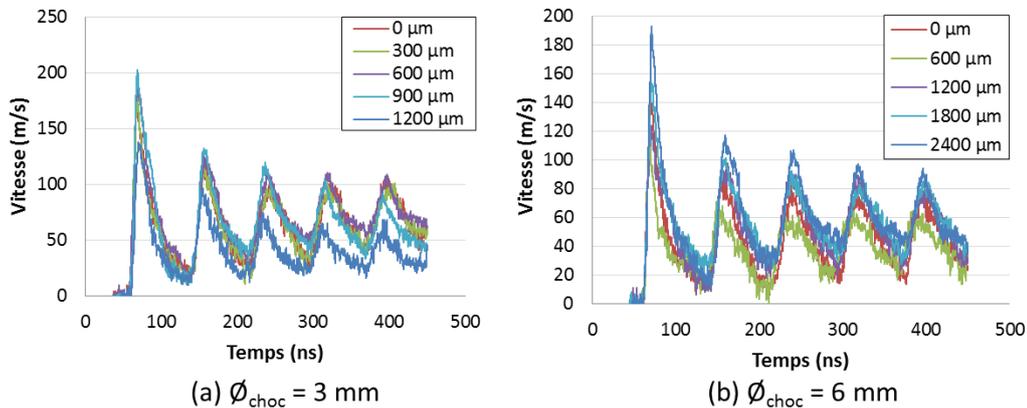


Figure IV.11 : Superposition de signaux de vitesse enregistrés selon le rayon de choc Al 250 μm (a) $\varnothing_{\text{choc}} = 3 \text{ mm}$, 1,54 GW/cm^2 et (b) $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, 1,41 GW/cm^2

Les profils radiaux des maxima de vitesse enregistrés pour deux diamètres de choc sont donnés dans la Figure IV.12a. Dans les deux cas, on observe des profils non monotones avec des valeurs de vitesses plus basses au centre et plus élevées au bord. Pour le diamètre 3 mm, les valeurs de vitesse dépassent celles du centre sur une plage de 900 avec un écart maximal de 25 m/s. Pour le diamètre 6 mm, l'écart maximal est de 65 m/s et la surintensité s'étale sur 1200 μm . Ces gradients de vitesse ne peuvent pas être simulés numériquement par un calcul 2D avec un profil top-hat sur les feuillards de 250 μm en aluminium malgré les valeurs essayées du coefficient λ de la sigmoïde (de 5 à 100).

Deux profils radiaux axisymétriques en « couronne » sont alors tabulés pour les deux diamètres de chocs étudiés à partir de ces mesures décentrées (Figure IV.12b). L'hypothèse de profils de chargement axisymétriques à partir de mesures sur un rayon seul est fondée sur l'allure annulaire des profils en énergie pour les rayons concernés (Figure IV.10). Les niveaux d'énergie sont plus élevés vers la périphérie de la tache laser comme l'a montré Courapied avec davantage de mesures (Figure IV.9b). Les influences de l'interaction laser-matière ou du milieu de confinement utilisé lors de ces essais ne sont pas discutées bien qu'elles puissent modifier ces profils. Pour compléter ces profils, d'autres filiations de mesures devraient être effectuées avec un pas réduit (point de mesure de diamètre 90 μm) et avec plus de tirs par position. Il serait aussi intéressant d'étendre cette étude à d'autres diamètres de choc et d'autres énergies. De plus, ces filiations devraient être menées sur l'ensemble du

diamètre de choc et non sur le rayon. Néanmoins, on vérifie que le profil tabulé tel que représenté dans la Figure IV.12b permet de reproduire par le calcul 2D les différents profils VISAR enregistrés le long d'un rayon sur feuillards d'aluminium. Les points sont superposés aux mesures expérimentales sur la Figure IV.12a.

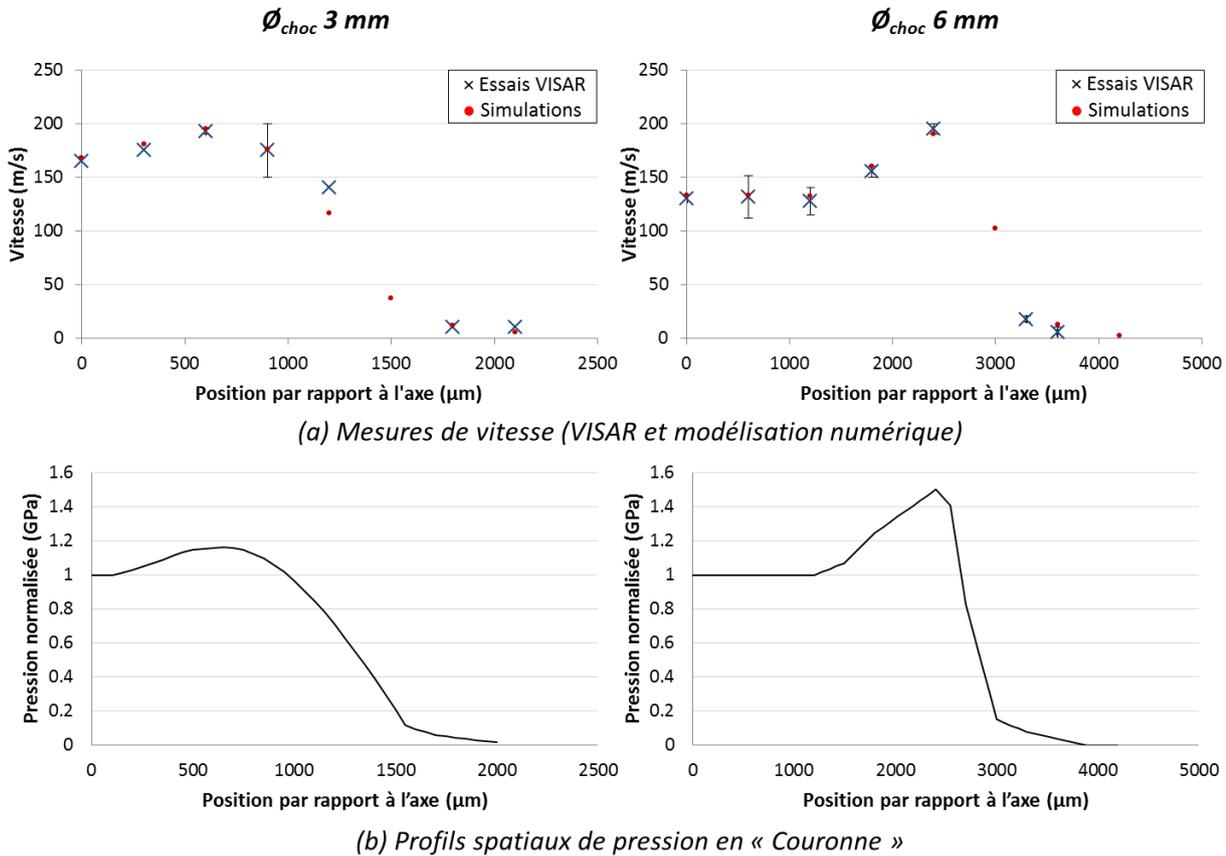


Figure IV.12 : (a) Mesures et des essais VISAR décentrés (Al 250 μm) pour les diamètres 3 (1,54 GW/cm²) et 6 mm (1,41 GW/cm²) et (b) profils spatiaux en couronne

Malgré une densité de flux plus basse, 1,41 GW/cm², la vitesse maximale mesurée dans la largeur du diamètre 6 mm est plus élevée que celle du diamètre 3 mm (1,54 GW/cm²). La normalisation des profils radiaux de pression est faite au centre pour conserver une cohérence avec les mesures de calibration effectuées en général avec une mesure de vitesse à cet endroit seul. La normalisation du profil étant faite ainsi, le profil du diamètre 6 mm comportera donc une pression initiale plus élevée dans la largeur (1,50 fois plus qu'au centre) que pour le diamètre 3 mm (1,16 fois plus qu'au centre).

Dans la suite de l'étude, les simulations numériques 2D seront conduites systématiquement avec ces profils en couronne en comparaison avec le profil top-hat plus conventionnel. Dans le cas de feuillards de 250 μm d'Al, on vérifie que les profils de vitesse calculés en 2D au centre de la zone choquée à partir des deux types de profils radiaux sont identiques (Figure IV.13). Ceci ne remet donc pas en cause les travaux antérieurs et permet de réaliser la calibration en pression qui est présentée dans le paragraphe IV.1.2.3 quel que soit le profil radial choisi dans le cas de calcul 2D. En revanche, ce choix laisse entrevoir des effets de bord amplifiés par ce type de profil. Ce choix portera plus à conséquence dans le cas de nos substrats ou de nos systèmes revêtus car les écarts importants traduisent une amplification forte de la pression vers le bord de la tache. Cette amplification localisée, qui varie également avec le diamètre de choc, modifie nécessairement les effets de bord envisagés dans le cas d'une onde sphérique latérale lors de sa propagation. L'influence du profil de pression sur les effets de bord sera étudiée pour les substrats seuls dans la partie IV.1.3.2.b et pour les systèmes revêtus en IV.3.

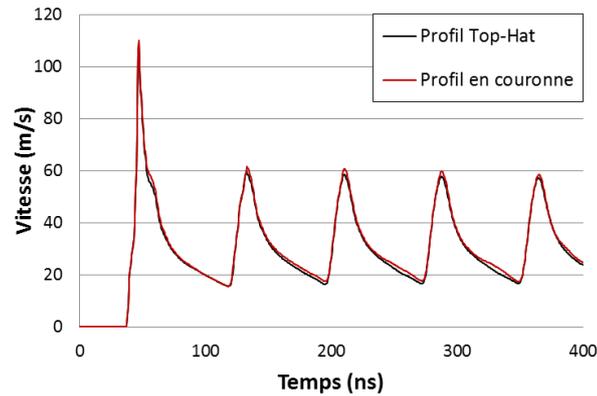


Figure IV.13 : Simulations 2D avec deux profils top-hat et couronne (Al 250 μm , $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, 1 GPa)

IV.1.2.3 Etalonnage de la pression générée par choc laser

L'étalonnage de la pression est réalisé par une campagne VISAR sur des feuillards d'aluminium de 250 μm avec un confinement par ruban adhésif transparent pour calibrer l'énergie incidente à la vitesse maximale du premier pic mesurée et simulée au centre. La Figure IV.14a présente le comportement linéaire de la vitesse maximale du premier pic par rapport à la densité de puissance initiale. La Figure IV.14b rassemble les points de la courbe d'étalonnage issue des simulations 2D (avec un profil en couronne et un diamètre de choc de 6 mm) et des mesures effectuées au centre de la tache dans le domaine d'intérêt de 0,1 à 1,4 GW/cm^2 . La courbes montrent bien un comportement linéaire. On note une multitude de pressions utilisées (quatre) pour reproduire la densité de flux 0,71 GW/cm^2 . Ces chocs témoignent de la dispersion des signaux VISAR et/ou du choc laser lorsque plusieurs tirs sont menés à même flux. L'écart entre les mesures de vitesse est davantage marqué pour les flux supérieurs à 1 GW/cm^2 allant jusqu'à 0,15 GPa de différence. La courbe d'étalonnage est définie par une régression linéaire des mesures des simulations 2D pour le domaine 0,1- 1,14 GW/cm^2 . Le coefficient de détermination R^2 vaut 0,948 et l'expression est la suivante :

$$P(\text{GPa}) = 1,210 \times \Phi(\text{GW}/\text{cm}^2) - 0,039$$

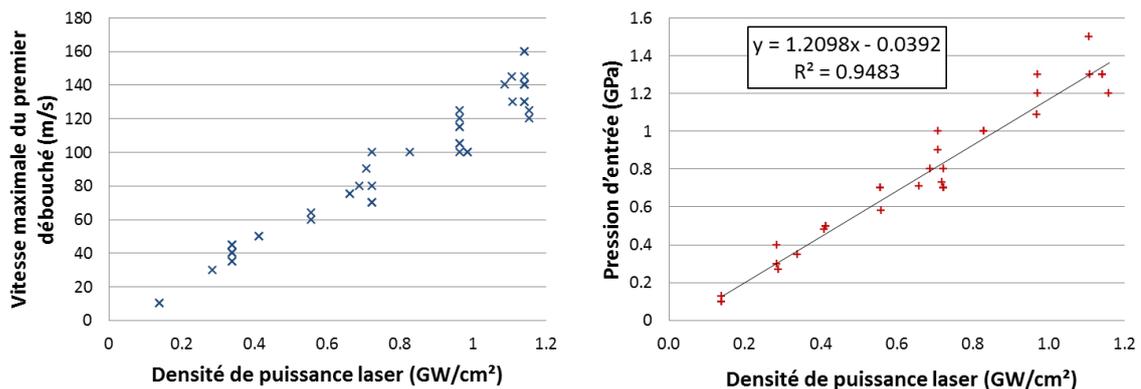


Figure IV.14 : (a) Vitesses de premier pic et (b) étalonnage de la pression d'entrée (GPa) en fonction de la densité de puissance (GW/cm^2), $F = 0,1\text{-}1,4 \text{ GW}/\text{cm}^2$, $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$

L'intervalle de densité de puissance choisi pour la calibration correspond aux configurations d'intérêt pour les essais d'adhérence par choc laser présentés en Chapitre V. Ce domaine permet d'encadrer la décohésion de l'ensemble des échantillons analysés lors de cette thèse par la méthode LASAT en configuration standard (tir face substrat). Cet étalonnage prolonge celui établi par Fabre en 2013 à plus hautes densités de puissance du laser du Centre des Matériaux pour des cibles de 250 μm et un confinement eau (Figure IV.15). Fabre avait complété son étalonnage avec des mesures sur feuillards d'aluminium de 100 et 500 μm d'épaisseur qui restaient proches de la courbe. La courbe totale

d'étalonnage formée par les deux campagnes de 2013 et 2021 n'est pas linéaire mais polynomiale de coefficient de détermination $R^2 = 0,978$ et d'équation :

$$P(\text{GPa}) = -0,084 \Phi^2 + 1,085 \Phi + 0.026$$

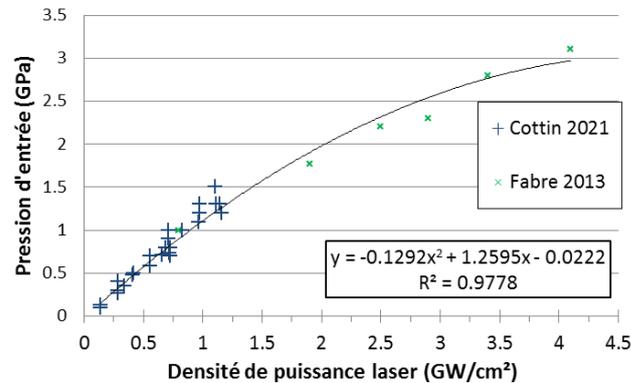


Figure IV.15 : Courbe d'étalonnage du laser du Centre des Matériaux 0.1-4,2 GW/cm² pour une simulation 2D qui complète celle de Fabre sur Al 250 μm [Fabre, 2013]

IV.1.3 Etude des signaux VISAR et modélisation du choc sur substrats Ti6Al4V

Les études expérimentales et numériques sur feuillards d'aluminium ont permis de définir les conditions numériques à choisir pour reproduire la bonne pression sur des cibles fines. L'étape suivante est l'application de ces conditions aux cibles métalliques épaisses de l'étude car, augmentant la taille des cibles, des effets de bord s'ajoutent à la propagation des ondes en front plan (cf. § I.3.1.3b). Des essais VISAR sur des cibles de Ti6Al4V ont permis d'obtenir des signaux de vitesse expérimentaux comportant les signatures de ces effets de bord. La modélisation des cibles Ti6Al4V de l'étude (2 ou 3 mm) permet la validation des données matériaux de l'alliage et la propagation des ondes de choc en milieux épais. Les cibles épaisses, 2 et 3 mm, sont des échantillons de Ti6Al4V utilisés par l'industriel pour la production des substrats des systèmes revêtus de l'étude.

IV.1.3.1 Etude des signaux de vitesse de cibles Ti6Al4V de différentes épaisseurs

a) Cas de substrats Ti6Al4V fins prélevés par électro-érosion

Initialement, les essais VISAR devaient être menés sur des cibles Ti6Al4V de 2 et 3 mm ainsi que sur des feuillards de 250 μm prélevés sur des échantillons épais par électro-érosion afin de conserver le même matériau. Néanmoins, l'épaisseur n'étant pas constante sur un même échantillon ou en comparaison avec d'autres, les signaux de vitesse étaient donc difficiles à exploiter en simulation numérique et n'ont pas été entièrement inclus dans la suite de l'étude. La Figure IV.16 rassemble quelques exemples de signaux de vitesse obtenus pour différentes densités de puissance sur un même échantillon. On note que les vitesses maximales des premiers pics augmentent avec la densité de puissance appliquée. Les signaux sont ici séparés en deux groupes selon l'épaisseur de cible dont la variation est mise en évidence par les différences d'écart temporel Δt entre chaque pic. Pour le cas A, l'écart est d'environ $\Delta t_A = 86 \text{ ns}$ et dans le cas B, cette valeur vaut $\Delta t_B = 51 \text{ ns}$. En prenant une valeur de vitesse longitudinale de 6200 m/s pour le Ti6Al4V [Paris et al., 2018] il est possible de calculer *a posteriori* les épaisseurs réelles. Ainsi on obtient une épaisseur de cible d'environ 265 μm dans le cas A et de 158 μm dans le cas B. Concernant la forme des signaux, aucune valeur négative associée à des effets de bord n'est mesurée pour ces échantillons. D'autre part, les cas A présentent une diminution des valeurs maximales de vitesse de chaque pic. Pour les cas B, une différence est observée avec le premier pic mais tous les suivants montrent une stabilité de la valeur maximale. On peut donc supposer une atténuation modérée dans la cible de faible épaisseur de Ti6Al4V. Les variations

d'épaisseur et les formes de signaux entravent la description précise et complète du comportement de l'alliage qui sera complétée par l'analyse de signaux obtenus pour des cibles épaisses.

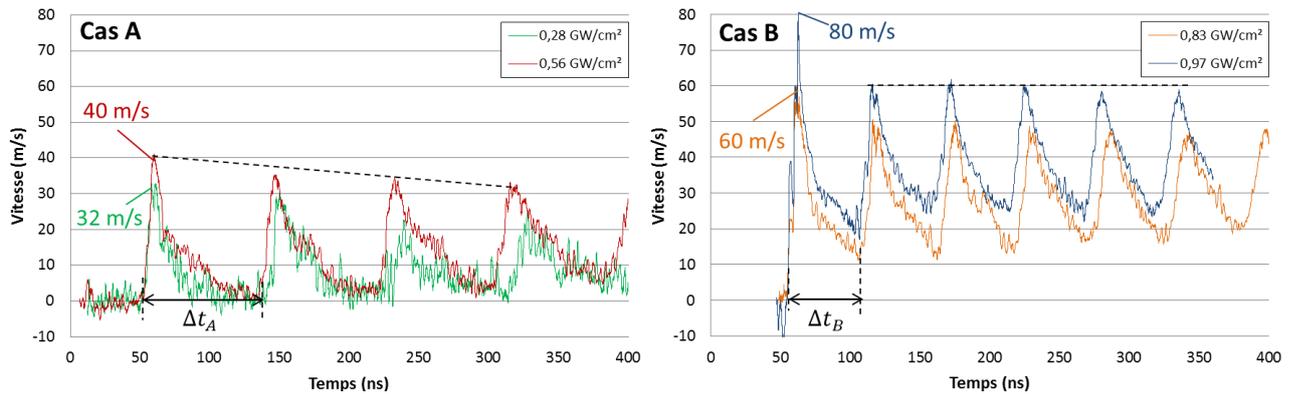


Figure IV.16 : Signaux de vitesse mesurés sur des cibles Ti6Al4V 250 μm obtenus par électroérosion, $F=0,28-0,97 \text{ GW/cm}^2$, $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$

b) Cas des substrats Ti6Al4V épais de l'étude

Les échantillons épais de Ti6Al4V étudiés par VISAR étaient disponibles sous deux formats différents : des plaquettes de $20 \times 50 \text{ mm}^2$ issues de tôles ou des disques de diamètre 25 mm issus de barreaux. Chacune des géométries était disponible selon deux épaisseurs 2 et 3 mm dans la gamme de tolérance de l'industriel avec des surfaces sablées selon le même protocole qu'avant la projection (cf. § II.1.2). Un échantillon de chaque épaisseur a été choqué avec trois densités de flux (0,14 ; 0,69 et 1,14 GW/cm^2) répétées deux fois avec un confinement par ruban adhésif. La Figure IV.17 présente des signaux de vitesse représentatifs de chocs laser sur des plaquettes Ti6Al4V d'épaisseur de 2 et 3 mm.

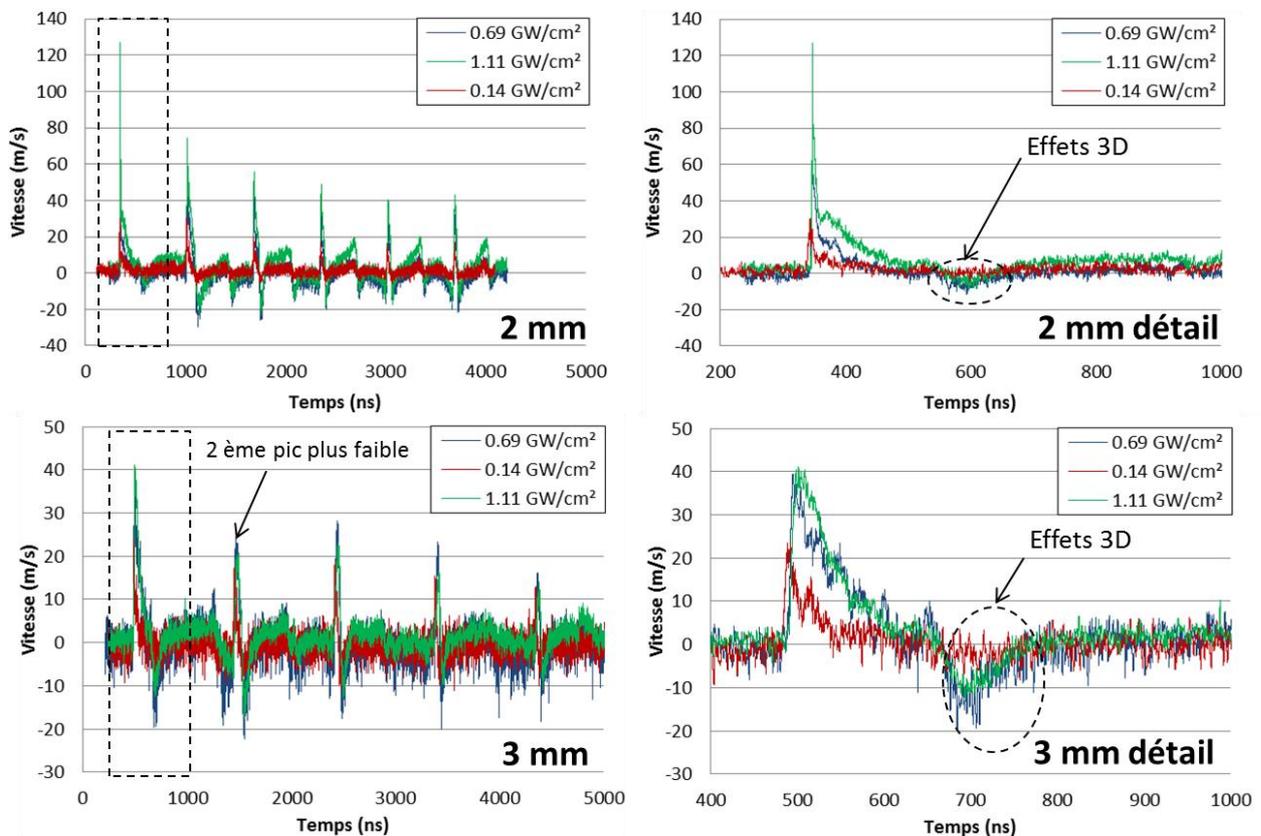


Figure IV.17 : Signaux de vitesse VISAR sur Ti6Al4V épais (2 et 3 mm) pour trois densité de puissance 0,14 ; 0,69 et 1,14 GW/cm^2 , $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$

Elles respectent aussi la même temporalité de débouché des différents pics relatifs aux quatre ou cinq allers et retours qui se superposent aux mêmes temps caractéristiques pour des épaisseurs locales qui varient de $\pm 10 \mu\text{m}$. On note des passages en vitesses négatives à 570 ns pour les épaisseurs 2 mm et 650 ns pour les 3 mm quelle que soit la densité de flux. Ce phénomène a déjà été observé sur des signaux de vitesse sur des cibles épaisses (cf. Figure I.33) en lien avec les effets tridimensionnels latéraux dus à la propagation des ondes sphériques au bord du front d'onde. Les signaux enregistrés sont cohérents en ce qui concerne les maxima de vitesse positive, c'est-à-dire qu'ils sont proportionnels aux densités de puissance appliquées comme présenté dans le Tableau IV.4.

Densité de puissance (GW/cm ²)	0,14	0,69	1,11
Ti6Al4V 2 mm (N=2)	35 ± 5	57 ± 5	100 ± 20
Ti6Al4V 3 mm (N=2)	30 ± 1	40 ± 1	43 ± 3

Tableau IV.4 : Vitesses maximales (premier pic) par VISAR sur deux échantillons de Ti6Al4V 2 et 3 mm

Sur la base de six signaux de vitesse par échantillon, la vitesse longitudinale de l'onde peut être calculée à partir des épaisseurs mesurées sur la zone de l'impact et des durées entre deux pics de débouché, correspondant à un aller-retour. Chaque signal comportant quatre à cinq pics, les valeurs ont été moyennées sur l'ensemble des allers-retours disponibles et sont rassemblées dans le Tableau IV.5. Les vitesses de propagation de l'onde sont proches (à 130 m/s près) pour les deux épaisseurs compte tenu de la précision des mesures de durée permise par le bruit de signaux. Aucune dépendance à la densité de puissance n'a été mise en évidence. Les écarts types sont calculés avec l'ensemble des durées mesurées et sont faibles ce qui indique une bonne reproductibilité des essais VISAR pour un même échantillon. De plus, avec un module d'Young de 110 GPa et un coefficient de Poisson de 0,34, la vitesse longitudinale de l'onde théorique vaut 6072 m/s ce qui est proche des valeurs expérimentales. Pour améliorer la précision de la démarche, il conviendrait de la répéter sur plus d'échantillons et d'autres gammes de flux. Dans notre travaux, on considère que la vitesse longitudinale de l'onde dans le Ti6Al4V vaut : $C_L = 6165 \pm 65 \text{ m/s}$.

Epaisseur (mm)	Vitesse de propagation (m/s)
2	6230 ± 30
3	6100 ± 20

Tableau IV.5 : Calculs de vitesses de propagation à partir des signaux VISAR

Pour les échantillons de 3 mm, la vitesse du premier pic est systématiquement plus basse, ce qui indique un ralentissement de l'onde de choc lors de la traversée de l'alliage de titane pour les échantillons plaquettes. On peut supposer que ce phénomène est dû à l'atténuation hydrodynamique de l'onde de choc par la détente qui la suit. L'influence de l'épaisseur de substrat des plaquettes sera discutée lors de l'exploitation de l'essai LASAT et en comparaison avec les disques (cf. §V.2.1.3). Aussi, les ondes de détente issues des bords de tache ont un effet particulier sur le deuxième pic de vitesse (Figure IV.17 en bas à gauche) qui est systématiquement plus faible que le suivant dans le cas de l'épaisseur 3 mm. On note un passage en vitesse négative précédent ce pic ce qui suppose que des ondes de détente sont détectées par le VISAR. La temporalité du phénomène indique que ces vitesses négatives correspondent à l'arrivée des ondes de détente latérales au centre. Le pic de vitesse positive qui le suit est le deuxième débouché de l'onde de choc principal mais la valeur de pression est affaiblie par le précédent état de détente ce qui conduit à une valeur de vitesse plus faible. Ce phénomène n'est pas observé pour les échantillons d'épaisseur 2 mm car les instants de débouchés des ondes de choc et de détente sont bien séparés lorsqu'un diamètre 6 mm est utilisé.

c) *Influence de la nature des substrats Ti6Al4V*

La comparaison des signaux de vitesse issus de tirs sur plaquettes et disques permet d'évaluer l'influence sur les vitesses de l'onde et du point matériel de l'origine du matériau de même composition mais de géométrie et production différentes. La Figure IV.18 présente deux signaux de

vitesse pour deux conditions de chocs identiques effectués lors de deux campagnes éloignées dans le temps. Afin de s'affranchir d'artéfacts liés à des conditions expérimentales potentiellement différentes d'une session à l'autre (à deux jours ou à six mois d'intervalle), chaque campagne VISAR débutait avec deux tirs de référence sur feuillard (250 μm) d'aluminium. Ces mesures confirmaient la bonne stabilité de l'installation. Les caractéristiques liées aux ondes (principales et sphériques) se retrouvent dans les deux signaux avec les mêmes instants de débouchés de vitesses positives et les mêmes vallées de vitesses négatives mais un décalage est visible au cours du temps. On suppose donc que les vitesses longitudinales de propagation des ondes sont les mêmes. Dans notre cas, des mesures d'épaisseurs ont expliqué le décalage temporel car les plaquettes testées mesuraient en moyenne $2080 \pm 10 \mu\text{m}$ et les disques $1970 \pm 10 \mu\text{m}$.

On note que la valeur de la vitesse maximale du point est environ deux fois plus grande dans le cas de la plaquette. Ceci ne peut être expliqué par des épaisseurs différentes. Ce phénomène a été observé sur des essais VISAR menés sur six plaquettes et six disques pour des flux compris entre 0,14 et 1,11 GW/cm^2 (voir Figure IV.19). On attribuerait donc cette différence très significative en terme d'atténuation plutôt à la nature du matériau selon son origine de fabrication. Une influence de la géométrie ne pourrait intervenir qu'en intégrant des effets de réflexion sur les bords des échantillons selon la position des tirs qui sont de diamètre assez grands. Pour compléter ces observations, il conviendrait de reproduire ces essais au cours d'une même campagne incluant différentes épaisseurs de cible et d'élargir la gamme de flux. Ces aspects notablement différents en relation avec la nature des substrats seront également abordés lors de la mise en œuvre et l'analyse des essais LASAT sur plaquettes et disques qui sont l'objet de la partie V.2.1.3.

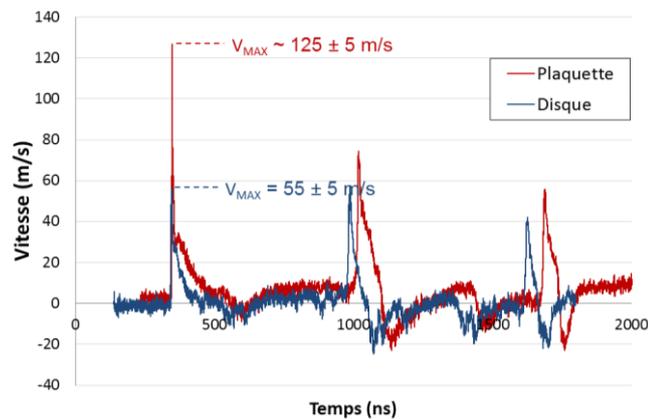


Figure IV.18 : Signaux VISAR pour un disque (ép. 1970 μm) ou une plaquette (ép. 2080 μm), $F=1,11\text{GW}/\text{cm}^2$ et $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, confinement par ruban adhésif

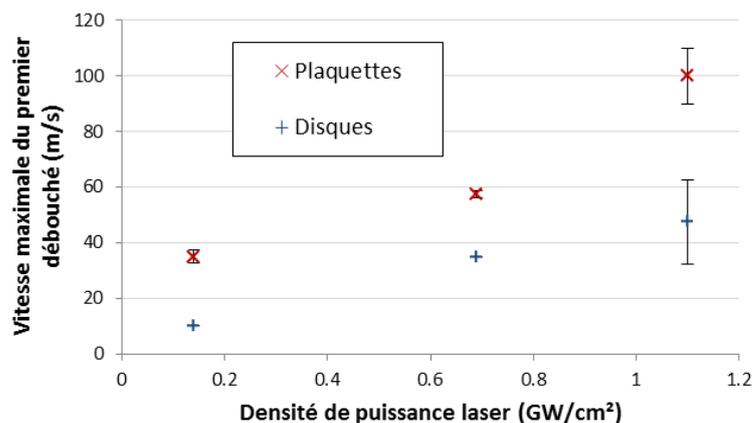


Figure IV.19 : Moyennes des vitesses maximales de premier pic pour disques et plaquettes, $F = [0,14 ; 0,69 ; 1,11 \text{ GW}/\text{cm}^2]$, Ti6Al4V 2mm, $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, confinement par ruban adhésif

IV.1.3.2 Modélisation numérique du choc laser dans les substrats Ti6Al4V

a) Description du modèle et cas des feuillards 250 μm

Le Ti6Al4V est un matériau assez étudié expérimentalement et numériquement en condition de chargement dynamique (SHPB, impact de plaque ou LSP par exemple) notamment en choc laser où les données matériaux ont été analysées dans la littérature [Seo et al., 2005; Ren et al., 2013]. Les données utilisées pour la nuance ELI de l'étude sont rassemblées dans le Tableau IV.6. Une taille de maille carrée de 2,5 μm de côté a été choisie pour les simulations 2D nécessaires à l'étude. Bien que les calculs soient conséquents (une demi-journée de calculs sur 4 cœurs à 2,5 GHz et 250 Go de données), il s'agissait de promouvoir une description du phénomène bien résolue spatialement dans le sens de propagation mais aussi dans le sens transverse. Une étude poussée de sensibilité ou une optimisation du maillage serait à mener mais compte tenu du but recherché. Le profil temporel f(t) est le profil A1 établi au paragraphe IV.1.1.2a. Les choix par défaut de viscosité dynamique ont été conservés pour le calcul (coefficients linéaire 0,06 et quadratique 1,2).

Géométrie du modèle												
Type		Dimensions				Maillage						
Modèle : Axisymétrique		Hauteur : 2 et 3 mm		Largeur : 10 mm		Type : CAX4R		Hauteur : 2,5 μm		Largeur : 2,5 μm		
Données matériaux												
	Densité	Elastique	EOS			Johnson Cook						
unités	ρ (g.cm ⁻³)	G (GPa)	C_0 (km/s)	S	Γ_0	A (GPa)	B (GPa)	n	m	Tfus (K)	C	e_0
Ti6Al4V	4,42*	41*	5,2*	0,77*	1,1*	1,1**	0,653**	0,47**	0,7**	1941**	0,0198**	1**

* [Marsh, 1980]** Thèse Boidin [Boidin, 2005]

Tableau IV.6 : Données hydrodynamiques et élasto-plastiques pour la modélisation dans le Ti6Al4V

La modélisation des feuillards peut être conduite avec un profil top-hat ou couronne sans modifier la valeur de vitesse centrale comme discuté dans la partie IV.1.2.2. Quelques simulations ont été conduites sur les feuillards de Ti6Al4V en modifiant l'épaisseur de cible pour correspondre à la chronologie des signaux VISAR expérimentaux. La Figure IV.20 présente un exemple de tir à haut flux (2,4 GW/cm²) et une modélisation numérique avec une pression initiale égale à 2,6 GPa. On note un bon accord entre les temporalités de débouché des pics mais l'atténuation de la vitesse maximale des pics n'est pas reproduite dans la simulation.

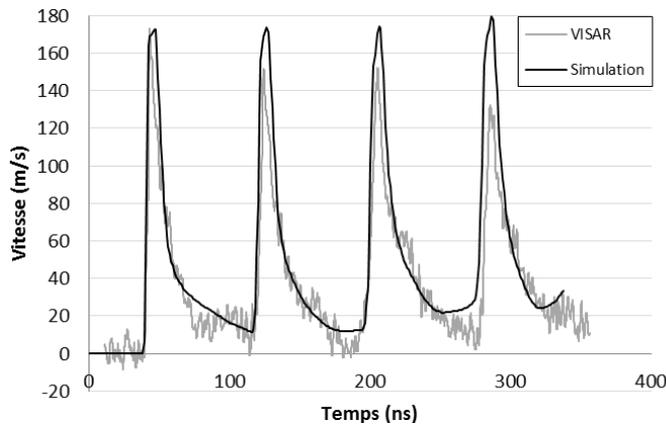


Figure IV.20 : Signal de vitesse VISAR, feuillard Ti6Al4V pour 2,4 GW/cm² et simulation à 2,6 GPa

b) Caractéristiques des profils spatiaux g(r) : top-hat et en couronne

A partir de l'analyse de signaux VISAR sur feuillards Al (cf. §IV.1.2.2), deux types de profil spatiaux g(r) sont envisagés : top-hat ou couronne. Le profil top-hat est paramétrable selon le rayon de choc avec

une valeur λ à fixer. Le profil en couronne est établi de manière empirique et tabulée à partir des filiations de vitesse enregistrées pour deux valeurs de diamètres de choc 3 et 6 mm (cf. § IV.1.2.2). Les signaux de vitesse mesurés sur des substrats épais avec un diamètre 6 mm permettent de visualiser les effets des ondes sphériques générées au bord de la tache focale qui entraînent un passage en vitesses négatives entre les deux pics principaux (cf. § I.3.1.3b). Les cibles de 2 mm ont été privilégiées car la signature des effets 3D est bien visible et les signaux sont moins bruités. Dans le cas d'un profil top-hat, la forme du signal de vitesse négative simulé ainsi que le minima de valeur sont directement liées à la forme du profil spatial de pression à l'entrée. Courapied a visualisé ces effets en lien avec le choix du paramètre d définissant la largeur où le profil spatial décroît [Courapied, 2016]. Fabre a aussi établi le lien entre le paramètre λ et la signature des effets de bord dans le signal de vitesse [Fabre, 2013]. On constate que plus la partie sigmoïde du profil s'apparente à une marche abrupte, plus le phénomène est amplifié au niveau des profils de vitesse simulés. Cela est signifié dans la Figure IV.21 qui montre une série de profils de vitesse calculés avec un profil top-hat pour différentes valeurs de λ . On peut ainsi utiliser cette portion du signal de vitesse expérimental pour calibrer la valeur du paramètre λ pour le profil radial top-hat de type sigmoïde. La valeur maximale du premier pic de vitesse simulé n'est pas affectée par la variation du profil spatial mais l'amplitude de la vallée de vitesse négative augmente avec λ . Ceci qui confirme que les effets tridimensionnels sont directement liés aux conditions limites de la zone de choc. Pour la suite des calculs avec un profil top-hat, on choisit $\lambda = 5$ dont l'allure complète est montrée dans la Figure IV.3.

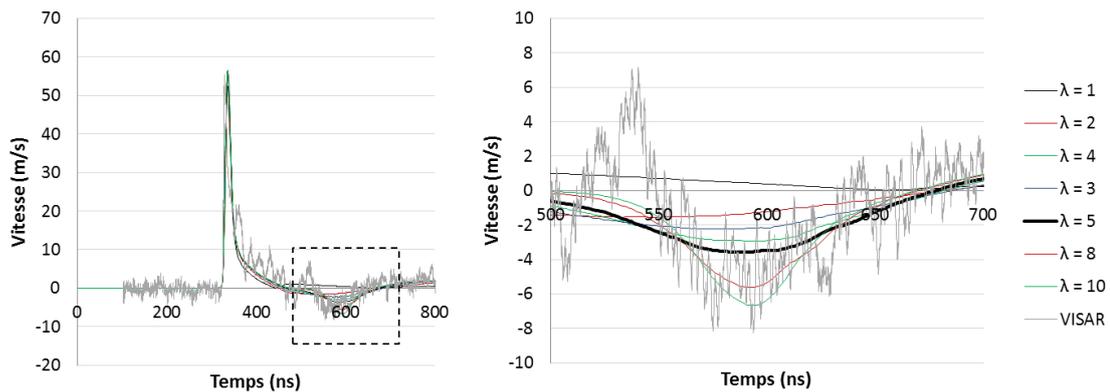


Figure IV.21 : Signaux de vitesse simulés avec un profil top-hat et différents λ , Ti6Al4V 2mm, $\Phi_{\text{choc}} = 6$ mm, $\Phi = 0,69$ GW/cm², $P_{\text{max}} = 0,9$ GPa, confinement par ruban adhésif

Il est nécessaire de comparer les simulations de propagation dans les substrats de Ti6Al4V avec les deux types de profils spatiaux paramétrés pour un diamètre de choc de 6 mm afin d'évaluer leur aptitude à reproduire les signaux de vitesses expérimentaux de cibles 2 et 3 mm. Cette comparaison est l'objet de la Figure IV.22 qui reprend différents profils expérimentaux pour les deux épaisseurs de substrat et pour les deux profils radiaux à l'étude. La pression d'entrée P_{max} nécessaire pour reproduire la même amplitude de vitesse est plus basse pour les simulations avec un profil couronne. En effet, comme le profil de pression est normalisé pour $r=0$, le profil en couronne conduit à un niveau de pression amplifié localement selon le rayon avec un maximum situé à 2,4 mm du centre (voir Figure IV.12b). Sur les feuillards d'aluminium, la différence entre les deux types de profil n'était pas visible mais pour des cibles de forte épaisseur, les ondes latérales, dont l'effet est amplifié par le profil en couronne, se propagent jusqu'au centre modifiant les valeurs de pression et de vitesse. Dans la Figure IV.22, on constate que les profils de vitesse calculés sont plus fidèles dans le cas du profil couronne établi spécialement pour un diamètre de 6 mm. Les pics de vitesse positives, les vallées de vitesse négatives et la forme générale des signaux sont bien reproduits et suivent la courbe expérimentale. De plus, la valeur de vitesse maximale du second pic des signaux obtenus avec des épaisseurs de cible de 3 mm n'est reproduite qu'avec le profil en couronne (en bas à droite de la Figure IV.22).

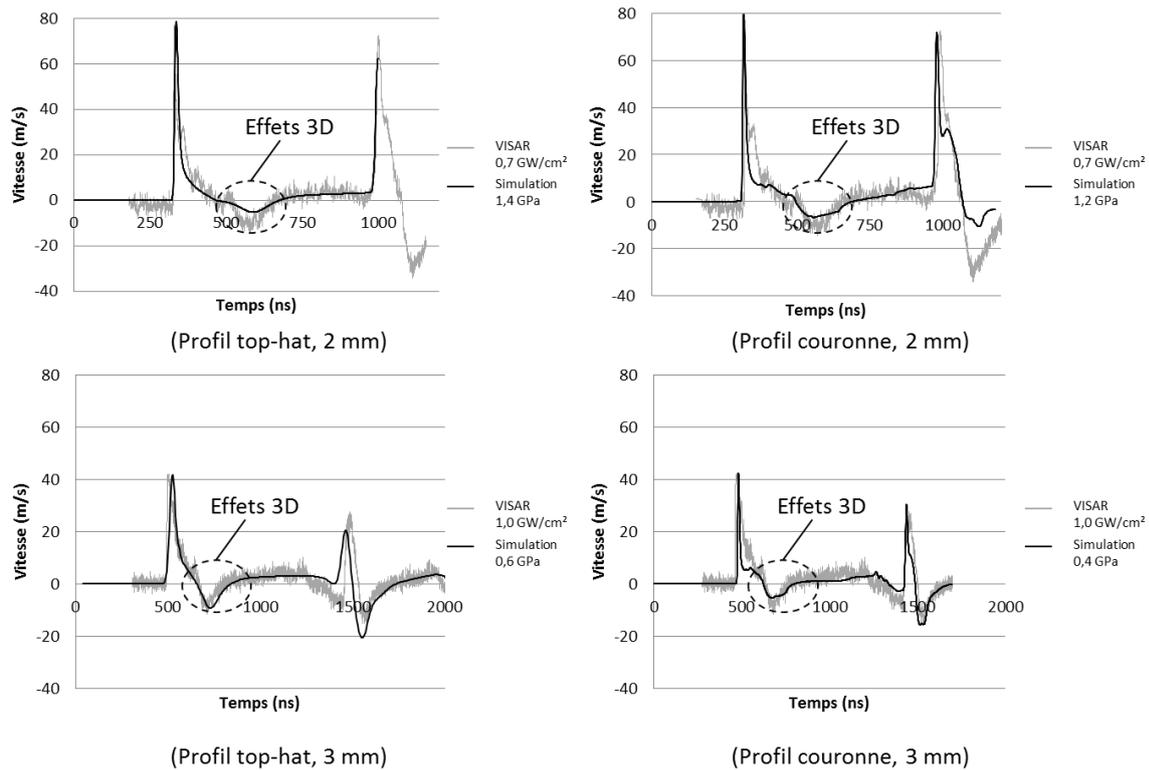


Figure IV.22 : Exemples de signaux de vitesse VISAR simulés avec des profils top-hat ou couronne, Ti6Al4V 2mm et 3mm, Øchoc = 6 mm, confinement par ruban adhésif

c) *Comparaison des niveaux de pression générés par un choc laser sur cibles Ti6Al4V et sur feuilards d'aluminium*

La comparaison des signaux de vitesse simulés aux expériences VISAR permet de lier la densité de puissance surfacique (GW/cm²) à la pression numérique à l'entrée au centre P_{max} (GPa). Un étalonnage a été établi sur feuilards d'aluminium (Figure IV.14b) et doit être vérifié pour la modélisation de l'alliage de titane. Les simulations ont été effectuées avec le profil de pression en couronne car il reproduisait mieux les signaux VISAR. Les signaux de vitesse de l'épaisseur 3 mm présentaient des valeurs maximales systématiquement inférieures à celles pour 2 mm à densité de puissance égale. Cette atténuation doit être reproduite par la modélisation numérique. La Figure IV.23 présente des exemples de signaux VISAR pour des chocs à 0,69 GW/cm² accompagnés de leur simulation numérique.

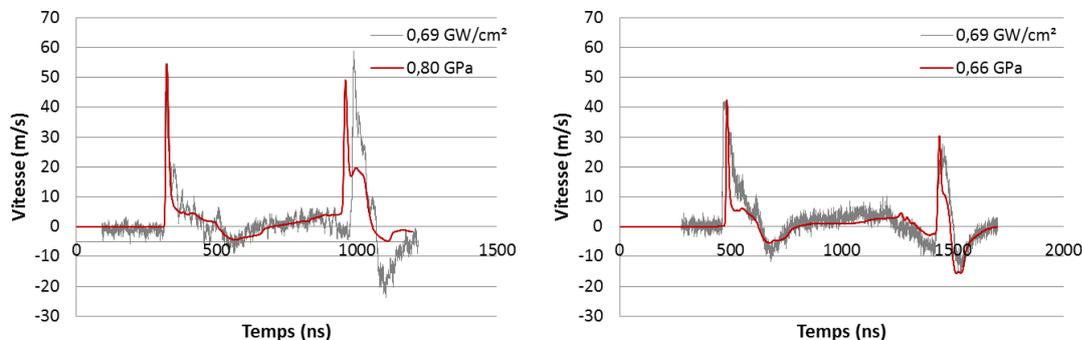


Figure IV.23 : Exemples de signaux de vitesse VISAR simulés pour des épaisseurs 2 et 3 mm, profils couronne, $F = 0,69 \text{ GW/cm}^2$, Øchoc = 6 mm, confinement par ruban adhésif

La pression initiale maximale à entrer dans la modélisation numérique est égale à 0,80 GPa pour l'épaisseur 2 mm. Lorsque cette même pression est appliquée au modèle 3 mm, le signal de vitesse

numérique ne correspond pas tout à fait à l'expérimental. En effet, il est amplifié avec une vitesse maximale de 51 m/s. Pour bien reproduire le signal VISAR, une pression d'entrée de 0,66 GPa est nécessaire. La modélisation ne permet pas de reproduire correctement la différence de vitesse observée avec les mesures VISAR. Compte tenu de la gamme de densité de puissance inférieure à 1 GW/cm² et de la constance des valeurs de pics dans les signaux de vitesse, on considère que l'amortissement de l'onde par l'épaisseur est limité. On suppose plutôt que la nature des échantillons 2 et 3 mm est différente (méthode de production, tôle d'origine, etc). Ces variations conduisent à des pressions et des vitesses inférieures pour les plaquettes 3 mm.

La Figure IV.26 superpose la courbe de conversion sur aluminium avec les points de mesures pour les feuillards Ti6Al4V et les cibles d'épaisseur 2 mm et 3 mm. Les barres d'erreur correspondent aux écarts possibles inhérents à la méthode de mesure de vitesse VISAR sur plusieurs chocs. Malgré les erreurs évoquées plus haut, les points sont en accord avec la calibration précédente. Néanmoins la pression d'entrée semble plus élevée pour une même densité laser avec une variation acceptable dans le domaine d'étude (0 - 1,4 GW/cm²). Le point A correspond aux chocs de 1,1 GW/cm² sur une cible Ti6Al4V de 3 mm dont la vitesse maximale était étrangement basse. Etant éloigné du comportement général et en dehors de la gamme de densité de puissance d'intérêt, ce point peut être raisonnablement écarté de l'étude. Pour la suite des calculs, on fera l'hypothèse que la conversion établie sur aluminium reste valide pour les autres matériaux.

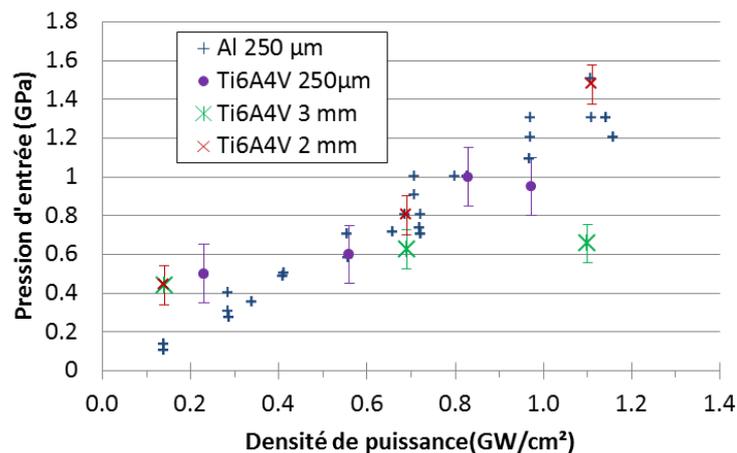


Figure IV.24 : Superposition des mesures Ti6Al4V à la courbe d'étalonnage de la pression d'entrée dans le domaine 0,1-1,2 GW/cm² pour un $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm

IV.2 Exploitation de mesures VISAR et modélisation avec dépôt HAP

La modélisation d'un système revêtu complet requiert également des données matériaux pour l'hydroxyapatite. Celles-ci pourraient être étalonnées à partir de mesures VISAR sur des cibles constituées d'un revêtement d'HAP après enlèvement du substrat. Cependant, cette voie ne peut être facilement envisagée compte tenu de l'épaisseur fine et la fragilité d'un dépôt HAP autoporté. Par ailleurs, de telles expériences sont limitées par la semi transparence de la céramique pour les longueurs d'onde considérées, que ce soit celle du laser de choc ou celle du laser sonde. Pour ces raisons, les expérimentations VISAR ont été menées sur les dépôts HAP en présence d'un substrat Ti6Al4V et ce, pour les différentes épaisseurs de dépôt et de substrat de la nuance de référence N1. Il est souhaité avant tout d'appréhender mieux l'influence de la céramique sur la propagation et l'atténuation des ondes (vitesse de l'onde, vitesse matérielle) dans le domaine des densités de puissance d'intérêt. Cette partie rassemble les résultats et les analyses des mesures VISAR effectuées sur la nuance de référence N1 (HAP APS et Ti6Al4V) du côté de la céramique (choc face métal) mais aussi du côté du métal (choc face céramique) pour la construction du modèle.

IV.2.1 Cas des chocs côté métal sur cibles Ti6Al4V/HAP-APS

Le but principal de nos essais VISAR est l'obtention de données expérimentales à intégrer aux modélisations numériques. Ils peuvent également donner des informations sur la temporalité des effets de bord. Dans le cas de revêtements, ces mesures VISAR donnent aussi accès à des signaux caractéristiques pour le diagnostic de la rupture à l'interface (cf. §I.3.2.3a). Ainsi, en plus du diagnostic de décohésion et en supposant les données des matériaux connus, ces signaux de vitesse permettent également de calculer le seuil d'adhérence numérique grâce à la simulation de la fissuration dans le modèle. Ce type de protocole nécessite un calcul numérique et sera présenté dans la partie IV.3.1.2. Malheureusement, pour le cas des céramiques et notamment le cas de l'hydroxyapatite, le laser de mesure du VISAR a une longueur d'onde dans le visible (532 nm) pour laquelle la céramique est semi-transparente. Expérimentalement, malgré l'utilisation du montage CICLOP, le phénomène optique d'absorption et de réflexion diffuse du laser sonde limite considérablement le rendement du signal par rapport au bruit ce qui proscrit les mesures précises de vitesse du côté de la céramique. Malgré ce handicap, des chocs laser ont été effectués afin d'estimer le rendu des mesures VISAR dans le cas de chocs face métal avec un confinement à l'adhésif transparent. Les échantillons utilisés pour les essais étaient constitués d'hydroxyapatite APS et de Ti6Al4V (N1). Chaque configuration géométrique (HAP : 60-150 μm et Ti6Al4V : 2-3 mm) a été testée avec 10 tirs et un diamètre de choc de 6 mm. Les tirs étaient doublés pour vérifier la reproductibilité et les cinq densités de puissance choisies étaient comprises entre 0,09 et 1,27 GW/cm^2 en fonction des configurations. La Figure IV.25 rassemble des exemples représentatifs de signaux de vitesse VISAR obtenus avec cette configuration. Les signaux peuvent être classés selon trois groupes caractéristiques en fonction de la résistance, la rupture ou l'écaillage de l'interface de la céramique. L'état du système après le choc (aucune décohésion, décohésion et écaillage) a été diagnostiqué par VISAR in situ et confirmé par les diagnostics optiques et thermographiques. Les enregistrements de vitesse ne concernent que le premier pic de vitesse (jusqu'à 800 ns).

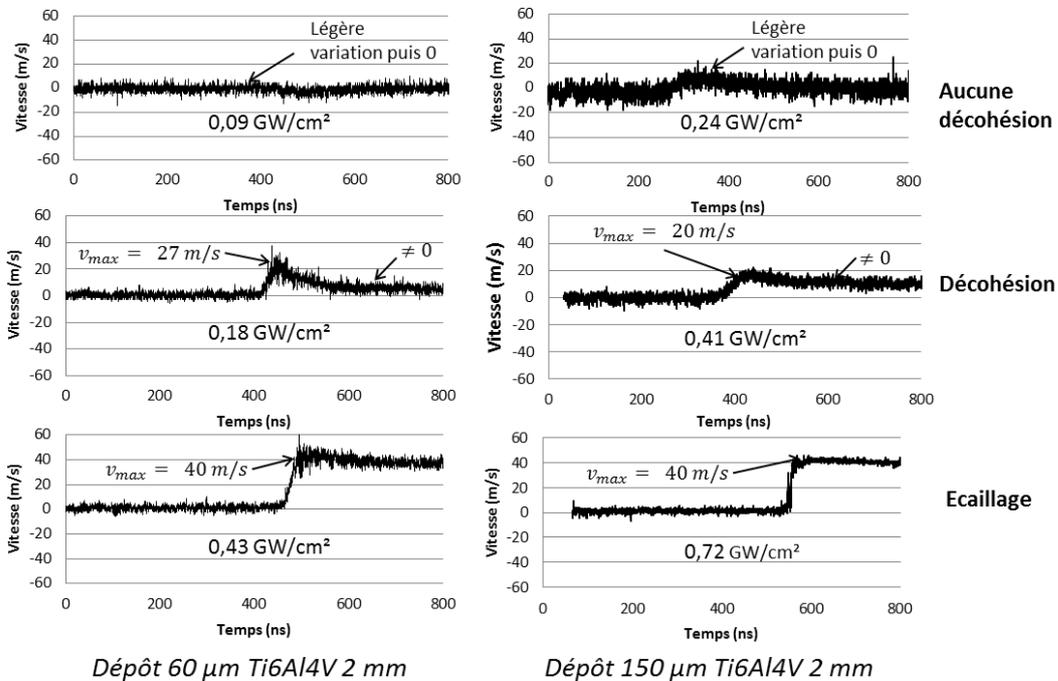


Figure IV.25 : Exemple de signaux de vitesse caractéristiques (tenue, décohésion et écaillage de la céramique), mesures face céramique, HAP 60 et 150 μm , Ti6Al4V 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$

Si l'onde de choc se propage dans l'échantillon sans décohésion, le signal de vitesse présente une variation positive légère (moins de 10 m/s) puis la valeur redevient nulle. Le bruit du signal ne permet

pas toujours de distinguer cette perturbation comme on le voit pour le tir à $0,09 \text{ GW/cm}^2$ sur la Figure IV.25. Lorsqu'une décohésion intervient, la vitesse maximale du premier pic est plus grande et la décélération conduit à un plateau de vitesse. Normalement, la vitesse devrait osciller en rendant compte des allers-retours dans la céramique mais le bruit du signal ne permet pas de les distinguer. Si la densité de puissance augmente, la valeur de la vitesse maximale du débouché augmente aussi. A partir d'une certaine valeur, le tir provoque l'écaillage de la céramique visible par un plateau consécutif à la vitesse maximale sans décélération. Les différents types de signaux de la Figure IV.25 ont été observés pour les différentes configurations. Le VISAR s'est révélé être une méthode de diagnostic efficace lors des essais de choc laser. Cependant, le dispositif VISAR est assez difficile à mettre en œuvre, peu amovible et renchérit le coût d'un dispositif intégré. Son utilisation est souvent à but scientifique pour étalonner des données numériques ce qui ne constitue pas un intérêt industriel prioritaire. Cette méthode de diagnostic, bien que fonctionnelle, ne sera pas retenue pour les essais LASAT menés dans la suite de l'étude. Afin d'augmenter le rapport signal sur bruit relativement faible certains échantillons ont été recouverts d'une fine couche métallique réfléchissante par métallisation (Au/Pd) ou par projection cold spray (Al). Aucune amélioration signification n'a été prouvée mais il serait intéressant de mener des recherches approfondies afin d'améliorer la réflexion de la céramique pour obtenir des signaux plus faciles à exploiter.

IV.2.2 Cas des chocs côté céramique sur cibles Ti6Al4V/HAP-APS

Afin de travailler avec un meilleur rapport signal sur bruit, des tirs face céramique avec une mesure de vitesse par VISAR côté métal ont été effectués avec un milieu ablateur collé sur la céramique. Ainsi, on s'affranchit de la semi-transparence du matériau et l'onde de choc est bien générée au sommet de la céramique sans l'endommager comme les premiers essais de tirs directs ont pu le montrer. Le milieu ablateur est une bande adhésive de marque 3M de couleur noire et d'épaisseur $200 \mu\text{m}$. L'effet du choc laser sur ce milieu ainsi que sa description sont discutés dans la partie V.2.2.1. Ces signaux peuvent servir à la description de la propagation des ondes (analyses des pics), à la mesure de l'atténuation par la céramique (premiers pics de vitesse) ou à la mesure de la vitesse de propagation (temps de premiers débouchés).

IV.2.2.1 Signaux de vitesse pour un choc face céramique

Un échantillon de chaque configuration géométrique a été choqué du côté de la céramique avec un diamètre de choc de 3 mm et une énergie laser allant de 0,2 à 1,9 J correspondant à une gamme de densité de puissance de $0,5$ à $5,1 \text{ GW/cm}^2$. Les valeurs de vitesse maximale au premier pic sont rassemblées dans le Tableau IV.7.

Vitesse maximale (m/s)	HAP 60 μm	HAP 150 μm	HAP 60 μm	HAP 150 μm
	Ti6Al4V 2 mm	Ti6Al4V 2 mm	Ti6Al4V 3 mm	Ti6Al4V 3 mm
0,5	15	5	10	6
1,1	35	10	20	8
1,6	40	20	30	10
2,1	55	35	40	25
2,8	80	40	45	40
3,3	90	50	50	45
3,8	100	55	60	50
4,4	120	80	55	50
4,8	110	75	60	42
5,1	130	80	60	50

Tableau IV.7 : Valeurs de vitesse maximale au premier pic pour les systèmes revêtus N1, tirs face céramique, HAP 60 et 150 μm , Ti6Al4V 2 et 3 mm

La diminution des mesures corrélée à l'augmentation de l'épaisseur de céramique sera discutée en partie IV.2.2.2. Les valeurs mesurées pour les systèmes à substrats 3 mm sont nettement inférieures à

celles des configurations à 2 mm. On observe à nouveau l'effet du substrat Ti6Al4V qui semble atténuer la valeur de pression induite par l'onde de choc pour des gammes de densités de puissance qui sont bien supérieures à celles étudiées dans la partie IV.1.3.1b.

Un extrait représentatif des signaux VISAR obtenus pour un choc face céramique est présenté en Figure IV.26. Naturellement, la vitesse maximale du premier débouché croît avec l'énergie laser et on observe que les signaux se superposent très bien. Deux passages en vitesse négatives, caractéristiques d'ondes de détente, sont visibles sur les signaux quelles que soient les configurations et sont amplifiés par une énergie plus élevée. Les signaux de vitesse mesurés pour les dépôts épais présentent néanmoins un pic supplémentaire juste après la détente du premier débouché. Il peut être la signature d'une onde de choc ayant parcouru un aller-retour dans la céramique avant de suivre l'onde principale. Son absence pour les dépôts fins indiquerait alors qu'il est superposé avec le pic du premier débouché car le temps de parcours dans la céramique n'est pas assez long pour les distinguer. Les premières valeurs négatives apparaissent à la suite de la première décélération puis sont suivies par la signature des ondes latérales générées en même temps que l'onde principale, vers 800 ns pour un substrat de 2 mm quelle que soit l'épaisseur de céramique. Ces signatures sont les mêmes que celles évoquées dans la partie IV.1.3.1 et visibles en Figure IV.17. Les signaux obtenus pour les échantillons à substrat 3 mm présentent les mêmes caractéristiques.

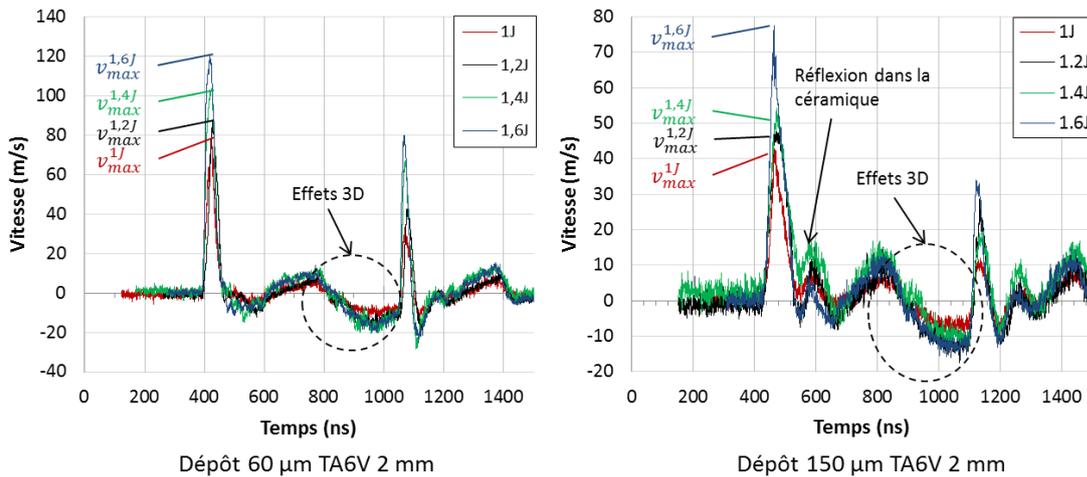


Figure IV.26 : Superposition de signaux VISAR mesurés côté métal (avec décohésion), $E = 1-1,6 \text{ J}$, $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, HAP 150 et 60 μm , Ti6Al4V 2 mm

IV.2.2.2 Etude de l'atténuation par la céramique APS

Comme deux épaisseurs de céramique ont été étudiées, l'influence du dépôt peut être mise en évidence en comparant les valeurs de vitesse maximales du premier débouché (u) atteintes dans les deux cas pour une même condition de choc laser. Dix tirs ont été effectués par échantillon avec un diamètre de choc de 3 mm et une énergie de 0,2 à 2 J par pas de 0,2 J. Toutes les configurations de géométrie ont été testées (HAP : 150-60 μm , Ti6Al4V : 2-3 mm). Le Tableau IV.8 présente les rapports moyens entre les vitesses maximales de premier débouché des dépôts 60 μm sur les dépôts 150 μm en fonction de l'épaisseur du substrat.

Epaisseur substrat	$v_{\text{max}}^{60\mu\text{m}} / v_{\text{max}}^{150\mu\text{m}}$
Ti6Al4V 2 mm	$2,0 \pm 0,7$
Ti6Al4V 3 mm	$1,6 \pm 0,7$

Tableau IV.8 : Rapport de vitesse en fonction de l'épaisseur de HAP (150 et 60 μm) pour décrire l'atténuation de la vitesse du point matériel (u) et donc de l'onde dans le HAP

Bien que les tirs puissent conduire à des décohésions dès le premier aller (cf. §IV.3.1.1), l'étude du premier pic n'est pas influencée par l'état de l'interface. Les vitesses maximales des dépôts épais sont systématiquement plus faibles que pour le dépôt fin, l'onde est donc atténuée par le passage dans la céramique (D diminue). Ainsi, pour une même configuration de tir, le niveau de pression après une première traversée de l'échantillon est plus faible. Le ratio moyen des vitesses mesurées pour les substrats épais (3 mm) est moins élevé. Les niveaux de vitesse obtenus pour cette épaisseur sont plus bas ce qui implique potentiellement une précision insuffisante des mesures VISAR ou du dépouillement. Sachant que pour une configuration de tir classique (choc face métal), l'onde parcourt deux fois l'épaisseur de la céramique avant de solliciter l'interface en traction, les contraintes engendrées à l'interface doivent être nettement plus faibles pour un système à dépôt épais pour un même choc laser. Cette observation sera à mettre en lien avec les résultats des essais LASAT pour les deux épaisseurs de dépôt montrés dans le chapitre suivant au paragraphe V.2.1.2. Pour mieux compléter l'étude une troisième épaisseur de céramique serait nécessaire.

Des mesures sur des systèmes de la nuance N2 qui a une rugosité de substrat plus faible que la nuance N1 pourraient aussi être menées. Une étude comparative des deux groupes de signaux permettrait l'évaluation de l'impact de la rugosité à l'interface sur la vitesse. De plus, elle pourrait être complétée par une modélisation numérique pour inspecter d'éventuelles concentrations de contrainte à l'interface dues à la rugosité (cf. §I.3.2.2c). D'autre part, les caractéristiques microstructurales du dépôt doivent influencer l'atténuation que subit l'onde lors de sa traversée (pores, différentes phases). Pour compléter l'étude, un autre dépôt d'hydroxyapatite projeté sous vide (VPS) a aussi été investigué pas des mesures VISAR et sera comparé à la nuance N1 (APS) dans la partie VI.2.

IV.2.2.3 Etude de la vitesse de l'onde dans la céramique

L'exploitation des signaux VISAR renseigne sur l'historique de propagation des ondes dans le système revêtu, en particulier dans la céramique. L'objectif de cette partie est de déterminer une valeur de C_0 pour la céramique HAP APS de notre étude. Dans la littérature, la vitesse du son dans l'hydroxyapatite massive est $C_0 = 6790$ m/s [Asay and Shahinpoor, 1993] et permet de calculer, en première approche, les valeurs de vitesse longitudinale C_l et transversale C_t à partir de cette valeur, de la densité ρ_0 et du module de cisaillement G . Ces deux vitesses se calculent selon les expressions suivantes :

$$C_t = \sqrt{\frac{G}{\rho_0}} \text{ et } C_l = \sqrt{C_0^2 + \frac{4}{3}C_t^2}$$

Avec $G = 8,3$ GPa et $\rho_0 = 3,13$ g/cm³, on obtient les valeurs de célérité $C_t = 1630$ km/s et $C_l = 7000$ km/s pour les ondes dans le HAP. Elles seront comparées aux résultats expérimentaux pour vérifier leur applicabilité ou revoir la valeur de C_0 .

Les travaux de Courapied et l'analyse de De Rességuier évoquent une méthode de calcul expérimentale pour C_0 . En effet il est possible, sous certaines hypothèses, de déterminer les valeurs de célérités des ondes à partir de signaux VISAR obtenus pour des tirs sur systèmes revêtus [Courapied et al., 2016; de Rességuier, 2018]. La vitesse de l'onde dans le dépôt est alors une approximation de la valeur de la vitesse du son C_0 ou de la vitesse longitudinale C_l selon le domaine élastique ou plastique comme l'explique Baumung [Baumung et al., 2001]. Dans une approximation acoustique, la courbe d'Hugoniot de forme parabolique peut être extrapolée par une droite de pente égale à $\rho_0 C_0$. En raisonnant sur l'équation de la polaire de choc, la vitesse de propagation de l'onde D peut être approximée par la valeur de la vitesse du son C_0 .

$$P = \rho_0 D u = \rho_0 (C_0 + S u) u \approx \rho_0 C_0 u \text{ (approximation acoustique)}$$

La campagne d'essai VISAR a été menée sur deux épaisseurs de céramiques pour une épaisseur de substrat constant. La vitesse de propagation de l'onde dans la céramique peut donc être estimée expérimentalement en divisant la différence d'épaisseur supposée par le décalage temporel entre les premiers pics. On définit Δt avec les instants de montée pour correspondre aux moments initiaux des premiers débouchés. Un exemple est présenté en Figure IV.27 pour deux signaux issus de tirs sur systèmes revêtus d'épaisseurs de dépôt différentes. La moyenne de la différence temporelle calculée à partir de 16 paires de signaux, est $\Delta t_{\text{moy}} = 41 \pm 5$ ns. Pour une différence d'épaisseur de $90 \mu\text{m}$, cet écart donne une valeur de vitesse de l'onde dans le HAP égale à $D_{\text{HAP}} = 2,2 \pm 0,2$ km/s. Malgré les variations d'épaisseur locales de dépôt pour chaque tir et l'incertitude autour des choix des instants de montées, l'écart type mesuré sur toutes les valeurs est relativement faible. Cette vitesse est largement inférieure aux vitesses C_0 ou C_l calculés plus tôt dans ce paragraphe, qui ne peuvent être choisies dans le cas du revêtement projeté par plasma de l'étude. Dans les calculs numériques de l'étude, le matériau est supposé massif et dense mais les données doivent donc être adaptées pour représenter la réalité des propagations. Ainsi l'écart de vitesse de l'onde dans le HAP avec le calcul théorique est certainement dû à la microstructure et la porosité du dépôt qui sont compensées par le choix des données matériaux pour un matériau HAP massif numérique représentatif de l'expérimental. Pour la suite des modélisations, on pose l'hypothèse pour l'hydroxyapatite APS que $C_0 = 2,2 \pm 0,2$ km/s. Cette valeur est proche de la vitesse du son, dans la barrière thermique étudiée par Courapied dans sa thèse, i.e. 2,5 km/s. Pour être rigoureux, il conviendrait de travailler avec des systèmes dont l'épaisseur de céramique est mesurée précisément avant le choc. L'échantillon pourrait même être poli afin d'obtenir une épaisseur constante.

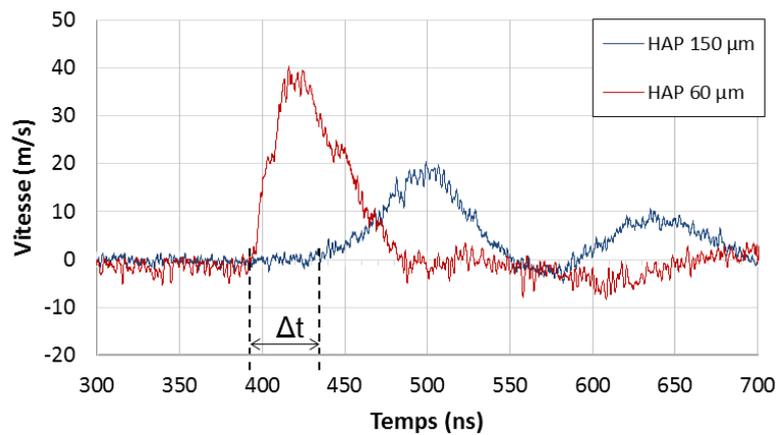


Figure IV.27 : Signaux de vitesse pour chocs face céramique, HAP 60 et 150 μm , Ti6Al4V 2 mm, $F=1,6\text{GW}/\text{cm}^2$, $\varnothing_{\text{choc}} = 3$ mm

Cette méthode peut aussi s'appliquer aux signaux de vitesse mesurés face céramique pour des chocs face métal. La Figure IV.28 présente un exemple de deux signaux de vitesse mesurés pour chaque épaisseur de céramique. Un décalage temporel Δt environ égal à 50 ns sépare les deux courbes. Cette valeur est proche des mesures effectuées en configuration de tir face céramique. Néanmoins le rapport signal sur bruit est beaucoup plus faible pour ces configurations de tir, limitant la comparaison complète avec l'ensemble des données mesurées.

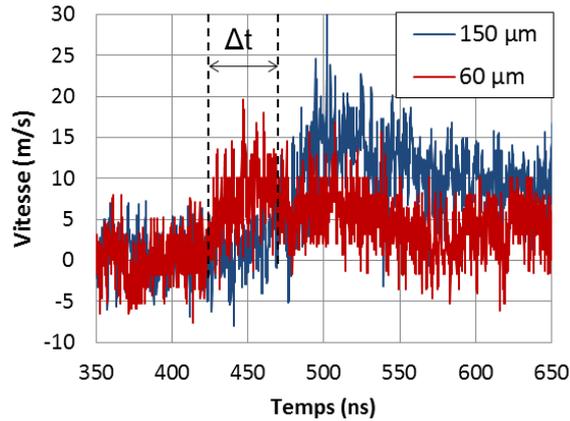


Figure IV.28 : Signaux de vitesse pour deux tirs face métal (HAP 60 et 150 μm et Ti6Al4V 2 mm, $F(60\mu\text{m})=0,32 \text{ GW/cm}^2$, $F(150\mu\text{m}) = 0,57 \text{ GW/cm}^2$, $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$)

IV.2.3 Données matériaux de la céramique pour la modélisation du système Ti6Al4V/HAP-APS

La modélisation d'un système revêtu requiert la description de l'interface ainsi que du revêtement qui s'ajoute à la cible métallique. Pour les simulations de l'étude l'interface a été simplifiée et ne prend pas en compte la rugosité du substrat, les incrustations de corindons ou les défauts d'adhérence locaux. Le contact entre la céramique et le Ti6Al4V est un « Tie Constraint » avec une interface lisse et plane. La Figure IV.29 présente les deux parties du système, les conditions limites et un exemple de profil de pression. La simulation est axisymétrique et ne comporte aucun modèle de fissuration.

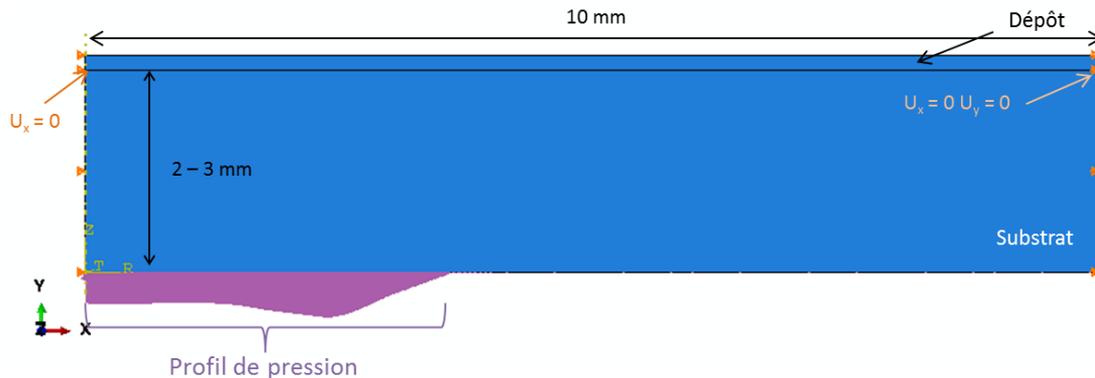


Figure IV.29 : Vue générale du modèle 2D axisymétrique pour les systèmes revêtus ($\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, profil radial couronne)

D'autres hypothèses simplificatrices ont été choisies pour la céramique qui, dans le modèle, est un matériau massif et monophasé sans porosité ni microstructure complexe. Les valeurs des données matériaux ont été définies avec les expériences VISAR présentées dans les parties précédentes et constituent un modèle hydrodynamique (ρ_0 , G , C_0 , S et Γ_0). Elles sont répertoriées dans le Tableau IV.9.

	Densité	Module de cisaillement	Vitesse du son dans le matériau	Coefficient de Gruneisen	
	ρ_0 (g.cm^{-3})	G (GPa)	C_0 (km/s)	S	Γ_0
HAP	3,13 (III.1.1.2c)	8,3	2,2 (IV.2.2.3)	10	1.1 [Asay and Shahinpoor, 1993]

Tableau IV.9 : Données matériaux pour l'hydroxyapatite pour la modélisation numérique

La valeur de la densité a été calculée à partir de la porosité mesurée en partie III.1.1.2c et vaut 3,13 g.cm⁻³. Dans la modélisation, on choisit la valeur de C_0 par la vitesse de propagation mesurée expérimentalement : 2,2 km/s. Pour tenir compte de l'amortissement par la porosité de la céramique, il est possible de définir la pression P_H^* par l'équation du modèle « snow-plough» [Marc A Meyers, 1994]:

$$P_H^*(v) = P_H(v) \frac{\left(1 - \frac{\Gamma_0}{2} \left(1 - \frac{v}{v_0}\right)\right)}{1 - \frac{\Gamma_0}{2} \left(\frac{v_0^*}{v_0} - \frac{v}{v_0}\right)}$$

Avec $P_H(v)$ la pression définie en partie I.3.1.2 pour un matériau massif avec Γ_0 coefficient de Mie-Gruneisen, v_0^* et v_0 les volumes massiques des matériaux poreux et massif, calculé à partir du taux de porosité. Etant donné que la porosité n'est pas reproduite dans le modèle numérique, on considère un matériau massif fictif représentatif du comportement de la céramique poreuse. La Figure IV.30 présente les polaires de choc d'hydroxyapatites massive et poreuse. La pression P_H^* dans la céramique poreuse est calculée à partir de l'équation ci-dessus. Une troisième courbe de polaire est calculée avec le modèle classique $P_H(v)$, la densité expérimentale et pour une valeur de la constante $S = 10$. Avec ce jeu de paramètre, les deux courbes (poreuse et fictive) se rapprochent. Cependant, on observe deux zones limites pour les basses et les hautes vitesses qui suggèrent une autre modélisation comme le modèle $P-\alpha$ par exemple. Toutefois, ce choix a été conservé par simplicité et parce qu'aucune compacité évidente n'a été observée avec les vues en coupe.

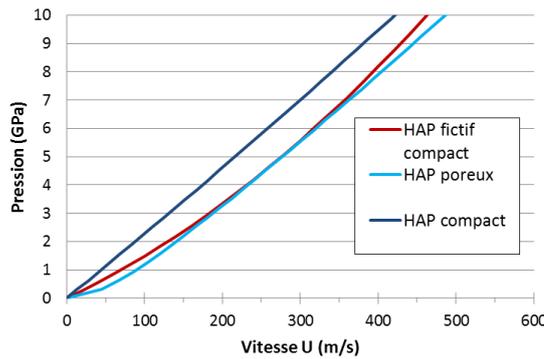


Figure IV.30 : Polaires de choc pour l'hydroxyapatite massive, poreuse (avec $S = 10$)

Le module d'Young a été calculé à partir des valeurs de v, C_0 et ρ_0 pour avoir un modèle hydrodynamique cohérent pour la valeur de C_0 choisie.

$$E = 3(1 - 2\nu)\rho C_0^2$$

La valeur de 21 GPa est satisfaisante car elle reste proche des modules, surestimés, obtenus par nano-indentation. Cette valeur permet ensuite de calculer la valeur du module de cisaillement $G = 8,3$ GPa.

Bien que ces choix de modélisation comportent d'hypothèses fortes, les simulations obtenues sont en accord avec l'expérimental comme en témoigne la superposition avec les signaux VISAR de la Figure IV.31. L'atténuation due à la céramique est bien visible avec des valeurs de vitesses maximales des premiers débouchés de 120 m/s pour 60 μm et 63 m/s pour 150 μm . On note toutefois que le choc est effectué à une densité de puissance élevée (3,8 GW/cm²). Des pics supplémentaires sont observés dans la modélisation et sont dus aux réflexions dans la céramique inhérente à une modélisation sans prise en compte de l'endommagement. De plus, l'imprécision de ces modélisations est en partie due à l'ajout d'un milieu ablateur qui modifie le profil temporel de pression et qui introduit une couche supplémentaire d'impédance faible. Le décalage temporel observé pour les seconds pics est expliqué par la variation d'épaisseur de substrat comme pour la Figure IV.18 qui présentait aussi un décalage

des signaux VISAR entre des disques et plaquettes d'épaisseurs respectives 1970 et 2080 μm . La simulation a été conduite avec une épaisseur de substrat égale à 2000 μm . Néanmoins, le bon accord entre les expériences VISAR et les signaux de vitesse numériques valide les choix de modélisation.

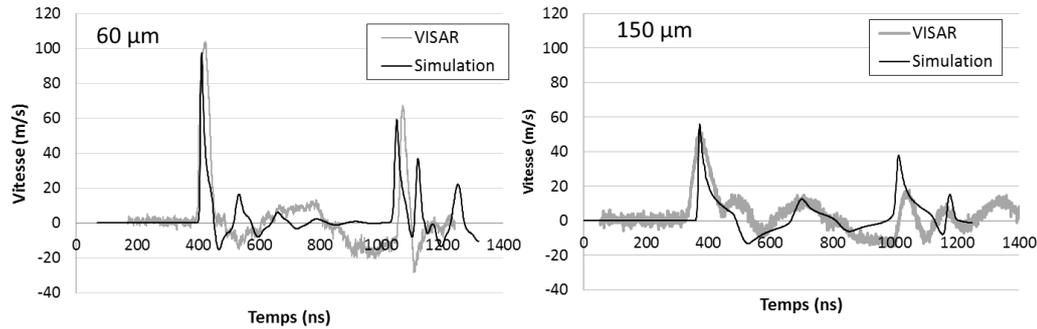


Figure IV.31 : Simulation de tirs face céramique pour deux épaisseurs de dépôts (60 μm à gauche et 150 μm à droite) et superposition avec des signaux VISAR pour des tirs à 3,8 GW/cm^2

IV.3 Calculs des contraintes à l'interface du système de référence

L'exploitation des signaux de vitesses VISAR permettrait un calcul direct de la contrainte à rupture en utilisant une approche analytique de l'écaillage des matériaux soumis à un chargement dynamique. Cependant, compte tenu du fait que le VISAR ne soit pas envisagé *a priori* comme un outil de diagnostic, il est indispensable de modéliser l'historique spatial et temporel du chargement mécanique pour pouvoir remonter à la traction subie à l'interface. C'est pourquoi cette partie traite de la simulation numérique de la propagation des ondes de choc et du calcul de la contrainte à l'interface pour des conditions de tir données dans le but de modéliser l'essai LASAT. A partir de profils de contrainte, on proposera alors de superposer à un critère de rupture fragile pour la réalisation d'abaques numériques. Le modèle est construit à partir des données établies spécifiquement sur le système de référence HAP(APS) sur Ti6Al4V (nuance N1). Il s'agit de l'étalonnage de la pression du chargement initial du SAGA 330 (cf. §IV.1.2), des données matériaux Ti6Al4V (Tableau IV.6) et HAP (Tableau IV.9) et de la géométrie des tirs étudiés (épaisseurs et diamètres de choc). Cette construction du modèle a conduit également un choix de taille de maille qui impactait fortement la durée et la taille des calculs dans le cas d'un modèle nécessairement 2D. En effet, on souhaite intégrer l'étude des phénomènes bidimensionnels sur les caractéristiques de la fissuration (seuil de rupture et taille de fissure finale). C'est aussi pourquoi deux types de profil de chargement radial : top-hat ou couronne (voir Figure IV.12) sont systématiquement envisagés dans les calculs pour les confronter ensuite à l'expérience et, si possible valider un choix de profil le mieux adapté.

IV.3.1 Propagation des ondes de choc dans le système de référence (N1)

La compréhension de la propagation des ondes est une étape importante car elle permet de prévoir les transferts de pression et les zones de traction maximales dans le temps pour le système de l'étude. La simulation numérique est l'outil de prédilection pour étudier cette propagation et représenter graphiquement les ondes de choc et les contraintes associées. Dans un premier temps, les simulations 1D permettent de construire des diagrammes (X,t) et (P,u) pour étudier les réflexions de l'onde principale dans le système pour les différentes configurations de choc. Les instants de débouchés des ondes de compression et de détente peuvent être extraits de ces diagrammes pour comprendre les signaux de vitesse expérimentaux. Les diagrammes permettent aussi de localiser dans le système les niveaux de contraintes de traction induits par l'onde principale mais ils doivent être complétés par des modélisations bidimensionnelles pour la prise en compte des effets de bord. Enfin, l'étude de la pression dans le système, directement liée à la vitesse, permet la mise en place de la méthode de calcul de la contrainte à partir des mesures VISAR.

IV.3.1.1 Diagrammes (X,t) et (P,u) par calculs analytique et numérique 1D

Dans le cadre de notre étude et selon nos hypothèses, l'impédance acoustique $Z = \rho_0 C_0$ du Ti6Al4V ($Z[\text{Ti6Al4V}] = 23,0 \times 10^6 \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$) est supérieure à celle de la céramique ($Z[\text{HAP}] = 6,9 \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$). La traction maximale devrait donc être obtenue avec le retour de l'onde principale en détente au croisement de l'onde de détente incidente. Dans le cas optimal, ce maxima est localisé à l'interface. La simulation numérique 1D permet de tracer les diagrammes (X,t) avec les données matériaux de notre étude. Les exemples présentés dans la Figure IV.32 ont été obtenus pour une pression d'entrée de 0,4 GPa et les différentes configurations géométriques. L'échelle de couleur rend compte des valeurs de contraintes de traction σ_{22} . Ces outils graphiques permettent l'extraction des valeurs de contrainte le long de l'axe de propagation pour chaque pas de temps (1 ns) des relevés. Il convient de noter que ces simulations ne prennent pas en compte les effets de bord et ne comportent aucun modèle de fissuration. Les positions et valeurs des maxima de contrainte à l'interface sont indiquées pour chaque cas. Dans la configuration de tir face métal, le système est d'abord sollicité en traction dans le dépôt mais la valeur de sollicitation est inférieure à celle de l'interface. Notons que pour des niveaux de pression d'entrée élevés, un endommagement de la céramique serait possible si le seuil de rupture cohésive de l'hydroxyapatite est dépassé. Quelle que soit la configuration dimensionnelle, la valeur maximale de la contrainte à l'interface vaut $0,25 \pm 0,1 \text{ GPa}$. Dans le cas d'un substrat de 2 mm d'épaisseur, la contrainte maximale à l'interface du dépôt épais est supérieure à celle du dépôt fin. Dans le cas d'un substrat 3 mm, les diagrammes présentent une tendance inversée avec une contrainte supérieure dans le dépôt fin. Lorsque les systèmes de mêmes dépôts sont comparés, l'augmentation de l'épaisseur de substrat conduit à une diminution de la contrainte à l'interface (0,1 GPa). Pour ces niveaux de sollicitation, les niveaux de contrainte à l'interface des différents systèmes sont quasi-identiques. L'étude des profils de contrainte de la partie IV.3.2 pour des modélisations bidimensionnelles devraient affiner l'analyse comparative de l'influence des épaisseurs de substrat et de dépôt sur les valeurs maximales.

Les simulations 1D ont ensuite été conduites pour des configurations de tirs face céramique en appliquant directement la pression sur le dépôt, sans modéliser le milieu ablateur. Les diagrammes (X,t) pour les différentes configurations géométriques sont présentés dans la Figure IV.33 avec les mentions de certaines valeurs de contraintes en traction à l'interface. Quel que soit le cas, l'aller-retour de l'onde de choc conduit à trois sollicitations en traction de l'interface du système dont les valeurs sont croissantes. La première correspond à la réflexion de l'onde de choc dans la céramique lors de la transmission vers le substrat. La deuxième survient lors du retour de l'onde de détente principale lors de la transmission dans la céramique. La dernière est le retour de cette onde après réflexion à la surface libre et dans la céramique. Les valeurs de sollicitation sont similaires pour les deux configurations de tir mais, pour un choc face céramique, l'interface est soumise à trois contraintes en traction pour des durées comparables. Aussi ces diagrammes suggèrent qu'un endommagement prématuré de l'interface est possible dès le premier aller de l'onde pour une densité de puissance suffisamment élevée. D'autre part, l'augmentation des épaisseurs de dépôt (60 à 150 μm) ou de substrat (2 à 3 mm) conduisent ici systématiquement à une diminution des valeurs de contrainte en traction.

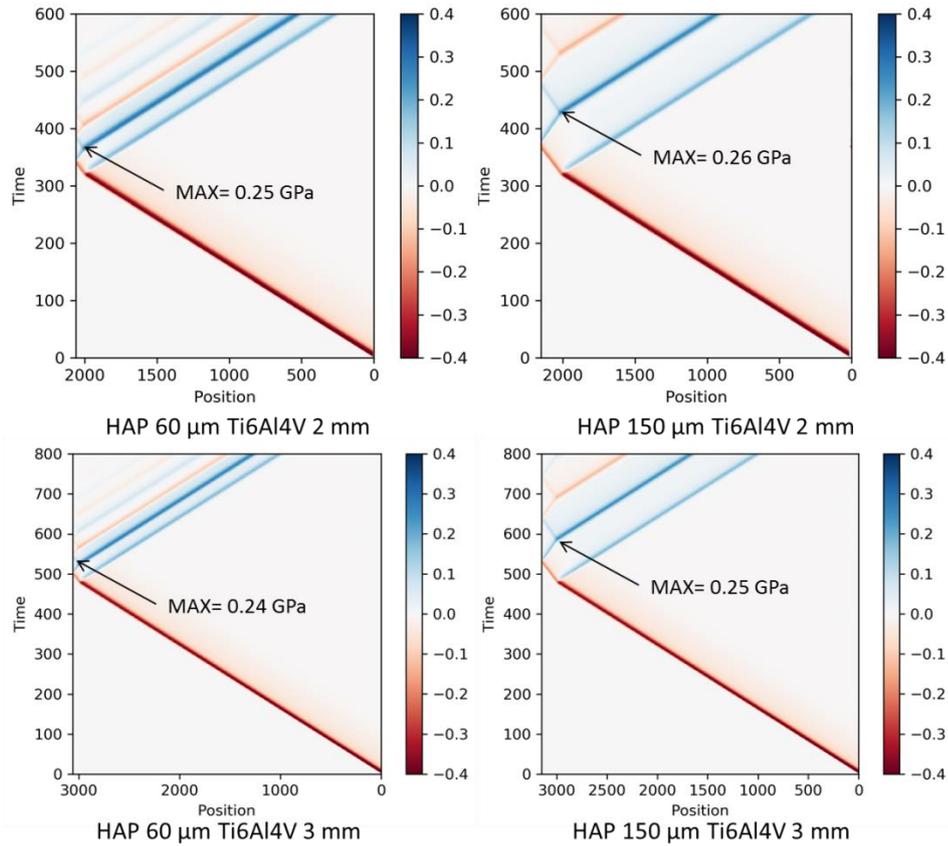


Figure IV.32 : Diagramme (X,t) pour un système HAP (APS) sur Ti6Al4V, choc face métal, $P_{max} = 0,4$ GPa Ti6Al4V 2 et 3 mm, HAP 60 et 150 μ m, échelle de couleur : contrainte $\sigma_{yy} = \sigma_{22}$

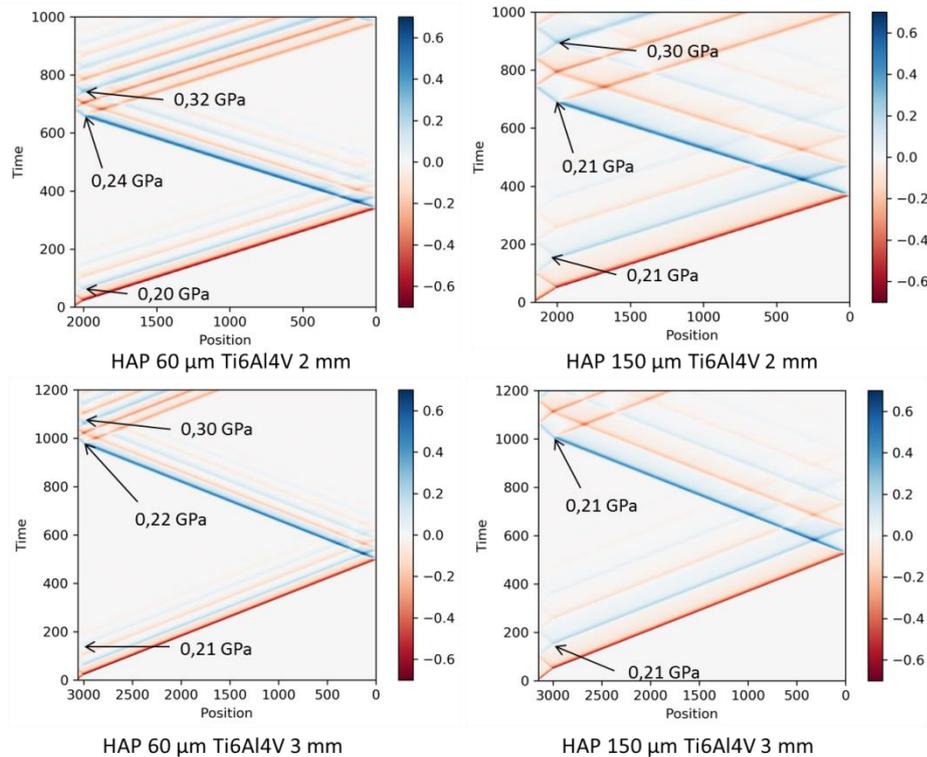


Figure IV.33 : Diagramme (X,t) pour un système HAP (APS) sur Ti6Al4V, choc face céramique, $P_{max} = 0,4$ GPa Ti6Al4V 2 et 3 mm, HAP 60 et 150 μ m, échelle de couleur : contrainte $\sigma_{yy} = \sigma_{22}$

Les diagrammes (X,t) sont intéressants à mettre en parallèle des signaux VISAR pour interpréter les différents pics en fonction de la pression dans le système. Dans notre étude, les signaux de vitesse expérimentaux suffisamment précis ne sont obtenus que pour des configurations de tir face céramique. La Figure IV.34a présente un diagramme (X,t) dans cette configuration avec une échelle de couleur de pression. Elle est accompagnée d'un signal VISAR représentatif d'un système avec les mêmes épaisseurs que le modèle numérique. Le point (1) correspond au premier débouché de l'onde de choc avec une pression et une vitesse positive. En (2), une onde de détente devrait être visible sur le diagramme mais est confondue avec la détente du pic principal. Néanmoins, elle permet d'atteindre une vitesse négative juste après ce dernier. Les réflexions dans la céramique entraînent ensuite une succession d'onde de compression (3) et de détente (4) qui respectivement conduisent à des vitesses positives et négatives mais dont les valeurs absolues ne sont pas très élevées. Des analyses similaires pourraient être menées sur les autres systèmes de l'étude.

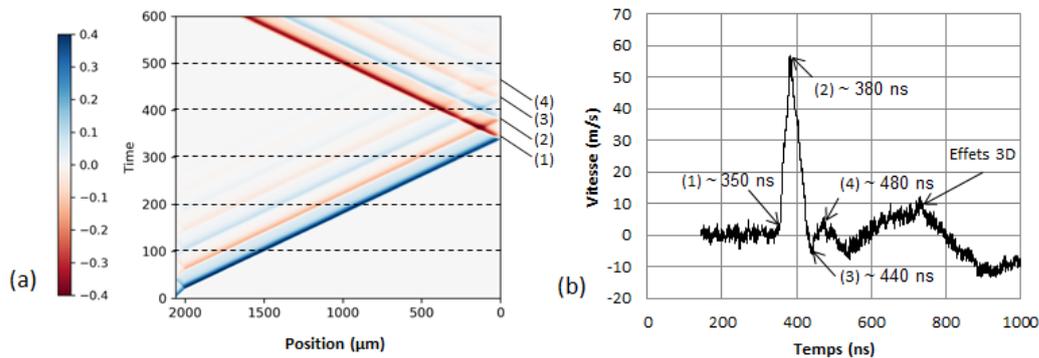


Figure IV.34 : Comparaison Diagramme (X,t) $P_{max} = 0,4 \text{ GPa}$ (a) et signal VISAR $F = 2,2 \text{ GW/cm}^2$ (b), HAP $60 \text{ }\mu\text{m}$, Ti6Al4V 2mm , choc face céramique, échelle de couleur : contrainte P

IV.3.1.2 Calcul analytique à partir des profils de vitesse en surface libre

Une méthode, décrite la partie I.3.2.3a, permet le calcul direct de la contrainte atteinte lors de la décohésion à partir du signal de vitesse de surface libre. Cette méthode est basée sur le formalisme utilisé pour des essais d'écaillage par choc laser de cibles monomatériaux [Tollier and Fabbro, 1998]. Elle a aussi été appliquée sur des systèmes revêtus pour des décohésion à l'interface substrat/dépôt [Bolis et al., 2004; Courapied et al., 2016]. Dans la partie IV.2.1, quelques signaux de vitesse relevés sur la surface libre de la céramique ont été présentés dans la Figure IV.25. Ils ont été obtenus pour des densités de puissance assez faibles (inférieures à 1 GW/cm^2) ce qui permet de travailler avec l'hypothèse d'approximation acoustique. Dans le Chapitre III, les fissures observées en coupe (Figure III.13) étaient localisées à l'interface. On suppose que la rupture est systématiquement adhésive dans le cas des dépôts APS.

La méthode nécessite l'enregistrement d'un profil temporel de vitesse sur la surface libre du dépôt lorsqu'une décohésion est observée. Avec une décohésion, l'onde est réfléchi sur la fissure interne générée et revient vers la face arrière de la cible et provoque ainsi une remontée de la vitesse de la surface libre. Ce phénomène de décélération et de remontée de vitesse peut être ensuite entretenu et conduire à de multiples allers et retours traduits par une succession de pics dans le signal. On définit ainsi Δu comme l'écart entre la vitesse maximale atteinte et la vitesse seuil au niveau du premier retour. Dans le cas d'un envol de l'écaillage ou lorsque les signaux, trop bruités, ne permettent pas de distinguer les différents allers et retours, il n'y a pas de remontée proprement dite. L'écart de vitesse Δu est alors considéré à partir du plateau de vitesse comme cela est montré sur la Figure IV.35 sur un des signaux de l'étude. La contrainte à l'écaillage $\sigma_{\text{écaillage}}$ est alors calculée d'après l'approximation acoustique linéaire de Novikov [Novikov, 1966] par la relation suivante :

$$\sigma_{\text{écaillage}} = \frac{1}{2} C_0 \rho_0 \Delta u$$

où C_0 est la vitesse du son dans le dépôt, ρ_0 est la densité de la céramique. Pour l'hydroxyapatite APS de notre étude, on a établi $C_0 = 2,2 \text{ km/s}$ et $\rho_0 = 3,13 \text{ g/cm}^3$ (cf. Tableau IV.9).

Dans le cas des systèmes de l'étude, les signaux VISAR en configuration standard, choc face métal et mesure face céramique, sont bruités et difficiles à exploiter comme on le voit sur les exemples de la Figure IV.25. Néanmoins, la méthode peut être appliquée comme le montre la Figure IV.35 avec un exemple de signal de vitesse obtenu par VISAR côté céramique sur lequel est représentée la différence de vitesse Δu permettant le calcul de la contrainte recherchée.

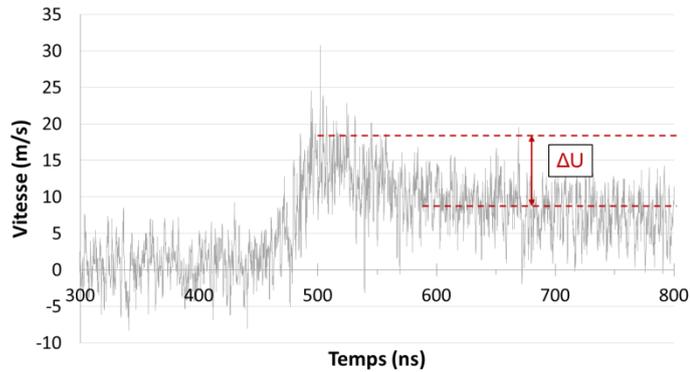


Figure IV.35 : Exemple d'un profil de vitesse de surface libre de la céramique et Δu mesuré pour une décohésion de dépôt HAP de 60 μm sur un substrat Ti6Al4V de 3mm ($F = 0,18 \text{ GW/cm}^2$)

La Figure IV.36a présente un diagramme (P,u) avec une hypothèse d'approximation acoustique qui permet de calculer les polaires de choc à partir des valeurs d'impédances acoustiques des matériaux de l'étude. Un diagramme (X,t) schématisé est aussi représenté pour faire le lien entre la propagation supposée des ondes et les différents niveaux de pression. Une différence de vitesse Δu de 15 m/s conduit alors, par construction graphique, à une contrainte seuil d'environ 50 MPa.

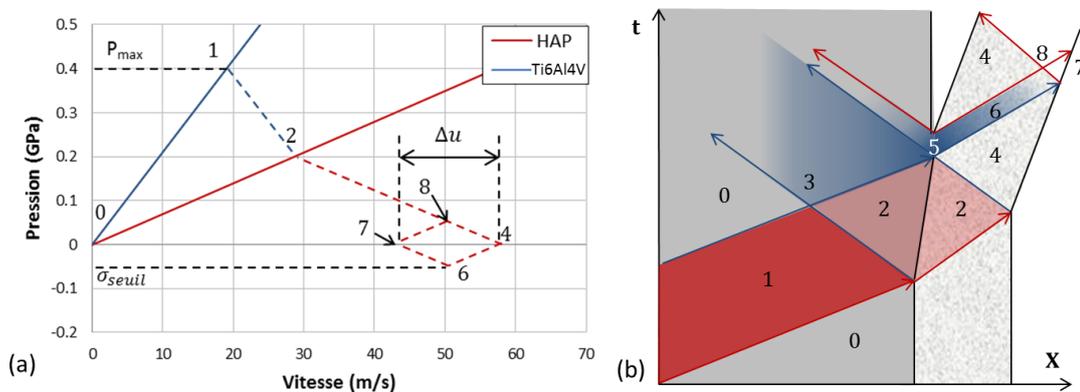


Figure IV.36 : (a) Diagramme (P,u) pour $Z(\text{Ti6Al4V}) = 23,0 \cdot 10^6 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ et $Z(\text{HAP}) = 7,0 \cdot 10^6 \text{ kg} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$
 (b) Diagramme (X,t) schématisé

Malgré l'incertitude élevée des valeurs de vitesse relevées, le calcul est mené pour toutes les configurations et les résultats sont rassemblés dans le Tableau IV.10. Les valeurs de contraintes sont systématiquement inférieures pour un dépôt épais (150 μm) à épaisseur de substrat égal. Les valeurs de quelques dizaines de MPa sont relativement faibles en lien avec les densités surfaciques d'essai menant à des décohésions peu élevées (0,20–0,44 GW/cm^2) et les petites différences de vitesse. En comparaison, les contraintes seuils de dépôts métalliques calculées par Baumung, Bolis ou Berthe sont comprises entre 1 et 2 GPa [Baumung et al., 2001; Bolis et al., 2007; Berthe et al., 2011]. Dans ses travaux, Courapied a calculé des contraintes de 80 à 250 MPa pour ses dépôts céramiques [Courapied et al., 2016]. Dans le cadre de cette étude, les seuils de décohésion bas et le bruit des signaux de vitesse tendent à complexifier l'exploitation des données et à augmenter les incertitudes. Les ordres de grandeur des calculs de contrainte pour l'hydroxyapatite pourront cependant être comparés à celles calculées dans les simulations numériques dans la partie V.3.2.

Configuration	HAP 60 μ m Ti6Al4V 2mm	HAP 150 μ m Ti6Al4V 2mm	HAP 60 μ m Ti6Al4V 3 mm	HAP 150 μ m Ti6Al4V 3 mm
Densité de puissance (GW/cm ²)	0,22	0,30	0,25	0,44
Δu (m/s)	7 \pm 1	6 \pm 1	12 \pm 1	7 \pm 1
$\sigma_{\text{écaillage}}$ (MPa)	24 \pm 3	20 \pm 3	41 \pm 3	24 \pm 3

Tableau IV.10 : Valeurs de contraintes à rupture évaluées à partir des signaux de vitesse mesurés face céramique pour des chocs face métal

IV.3.1.3 Cartographies temporelles par simulation numérique 2D

En complément des diagrammes (X,t) le long de l'axe central, la modélisation complète 2D axisymétrique permet l'enregistrement d'instantanés lors de la propagation des ondes. Cela établit les distributions des contraintes au cours du temps sous forme de cartographies en fonction des diamètres de choc $\varnothing_{\text{choc}}$, des épaisseurs de cible, mais aussi des profils spatiaux $g(r)$ de pression initiale. Dans le cadre de cette étude, les cartographies obtenues à partir des deux profils top-hat ($\lambda = 5$) et couronne sont présentés respectivement en Figure IV.37 et Figure IV.38. Deux instantanés à 150 ns et 300 ns sont représentés pour les diamètres de choc qui seront étudiés expérimentalement. Ces instants ont été sélectionnés afin de décrire la propagation de l'onde une fois la moitié du substrat parcourue et juste avant le passage à l'interface. En plus des diamètres de choc 3 et 6 mm, un grand diamètre de choc ($\varnothing_{\text{choc}} = 10$ mm) a également été simulé. Cependant seul un profil top-hat a été utilisé car aucune filiation de mesure de vitesse n'a pas été entreprise pour ce diamètre (cf. § IV.1.2.2).

a) Propagation incidente et genèse des effets tridimensionnels

Les cartographies extraites des modélisations avec un profil top-hat (Figure IV.37) présentent, au centre, un front d'onde plan en compression. Les valeurs de pression au sein du front de choc varient dans la largeur de l'échantillon mais ne sont pas investiguées ici. Dans les premiers instants de la modélisation (150 ns), seule l'onde de choc principale est observée sur les cartographies. Néanmoins, la propagation de l'onde de choc est accompagnée d'ondes sphériques complexes qui doivent impérativement être considérées dans le cas de cibles épaisses. Ces ondes, présentées dans les parties I.3.1.3b et I.3.2.2b, sont constituées d'une composante de détente qui se déplace vers le centre de l'échantillon et une composante de choc, orientée vers l'extérieur. Lorsque l'onde s'est propagée, à 300 ns, les effets de bord induits par ces ondes sont visibles sur les cartographies de la Figure IV.37. Pour chaque choix de diamètre, les ondes de détente sphériques entraînent une réduction du rayon de choc au bord du front qui est complété par une portion courbe.

D'autre part, pour les rayons inférieurs au rayon de choc, des zones de détente sont visibles (en noir) et peuvent conduire à une poche de traction dès la première traversée de l'onde de choc. Les valeurs et les localisations des contraintes maximales de traction dépendent de la propagation de ces ondes sphériques et du rapport géométrique R_g défini dans la partie I.3.1.3b. Pour un diamètre de choc de 3 mm ($R_g = 0,72$), la zone de détente est située au centre et la superposition des ondes conduit à une poche de traction 2D axiale (cf. Figure I.29). La détente est délocalisée en périphérie du front d'onde pour les diamètres 6 mm ($R_g = 0,36$) et 10 mm ($R_g = 0,22$). Dans les trois cas, la superposition des ondes de détente en provenance des deux bords et celle issue de l'onde incidente se traduit alors par une amplification locale de la contrainte de traction qui sera étudiée dans les parties suivantes. Sur chaque cartographie, la croix rouge représente le lieu de pression maximale dans le système. Elle est accompagnée de la valeur calculée en GPa. Le choix d'un profil spatial top-hat conduit à une valeur maximale centrée identique quel que soit le diamètre. On note une diminution de cette valeur de 0,01 GPa entre les deux instants ce qui indique que, pour une pression de 0,5 GPa, l'amortissement dans le Ti6Al4V est relativement faible.

Lorsque la pression est modélisée avec des profils couronnes, les ondes sphériques latérales conduisent aux mêmes effets de bord. Sur les cartographies de la Figure IV.38, les fronts d'onde sont réduits par les ondes de détente, et courbés suivant les ondes de chocs latérales. Une zone de détente est observée au centre pour le diamètre 3 mm et en périphérie pour les diamètres 6 et 10 mm. Le choix du profil en couronne ne modifie donc pas les phénomènes de propagation propres aux essais sur cibles épaisses (effets de bord). On note cependant que les valeurs et localisation des pressions maximales sont différentes en lien direct avec la zone d'amplification du profil couronne (cf. Figure IV.12b). L'augmentation initiale de la pression est donc conduite jusqu'à l'interface après la propagation de l'onde de choc dans le système. Les maxima sont systématiquement plus élevés que pour le top-hat avec des résultats 1,15 et 1,45 fois plus grands respectivement pour les diamètres 3 et 6 mm. Ces rapports correspondent aux amplifications induites par les profils en couronne explicités dans la partie IV.1.2.2. D'autre part, on observe que l'amortissement qui accompagne la propagation dans la cible est légèrement plus élevé avec une diminution de 0,02 à 0,04 GPa. Néanmoins, la comparaison n'est pas forcément justifiée car les niveaux de pression induits par le profil en couronne sont plus élevés.

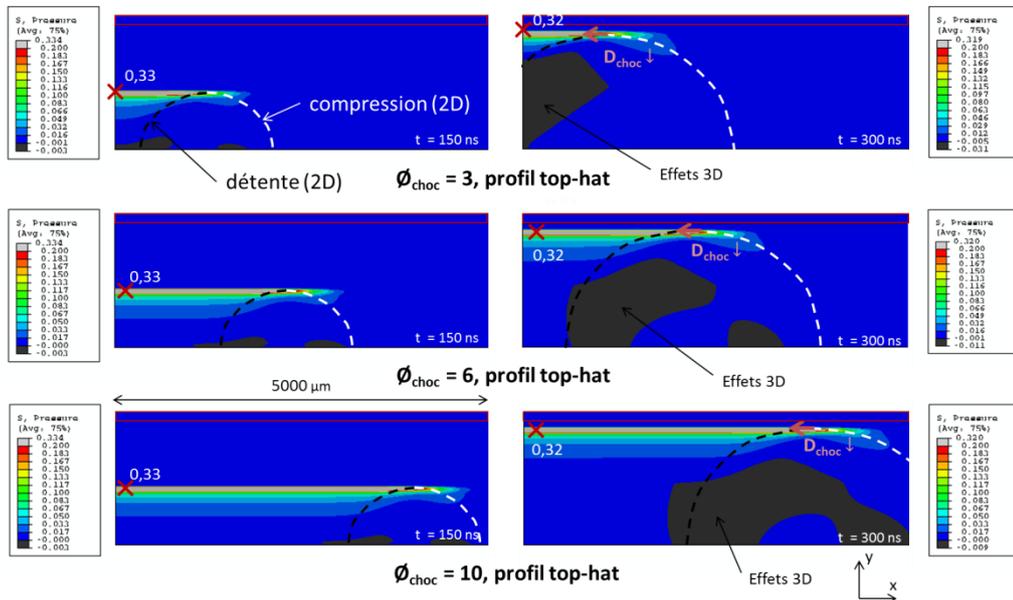


Figure IV.37 : Cartographies de pression à 150 ns et 300ns pour le profil top-hat pour les diamètres 3, 6 et 10 mm, $P_{max} = 0,5$ GPa, Ti6Al4V 2mm HAP 150 μ m

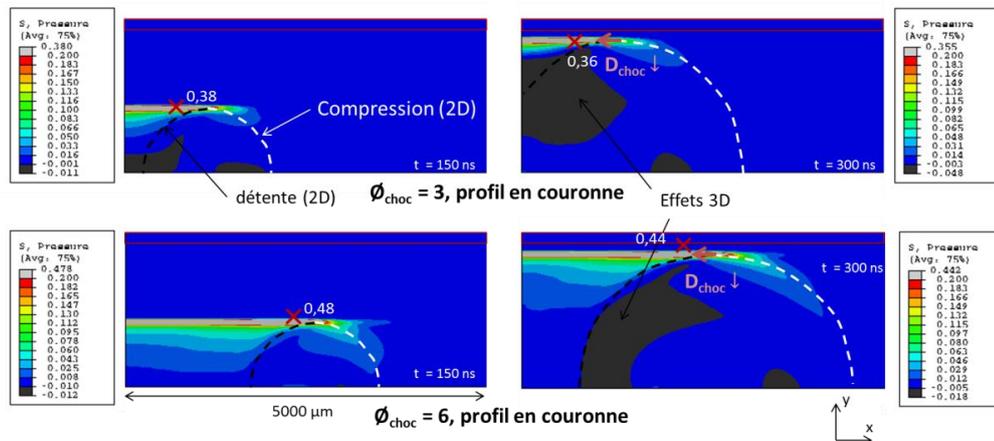


Figure IV.38 : Cartographies de pression à 150 ns et 300ns pour le profil couronne, \varnothing_{choc} 3, 6 mm, $P_{max}=0,5$ GPa, Ti6Al4V 2mm HAP 150 μ m

Des campagnes similaires ont été menées pour des substrats Ti6Al4V de 3 mm d'épaisseur avec des observations et conclusions similaires. L'ensemble des cartographies est disponible dans l'annexe C.

b) Localisation de la traction maximale lors du passage de l'interface

La propagation des ondes de choc et de détente dans le système conduit le plus souvent à une sollicitation de l'interface en traction. Une analyse similaire peut donc être menée pour comprendre l'influence du diamètre de choc sur les valeurs maximales et les positions des contraintes maximales à l'interface. Les Figure IV.39 et Figure IV.40 présentent des cartographies numériques de systèmes Ti6Al4V 2 mm et HAP 150 µm qui mettent en avant les valeurs de contrainte de traction σ_{22} en fonction du diamètre de choc. L'instant a été sélectionné pour correspondre au retour de l'onde de détente incidente à l'interface du système. Il a été vérifié, pour ces simulations, que la contrainte mentionnée sur les figures est la valeur maximum observée dans le système. Avec un profil spatial top-hat (Figure IV.39), le diamètre de choc 3 mm conduit à un niveau maximal de traction au centre de l'échantillon. Lorsque le diamètre augmente, le maximum est déplacé dans la largeur du front d'onde. Pour 6 mm, la contrainte maximale est située à 1,5 mm de l'axe, environ à la moitié du rayon de choc et à 4 mm pour le plus grand diamètre de choc. Si on suppose que la rupture est fragile et adhésive, l'endommagement de l'interface débiterait donc en périphérie pour un essai avec un diamètre de choc grand. La plus grande valeur est obtenue avec le diamètre 3 mm (0,291 GPa) par rapport aux valeurs des diamètres 6 mm (0,284 GPa) et 10 mm (0,283 GPa). Ces modélisations rendent compte de l'augmentation de la contrainte au centre par l'ajout de la contribution de la traction 2D axiale.

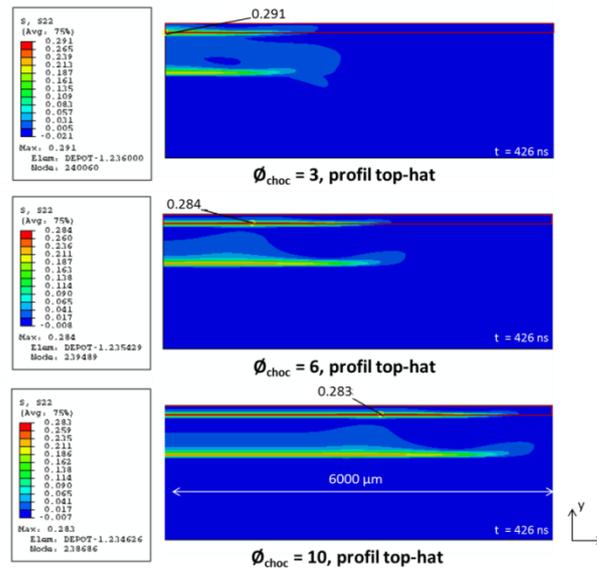


Figure IV.39 : Cartographies σ_{22} : top-hat, ϕ_{choc} 3, 6 et 10 mm, $P_{max} = 0,5$ GPa Ti6Al4V 2mm HAP 150 µm
 Lorsque le profil en couronne est choisi pour la modélisation (Figure IV.40), les valeurs et les positions des maxima de contrainte sont modifiées. Les positions sont systématiquement déplacées vers la périphérie du front d'onde. La pression est amplifiée puis atténuée en périphérie dès le moment initial de l'onde avec un profil plan au centre et une pression inférieure à ce maximum. Les effets de surintensités locales s'apparentent aux effets latéraux inhérents à la forte discontinuité au bord de la zone illuminée. Ils s'additionnent et, dans les cas des diamètres de choc et des épaisseurs de cible étudiées, la contrainte maximale locale est toujours située en périphérie. Pour le diamètre 3 mm, le maximum de traction est localisé au tiers du rayon de choc tandis qu'avec un diamètre 6 mm, il est situé au deux-tiers. Les valeurs maximales calculées pour les diamètres de choc 3 mm et 6 mm sont respectivement 1,07 et 1,29 fois plus élevées que pour des profils top-hat. Les rapports de valeurs de contrainte sont moins élevés que les écarts de pressions initiales mais un profil comportant une

surintensité en périphérie conduit bien à une augmentation locale de la contrainte qui s'ajoute aux effets de bord pour en accroître l'intensité.

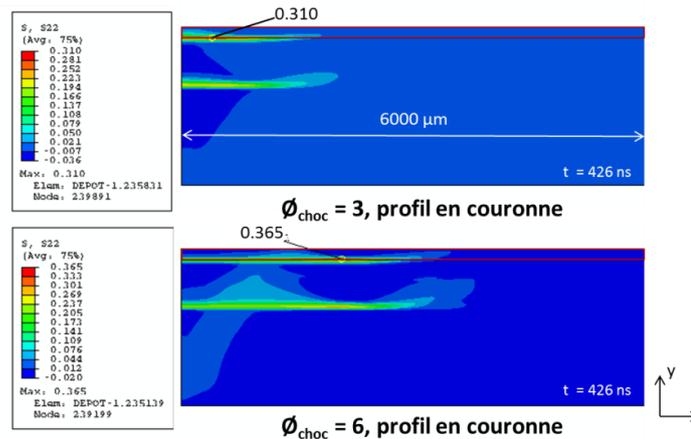


Figure IV.40 : Cartographies σ_{22} : couronne, $\varnothing_{\text{choc}}$ 3 et 6 mm, $P_{\text{max}} = 0,5$ GPa, Ti6Al4V 2mm HAP 150 μm

IV.3.2 Profil radial de contrainte à l'interface

La mise en œuvre de l'essai LASAT nécessite une étude temporelle et spatiale des valeurs de contrainte à l'interface pour la description complète des fissures potentielles générées. Les profils de contraintes maximales de traction doivent donc être extraits de simulations bidimensionnelles représentatives des campagnes expérimentales du Chapitre V menées sur les différentes géométries d'échantillons disponibles. De cette manière, il est possible d'analyser l'impact des effets tridimensionnels dus au choix du diamètre de choc et du profil spatial de pression sur la contrainte subie à l'interface.

Pour un chargement de pression top-hat ($\lambda = 5$), la contrainte maximale est localisée au centre ou le long du rayon en fonction du diamètre de choc (voir Figure IV.39). Les effets tridimensionnels sont responsables de la délocalisation de ces maxima. Avec un profil couronne, la contrainte maximale locale est forcément toujours située en périphérie et conduit nécessairement à une valeur plus élevée à l'interface que le profil top-hat correspondant (voir Figure IV.40). Le facteur d'amplification locale (cf. Figure IV.12b) pour les deux types de profil et pour deux diamètres de choc différents est très important. Dès lors, la différence de contrainte maximale à l'interface extraite des calculs sera donc nécessairement prononcée. Cette approche numérique contribue aussi à l'analyse des effets de chargement locaux qui peuvent peut-être intervenir sur l'endommagement généré comme une fissure discontinue par exemple.

Dans le cadre de l'étude, **les deux types de profils top-hat et couronne sont systématiquement simulés** afin de comparer les contraintes maximales obtenus selon le rayon pour les différents diamètres de choc et pour les différentes épaisseurs.

IV.3.2.1 Etude spatiale et temporelle des profils de contrainte

Dans un premier temps, les profils de contraintes maximales de traction ont été extraits de modélisations pour des substrats Ti6Al4V de 2 mm et des dépôts HAP de 150 μm . Les influences du diamètre de choc et des épaisseurs (dépôts et substrats) sont respectivement discutés dans les parties IV.3.2.2 et IV.3.2.3. La Figure IV.41 présentent l'ensemble des profils obtenus avec des pressions initiales comprises en 0,1 et 1,0 GPa pour un profil top-hat (a) et couronne (b) et les trois diamètres de l'étude (3, 6 et 10 mm). Les valeurs qui forment les profils radiaux correspondent au maximum de contrainte en traction de chaque élément à l'interface sans discrétisation temporelle. Les données ont été extraites dans la ligne d'élément du dépôt et sont identiques à la ligne du substrat de l'autre côté de

l'interface. Comme mentionné dans la partie précédente, la pression initiale plus importante pour le profil en couronne conduit à des valeurs de contraintes maximales plus élevées quel que soit le cas.

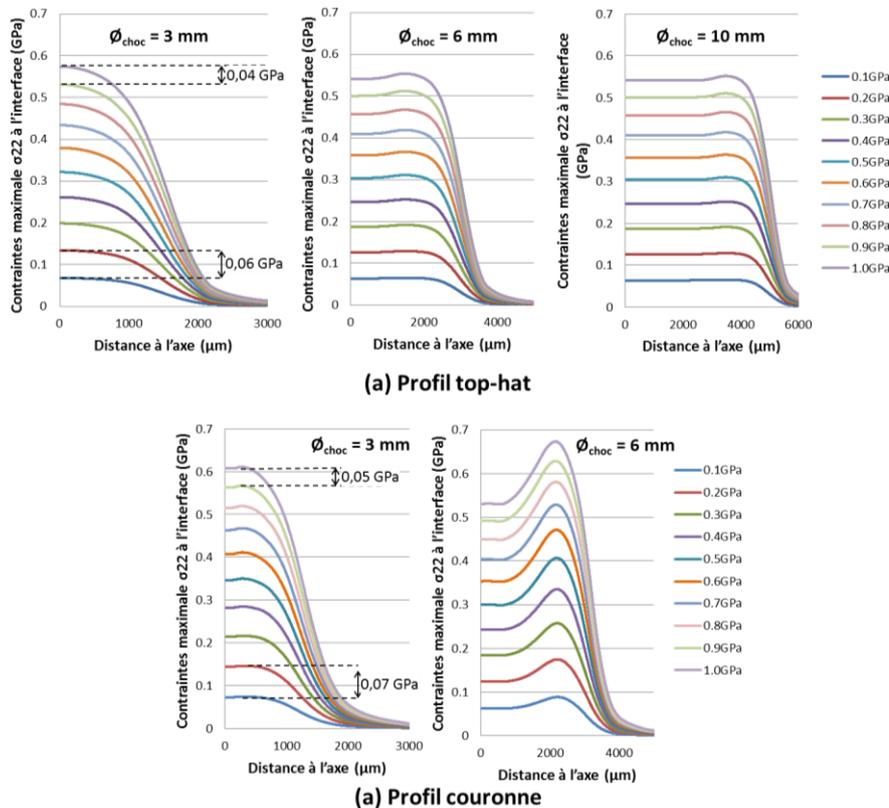


Figure IV.41 : Profils radiaux de contrainte maximale de traction σ_{22} à l'interface, $P_{MAX} = [0,1-1,0 \text{ GPa}]$, (a) profil top-hat (\varnothing_{choc} 3, 6 et 10 mm) et (b) profil couronne (\varnothing_{choc} 3 et 6 mm), HAP 150 μm , Ti6Al4V 2mm

Le choix d'un diamètre de choc de 3 mm top-hat conduit à un profil de contrainte monotone d'allure gaussienne ou pseudo gaussienne dans le cas couronne. Comme on peut l'observer sur les cartographies, le maximum est situé au centre de l'échantillon. Les profils obtenus pour des diamètres 6 et 10 mm avec un profil top-hat sont constitués d'un plateau central et de valeurs supérieures en périphérie. Ces maxima locaux sont dus aux effets de bord associés à ces grands diamètres. On observe que le rayon du plateau central diminue lorsque la pression initiale augmente. De plus, la pression croissante conduit à une hausse de l'écart entre la valeur du plateau et le maximum de contrainte en périphérie. Les mêmes tendances sont observées pour les profils de contraintes obtenus pour les diamètres de choc (\varnothing_{choc} 3 et 6 mm) en couronne mais avec des valeurs plus élevées et un écart entre le maximum et le plateau plus important. Ces formes de profils sont expliquées par l'amplitude du profil en couronne du diamètre 6 mm qui amplifie fortement les différences entre la valeur centrale et maximale (en périphérie).

Quel que soit le diamètre ou le profil spatial initial, l'augmentation du maximum de contrainte inhérent à une pression initiale plus élevée dépend du niveau de cette dernière. Entre 0,1 et 0,2 GPa, la contrainte maximale augmente de 0,06-0,07 GPa alors qu'entre 0,9 et 1 GPa elle n'augmente que de 0,04 GPa. D'autre part, on note que les rayons couverts par les profils de contraintes augmentent à mesure que la pression initiale augmente. Ce résultat conforte la possibilité de construire des courbes LASAT avec des rayons de fissure qui augmente avec la densité de puissance.

Pour la suite de l'étude des profils de contrainte, il est important de définir les hypothèses concernant le maximum de contrainte qui, en lien avec le seuil de rupture, conditionne la fissuration supposée. Le protocole du seuil LASAT requiert un étalonnage du maximum de contrainte à l'interface en fonction

de la densité de puissance du choc. La Figure IV.42 présente des exemples représentatifs de profils radiaux de contrainte pour une valeur de pression initiale de 0,5 GPa appliquée aux différents cas de l'étude. Lorsque le profil est gaussien, pour $\varnothing_{\text{choc}} = 3$ mm top-hat, la valeur maximale est située au centre et un rayon unique et associée à chaque contrainte. Lorsque des valeurs plus importantes sont obtenues en périphérie, avec $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ et 10 mm et $\varnothing_{\text{choc}} = 3$ mm couronne, le maximum est décentré et le profil en forme de bosse conduit à deux valeurs de rayon pour un certain domaine de contraintes comme le présente l'exemple de la Figure IV.42b. On émet l'hypothèse que le maximum de contrainte en traction correspond à la valeur maximale du profil et n'est pas au centre du choc laser.

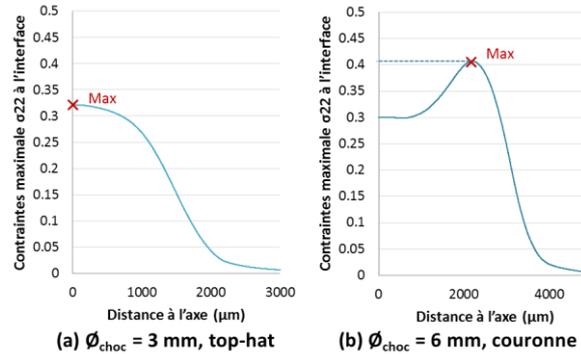


Figure IV.42 : Exemple de profils radiaux de contrainte traction σ_{22} à l'interface pour la sélection du max, $P_{\text{MAX}} = 0,5$ GPa, (a) profil top-hat $\varnothing_{\text{choc}} 3$ mm et (b) profil couronne $\varnothing_{\text{choc}} 6$ mm

D'autre part, si l'on collecte l'instant du chargement en contrainte en chaque point de l'interface, on vérifie que chaque maximum isolé pour le tracé correspond au même temps de la simulation (Figure IV.43). Chaque profil de traction ainsi calculé pour les différentes configurations de choc correspond donc à un chargement synchrone (à 1 ns près) pour lequel les contraintes sont bien maximales à l'interface.

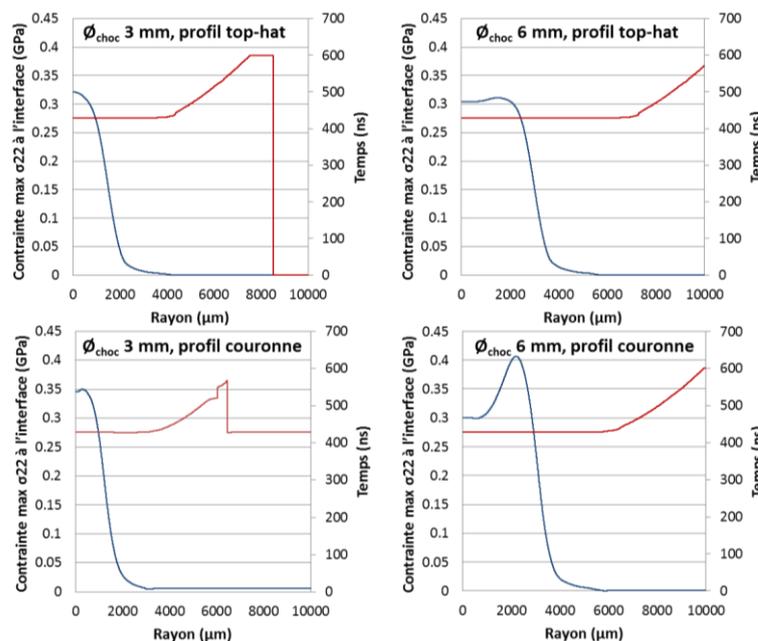


Figure IV.43 : Temporalités des contraintes de traction maximales à l'interface pour les deux diamètres 3 et 6 mm et pour les deux profils spatiaux (HAP 150 μm , Ti6Al4V 2 mm), $P = 0,5$ GPa

IV.3.2.2 Influence du diamètre de choc sur les valeurs et position des maxima de contrainte

Le diamètre de choc est un paramètre primordial de l'essai de choc laser. Il conditionne la taille de la surface sollicitée, le nombre de tirs disponibles sur un même échantillon mais surtout le

comportement spatial des ondes menant à différentes configurations d'atténuation ou d'amplification. Dans notre cas on s'intéresse surtout à la résultante de ces phénomènes en termes de contraintes à l'interface. Dans ces travaux on considère également la possibilité d'un chargement en couronne mais dont on a constaté que la forme et l'amplification annulaire dépend du diamètre de choc étudié (voir Figure IV.12b). Elle est beaucoup plus prononcée pour le diamètre de choc 6 mm par rapport à 3 mm. C'est pour cela que nous n'avons pas souhaité établir de profil couronne normalisé au regard des différences expérimentales observées et l'originalité du scénario numérique investigué à partir de ces profils. Des exemples représentatifs de simulation des profils radiaux de contrainte radiale pour trois diamètres de choc (3, 6 et 10 mm) et deux types de profil de chargement (top-hat ou couronne) sont montrés dans la Figure IV.44. Si on examine l'évolution de la contrainte maximale selon le rayon, un seul cas fait état d'une évolution monotone d'allure gaussienne avec un maximum au centre de la zone choquée ($\varnothing_{\text{choc}} = 3 \text{ mm}$, top-hat). Tous les autres cas font apparaître un plateau et un maximum local en périphérie. Dans le cas du profil top-hat, les maxima calculés sont inversement proportionnels à l'évolution des diamètres de choc. Cependant, les deux grands diamètres conduisent à des valeurs proches (à 0,001 GPa près) et conditionnent surtout leurs positions. Le choix d'un profil en couronne conduit nécessairement à une contrainte maximale supérieure dans le cas d'un diamètre 6 mm car l'amplification annulaire est plus marquée. Dans l'exemple de la Figure IV.44, l'écart entre les deux maxima est de 0,06 GPa. Ainsi dans le cas d'une hypothèse top-hat, la méthode LASAT de recherche du seuil menée avec un diamètre de 3 mm conduira à une valeur expérimentale en GW/cm^2 moins élevée que pour des diamètres de choc plus grands. Au contraire, avec une hypothèse de profil en couronne, le choix d'un diamètre de 6 mm conduira à un seuil plus bas qu'avec un diamètre de choc de 3 mm.

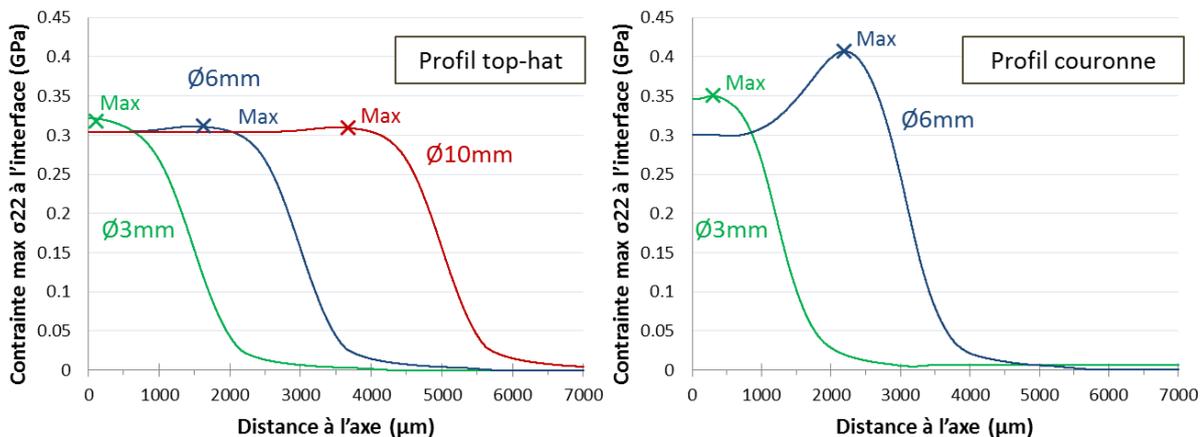


Figure IV.44 : Contraintes de traction maximales σ_{22} à l'interface pour les trois diamètres (3, 6 et 10 mm) et pour les deux profils spatiaux, HAP 150 μm , Ti6Al4V 2 mm, P = 0,4 GPa

IV.3.2.3 Influence des épaisseurs de céramique et de substrat

Après le diamètre, l'autre paramètre primordial dans la conduite des effets tridimensionnels est l'épaisseur de cible. Plus elle est grande, plus les ondes sphériques latérales ont le temps de se propager jusqu'à l'interface et la surface libre. Dans le cas de systèmes revêtus, les dimensions du dépôt et du substrat sont à considérer pour comprendre l'influence de chacun sur le profil de contraintes maximales à l'interface. Ainsi, cette partie présente les profils calculés pour des modélisations de dimensions différentes afin d'étudier l'influence des épaisseurs de Ti6Al4V et de HAP selon le profil spatial utilisé (top-hat ou couronne).

a) Epaisseur du substrat

La comparaison des mesures de vitesse effectuées sur les cibles 2 et 3 mm de Ti6Al4V ont révélé un amortissement de l'onde dans l'alliage. Cependant, les cartographies de la partie IV.3.1.3a, ont mis en évidence une faible diminution de la pression induite par l'onde juste avant la traversée de l'interface.

Dans la continuité de l'étude, la Figure IV.45 présente les maxima de contrainte de traction selon le rayon pour des systèmes constitués d'un dépôt HAP 150 μm et d'un substrat Ti6Al4V de 2 ou 3 mm. Le diamètre de choc sélectionné (6 mm) est modélisé par les deux profils spatiaux.

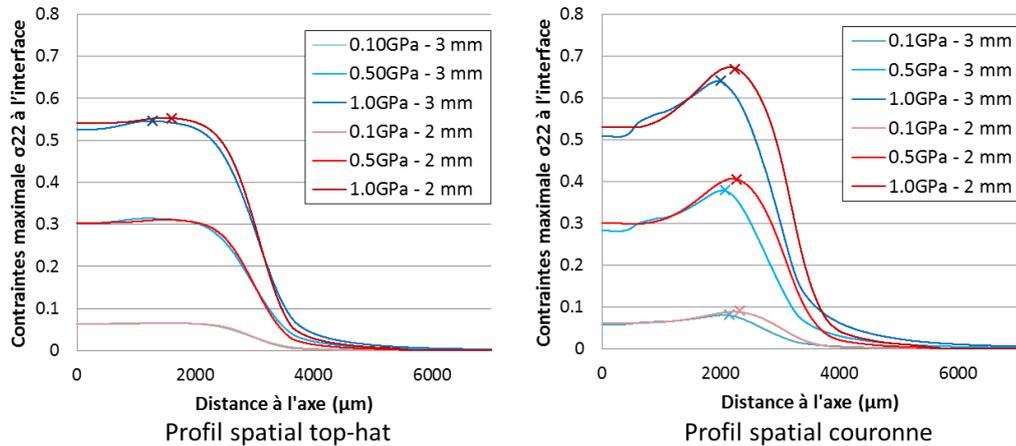


Figure IV.45 : Exemple de profils radiaux de contrainte σ_{22} à l'interface : HAP 150 μm , chargement top-hat et couronne, Ti6Al4V 2 et 3 mm, $\varnothing_{\text{choc}}$ 6 mm, P_{max} 0,1 ; 0,5 et 1,0 GPa

Les modélisations de 0,1 et 0,5 GPa, calculées avec un profil top-hat, présentent des profils de contraintes similaires. Au contraire, lorsque la pression initiale est fixée à 1 GPa, la valeur maximale du système 3 mm est légèrement inférieure et plus proche de l'axe. Avec un profil en couronne, les contraintes calculées pour un substrat 2 mm sont systématiquement supérieures. De plus, l'écart entre les valeurs maximales des substrats 2 et 3 mm augmente à mesure que la pression initiale est élevée. L'amortissement de la contrainte par l'augmentation de l'épaisseur dépend donc de la gamme de pression engendrée par l'onde de choc et du choix de profil spatial. Enfin, on note que la position des maxima de contrainte se rapproche du centre lorsque la pression initiale augmente. En effet, l'augmentation de l'épaisseur de cible permet aux ondes sphériques de détente de diminuer davantage la taille du front d'onde et donc le rayon de sollicitation de la contrainte induite. Les résultats sont similaires pour le diamètre 3 mm en top-hat et couronne et avec le 10 mm top-hat.

b) Epaisseur de la céramique

Les mesures de vitesse face métal pour un choc face céramique ont mis en évidence une atténuation importante de la vitesse après le passage dans la céramique (cf. § IV.2.2.2). Cette atténuation est bien reproduite par le choix des données hydrodynamiques de ce matériau. Toutefois, notons que la superposition des simulations numériques et des signaux VISAR enregistrés a été vérifiée pour des densités de puissance élevées (Figure IV.31). Si la vitesse est atténuée, les valeurs de contraintes maximales à l'interface doivent a priori être différentes selon les épaisseurs de céramique. Cette hypothèse doit être vérifiée pour les gammes de densité de puissance d'intérêt pour l'essai LASAT, i.e. inférieures à 1 GPa. La Figure IV.46 présente le profil des contraintes calculées selon le rayon pour les deux types de profils ($\varnothing_{\text{choc}}$ 3mm) et les deux épaisseurs de céramique pour des pressions initiales de 0,5 ; 1 et 2 GPa. Les profils top-hat et en couronne conduisent à des conclusions différentes quant à l'influence de l'épaisseur dépôt. Pour un profil top-hat, la contrainte est maximale lorsque le dépôt est épais ($\sigma_{\text{max}}^{150} = 0,32 \text{ GPa}$ et $\sigma_{\text{max}}^{60} = 0,31 \text{ GPa}$) alors que c'est le dépôt fin pour le profil couronne ($\sigma_{\text{max}}^{150} = 0,35 \text{ GPa}$ et $\sigma_{\text{max}}^{60} = 0,36 \text{ GPa}$). Lorsque la pression initiale augmente (1 et 2 GPa), l'écart entre les valeurs maximales des deux épaisseurs de dépôt est amplifié et le rapport entre 60 et 150 μm est inversé pour le profil top-hat. L'influence de l'épaisseur de dépôt sur la contrainte maximale dépend donc de la gamme de pression de l'onde de choc et sera mise en évidence par les abaques de la partie IV.3.3.2. D'autre part, la position de ces valeurs maximales locales dépend de l'épaisseur de céramique (voir les croix sur la Figure IV.46). Pour un dépôt fin, le maximum est atteint en périphérie

alors qu'il est plus proche du centre ou sur l'axe pour un dépôt épais. Des résultats similaires ont été observés pour les deux autres diamètres de choc et pour des cibles de 3 mm d'épaisseur.

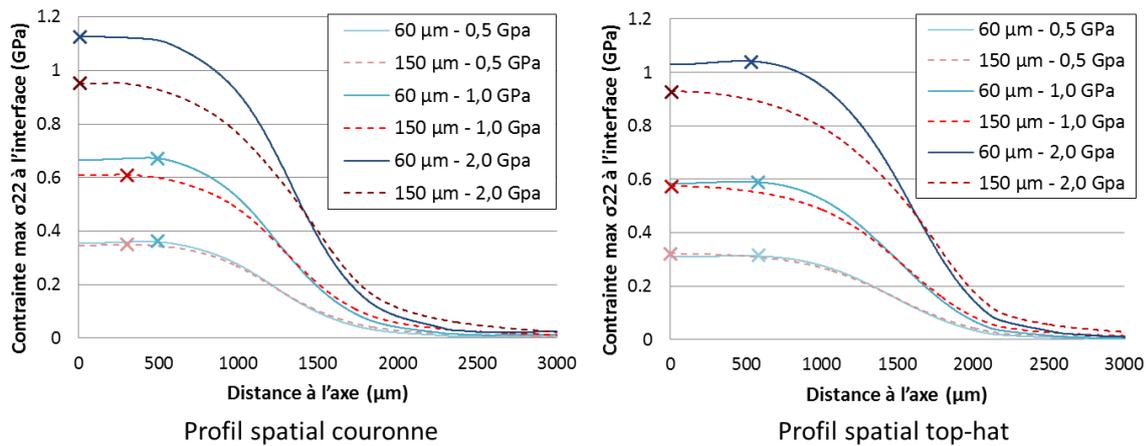


Figure IV.46 : Exemple de profils radiaux de contrainte σ_{22} à l'interface : HAP 60 et 150 μm , chargement top-hat et couronne (Ti6Al4V 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}}$ 3mm, P_{max} 0,5 ; 1,0 et 2,0 GPa)

IV.3.3 Simulation de l'essai LASAT et création d'abaques numériques

Les profils de contraintes maximales ont permis d'étudier les influences des conditions d'essai (diamètres 3, 6 ou 10 mm) et des dimensions du système (épaisseurs de dépôt et de substrat) sur les valeurs maximales et leur position dans la largeur. Bien que la modélisation numérique n'inclue pas de propriétés d'interface pour simuler l'amorçage ou la propagation d'une fissure, les profils de contraintes permettent d'étudier le seuil de rupture du système revêtu selon les configurations. La méthode présentée dans cette partie permet la création d'abaques numériques utiles à la conduite de l'essai LASAT pour la recherche d'un seuil ou la détermination de la courbe LASAT.

IV.3.3.1 Détermination d'un seuil de rupture : principe, hypothèses et méthodes envisagées

Le seuil de rupture est défini dans cette étude comme la valeur de contrainte minimale pour laquelle l'interface cède et une fissure est observée à l'interface. L'amorce de la fissure à l'interface est initiée par la sollicitation des défauts déjà présents à l'interface (cf. §III.1.2.1) et la propagation est supposée instantanée. La rupture est donc considérée comme systématiquement fragile et adhésive.

Le modèle d'endommagement privilégié est un critère de « Cut-off » sans simulation de la fissuration. Numériquement, un critère de type « Cut-Off » permet de travailler avec un seuil de rupture et donc de considérer que si une pression d'entrée conduit à une contrainte maximale supérieure à celui-ci, l'interface cède. Ce critère permet d'extraire un rayon limite de fissuration R_{fiss} tels que les rayons inférieurs correspondent à une décohésion. La Figure IV.47 présente deux exemples de détermination de R_{fiss} à partir du profil de contrainte maximal et du seuil de rupture pour un profil gaussien. Si le seuil de rupture est inférieur à la contrainte maximale (cas A), le rayon de fissure peut être extrait. On note que si le seuil croît, le rayon de fissure diminue. Dans le cas où la contrainte maximale est proche de la valeur seuil (cas B), la fissure peut être difficile à détecter (rayon proche de zéro) ou ne pas exister.

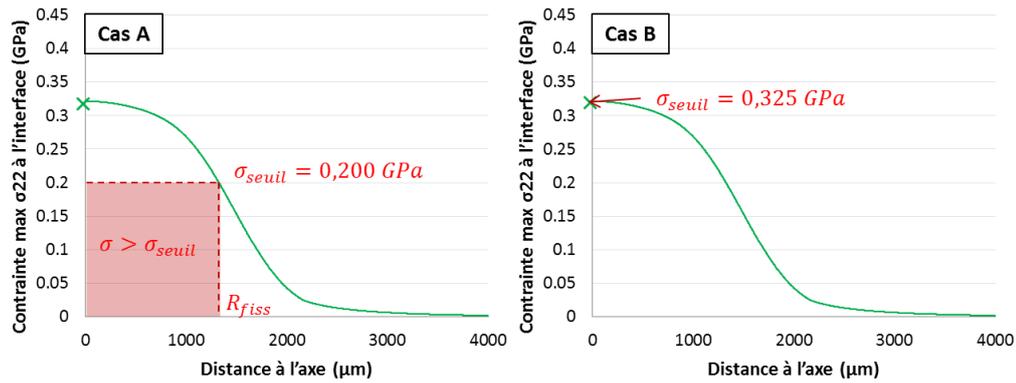


Figure IV.47 : Extraction du rayon de fissure par une contrainte seuil à partir de profils gaussiens (HAP 150μm, chargement couronne, Ti6Al4V 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}}$ 3, P_{max} 0,5 GPa)

La Figure IV.48 présente les différents cas possible d'extraction de rayon de fissure pour les profils fortement influencés par les effets tridimensionnels. Lorsque le seuil est inférieur à la valeur du plateau central, un unique rayon de fissure est extrait du profil (cas 1). Avec un maximum local en périphérie, si le seuil de rupture compris entre les valeurs maximale et centrale, deux rayons limites sont extraits (cas 2). La fissure induite serait donc discontinue avec une décohésion en périphérie et une zone centrale adhérente. Lorsque la contrainte maximale est proche de la valeur seuil (cas 3), la fissuration, si elle existe, est contrainte par un rayon minimal. D'un point de vue expérimental, l'utilisation de grands diamètres (6 et 10 mm) permettrait d'identifier plus facilement le seuil qui mènerait à une taille de fissure minimale assez grande. L'opération d'extraction des rayons de fissure peut être reproduite avec l'ensemble des profils calculés pour diverses valeurs de pression initiale de façon à construire une courbe LASAT numérique comme schématisé en Figure I.48. Cette méthode est présentée dans la partie IV.3.3.3 pour la création d'abaques numériques de courbes LASAT.

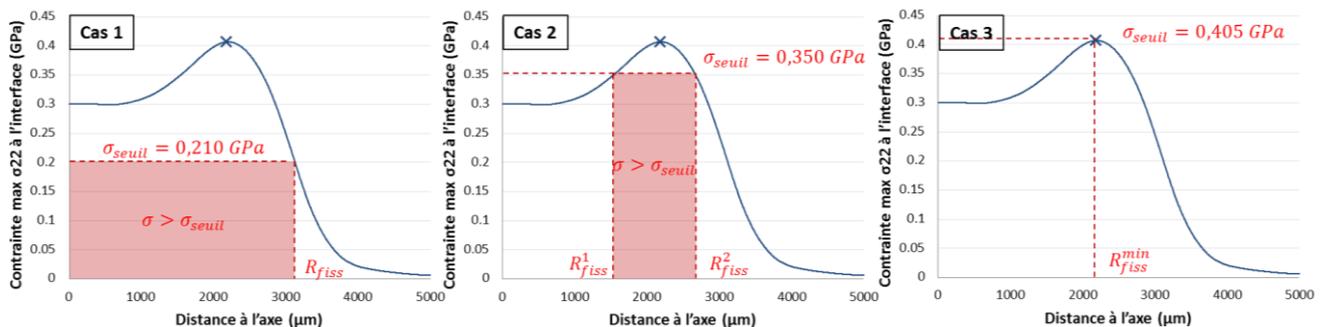


Figure IV.48 : Extraction du rayon de fissure par une contrainte seuil à partir de profils non gaussiens (HAP 150μm, chargement couronne, Ti6Al4V 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}}$ 3, P_{max} 0,5 GPa)

IV.3.3.2 Seuil de rupture selon la méthode du seuil

La méthode du seuil est une approche conventionnelle de l'essai LASAT qui se fonde sur la mesure de l'énergie maximale pour lequel le dépôt résiste (aucune décohésion) et celle nécessaire (minimale) pour provoquer la première délamination (cf. §I.4.1.2). Cela peut se traduire par un encadrement entre ces deux valeurs, chacune d'entre-elles pouvant être reliées à un niveau de contrainte maximale subi à l'interface. Pour rappel, les maxima de chaque profil sont sélectionnés sans distinguer leur position (Figure IV.42). Ces deux niveaux de contrainte constituent ainsi un intervalle qui inclut le seuil de rupture. A l'aide de l'étalonnage de la partie IV.1.2.3, un choc laser de densité de puissance connue peut être associé à un profil de contrainte à l'interface. Dès lors, la méthode LASAT de recherche de seuil permet d'extraire les valeurs de contraintes maximales à l'interface pour les densités de puissance encadrant le seuil. A partir des simulations numériques 2D des différents cas étudiés, des abaques sont ainsi construits de façon à relier les intensités laser (GW/cm^2) à la valeur maximale de

contrainte en traction calculées à l'interface (GPa) et de s'y référer lors des campagnes expérimentales. Les abaques sont présentés en Figure IV.49 pour les deux épaisseurs de dépôts, un substrat de 2 mm, les deux profils spatiaux et les deux diamètres 3 et 6 mm.

Les valeurs de contraintes sont toujours supérieures pour le profil couronne ce qui est bien en accord avec les observations des courbes radiales de la partie précédente (voir Figure IV.44). On note que la différence entre les deux épaisseurs de dépôt n'est pas très marquée mais s'accroît avec la croissance des densités de puissance. Les signaux de vitesse avaient montré un amortissement important de la céramique (voir Tableau IV.8) mais les chocs laser avaient été effectués pour des densités de puissance élevée (entre 1 et 5 GW/cm²). Ces résultats indiquent, comme les profils de la Figure IV.46, que l'influence de l'épaisseur de céramique sur les valeurs de contrainte à l'interface est très modérée dans les modélisations numériques pour des pressions inférieures à 1 GPa. Ces modélisations seront utilisées afin d'extraire des valeurs de contrainte pour analyser les essais LASAT sur les nuances N1 et N2 selon cette méthode du seuil dans le chapitre suivant (cf. partie V.3.2.1).

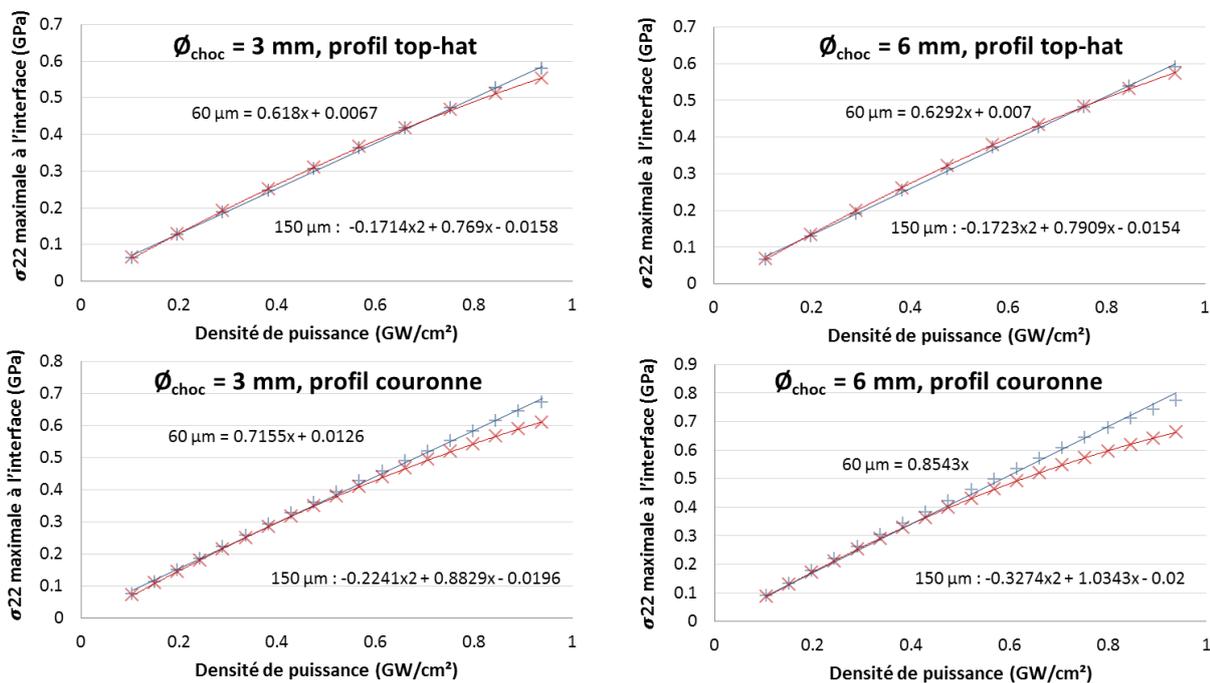


Figure IV.49 : Abaques présentant la contrainte maximale à l'interface (GPa) en fonction de la densité de puissance (GW/cm²), HAP 60 et 150 μm, profils top-hat et couronne

IV.3.3.3 Seuil de rupture selon la méthode des courbes LASAT

La méthode LASAT 2D est une approche originale de l'essai de choc laser qui est fondée sur la mesure de la taille de fissure et le tracé de son évolution en fonction de l'énergie laser. Les diamètres de fissures forment la courbe expérimentale LASAT. On émet l'hypothèse que le diamètre d'une fissure dépend directement du niveau d'adhérence du système comme discuté en partie I.4.1.2c. Selon cette méthodologie, la modélisation permet de générer des courbes LASAT numériques paramétrées selon le seuil de rupture recherché en transposant les diamètres de fissures obtenus pour différentes pressions initiales. Les abaques de courbes ainsi créés servent de référence pour les mesures de diamètre de fissure issues des essais LASAT. La superposition des résultats expérimentaux permet donc d'associer les conditions d'essai (densité de puissance-diamètre de fissure) à un seuil de rupture.

La Figure IV.50 présente des abaques numériques pour le système HAP 150 μm et Ti6Al4V 2 mm choqués avec les diamètres 3, 6 et 10 mm et modélisés avec les deux types de profils. Les observations et conclusions présentées ici sont applicables aux autres configurations. Les courbes sont extraites pour des seuils de rupture compris entre 0,025 et 0,600 GPa par une méthode de contour et les

échelles ont été adaptées dans un souci de lisibilité. Le seuil de rupture associé à chaque courbe est inscrit dans le tracé. Evidemment, l'augmentation du diamètre de choc conduit à des rayons de fissure plus grands et on note que le profil de contrainte conditionne la forme de la courbe LASAT numérique. Pour un diamètre de choc 3 mm modélisé avec un profil top-hat, la courbe est monotone et bijective : une seule valeur de rayon de fissure est associée à une densité de puissance donnée. Cette propriété est issue de la forme gaussienne du profil de contrainte maximale à l'interface (Figure IV.47, cas A). Les diamètres de choc 6 et 10 mm présentent les mêmes types d'abaques pour des seuils de rupture inférieurs à 0,200 GPa. Puis, lorsque ce dernier augmente, la portion initiale des courbes n'est plus bijective avec deux valeurs de rayons possibles pour une densité de puissance donnée. Les effets tridimensionnels induisent des maxima locaux dans les profils de contrainte des grands diamètres qui conduisent à ces formes de courbes. En effet, pour un seuil de rupture, certaines pressions initiales, proches du seuil, conduisent à deux rayons de fissure comme présenté dans le cas 2 de la Figure IV.48. La modélisation d'un diamètre de choc de 3 mm par un profil en couronne conduit aux mêmes résultats. Dans le cas du diamètre 6 mm, la couronne étant très amplifiée dès la pression initiale, les courbes LASAT sont affectées dès les faibles valeurs de seuils de rupture. Selon ces abaques, la fissuration à l'interface pourrait donc être annulaire comme observé sur certaines vues en coupe (voir Figure III.30). Ces observations tendent à confirmer une rupture instantanée de l'interface. De plus, les fissurations inhomogènes des Figure III.27 (diamètre 6 mm) et Figure III.28 (diamètre 10 mm) semblent aussi indiquer une forte sensibilité aux contraintes à l'échelle locale. On peut alors s'attendre à des effets tranchés sur les seuils de rupture expérimentaux du Chapitre V qui pourront peut-être corroborer les hypothèses de calcul pour créer des abaques numériques au plus près de la réalité du chargement mécanique du laser et des essais LASAT menés.

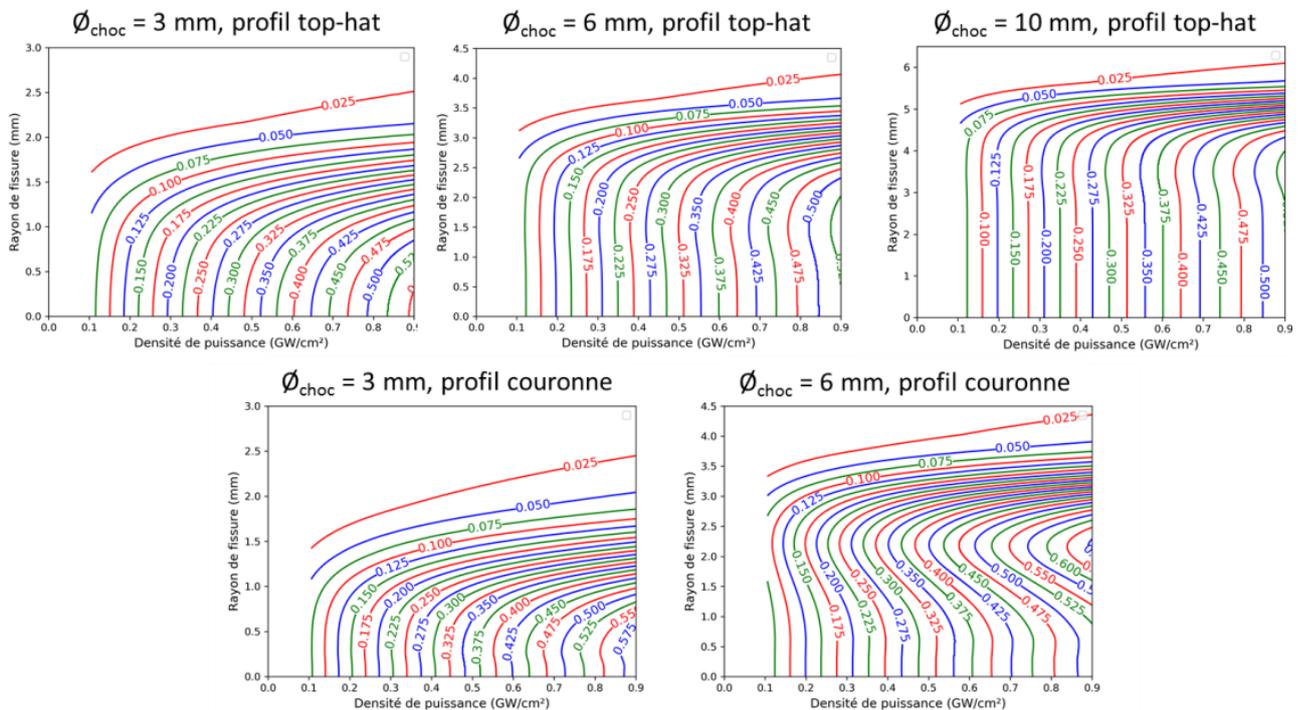


Figure IV.50 : Abaques des courbes LASAT pour des systèmes HAP 150 μm Ti6Al4V 2 mm

Conclusions du chapitre

La construction d'un modèle de propagation des ondes de choc d'un système Ti6Al4V/HAP-APS a été faite en s'appuyant sur des mesures expérimentales de vitesse de surface libre. Dans un premier temps, ces données ont permis d'étalonner le chargement initial et de choisir des paramètres sur les matériaux réels pour le développement d'un calcul hydrodynamique dans un domaine de pression bas (inférieur à $1\text{GW}/\text{cm}^2$). Le pulse laser numérique du SAGA 330 utilisé dans les travaux a été vérifié sur feuillards d'aluminium et repris pour l'ensemble des modélisations. Ces mêmes feuillards ont servis à établir la relation entre la densité de flux surfacique expérimental (GW/cm^2) et la pression initiale numérique (GPa) ainsi qu'à étudier la taille du maillage dans le but de modéliser les systèmes en 2D. Des signaux de vitesse mesurés sur des cibles de Ti6Al4V épaisses de 2 et 3 mm ont permis de mesurer un amortissement modéré de la pression pour les densités de puissance laser d'intérêt. Ces cibles non revêtues ont été modélisées afin de valider les données matériaux de l'alliage de titane issues de la littérature. Le VISAR a enfin été appliqué aux systèmes revêtus afin d'étudier le comportement des ondes de choc dans la céramique. Les mesures de vitesse côté céramique ont permis de diagnostiquer les décohésions mais aussi de calculer les contraintes par une méthode directe malgré des signaux bruités. Dans notre étude, ces campagnes ont été complétées par des mesures de vitesse face métal afin d'augmenter la précision des mesures. Dès lors, l'atténuation de la pression par le passage dans l'hydroxyapatite ainsi que la vitesse de l'onde dans la céramique ont pu être évaluées grâce aux deux épaisseurs de dépôt. Les données matériaux de l'hydroxyapatite ont donc été estimées afin de modéliser un système APS simplifié.

D'autres campagnes VISAR pourraient être envisagées afin d'améliorer la précision des données matériaux du substrat et du dépôt et de vérifier leur validité pour d'autres conditions de choc (intensité, diamètre, pulse) et géométrie d'échantillon. De plus, une étude complémentaire incluant diverses céramiques biocompatibles permettrait de vérifier l'influence de la nature du HAP sur les données matériaux d'entrée du modèle pour reproduire fidèlement la propagation des ondes et les états de contrainte. Aussi, la modélisation de la céramique pourrait être complexifiée et s'affranchir de certaines hypothèses pour analyser leurs limites et domaine d'applicabilité (rugosité de surface, porosité, phases multiples, etc). Par exemple, compte tenu de la gamme de densité de puissance, une autre modélisation de la porosité pourrait aussi être envisagée comme le modèle P- α bien qu'aucune compaction évidente n'ait été observée. Plus simplement, l'inclusion d'un réseau de pores représentatif de la microstructure dans le maillage de la simulation permettrait d'étudier leur influence sur la propagation des ondes.

Des mesures de vitesse le long du rayon de choc sur des feuillards d'aluminium ont conduit à une hypothèse originale pour un profil spatial de pression d'entrée en couronne propre à chaque diamètre de focalisation étudié. Ce profil traduit des pressions localement plus élevées selon le rayon qui sont attribuées à des hétérogénéités d'énergie du faisceau laser. Il a été comparé au choix plus traditionnel d'un profil top-hat pour la modélisation de feuillard d'aluminium, de cibles Ti6Al4V épaisses et de systèmes revêtus. Les deux profils ont permis d'analyser précisément la signature des effets de bord sur les signaux de vitesse expérimentaux.

Les modélisations numériques des systèmes revêtus ont servi à étudier les réflexions des ondes de choc et de détente selon les configurations de tir (face métal ou céramique). Une attention particulière a été portée à l'influence des effets de bord selon les configurations d'essai (diamètre de choc) et d'épaisseur de cible. Ensuite, les profils des maxima de contrainte à l'interface ont été extraits pour chaque configuration dans le but d'analyser précisément l'influence des effets de bord sur la propagation des ondes de choc dans les systèmes. Majoritairement, les profils de contrainte à l'interface n'étaient pas de forme gaussienne mais présentaient un plateau central avec un maximum

local en périphérie. Le profil en couronne a amplifié le phénomène pour les deux diamètres de choc modélisés (3 et 6 mm) mais le top-hat a aussi conduit à des profils de contrainte annulaires pour les deux grands diamètres (6 et 10 mm). Le phénomène était davantage marqué pour des pressions initiales élevées mais n'était pas modifié par les changements d'épaisseurs. La délocalisation du maximum de contrainte en périphérie peut conduire à une sous-estimation du seuil d'adhérence par la méthode de mesure de vitesse directe par VISAR (Δu). En effet, si un choc laser entraîne un profil de contrainte avec des valeurs de 80 MPa au centre et 120 MPa en périphérie, une décohésion peut être générée au bord. Dès lors, si cette fissure se propage jusqu'au centre, la mesure de vitesse indiquera sa présence et la contrainte à rupture correspondra à la valeur centrale bien qu'elle soit inférieure au seuil. La méthode d'extraction des contraintes par modélisation numérique est plus lourde mais a servi à décrire notre système.

L'étude des contraintes σ_{22} à l'interface a permis la construction d'abaques pour les deux méthodes LASAT (seuil et courbes). Le premier type d'abaque est un étalonnage de la contrainte maximale à l'interface (GPa) en fonction de la densité de puissance laser initiale (GW/cm^2). Ces courbes seront utilisées lors des campagnes expérimentales pour convertir la puissance du choc laser en seuil de rupture pour le système dans la partie V.3.2.1. Le second format d'abaques est constitué de courbes LASAT numériques extraites à partir des profils de contraintes maximales pour différents seuils de rupture. Les profils comportant des amplifications annulaires ont conduit à des courbes non bijectives qui supposent une fissuration annulaire. De telles observations sont cohérentes avec les fissures annulaires décrites dans le Chapitre III. Cela indique que les systèmes N1 possèdent des interfaces sensibles aux effets locaux avec des ruptures fragiles instantanées. Ces abaques seront utilisés pour étudier les courbes LASAT expérimentales dans la partie V.3.2.2.

L'installation d'un homogénéisateur de faisceau aurait permis de s'affranchir des amplifications locales initiales qui augmentent les effets de bord et devrait être envisagé pour les futures études. Néanmoins, l'étude menée démontre l'importance d'une modélisation bidimensionnelle pour la prise en compte de ces effets qui influencent fortement le profil de contrainte à l'interface, les maxima et la fissuration. Les mêmes phénomènes pourraient être investigués pour des gammes de puissance supérieures afin de vérifier l'amplification des effets de bord ou, au contraire, une compensation par la pression centrale et une modification complète du profil à l'interface. De plus, la configuration de tir face céramique avec milieu ablateur devrait être modélisée en 2D afin d'étudier les effets induits dans des cibles épaisses et leur influence sur la propagation et les contraintes dans le système. Afin de compléter la modélisation du système revêtu il conviendrait d'intégrer un modèle d'endommagement pour simuler les fissurations potentielles de l'interface et de la céramique. De plus, une description complète de l'adhérence d'un dépôt nécessiterait une étude de l'énergie d'adhésion (G_c) et de la ténacité d'interface (K_{IC}) par une étude numérique et expérimentale dédiée. Pour cela, la simulation devrait inclure une modélisation spécifique de l'interface par des zones cohésives par exemple. La rugosité de l'interface pourrait aussi être incluse pour étudier son impact sur la conduite des ondes et sur les concentrations locales.

Chapitre

V

Essais d'adhérence conventionnels et développement du LASAT pour le revêtement HAP APS

Introduction

La mesure de l'adhérence des dépôts biomédicaux est une étape clé pour la validation d'un procédé de projection sur les prothèses orthopédiques. La méthode de mesure d'adhérence de ces dépôts pour systèmes biomédicaux est l'essai de traction par plots collés sur des échantillons dédiés. Il est soumis à une réglementation internationale spécifique pour ces dépôts (ISO 13779-4 2002). Malgré son utilisation fréquente, l'essai est sujet à des limitations quant à son applicabilité sur des dépôts fins ou concernant la sensibilité et la variabilité des résultats aux conditions de l'expérience. En effet, le collage du contre-plot sur l'éprouvette à tester est délicat car la colle peut parfois traverser le dépôt poreux, adhérer au substrat et fausser les résultats. La diversification des essais à proposer est un axe d'innovation nécessaire pour un laboratoire de certification comme le CRITT MDTs qui s'est penché, à travers ces travaux, sur des essais alternatifs qui pourraient compléter les mesures par plots collés.

Dans ce chapitre, les systèmes étudiés sont tous constitués des matériaux de référence à savoir l'hydroxyapatite APS projetée sur le substrat Ti6Al4V (nuance N1) avec des modifications d'interface par l'abaissement de la rugosité (nuance N2) ou encore par pré-oxydation du substrat (nuance N6) comme présentés en Chapitre III. L'objet de cet échantillonnage est de varier les caractéristiques morphologiques et physico/chimiques des substrats à revêtir pour faire varier l'adhérence du revêtement qui sera mesurée par différents essais. Cela permettra une approche comparative au moins qualitative lors du développement de l'essai LASAT malgré des conditions de sollicitations différentes qui limitent forcément les comparaisons. Cette approche est également motivée par la possibilité de remplacer l'essai de plot-collé par la méthode LASAT et constitue donc un premier jalon en ce sens. Une première campagne de mesure de l'adhérence par plots collés a donc été menée sur l'ensemble des systèmes APS de l'étude. L'essai sera appliqué aux systèmes de différentes épaisseurs (dépôt et substrat) pour déterminer leurs influences sur les résultats d'adhérence et identifier les limites. La volonté de caractériser l'interface des systèmes a conduit à des essais de traction sur plots collés pré-fissurés par essai LASAT au centre. La taille de fissure étant connue, une analyse classique de mécanique de la rupture peut être menée expérimentalement et numériquement pour évaluer les valeurs de ténacité d'interface et d'énergie d'adhérence.

Ensuite, un deuxième groupe d'essais d'adhérence est basé sur le micro-rayage de la céramique sur son substrat (scratch test) avec trois méthodes proposées dont deux standards et une plus originale à

l'étude au CRITT MDTs. Parmi les méthodes conventionnelles, la première est un micro-rayage en surface de l'échantillon avec une force croissante qui identifie une force normale critique et donne des informations sur les mécanismes d'endommagement et de propagation de fissure par observation des faciès en relation avec les efforts appliqués. La seconde est une série de rayages sur des coupes transversales pour lesquels la force croît à chaque nouvelle rayure pratiquée du substrat au dépôt et créent des fissures caractéristiques. L'identification des fissures dans le dépôt et à l'interface permet la mesure des forces critiques conduisant respectivement à des ruptures cohésives et adhésives. La dernière méthode s'effectue avec des rayures parallèles à force et vitesse constantes dont l'écart décroît jusqu'à présenter des écaillages.

Enfin, l'essai d'adhérence par choc laser (LASAT) à partir du diagnostic direct de la fissure est développé spécifiquement sur le cas de référence de dépôt HAP APS. Fort des calculs prédictifs des contraintes de traction subies à l'interface du chapitre précédent, on propose ici d'étudier l'influence des conditions de choc (énergie, pulse, diamètre, configuration de tir) et des caractéristiques des échantillons (épaisseurs, rugosité, couche d'oxyde) sur la conduite de l'essai. Il s'agit également de mieux comprendre le rôle de la distribution spatiale des ondes de détente en relation avec l'apparition et l'étendue de la fissure produite. Cette compréhension doit mener à un choix de conditions LASAT optimisées pour le cas de dépôt HAP. Aussi, cette approche est appuyée par une étude de sensibilité sur les nuances N1 et N2 afin d'analyser la reproductibilité et la répétabilité de l'essai et indirectement celles des échantillons fabriqués en conditions industrielles.

V.1 Mesure de l'adhérence du revêtement HAP APS par essais conventionnels

V.1.1 Essais de traction sur plots collés

L'essai de traction de plots collés est la méthode standard pour obtenir une valeur de force maximale à rupture puis, avec la surface de l'échantillon, une contrainte à rupture du dépôt. Il est largement répandu pour la mesure de l'adhérence des systèmes revêtus par projection thermique suivant la norme ASTM C633-13 ou ISO 13779-4 pour les dépôts d'hydroxyapatite. L'essai est simple à mettre en place et permet de solliciter l'interface en mode I. L'analyse des systèmes ainsi que des faciès de rupture en fonction des configurations permet de comprendre l'essai et ses limites dans le cas des dépôts étudiés. De plus, les adhérences des dépôts d'hydroxyapatite projetés sous air (N1/N2, APS) ont pu être mesurées et comparées.

V.1.1.1 Présentation de l'essai

a) Principe de l'essai par plots collés

Pour valider la caractérisation de l'interface, la rupture doit être adhésive (rupture macroscopique à l'interface céramique/métal) pour rendre compte de la résistance de l'interface. Les éprouvettes de l'étude sont sous forme de disques revêtus de diamètre 25 mm. Pour réaliser l'essai, il est nécessaire de coller des contre-plots filetés de chaque côté des disques revêtus. L'encollage s'effectue à l'aide de films FM1000 qui polymérise à 180 °C pendant deux heures avec un couple de serrage appliqué aux surfaces libres des contre-plots. L'alignement est assuré par un montage spécifique présenté en Figure II.6. Après cette étape, l'excédent de colle forme un bourrelet autour de l'échantillon qui est enlevé à la main à l'aide d'une lame métallique tranchante. Le protocole expérimental est décrit précisément dans la partie II.2.1. Pour un dépôt de 150 µm d'épaisseur, ce couple vaut 3,2 N.m et permet à l'adhésif d'être en contact avec la surface rugueuse du dépôt sans le pénétrer sur une grande épaisseur. Le phénomène de pénétration de la colle sera discuté dans la partie V.1.1.1b. Par ailleurs, pour chaque jeu d'éprouvettes, un disque non revêtu est préparé en même temps afin de vérifier le niveau d'adhérence

de la colle seule et la bonne réalisation de l'encollage. Chaque campagne est constituée d'un minimum de cinq échantillons à tester. Les essais de traction sont effectués avec la machine MTS 810 – ESM-05. La vitesse de déplacement est fixée à 1 mm/min et la force est mesurée au cours du temps par un capteur de force dans la traverse supérieure jusqu'à la rupture (voir Figure V.1).

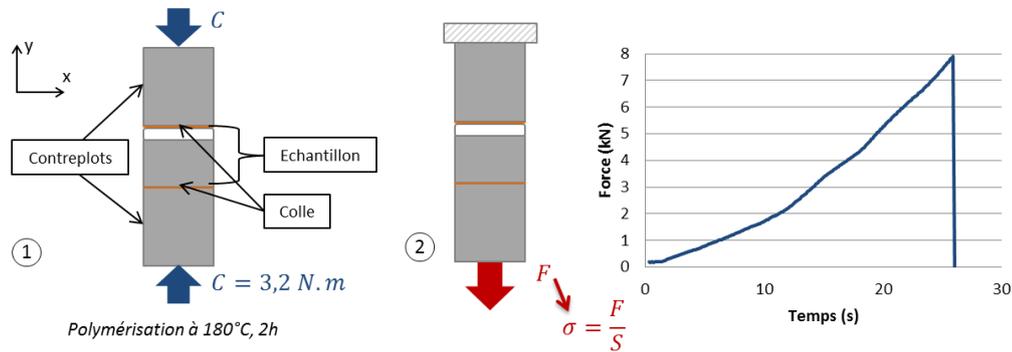


Figure V.1 : Schémas de la préparation de l'échantillon (1), de l'essai de traction (2) et exemple de courbe expérimentale de mesure de la force au cours du temps

Plusieurs types de rupture peuvent être observés :

- Rupture cohésive de l'adhésif : si l'adhérence du dépôt au substrat est supérieure à celle de la colle au contre-plot ;
- Rupture cohésive du dépôt : si la rupture est localisée dans le dépôt avec la céramique présente sur les deux faciès de rupture ;
- Rupture adhésive du dépôt : si la rupture est localisée à l'interface avec la céramique présente majoritairement sur le contre-plot (avec quelques îlots sur l'éprouvette).

Un essai peut conduire à des modes mixtes avec, par exemple, une rupture adhésive partielle associée à des zones où la céramique est toujours présente sur le plot (rupture cohésive). Une rupture adhésive totale ou largement majoritaire du dépôt permet de déterminer l'adhérence du système avec le rapport entre la force F_{max} et la surface S :

$$\sigma_{rupture} = \frac{F_{max}}{S}$$

Pour chaque échantillon, l'opérateur estime un rapport de rupture adhésive à l'œil nu accompagnée d'un cliché des faciès. Aucune mesure précise par analyse d'image ou vue en coupe n'a été conduite sur les éprouvettes après essai de traction pour quantifier la présence de céramique résiduelle. Lorsque la rupture du dépôt est 100 % cohésive, l'essai renseigne sur la limite à rupture de celui-ci mais pas sur la résistance de l'interface à la traction. Dans certains cas de ruptures mixtes, à l'interface et dans le dépôt, la contrainte peut être calculée à partir de la surface de rupture adhésive. Enfin, si l'adhésif cède à la traction, la valeur de contrainte mesurée est une valeur minorante de l'adhérence du dépôt.

b) Limites de l'essai par plots collés

Lorsque la préparation des éprouvettes est maîtrisée, l'essai de traction sur plots collés est reproductible et applicable à un grand nombre de dépôts céramiques ou métalliques. Néanmoins, l'encollage et l'utilisation d'un adhésif présente une limite à celui-ci lorsque le dépôt est très poreux. Le réseau de pores facilite la pénétration de la colle dans le dépôt ce qui peut fausser les résultats. De plus, le couple de serrage appliqué pendant la réticulation à chaud pour que la colle épouse bien la rugosité du dépôt favorise ce risque de pénétration de l'adhésif dans la céramique. Ainsi le dépôt testé est un composite colle-céramique et la contrainte mesurée par l'essai est artificiellement augmentée. Dans certains cas, l'adhésif peut pénétrer à travers le dépôt jusqu'au métal et rendre l'essai inexploitable. Un des objectifs de l'étude est justement d'évaluer les essais d'adhérence pour des fines

épaisseurs, typiquement de l'ordre de 60 μm , qui correspondent à certains dispositifs médicaux de dernière génération. En effet, plus on diminue l'épaisseur de dépôt, plus l'influence de la couche de colle peut être prédominant sur le comportement mécanique mesuré et plus les risques de traversée de colle jusqu'à l'interface sont élevés.

La Figure V.2 présente des vues MEB en coupes de plots encollés puis enrobés et polis pour les deux épaisseurs de dépôt de l'étude. Les décohésions du dépôt sont dues à la préparation métallographique (cf. §III.2.1). L'adhésif est en contact avec les dépôts quelle que soit l'épaisseur et épouse la rugosité. Son épaisseur est toujours supérieure à la céramique et vaut environ 250 μm . Dans le cas du dépôt fin, certaines zones montrent que la colle est très proche du substrat. Des analyses élémentaires (EDS) ont été menées sur les coupes dans le but de mettre en évidence une pénétration de colle mais le contraste chimique du carbone se confondait avec celui de la résine d'enrobage.

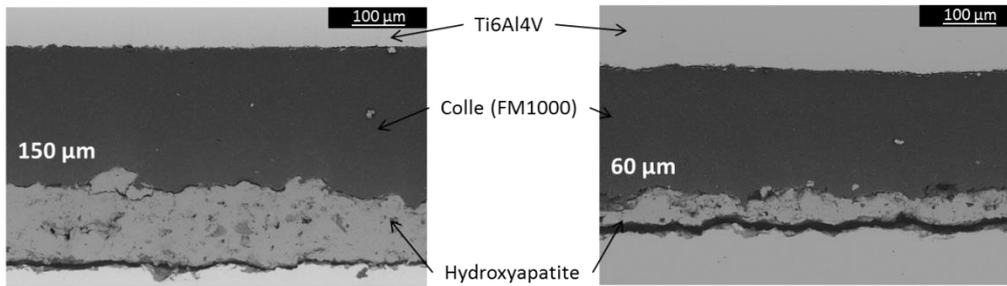


Figure V.2 : Vue en coupe de plots encollés pour HAP APS 150 et 60 μm (MEB, e⁻ rétrodiffusés)

Ces échantillons ont été attaqués par de l'eau régale (75% HCl 25% HNO₃) qui permet de colorer la colle en vert dans le but de rendre sa pénétration dans le dépôt visible à l'optique. L'attaque chimique a fortement dissous la céramique. Toutefois, une observation après dissolution permet de révéler la colle (verte) qui subsiste et était préalablement dans le dépôt. Ceci est avéré par une mesure d'épaisseur colle-substrat avant et après attaque chimique sur une même zone observée au microscope optique. La Figure V.3 montre deux dépôts d'épaisseurs moyennes 156 μm et 68 μm en contact avec l'adhésif puis soumis au réactif. Après attaque, la distance entre la colle et le substrat est moindre. Ceci témoigne d'une pénétration de la colle sur environ 20 μm dans le cas du dépôt épais et jusqu'à 50 μm pour le dépôt fin. Pour ce dernier, on remarque même des zones où la colle semble avoir été en contact direct avec le substrat. Cette expérience montre que la pénétration de colle est sans doute systématique et d'autant plus dommageable lorsque le dépôt est fin.

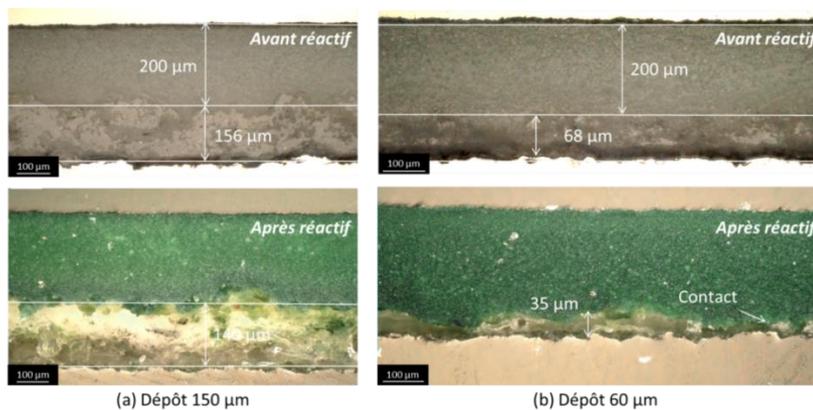


Figure V.3 : Vue en coupe au microscope optique des plots encollés (HAP 60 et 150 μm) avant et après dissolution de la céramique pour l'étude de la pénétration de la colle

Après les essais de traction, les surfaces de rupture en vue de dessus renseignent sur les modes de fissuration et les éventuels problèmes de traversée ou de manque d'adhérence de la colle (voir Figure V.5). Lorsque la colle n'adhère pas, elle présente des zones orangées qui sont dues à l'échauffement du polymère. Ce phénomène peut être expliqué par la présence de bulles d'air, visibles en coupe sur la Figure V.4. Ces bulles peuvent apparaître lorsque deux pastilles de colle sont utilisées ou lorsque la rugosité limite l'adhérence du polymère malgré le couple de serrage. Dans les cas où la colle traverse le dépôt jusqu'au substrat, les zones sont blanches et cela se vérifie au touché comme le présente la Figure V.5. Si la colle pénètre le dépôt sur quelques dizaines de micromètre, comme pour l'épaisseur 150 μm , l'essai peut favoriser une rupture mixte (adhésive et cohésive). Le dépôt laisse alors apparaître des zones de céramique encore adhérentes sur le substrat après l'essai et plus épaisses que les îlots. Yang a montré des exemples de ruptures cohésives partielles pour des dépôts de 150 à 200 μm mais dont le taux de porosité était élevé (plus de 24 %) [Yang et al., 2007]. La répétabilité et la reproductibilité de l'essai de traction par plots collés sont dépendantes de ces phénomènes perturbateurs qui peuvent découler du couple de serrage appliqué lors de l'encollage. De plus, la rigidité de la machine de traction ainsi que celle de l'ensemble de l'éprouvette dépendante des différentes couches qui la composent (colle, céramique, métal) influencent les résultats de l'essai. Enfin, les mesures de force dépendent de la précision des capteurs de force présents dans la traverse. Ainsi il est possible que d'un laboratoire à un autre, les résultats puissent être très différents pour un même groupe d'échantillons diminuant ainsi la reproductibilité de l'essai. Néanmoins, les essais menés au CRITT MDTs et l'expérience des opérateurs semblent indiquer une bonne répétabilité des mesures de contraintes pour des échantillons supposés identiques provenant d'un même industriel projeteur.

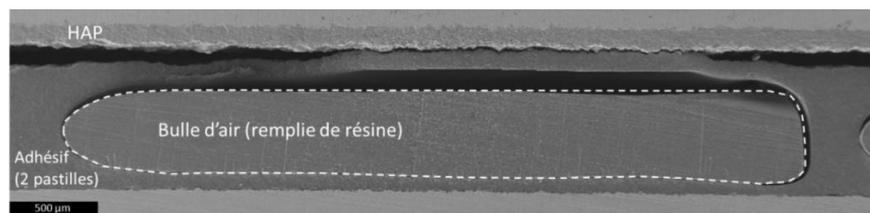


Figure V.4 : Vue en coupe (MEB, e- rétrodiffusés) de plots encollés puis enrobés pour l'observation de bulles d'air dans la colle

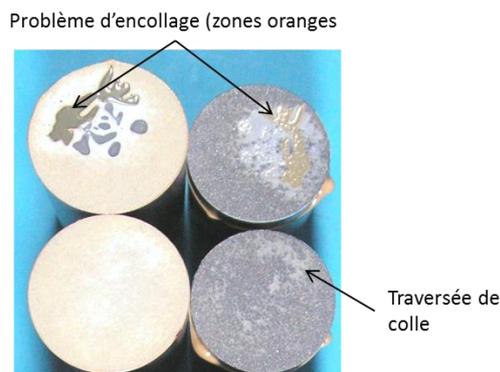


Figure V.5 : Exemples de surfaces après rupture de deux plots (droite) et contre-plots (gauche) présentant des problèmes d'adhésif (HAP 60 μm)

c) Instrumentation de l'essai de plots collés

Tous les essais par plots collés pour mesurer les contraintes à rupture ont été menés au CIRTT MDTs suivant un protocole respectant la norme ISO 13779-4 avec une mesure de force et un pilotage en vitesse de piston. Dans une volonté de description plus précise du comportement du système et des champs de déformation de l'échantillon, une campagne d'essais de traction instrumentés a été conduite sur des plots de la nuance N1 avec la colle FM 1000. Les caractéristiques techniques de l'essai

sont rassemblées en partie II.2.1 et le montage est présenté en Figure II.5 (droite). Deux extensomètres sont placés sur les contre-plots et mesurent l'allongement global qui regroupe les contributions de chaque élément de l'empilement collé (céramique, métal, colle) et améliore ainsi la précision. De plus, une caméra optique permet d'enregistrer les positions d'une zone légèrement chanfreinée par polissage après encollage sur un bord du système en présence ou non d'un motif par mouchetis selon les cas testés. La corrélation d'image ensuite menée a pour but d'enregistrer les champs de déformation dans la zone considérée au cours du chargement mécanique.

Des essais ont été conduits sur des plots sans dépôt pour caractériser la rigidité de la colle seule. La Figure V.6 présente les courbes obtenues avec les deux extensomètres (Figure V.6a) et des clichés du chanfrein poli pris lors de la traction (Figure V.6b). La contrainte à rupture a été mesurée à 12 MPa alors que les caractéristiques techniques de la colle indiquent une contrainte à rupture comprise entre 40 et 60 MPa. Les courbes ont été tronquées à partir de 4 MPa pour calculer la rigidité de la colle. Au cours de ces essais instrumentés, les mesures enregistrées par chacun des extensomètres étaient très différentes. Cette dissymétrie du chargement n'a pu être améliorée malgré différentes tentatives (changements d'appareil de mesure, de protocole ou de mode d'enregistrement). Ce phénomène peut s'expliquer par l'ouverture de fissure d'un seul côté de l'éprouvette mise en évidence par les images prises par la caméra. Les extraits de la Figure V.6b présentent la propagation de fissure sur trois clichés consécutifs séparés de 0,5 seconde. Cette ouverture justifie la forte déformation mesurée par l'extensomètre n°2. Malgré l'écart important entre les mesures des extensomètres, la moyenne de ces dernières a été calculée et montre une certaine reproductibilité sur plusieurs cas de colle testés. La rupture intervient sans que la colle ne plastifie et sa rigidité a pu être approchée à partir de la courbe moyenne à environ 230 MPa.

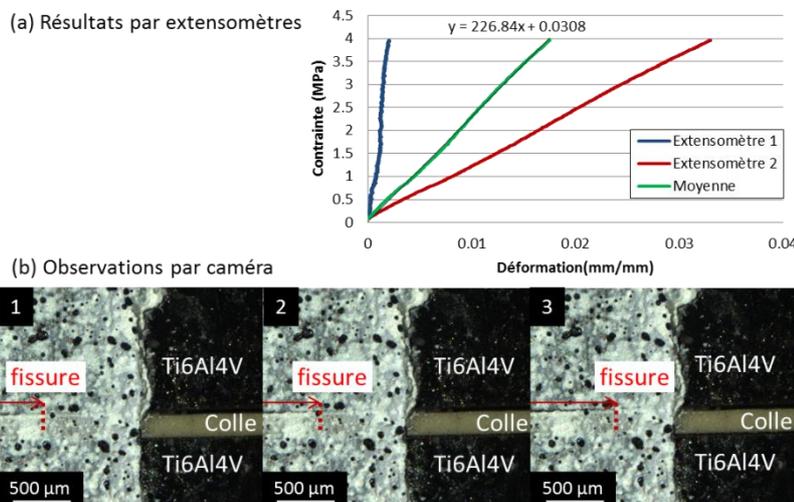


Figure V.6 : Résultats de l'essai de plots collés sur la FM 1000 uniquement (a) courbes des extensomètres et (b) extraits de la visualisation par caméra avec propagation de fissure

Les campagnes expérimentales se sont poursuivies avec des mesures combinées par extensomètres et par corrélation d'images sur des systèmes N1 (HAP APS 150 µm Ti6Al4V 6,35 mm). Les mêmes écarts entre les courbes de déformation ont été observés sur certains cas mais les moyennes des mesures ont permis d'obtenir des résultats comparables entre les échantillons. La Figure V.7 rassemble donc les moyennes des courbes d'allongements mesurées sur sept éprouvettes avec des vitesses d'essai différentes (0,05 ; 0,1 et 1 mm/mn).

On note que le rapport signal sur bruit des courbes correspondant aux deux vitesses les plus élevées est assez haut mais qu'il n'est pas très élevé pour les autres essais. Lorsque la vitesse de traction augmente, les valeurs de force et donc de contraintes à rupture augmentent mais sont toutes plus

faibles que celles mesurées au CRITT pour 1 mm/min (voir Tableau V.3). Etant donné que les mesures d'adhérence étaient répétables pendant la durée de la thèse, cette baisse peut être attribuée au protocole mis en place au Centre des matériaux sur une machine différente. Surtout, on peut souligner que l'encollage n'a pas été effectué avec le même dispositif à rotules qui améliore l'alignement du plot et des contre-plots.

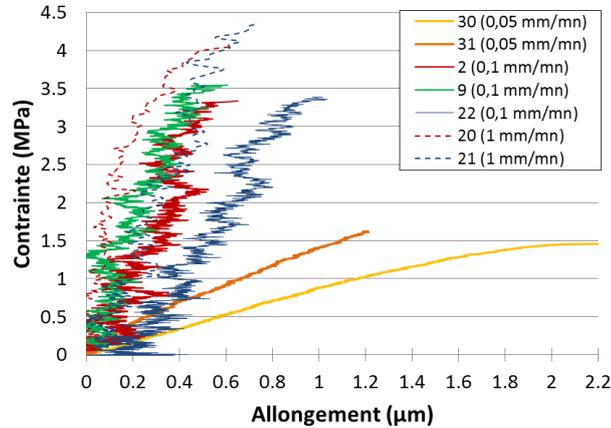


Figure V.7 : Moyennes des mesures d'allongement par extensomètres au cours d'essais de plots collés sur systèmes N1 (HAP APS 150 µm Ti6Al4V 6,35 mm)

En plus de l'influence de la vitesse de traction sur les mesures d'adhérence, on vérifie à nouveau la difficulté de comparer des essais menés dans deux laboratoires différents. Dans notre cas, grâce aux images capturées et à l'extrapolation des résultats, on a constaté une rotation de l'éprouvette pendant l'effort ce qui limite l'exploitation des résultats. D'autre part, les mesures par extensomètres de l'essai sans dépôt indiquaient une valeur d'allongement comprise entre 1 et 10 µm alors qu'il est majoritairement submicronique dans le cas des essais sur les systèmes revêtus. On observe donc un comportement différent dans le cas des éprouvettes avec la céramique et les deux pastilles de colle. On suppose que les déformations sont localisées autour de l'interface et dans la céramique. Malheureusement, avec ou sans motif par mouchetis, les images n'ont pas permis d'analyser les champs de déformation au bord des éprouvettes. Les faibles mesures d'allongement, entre 1 et 2 µm, indiqueraient donc une rupture fragile. De plus, toutes les surfaces post mortem ne présentent pas de résidus de céramique importants mais seulement des petits îlots isolés correspondant donc à une rupture principalement adhésive. Bien que ces essais instrumentés n'aient pas fournis de résultats actuellement exploitables, ils ont mis en évidence des limites de l'essai liées à l'alignement du système durant l'encollage ou au protocole de manipulation (machine, outils et vitesse de traction). Pour améliorer les mesures, l'alignement des éprouvettes devrait être affiné lors de l'encollage. Aussi, le montage du système sur la machine de traction devrait être réfléchi de manière à éviter toute rotation pendant l'essai. Pour faciliter l'analyse des images, une deuxième caméra pourrait être incluse pour faire de la stéréo-corrélation et déduire directement les potentiels déplacements en dehors de la direction de traction.

V.1.1.2 Essais de traction sur plots collés des systèmes HAP APS

Une campagne d'étude de plots collés a été menée sur des échantillons de la nuance N1 afin d'analyser les influences des épaisseurs de dépôt et de substrat. Tous les essais présentés dans les parties suivantes ont été réalisés au CRITT MDTs suivant le protocole décrit en II.2.1.

a) Influence de l'épaisseur de substrat Ti6Al4V

Trois épaisseurs de substrat ont d'abord été étudiées : 2, 3 et 6,35 mm pour des épaisseurs de dépôt de 150 µm. Les adhérences de cinq échantillons ont été mesurées pour chaque épaisseur et les résultats

sont résumés dans le Tableau V.1. Les niveaux d'adhérence sont compris entre 7,8 et 9,5 MPa avec une incertitude de l'ordre de $\pm 10\%$. Toutes les ruptures étaient largement adhésives avec des surfaces découvertes à plus de 90%. Aucune influence de l'épaisseur de substrat sur la contrainte à rupture n'a pu être déterminée à partir des résultats obtenus. Les résultats des essais de plots collés pourront donc être comparés indépendamment de l'épaisseur de substrat.

Epaisseur de Ti6Al4V	2 mm	3 mm	6,35 mm
σ MPa)	8,1 \pm 0,8 (N=5)	9,5 \pm 0,8 (N=5)	7,8 \pm 0,6 (N=5)
Pourcentage moyen rupture adhésive (%)	90 \pm 5	94 \pm 5	95 \pm 0

Tableau V.1 : Contrainte à rupture d'échantillons d'épaisseurs de substrat différentes mesurées par essai de traction par plot collés (nuance N1, HAP 150 μ m)

b) Influence de l'épaisseur de dépôt APS

Des dépôts de 150 et 60 μ m ont été projetés sur des substrats de Ti6Al4V de 6,35 mm pour être utilisés lors d'essais de traction sur plots collés. Les résultats et surfaces de rupture des dépôts fins sont présentés en Figure V.8 et Tableau V.2.

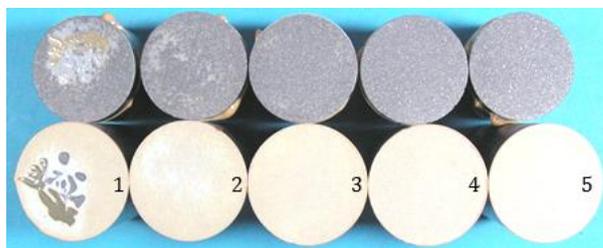


Figure V.8 : Surface de rupture après essai de traction par plots collés pour des dépôts fins, HAP 60 μ m, Ti6Al4V 6,35mm, Nuance 1, éprouvettes (haut), contre-plots (bas)

Repère de l'échantillon	1	2	3	4	5
F_{max} (kN)	8,3	7,5	7,4	6,2	7,2
σ MPa)	16,9	15,4	15,1	12,7	14,7
Pourcentage de rupture adhésive (%)	30	80	90	95	95

Tableau V.2 : Résultats des essais de plots collés pour des dépôts fins N1 (HAP 60 μ m, Ti6Al4V 6,35mm)

Les échantillons 1 et 2 présentent des zones problématiques liées à des pénétrations de colle ou à des défauts d'encollage. L'essai rend compte de ce phénomène par la valeur diminuée de la part de rupture adhésive (30 et 80%) estimée par l'opérateur. Les valeurs de force maximale supérieures peuvent être expliquées par une pénétration importante de la colle dans le dépôt fin et donc à un essai sur le composite céramique-colle ou à une interface renforcée par le contact avec l'adhésif. Aucun problème n'a été observé lors des dépouillements des dépôts épais.

Les valeurs moyennes des contraintes à rupture pour les deux épaisseurs ont été calculées et sont présentées dans le Tableau V.3. Comme évoqué dans la partie I.2.2.2, une épaisseur de dépôt plus faible conduit généralement à des contraintes à rupture plus élevées. En effet, ils sont plus sensibles à la pénétration de la colle et les contraintes thermiques résiduelles dans la direction perpendiculaire à l'interface sont souvent inversement proportionnelles à la taille du dépôt (Figure I.8). Or ces dernières s'ajoutent à la contrainte de traction lors de l'essai ce qui peut diminuer la valeur de contrainte à rupture des dépôts épais. On retrouve ce constat avec les dépôts fins qui sont plus adhérents avec une valeur de l'adhérence presque deux fois supérieure. Pour la suite de l'analyse de l'essai de plots collés, les dépôts épais seront privilégiés.

Epaisseur de HAP	60 μm	150 μm
σ (MPa)	15,0 \pm 1,5 (N =10)	7,8 \pm 0,6 (N =10)
Pourcentage moyen rupture adhésive (%)	70 \pm 30	95 \pm 0

Tableau V.3 : Adhérence des dépôts HAP de 60 et 150 μm sur substrat Ti6Al4V de la nuance N1

c) Influence de la rugosité de substrat

Les nuances N1 et N2 sont constituées d'hydroxyapatite projetées par plasma sous air sur des substrats de Ti6Al4V de rugosités différentes (cf. §III.1.2.1). Une campagne d'essai constituée de 31 échantillons de nuance N1 et de 26 échantillons de nuance N2 a été menée sur une durée de deux ans. Les épaisseurs de substrat étaient de 3 ou 6,35 mm. Les échantillons ont été produits à partir du même stock de poudre à différentes dates puis testés par groupes de cinq ou six lors de la réception. La diminution d'adhérence par la rugosité adoucie est mise en évidence par l'essai de plots collés sur les dépôts de 150 μm d'épaisseur. Les résultats sont présentés dans le Tableau V.4. On mesure une différence d'adhérence de 3,3 MPa soit une diminution de l'adhérence de la nuance N1 de 40 %.

	Ra_{moy}	σ (MPa)	Pourcentage moyen rupture adhésive (%)
N1	5,7 \pm 0,3	8,3 \pm 1,1 (N =31)	94 \pm 2
N2	2,4 \pm 0,1	5,0 \pm 0,7 (N =26)	98 \pm 2

Tableau V.4 : Contraintes à la rupture des nuances N1 et N2 mesurées par plots collés (HAP 150 μm)

La Figure V.9 présente les surfaces de cinq éprouvettes de nuance N1 et N2 (dépôt 150 μm) après essai de traction. Sur la nuance N1, on observe la présence de céramique résiduelle sous forme de zone adhésive ainsi que des petits points blancs répartis sur l'ensemble de la surface. Les larges résidus de céramique correspondent à des zones locales plus adhérentes qui ne sont pas arrachées lors de l'essai de traction. Dans ce cas, l'estimation non rigoureuse de la rupture adhésive diminue. D'autre part, on suppose que les points blancs observés sont des îlots d'hydroxyapatite placés dans les anfractuosités du substrat dont l'ancrage mécanique est localement très élevé. Les surfaces de rupture de la nuance N2 ont tendance à valider cette hypothèse car elles ne présentent que peu d'îlots de céramique résiduels en lien avec la rugosité adoucie. En effet, la diminution du nombre et de la profondeur des anfractuosités ne sont pas favorables à l'incrustation forte de la céramique. La rupture adhésive est estimée totale dans la plupart des cas (ratio à 100% pour 13 échantillons sur 15). Or, la présence d'îlots de céramique pourrait remettre en question le caractère adhésif de la rupture pour l'essai de plots collés sur ces nuances. Cette discussion n'a pas été conduite dans cette étude mais nécessiterait une quantification de la surface totale des îlots de céramique par analyse d'image en surface ou en coupe en lien avec les mesures de contrainte à rupture.

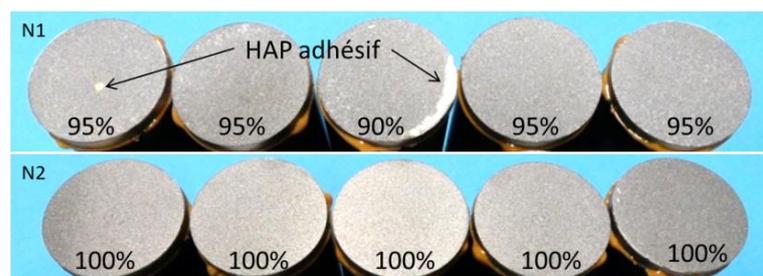


Figure V.9 : Surface de rupture après essai de traction par plots collés, HAP 150 μm , Ti6Al4V 6,35mm, Nuances N1 (haut) et N2 (bas) et % de rupture adhésive estimé

V.1.1.3 Essais de traction sur plots collés à partir d'éprouvettes pré-fissurées par choc laser

Une extension du choc laser pour la mesure d'adhérence est la possibilité d'introduire des défauts calibrés puis de les soumettre à des essais de fissuration sur éprouvettes, si possible avec suivi de fissure en contrôle non destructif. Ces essais peuvent être rapprochés des travaux de Sapardanis, Maurel ou Saito. Sapardanis a analysé l'influence d'un chargement macroscopique en cisaillement sur la propagation de fissure pour étudier le facteur d'intensité de contrainte [Sapardanis et al., 2016]. Maurel s'est concentré sur l'influence d'un cyclage thermique sur la propagation du défaut [Maurel et al., 2019]. En plus de générer le cloquage du dépôt, Saito a ensuite doublé le choc laser avec un diamètre plus grand pour réaliser un essai de propagation de fissure à partir de la cloque existante. L'objectif était l'extraction de la valeur du facteur d'intensité de contrainte à l'aide de modélisations numériques (cf. §I.4.3.3) [Saito et al., 2019].

Dans notre cas, le choc laser a été associé à l'essai de plots collés par l'introduction d'une fissure avant la traction. La génération du défaut par choc laser permet d'assurer sa localisation à l'interface comme observé en Figure III.13 qui peut ensuite être mesuré précisément par thermographie infrarouge. Les résultats des essais de traction sur plots pré-fissurés sont présentés dans la partie V.1.1.3a. D'autre part, la modélisation de l'essai de traction sur le plot pré-fissuré permet d'extraire les facteurs d'intensité de contrainte aux abords d'une fissure. Elle permet donc de vérifier le lieu de propagation de fissure préférentiel menant à la rupture lorsque plusieurs défauts sont présents. Enfin, même s'il ne s'agit pas d'un essai de fissuration qui suivrait l'avancée d'une pré-fissure, on peut relier la contrainte à rupture aux ténacités d'interface des modes I et II et à l'énergie d'adhérence avec le formalisme mathématique présenté en partie I.2.1.3.

a) Comparaison d'essais de traction avec et sans pré-fissuration

Quatre disques de 25 mm de diamètre revêtus de 150 µm d'hydroxyapatite projeté sous air (APS) ont été choqués comme lors d'essai LASAT afin d'obtenir des fissures à l'interface de 4,3 mm (image IR à droite sur la Figure V.10). Ensuite, ces échantillons ont subi des essais de traction par plots collés et les résultats des enregistrements force appliquée-déplacement sont présentés en Figure V.10. On note que les tailles et les positions des fissures ne sont pas identiques ce qui peut expliquer l'écart de mesure de contrainte à rupture en plus de la dispersion standard de l'essai. La machine utilisée pour les essais était celle du CRITT MDTS. Les forces à rupture des échantillons pré-fissurés valent en moyenne $F_{préf} = 3,4 \pm 0,1$ kN. Pour calculer la contrainte associée, il suffit de diviser par la surface sollicitée. Pour un disque de 25 mm de diamètre avec une fissure de 4,3 mm présente à l'interface, la surface vaut $S_{préf} = 476$ mm² et on obtient une contrainte moyenne égale à $\sigma_{préf} = 7,1$ MPa. Cette valeur est légèrement inférieure aux mesures obtenues sur des échantillons sans fissure pour des dépôts de 150 µm de la nuance N1 ($8,3 \pm 1,1$ MPa, Tableau V.4). On peut donc supposer que la pré-fissure est à l'origine de la diminution de la contrainte à rupture.

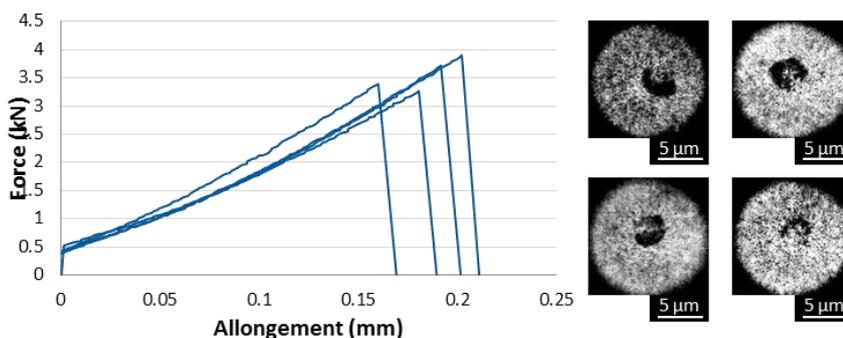


Figure V.10 : Essais de traction sur des plots collés avec pré-fissuration LASAT

b) *Modélisation de l'essai de plots collés avec pré-fissuration et propriétés d'interface*

La modélisation des essais de plots collés a été conduite avec le code de calcul Z-set [Zset, 2016] et prend en compte les données élastiques des matériaux (E et ν) ainsi que leur densité (Tableau V.5). La simulation du dépôt ne comprend pas de contraintes résiduelles. La symétrie permet de modéliser un quart de disque (Figure V.11). Le maillage a été construit à partir d'une géométrie 2D en triangles quadratiques avec des raffinages au centre, lieu de la fissure LASAT et au bord où les contraintes sont également concentrées. Ensuite cette géométrie a été extrudée selon l'axe Z pour obtenir un système 3D comprenant trois couches d'éléments dans les épaisseurs de dépôt et de substrat. La hauteur des éléments suit une progression de 1,5 pour affiner le modèle à l'interface. Le modèle compte au total 1704 éléments c3d15 et les nœuds des surfaces XZ, YZ et XY ont été contraints en déplacement de façon à limiter le degré de liberté à la traction selon l'axe Z positif.

	Module d'Young (MPa)	Coefficient de poisson	Densité (g/cm³)
Ti6Al4V	110	0,34	4,42
HAP	21	0,27	3,13

Tableau V.5 : Données matériaux pour la modélisation de l'essai de plots collés

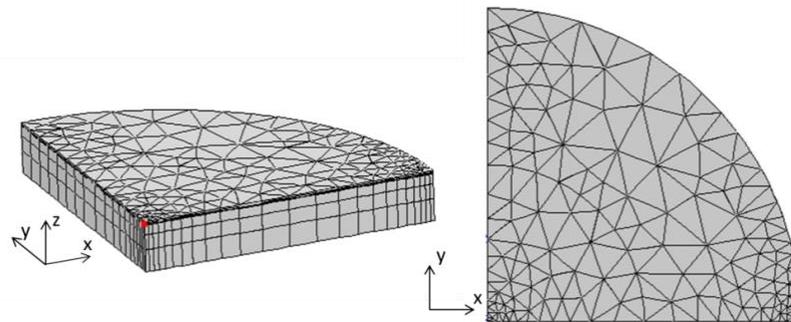


Figure V.11 : Maillage de l'échantillon pour l'essai de plots collés

Il est important de vérifier que la rupture est le résultat de la propagation de la fissure engendrée par le choc et non celle d'un défaut natif. Dans ses travaux, Pons a extrait le profil de contrainte normale à l'interface et a montré un maximum au centre et un autre au bord de l'éprouvette (Figure I.13). La modélisation du plot est donc menée avec deux pré-fissures, l'une supposée représentative d'une fissure inhérente au procédé plasma de diamètre 50 μm et situé au bord et l'autre de 4,3 mm par LASAT positionnée au centre. Le code de calcul Zcracks a permis d'introduire des fissures circulaires dans le modèle puis d'extraire directement les facteurs d'intensité de contrainte en pointe de fissure lors d'une sollicitation en traction pure. La comparaison des valeurs a montré qu'il était plus de deux fois supérieur au bord de la fissure LASAT (voir Figure V.12) et constant le long du périmètre. Ainsi, lorsqu'un échantillon est pré-fissuré, la propagation se fait préférentiellement à partir de cette fissure.

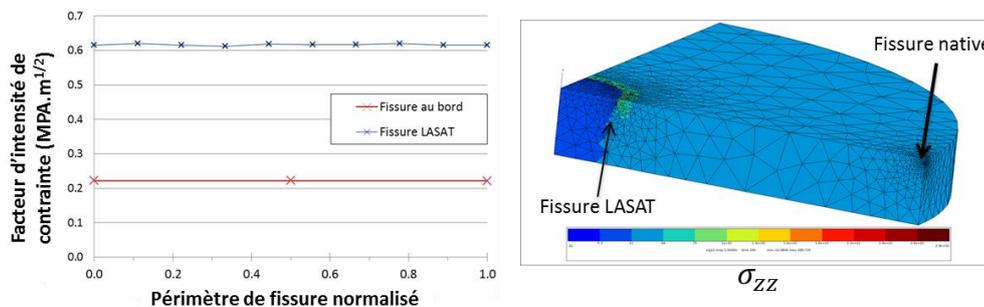


Figure V.12 : K_{IC} pour des modélisations avec fissures LASAT circulaires au centre (4mm) et en périphérie de l'éprouvette (50 μm)

Ensuite, le formalisme présenté par Rice en 1988 [Rice, 1988] permet de calculer analytiquement la valeur du K_{Ic} attendu dans le cas d'un bimatériau constitué de milieux élastiques homogènes soumis à une contrainte uniaxiale asymptotique σ (on suppose que $\sigma_{xy}=0$):

$$K_I = \sigma \sqrt{\frac{\pi L}{2}} [\cos(\epsilon \cdot \ln(L)) + 2 \cdot \epsilon \cdot \sin(\epsilon \cdot \ln(L))]$$

$$K_{II} = \sigma \sqrt{\frac{\pi L}{2}} [2 \cdot \epsilon \cdot \cos(\epsilon \cdot \ln(L)) - \sin(\epsilon \cdot \ln(L))]$$

Avec L la longueur de la fissure, σ la contrainte à rupture et ϵ une valeur calculée à partir des coefficients de Dundur (développement du calcul en Annexe D).

Les essais de plots collés ont permis de mesurer la contrainte σ pour une taille de fissure L connue et permettent donc le calcul analytique selon ce formalisme (voir Tableau V.6). Avec un tel défaut, la contrainte de 7,1 MPa conduit à un K_{Ic} égal à 0,48 MPa. \sqrt{m} . Il est intéressant de comparer cette mesure avec les résultats des travaux antérieurs. Filiaggi a travaillé sur des systèmes Ti6Al4V/HAP (ép. dépôt 95-130 μ m) et a déterminé un K_{Ic} à l'aide d'éprouvettes entaillées. Ses valeurs étaient comprises entre 0,60 et 1,41 MPa. \sqrt{m} pour des contraintes à rupture allant de 3,7 à 6,7 MPa [Filiaggi et al., 1991]. Tsui a conduit des essais de flexion quatre points SENB (Single Edge Notch-Bend) sur des systèmes similaires (ép. dépôt 150 μ m) mais avec un Ti6Al4V moins rugueux. Ses résultats sont compris entre 0,28 et 1,08 MPa. \sqrt{m} . pour des contraintes à rupture de 5,97 à 13,92 MPa [Tsui et al., 1998]. On note donc que les résultats obtenus avec l'essai de plots pré-fissurés sont cohérents avec les autres mesures de ténacité pour les systèmes Ti6Al4V/HAP.

D'autre part, le taux de restitution d'énergie G_c peut être calculé à partir de la formule suivante, présentée par Hutchison et Suo en 1991 [Hutchinson and Suo, 1991]:

$$G_c = \frac{1 - \beta^2}{E^*} (K_{Ic}^2 + K_{IIc}^2)$$

Avec K_{Ic} et K_{IIc} calculés analytiquement comme précédemment expliqué, β le paramètre de Dundur et E^* calculé à partir des paramètres matériaux élastiques (cf. §I.2.1.3)

	σ (MPa)	L (mm)	K_{Ic} (MPa. \sqrt{m})	K_{IIc} (MPa. \sqrt{m})	G_c (J.m ⁻²)
Ti6Al4V/HAP (N1)	7,1	4,3	0,48	0,31	8,0

Tableau V.6 : Calculs analytiques du K_{Ic} K_{IIc} et G_c

L'emploi du choc laser pour pré-fissurer des systèmes revêtus soumis à l'essai de traction sur plots collés apparaît donc comme une méthode prometteuse pour la caractérisation de l'interface. Toutefois, cette approche devrait être validée par un modèle numérique prenant en compte la rigidité du système entier (colle, contre-plots, mords, etc) ainsi que la présence de défauts à l'interface. Le véritable chargement pourrait alors être appliqué sur le système pour affiner les valeurs de la ténacité d'interface et du taux de restitution d'énergie.

V.1.2 Essais de rayage sur échantillons Ti6Al4V/HAP

L'adhérence d'un dépôt peut être évaluée et mesurée par des essais de rayage. Dans le cas du dépôt d'hydroxyapatite, ces essais sont particulièrement intéressants car ils se rapprochent des frottements subis lors de la pose de certaines prothèses comme la tige de la hanche par exemple. Trois méthodes fondées sur le rayage ont été investiguées dans cette étude. La première consiste à rayer la surface du dépôt HAP avec une force croissante. La deuxième est une rayure à force constante qui s'effectue du

substrat vers le dépôt sur une coupe polie et enrobée de l'échantillon. Enfin, la troisième méthode envisagée utilise des rayures multiples et parallèles à force constante dont l'espacement inter-ligne décroît d'une ligne à l'autre. Les méthodes et résultats sont détaillés dans les parties suivantes. Les appareils de macro-indentation et nano-indentation utilisés pour conduire ces essais sont présentés dans la partie II.2.2.

V.1.2.1 Rayures simples à force croissante (essai 1)

a) Principe de l'essai 1

L'essai de rayure simple à force croissante est une méthode utilisée pour mesurer l'adhérence de systèmes revêtus (cf. §I.2.2.3) suivant la norme ISO 20502 datant de 2005. Elle consiste à appliquer une pointe céramique en WC angulée à 90° sur la surface du dépôt puis d'effectuer la rayure en augmentant graduellement la force (Figure V.13). L'essai est assisté par des capteurs de forces (appliquée et tangentielle), d'émission acoustique et de profondeur de pénétration de la pointe. Ces informations permettent de mettre en évidence une force critique pour laquelle le dépôt se désolidarise totalement du substrat. L'observation du sillon formé par le passage de l'indenteur permet de décrire l'endommagement avec les modes de rupture du dépôt (voir Figure I.17).

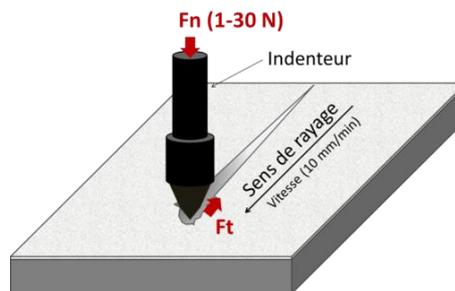


Figure V.13 : Schéma de l'essai d'adhérence par rayure simple à force croissante (méthode n°1)

b) Résultats de l'essai 1

Des essais ont été menés sur des plaquettes de $20 \times 50 \times 3 \text{ mm}^3$ ainsi que sur des disques de 25 mm de diamètre et 3 mm d'épaisseur pour les systèmes Ti6Al4V/HAP-APS (nuances N1 et N2). Les sillons mesurent 10 mm de longueur et sont effectués avec une force croissante de 0 à 30 N et une vitesse de déplacement de 10 mm/min. Une force maximale de 30 N a été choisie afin de conserver les mêmes paramètres d'essai pour tous les échantillons tout en assurant la pénétration des deux épaisseurs de dépôts. La profondeur de pénétration de la pointe est proportionnelle à la force appliquée mais on observe une inflexion de la courbe lorsque l'interface est atteinte puis un plateau. Cela permet d'évaluer manuellement un couple épaisseur-charge de ($168 \mu\text{m}-17\text{N}$) pour le dépôt épais et de ($72 \mu\text{m}-9\text{N}$) pour le dépôt fin dans l'exemple de la Figure V.14. La charge critique correspondante au point de la courbe est donc la charge minimale à appliquer pour traverser le dépôt et atteindre l'interface.

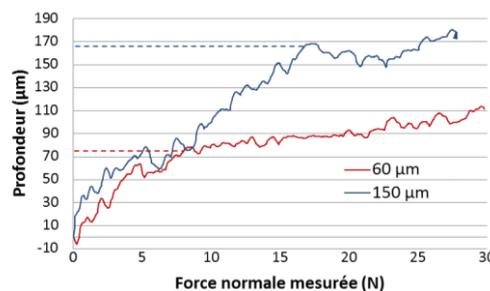


Figure V.14 : Courbe de pénétration de pointe pour des échantillons de 60 et 150 μm (cas de N1)

Pour chacune des nuances N1 et N2, les données de force transversale et d'émission acoustique ont été relevées tous les 6 μm . La Figure V.15 présente des enregistrements des capteurs de frottement (gauche) et acoustique (droite) issus d'essais sur des systèmes N1 (haut) et N2 (bas) avec un dépôt épais (150 μm). La force de frottement est la force tangentielle à la force normale appliquée et augmente à mesure que l'indenteur avance et s'enfonce dans le dépôt. On note que l'amplitude du signal de la force de frottement enregistré augmente au-delà de la charge critique pour laquelle l'indenteur est en contact avec le substrat Ti6Al4V. La modification de la courbe de force de frottement peut donc servir à repérer cette charge critique. Néanmoins, on note que la forme est identique pour les nuances N1 et N2. Elle ne permet pas de les différencier et de mettre en évidence la variation d'adhérence. Les frottements et les charges critiques sont donc similaires pour les deux niveaux de rugosité du substrat. Les signaux d'émission acoustique ont un rapport signal sur bruit faible et ne permettent pas de repérer différentes fissurations lors de la rayure ou même la charge critique lors du contact avec le métal et ne sont donc pas exploitables.

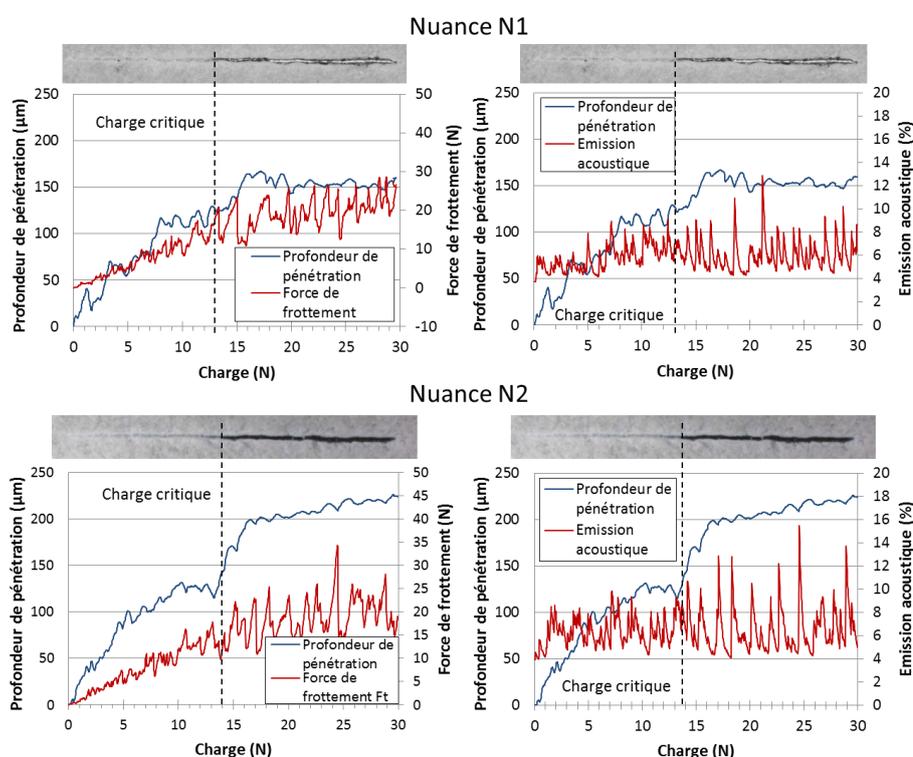


Figure V.15 : Courbes de forces de frottement Ft (gauche) et d'émission acoustique AE (droite) pour les nuances N1 (haut) et N2 (bas), HAP 150 μm

Les mesures de pénétration et de forces de frottement ont permis d'extraire les couples de profondeur et charge critique pour les nuances N1 et N2 à partir de 5 échantillons par épaisseur de dépôt. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau V.7.

	Nuance N1		Nuance N2	
	HAP 60 μm	HAP 150 μm	HAP 60 μm	HAP 150 μm
Charge critique (N)	6,4 \pm 1,7	15,3 \pm 1,0	7,8 \pm 0,5	15,4 \pm 0,7
Profondeur de pénétration (μm)	68 \pm 6	173 \pm 14	83 \pm 19	182 \pm 21

Tableau V.7 : Résultats moyens de couple (profondeur de pénétration – charge critique) pour des échantillons des nuances N1 et N2, HAP 60 et 150 μm , Ti6Al4V 3 mm

Les charges critiques sont systématiquement plus faibles pour les dépôts fins (60 μm) mais n'indiquent pas une différence entre les nuances N1 et N2. Les charges critiques des dépôts épais, environ égales à 15 N, peuvent être rapprochées des mesures sur dépôts HAP plasma de Kergourlay qui présente une valeur de $15,6 \pm 3,3\text{N}$ pour une épaisseur de $137 \pm 6 \mu\text{m}$ ou de Duan avec $11,2 \pm 1,3 \text{N}$ pour un dépôt de 150 μm [Duan et al., 2012; Kergourlay, 2016].

L'étude des sillons doit permettre de définir le mode d'endommagement et de visualiser en vue de dessus les fissures engendrées par l'essai. La Figure V.16 rassemble des sillons représentatifs observés pour les deux épaisseurs de dépôts des nuances N1 et N2.

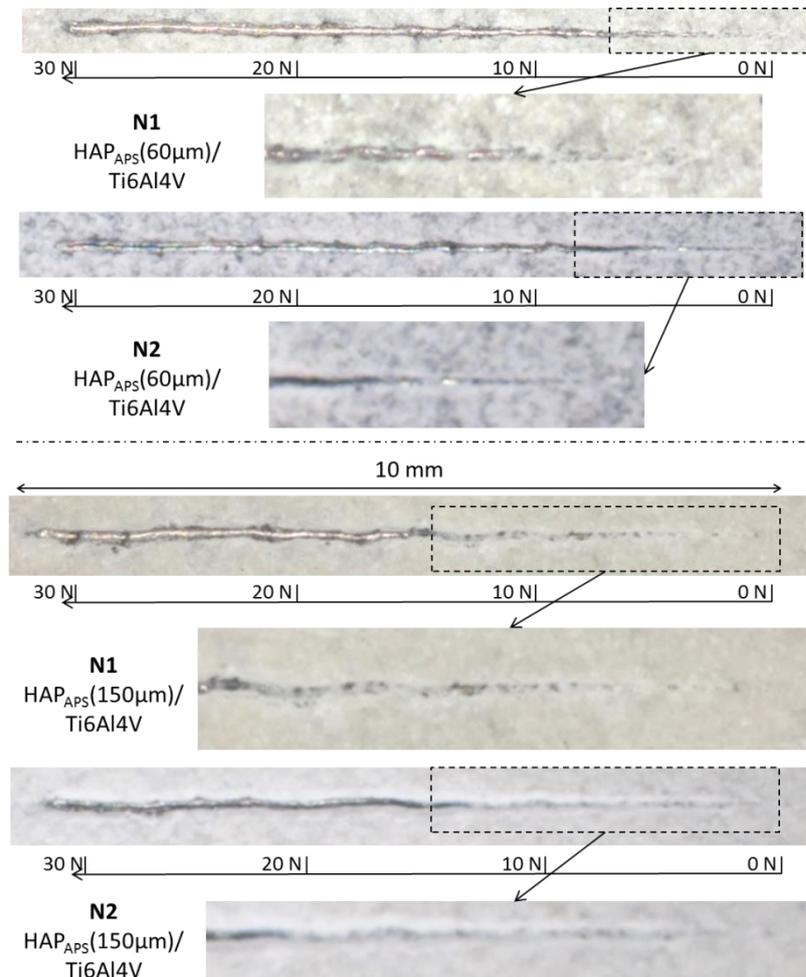


Figure V.16 : Rayures à force croissantes vues de dessus sur les nuances N1 et N2 et pour les épaisseurs de dépôt 60 et 150 μm

L'observation rapprochée des sillons est rendue difficile par la semi-transparence de la céramique. Malheureusement, les sillons n'ont pas pu être observés au microscope électronique à balayage pour être caractérisés précisément par manque de temps et de disponibilité. D'autre part, on suppose que la céramique est repoussée par rupture lors du passage de l'indenteur, charriée sous forme de débris puis étalée sur le sillon lors du rayage ce qui limite l'exploitation des faciès de rupture. Néanmoins, on observe que les sillons obtenus pour des dépôts fins des nuances N1 et N2 présentent des caractéristiques similaires. Naturellement, la mise en évidence du substrat est obtenue pour une charge plus élevée pour les dépôts épais. Chaque rayure est entourée d'une zone blanche de quelques dizaines de micron d'épaisseur pour les charges supérieures à 5 N. Cette zone pourrait indiquer une légère propagation de la fissure selon le même phénomène optique que la tache blanche utilisée en LASAT (cf. §1.4.3.1). Des vues en coupe auraient permis de vérifier un potentiel soulèvement du dépôt mais n'ont pas été conduites dans cette étude. Le substrat commence à être révélé pour une force

assez faible (environ 5 N) et l'écaillage de la céramique, difficile à identifier, semble être à la fois en boucle et sous forme d'ébrèchement (voir Figure I.16).

Les essais menés sur les échantillons des nuances N1 et N2 n'ont pas permis de mettre en évidence une charge critique ou une fissuration du dépôt dépendant de la rugosité du substrat. D'autres modalités de l'essai pourraient être envisagées avec une force maximale plus faible, par exemple 15 ou 20 N et avec une observation plus précise du sillon effectuée au MEB pour identifier les fissures. De plus, on pourrait ajouter un module d'extraction de la céramique en cours de rayage pour évacuer l'hydroxyapatite fissurée et éviter de l'étaler sur le sillon.

V.1.2.2 Rayures sur coupe enrobée polie (essai 2)

a) Principe de l'essai 2

La méthode de rayure sur coupe enrobée polie est décrite par la norme ISO 27307 datant de 2015 et permet de mesurer les forces critiques d'adhérence d'un dépôt définies comme les charges minimales conduisant à des ruptures adhésives ou cohésives dans le système. Dans le cadre de notre étude, les complications de l'étape de préparation (cf. §III.2.1) ont limité le nombre d'échantillons disponibles. Ainsi, cette partie présente une tentative d'essai qui n'a été conduit que sur deux échantillons de la nuance N1 avec un substrat Ti6Al4V et un dépôt HAP d'épaisseur 150 μm . L'essai consiste en une série de rayures du substrat vers le dépôt de mêmes longueurs, effectuées à la même vitesse et avec une incrémentation de la charge pour chaque rayure. La méthode permet d'évaluer deux propriétés mécaniques du dépôt : sa cohésion interne ainsi que son adhérence au substrat. Habituellement, lorsque la charge augmente, des fissures orientées dans la direction de l'interface apparaissent dans le dépôt puis, pour une charge plus élevée, à l'interface (Figure V.17). La méthode a déjà été appliquée avec succès par Byon sur des revêtements céramiques (zircone yttrée et TiO_2) et l'objectif était de tester la méthode au dépôt de la nuance N1 pour vérifier son applicabilité [Byon et al., 2013]. Ainsi, des sillons ont été créés avec une gamme de charges de 20 mN à 30 N. Pour les charges inférieures ou égales à 120 mN, les rayures ont été effectuées avec une machine de nano-indentation et une pointe en diamant sphérique avec un diamètre de 2 μm . Pour les charges plus élevées, à partir de 500 mN, les essais ont été conduits sur une machine de micro-indentation avec une pointe céramique en WC angulée à 90°.

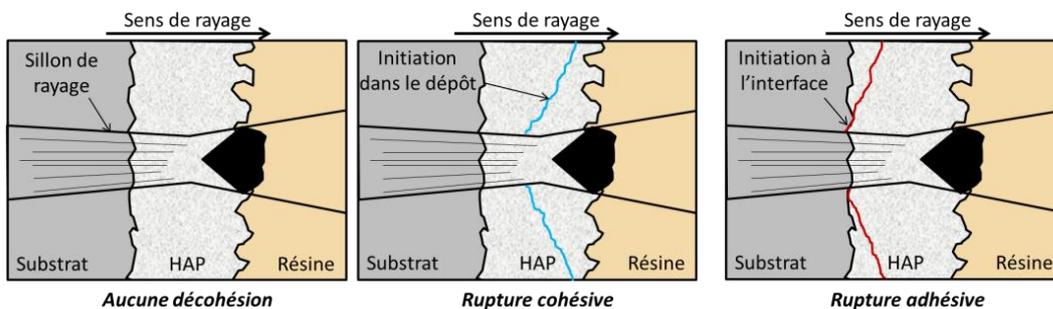


Figure V.17 : Schéma de l'essai par rayure sur coupe polie [ISO 27307, 2015] (méthode n°2)

b) Résultats de l'essai 2

La Figure V.18 rassemble quelques vues en coupe observées au microscope optique de nano-indentation sur un échantillon de nuance N1 pour plusieurs conditions d'essai. Six charges ont été appliquées sur le dépôt par nano-indentation à partir de 20 mN jusqu'à 120 mN par pas de 20 mN. L'indenteur pénètre le dépôt puis le rayage entraîne le décrochage de l'hydroxyapatite devant la pointe qui est déplacée sur le côté du sillon. La quantité de céramique visible sur les bords du sillon semble augmenter avec la charge appliquée. Aucune fissure n'a été observée dans le dépôt ou à l'interface après le passage de la pointe dans le dépôt pour les rayures par nano-indentation.

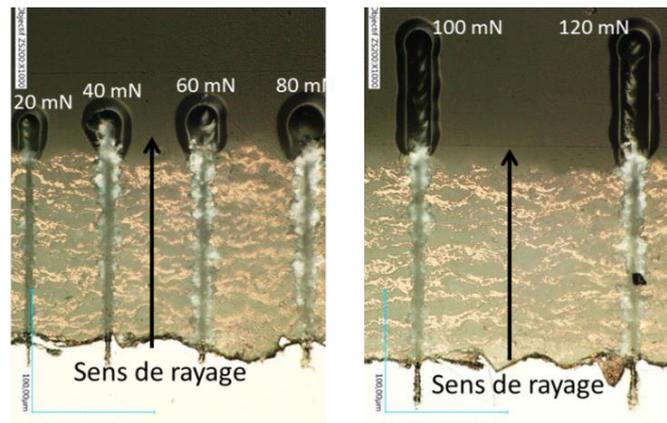


Figure V.18 : Essais de rayage sur coupe enrobée polie par nano indentation (N1, HAP 150 µm)

La Figure V.19 présente les sillons créés par micro-indentation pour des charges comprises entre 1 et 10 N. Pour les charges 1, 2 et 5 N, aucune fissure n'est observable sur les clichés de microscopie optique. Pour 10 N, on distingue deux fissures dans le dépôt et à l'interface sur la gauche de la rayure. Ces ruptures adhésive et cohésive n'ont pas été observées pour des charges supérieures (15, 20 et 30N). On observe que les rayures à charges supérieures à 2 N conduisent à une fissuration du dépôt. L'hydroxyapatite est ensuite charriée puis étalée devant la pointe ce qui limite une nouvelle fois l'exploitation visuelle du sillon. L'application du protocole décrit par la norme n'a donc pas permis d'identifier les charges critiques de ruptures cohésive et adhésives du dépôt.

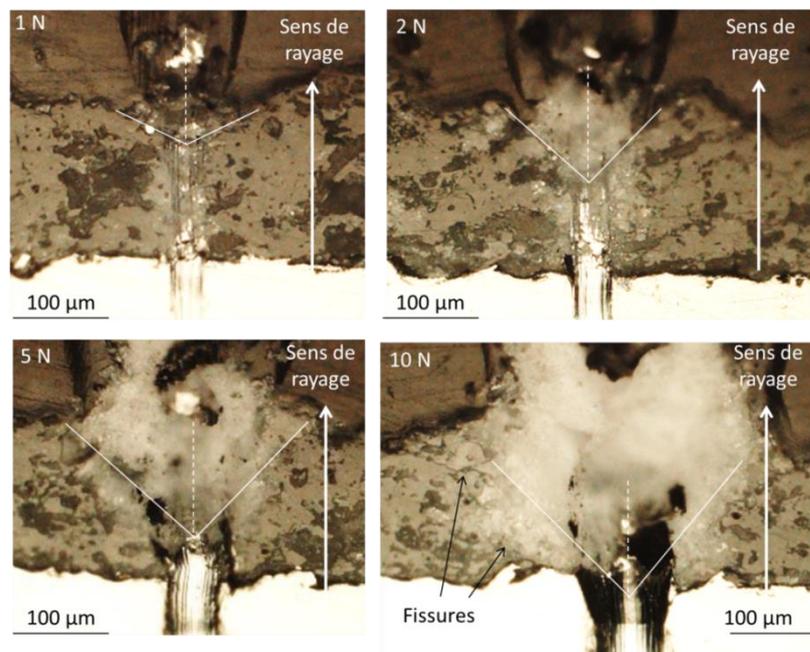


Figure V.19 : Essais de rayage sur coupe enrobée polie par micro indentation (N1, HAP 150 µm)

Néanmoins on peut identifier une surface de céramique entraînée par l'indenteur que Nohava décrit comme inversement proportionnelle à l'adhérence des dépôts [Nohava et al., 2010]. Dans notre cas, les limites de la surface sont identifiables pour les charges jusqu'à 5 N mais sont moins marquées au-delà car la céramique est déplacée sur le bord du sillon. L'exploitation de cette surface de cône projetée n'a pas été conduite lors de cette étude par manque de temps et par la difficulté d'obtention de surfaces enrobées et polies exploitables qui a limité le nombre d'échantillons disponibles. Elle représente donc une perspective encourageante pour caractériser la cohésion des dépôts d'hydroxyapatite et leur adhérence au substrat.

V.1.2.3 Rayures parallèles à intervalles décroissants (essai 3)

a) Principe de l'essai 3

Le dernier protocole d'essai de rayage étudié comme test d'adhérence alternatif est une idée originale développée au CRITT MDTs sur différents dépôts d'hydroxyapatite. La méthode peut être rapprochée de l'essai de quadrillage décrit par la norme ISO 2409 et mené habituellement sur les peintures. Ce dernier débute par le tracé d'un quadrillage régulier par des sillons qui laissent apparaître le substrat. Ensuite, l'application et l'arrachement d'un ruban adhésif sur le motif permet de solliciter la surface fragilisée en traction. L'analyse des éventuelles décohésions du dépôt permet de discuter de son adhérence dans des conditions de fragilisation. La méthode proposée dans cette partie consiste à effectuer des rayures parallèles à vitesse et charge constantes et à diminuer la distance entre chaque sillon. A partir d'un certain écart, le dépôt présente des zones écaillées puis un écaillage complet lorsque les rayures sont suffisamment proches (Figure V.20). Le passage de l'indenteur sollicite le dépôt par un effort longitudinal en compression sur la bande de céramique comprise entre les sillons créés. Plus ils sont proches, plus la surface d'application diminue impliquant une élévation de la contrainte. La sollicitation de la méthode diffère du mode I proposé par les essais de traction sur plots collés ou LASAT et permettrait donc de compléter la caractérisation de l'adhérence du dépôt d'hydroxyapatite. L'objectif de cet essai est de suivre les intervalles critiques pour lesquels le premier écaillage apparaît et lorsque la décohésion est totale. La comparaison de ces valeurs pour les nuances de l'étude permettrait d'évaluer qualitativement les différences d'adhérence. Les charges ont été choisies grâce aux mesures de la méthode présentée en partie V.1.2.1 de façon à assurer la pénétration totale de la céramique jusqu'au substrat. Pour les dépôts de 150 μm , la charge était fixée à 20 N et à 15 N pour les dépôts fins. Ces essais ont été conduits avec l'appareil de micro-indentation avec une pointe en WC angulée à 90°.

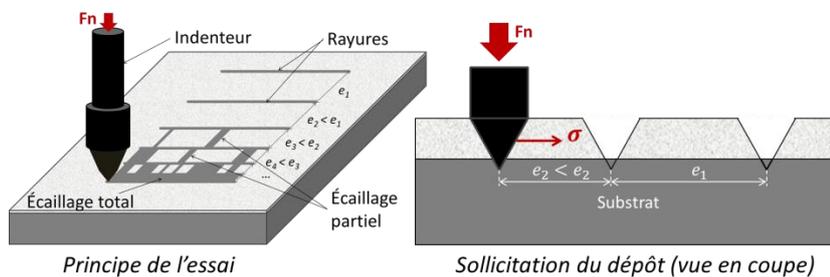


Figure V.20 : Schéma de l'essai par rayures parallèles à intervalles décroissants (méthode n°3)

b) Résultats de l'essai 3

Les essais ont été menés sur quatre disques et quatre plaquettes (Ti6Al4V 3 mm) pour chaque épaisseur de dépôt (60 et 150 μm) des nuances N1 et N2 soit un total de 32 échantillons. Chaque écart a été répété quatre fois dans les mêmes conditions (N=4). Deux séries de sillons ont été effectuées sur chaque échantillon dans le sens de la longueur et de la largeur. Les écarts entre les sillons diminuent de 0,1 mm à chaque fois avec des valeurs adaptées en fonction des écaillages observés pendant l'essai. Les séries de mesures étaient composées de 6 à 9 sillons.

La Figure V.21 regroupe des faciès de rupture après l'essai de rayage pour des échantillons des nuances N1 et N2 (HAP 60 et 150 μm et Ti6Al4V 3 mm) pour discuter qualitativement des résultats de la méthode. Dans la plupart des cas, la proportion de zones écaillées augmente lorsque l'écart diminue. Les ruptures de la céramique sont adhésives avec quelques îlots restés adhérents surtout pour la nuance N1 dont les anfractuosités sont plus profondes et plus nombreuses en raison de la rugosité plus élevée. Pour tous les dépôts fins, les espaces responsables du premier écaillage ou de la décohésion complète d'une tranche sont plus faibles que pour les dépôts épais. Les exemples

présentés montrent des différences nettes entre les nuances N1 et N2 pour les deux épaisseurs de dépôt. La surface du dépôt épais de la nuance N1 (bas à gauche) présente un résultat particulier parfois observé. Une tranche ne présente pas de décohésions mais est entourée de zones écaillées. On suppose que l'écaillage causé par un écart plus grand serait dû à la présence d'un défaut local. Néanmoins, il est bien pris en compte dans les résultats quantitatifs présentés ci-dessous.

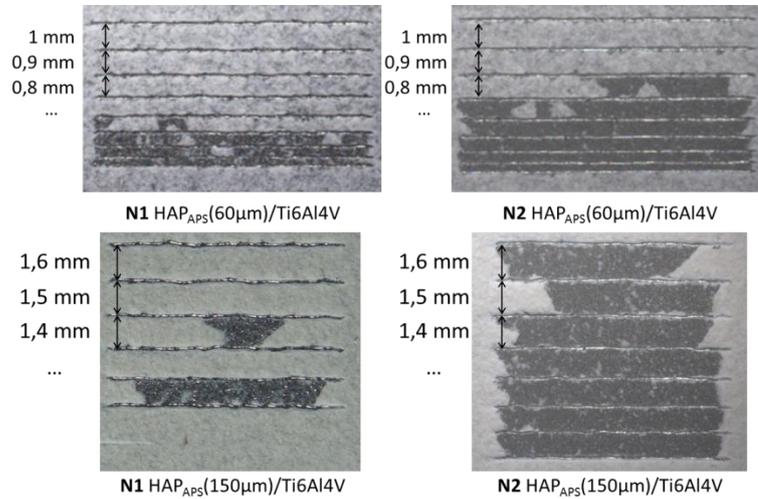


Figure V.21 : Echantillons après essais de rayures parallèles à espacement décroissants (HAP 60 et 150 µm, Ti6Al4V 3 mm, plaquettes 20×50 mm²)

La Figure V.22 synthétise les résultats de rupture en fonction de l'espace entre les sillons pour les deux épaisseurs de dépôt, les deux nuances et les deux formats (plaquettes ou disques). En fonction des faciès observés, chaque espace a été classé qualitativement dans l'une des trois catégories (aucune décohésion, écaillage partiel ou total) associées à des valeurs arbitraires pour nuancer les écaillages au sein de celles-ci. Le classement des différents faciès de rupture est choisi en jugeant à l'œil nu l'état de l'écart entre deux sillons de rayage. Les moyennes et écarts types ont été calculés à partir des espaces obtenus sur l'ensemble des échantillons.

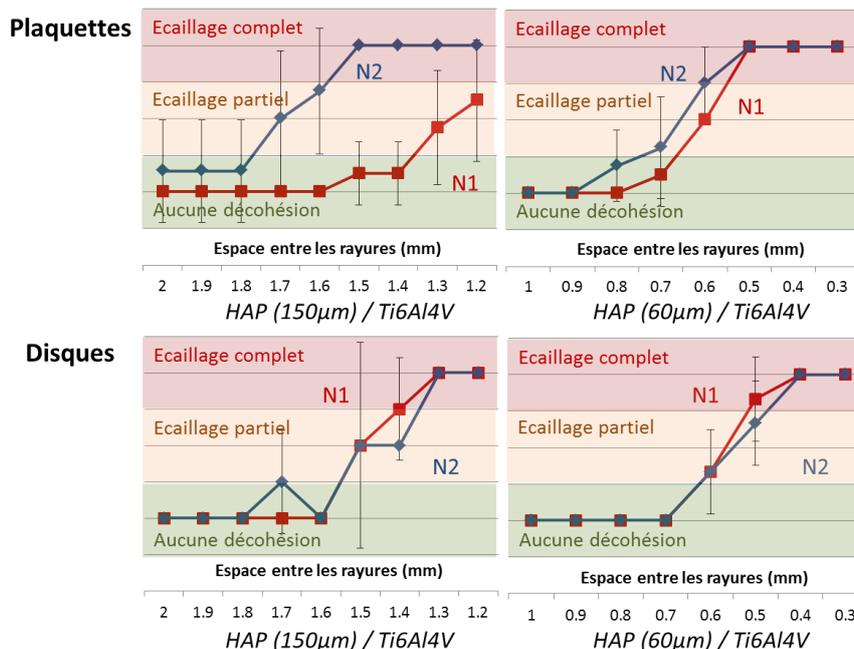


Figure V.22 : Résultats de l'essai de rayures à espacements décroissants pour les nuances N1 et N2, dépôts HAP 150µm (gauche) et 60µm (droite) sur les plaquettes (N=4)

La comparaison des nuances d'hydroxyapatite APS (N1 et N2) sur disques n'a pas permis de révéler une variation d'adhérence tandis qu'une différence est mise en évidence sur plaquettes. Pour les dépôts fins, un même écart conduit à un écaillage légèrement plus important pour la nuance N2. Dans le cas des dépôts épais, une même décohésion est obtenue avec un écart seuil 0,3 à 0,4 mm plus faible pour la nuance N1. D'autre part, la comparaison des deux formats d'échantillon montre des écarts seuils plus élevés pour les disques. Cela pourrait indiquer que les dépôts sur disques sont plus adhérents que sur plaquettes car les écarts sont légèrement plus faibles.

La méthode de mesure d'adhérence par rayures parallèles à espacements décroissants présente des résultats intéressants car ils permettent de discriminer N1 et N2 de manière répétable sur des plaquettes. Pour être approfondie, la méthode devrait inclure une étape d'analyse d'image de la tranche entre les sillons pour quantifier la part de rupture adhésive. De plus, une étude analytique devrait être conduite pour caractériser le chargement généré par l'essai en fonction de la profondeur de pénétration et de la géométrie de la pointe. Cette analyse devrait ensuite relier les différents écaillages observés à des mécanismes de rupture du dépôt pour quantifier l'adhérence en prenant en compte les potentielles contraintes thermiques résiduelles qui peuvent influencer le flambage local du dépôt et la décohésion.

V.2 Etude des conditions d'essai LASAT pour la mesure de l'adhérence du revêtement HAP APS

L'objet principal de la thèse est la mise en œuvre de l'essai LASAT sur les dépôts biomédicaux à l'aide d'un diagnostic direct de la décohésion par une méthode d'imagerie infrarouge. Cette mise en œuvre vise à déterminer un protocole expérimental d'essai applicable pour les nuances industrielles de l'étude et en priorité pour la nuance de référence N1. Dès lors, le protocole à envisager passe par l'examen de la fissuration interfaciale provoquée par choc laser soit pour évaluer un seuil de rupture (méthode du seuil) ou pour enregistrer une évolution de la taille de la fissure (méthode LASAT-2D) en fonction de l'énergie laser appliquée. L'exploration des modalités de l'essai concerne les aspects dimensionnels (épaisseurs de substrat et de dépôt, choix du diamètre de choc) qui vont nous aider à évaluer mieux l'influence des effets de bord bidimensionnels sur les résultats. De cela découlera la maîtrise de l'essai LASAT appliqué aux dépôts HAP. C'est pourquoi on s'attache dans un premier temps à expliciter ces aspects opératoires pour différents cas de choc et d'échantillon pour l'analyse des méthodes LASAT. On propose également d'étudier des chocs laser du côté de la céramique pour renforcer la connaissance du système étudié soumis au choc laser et qui pourraient avoir des retombées dans le cas de mesures d'adhérence directement sur prothèses revêtues.

V.2.1 Méthodes LASAT avec choc face métal

Le protocole standard de l'essai LASAT consiste à choquer la surface métallique du système revêtu avec des énergies croissantes. Les précédents travaux menés au Centre des matériaux se sont intéressés aux influences des dimensions d'échantillon et du diamètre de choc sur les résultats de l'essai LASAT. Fabre a étudié l'effet du changement de diamètre de choc pour des mesures sur barrières thermiques et avait démontré son influence sur l'évolution des diamètres de fissure (courbe LASAT 2D) principalement [Fabre, 2013]. Bégué a mis en évidence l'effet d'un changement d'épaisseur de substrat sur les courbes LASAT pour ces mêmes matériaux [Bégué, 2015]. Notre étude sur les systèmes biocompatibles se place donc dans la continuité de ces travaux dans le but d'établir les influences des dimensions d'échantillon et du diamètre de choc sur l'essai LASAT. Dans notre démarche, le seuil est défini par un intervalle de densité de puissance borné par la valeur maximale sans fissuration et la valeur minimale menant à une décohésion. Les premiers essais LASAT à diamètre de choc 3 mm sur la nuance de référence ont mis en évidence des densités de puissance seuils

relativement faibles : moins de $0,8 \text{ GW/cm}^2$, soit un choc de $0,3 \text{ J}$ pour l'ensemble des cas. La gamme d'énergie applicable pour les tirs sous le seuil d'adhérence est donc assez petite avec ce diamètre de 3 mm . Avec une énergie maximale de 2 J , une recherche des diamètres de choc aptes à engendrer une décohésion a permis d'investiguer les diamètres 6 et 10 mm . Ces choix ont permis d'étudier plus avant l'influence générale des effets tridimensionnels sur la propagation des ondes et sur la fissuration résultante tout en étendant la gamme d'énergie utilisée. En particulier, avec deux épaisseurs de dépôt (60 et $150 \mu\text{m}$) et de substrat (2 et 3 mm) ainsi que les trois diamètres de choc (3 , 6 et 10 mm) on espère pouvoir établir l'influence de ces caractéristiques sur les seuils et courbes LASAT obtenus sur un échantillon (plaquette). Ces résultats sont rassemblés dans la Figure V.23. Les configurations correspondent à une gamme large de rapports géométriques R_g (cf. §I.3.1.3b) variant de $0,2$ à $1,0$ pour analyser les différents régimes dimensionnels des ondes de choc. Ce rapport conditionne les formes de profil de contrainte à l'interface et a déjà été étudié pour des systèmes revêtus par Fabre ($0,6 < R_g < 1,2$) et Courapied ($0,2 < R_g < 1$) [Fabre, 2013; Courapied, 2016].

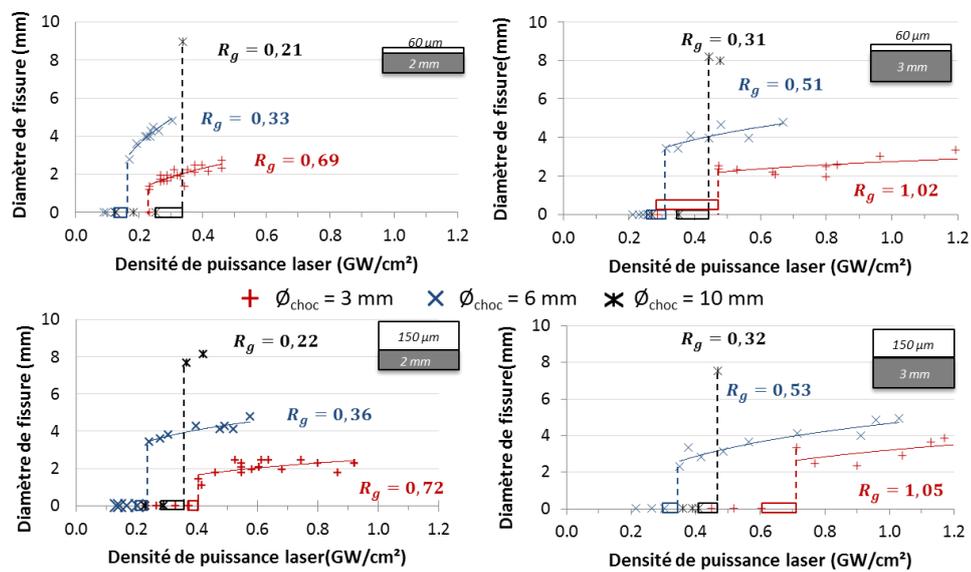


Figure V.23 : Courbes LASAT pour les systèmes de référence N1 (plaquettes) avec HAP 60 et $150 \mu\text{m}$, Ti6Al4V 2 et 3 mm et $\varnothing_{\text{choc}}$ 3 , 6 et 10 mm

La procédure expérimentale appliquée à chaque échantillon a été choisie spécialement pour identifier conjointement le seuil et dessiner la courbe LASAT. Le point de départ est un choc d'intensité de $0,3$ à $0,6 \text{ GW/cm}^2$ qui mène généralement à une décohésion visible en optique et en thermographie IR. Lorsque ce n'est pas le cas, un choc supplémentaire est effectué avec une densité de puissance supérieure. Une fois une première décohésion déterminée, le flux du choc suivant est diminué, généralement de $0,2 \text{ GW/cm}^2$, avec le but de ne pas engendrer de fissure à l'interface de façon à identifier le seuil. Les différentes énergies sont alors choisies de manière à affiner l'intervalle du seuil et à construire la courbe LASAT sur un même échantillon. C'est pourquoi, l'intervalle entre les densités de puissance est plus faible autour du seuil (idéalement entre $0,03$ et $0,06 \text{ GW/cm}^2$) puis augmente à partir de la première décohésion jusqu'à l'écaillage possible de la céramique qui correspond alors à l'énergie maximale de l'essai. Il est intéressant de noter qu'aucun cloquage de la céramique n'a été mis en évidence pour les dépôts APS. Ce point sera discuté en parallèle des résultats obtenus sur le second type de dépôt (VPS) dans la partie VI.3.2.3.

La Figure V.24 présente uniquement les seuils mesurés sur les échantillons de la Figure V.23 pour les différentes configurations dimensionnelles de l'étude. Evidemment, le nombre de tirs permettant d'encadrer le seuil précisément dépend du nombre de tirs réalisés par échantillon (cf. §III.4.2) et de la

part dédiée à sa détermination. Pour les courbes LASAT, les fissures ont été mesurées systématiquement par thermographie infrarouge sur la base d'un diamètre équivalent mesuré manuellement (cf. §II.3.3.2). Lorsque les chocs menaient à l'écaillage de la céramique (partiel ou total), le diamètre mesuré correspondait à la totalité de la zone de décohésion et systématiquement plus grande que celle de la zone mise à nu.

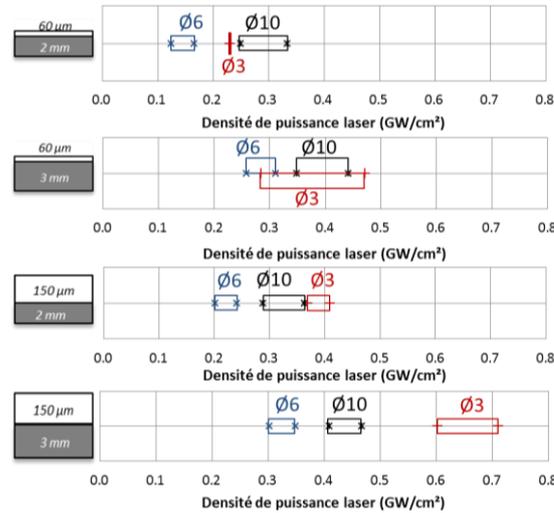


Figure V.24 : Seuils de décohésion mesurés par LASAT pour les systèmes de référence N1 (plaquettes) avec HAP 60 et 150 μm , Ti6Al4V 2 et 3 mm et $\varnothing_{\text{choc}}$ 3, 6 et 10 mm

V.2.1.1 Influence du diamètre de choc

a) Sur le seuil LASAT

L'analyse des seuils LASAT obtenus pour les différents cas de la Figure V.24 permettent de discuter de l'influence du diamètre de choc. On constate que les seuils LASAT mesurés pour $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm sont toujours inférieurs à ceux mesurés pour $\varnothing_{\text{choc}} = 10$ mm. En revanche, avec $\varnothing_{\text{choc}} = 3$ mm, le seuil LASAT est plus élevé dans les deux cas de dépôt HAP 150 μm tandis que pour les dépôts fins HAP, cette tendance n'est plus respectée. En effet, il semble alors que le seuil pour $\varnothing_{\text{choc}} = 3$ mm puisse alors être compris entre ceux mis en évidence par les deux autres même si l'intervalle obtenu pour le cas 3mm/60 μm ne permet de conclure totalement dans ce sens car l'encadrement réalisé n'a pas été assez resserré.

Dans sa thèse, Fabre avait mené des essais LASAT avec des diamètres de choc de 2, 3 et 4 mm pour une seule épaisseur de barrière thermique (substrat/dépôt) de 2,4 mm. Il traitait donc des cas avec R_g 1,2 ; 0,8 et 0,6 [Fabre, 2013]. Il montrait que les seuils obtenus par la méthode de la tache blanche étaient d'autant plus élevés que le diamètre de choc était petit. Il est intéressant de noter que ces cas correspondaient tous à des régimes 3D ($R_g > 0,65$) pour la propagation des ondes de choc. Courapied a travaillé dans le régime mixte ($0,25 < R_g < 0,65$) en faisant varier l'épaisseur de dépôt et le diamètre de choc. Il a indiqué que les surintensités dans le profil de contrainte à l'interface pouvait nuire à l'identification du seuil de rupture [Courapied, 2016]. Dans notre étude, les rapports géométriques, mentionnés dans la Figure V.23, varient selon le diamètre de choc et l'épaisseur de cible. Ils appartiennent aux domaines de régime de propagation 1D ($R_g < 0,25$), mixte 1D-3D et 3D. On observe la même tendance que Fabre en comparant les diamètres 6 mm ($0,33 < R_g < 0,53$) et 3 mm ($0,69 < R_g < 1,05$) avec des seuils qui augmentent à mesure que la taille du diamètre de choc croît. Cependant, lorsque le rapport géométrique est plus petit encore avec le diamètre de choc 10 mm, la tendance est inversée avec des seuils supérieurs à ceux mis en évidence avec le diamètre 6 mm voire avec le 3 mm pour le dépôt fin. Le régime mixte 1D-3D, avec $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm, conduit donc dans notre cas aux valeurs de seuils les plus petites mesurées quelles que soient les épaisseurs de cible utilisées.

b) Sur les courbes LASAT

Les résultats présentés dans la Figure V.23 permettent de discuter de l'influence du diamètre de choc sur les tailles de fissures mesurées par thermographie IR. Pour les diamètres 3 et 6 mm les fissures sont proportionnelles à la densité de puissance et forment des courbes LASAT que l'on peut représenter à l'aide d'une régression logarithmique. Le diamètre 10 mm n'autorise que quatre chocs sur les échantillons ce qui limite le nombre des points avec fissuration. On note que le diamètre de choc 3 mm conduit à une forte dispersion des tailles de fissures qui mesurent entre 1,0 et 3,8 mm pour des densités variant de 0,23 à 0,71 GW/cm². La plus large étendue de taille de fissures est obtenue avec le diamètre de choc 6 mm, entre 2,1 et 5,0 mm mais pour une gamme de densités de puissance moins large, entre 0,12 et 0,31 GW/cm². Le diamètre 10 mm ne conduit qu'à des décohésions de tailles assez proches (7,8 à 9,0 mm) pour des flux compris entre 0,25 et 0,47 GW/cm². Le diamètre de choc 6 mm permet d'obtenir une évolution marquée des tailles de fissure sans avoir besoin d'une grande gamme de densité de puissance ce qui facilite l'établissement de la courbe LASAT.

Les diamètres de choc plus grands limitent le nombre de tirs mais facilitent l'observation des fissures a priori également plus grandes. Cela peut aussi limiter l'influence d'éventuels effets locaux des matériaux et de l'interface (rugosité, épaisseur, porosité) sur la réponse au choc à différents endroits d'un même échantillon. Ils ont bien sûr facilité la détection des fissures et minimisent l'erreur commise sur la mesure du diamètre de décohésion. Aussi, les diamètres de choc 6 et 10 mm ont mis en évidence des fissures inhomogènes (cf. §III.4.1.2a). Dans le cas de petits diamètres, ces phénomènes ne peuvent pas être observés au sein de la décohésion. Cependant, des ruptures locales peuvent tout de même survenir et, si elles sont situées à la périphérie du choc, contribuer à la taille de la fissure finale sans que cela ne puisse être détecté modifiant alors le niveau d'adhérence mesuré.

V.2.1.2 Influence de l'épaisseur du dépôt HAP

L'analyse des résultats LASAT obtenus pour les différents cas permettent aussi de discuter de l'influence de l'épaisseur de céramique. Bien que l'ancrage mécanique soit supposé identique pour les premières passes, les caractéristiques du matériau (porosité, microfissuration) combinés aux effets thermomécaniques pendant la déposition sont directement en relation avec l'épaisseur. Ils peuvent donc influencer sur l'adhérence notamment avec les contraintes résiduelles. Par ailleurs, du point de vue du choc, les essais VISAR menés pour des flux de 0,5 à 5,1 GW/cm² ont montré que la pression générée par l'onde de choc dans la céramique est amortie proportionnellement avec l'épaisseur (Tableau IV.8). Les résultats des essais sur les deux épaisseurs de dépôt issus de la Figure V.23 ont été superposés sans modification pour tenir compte de l'amortissement dans la céramique. Le cas d'un substrat Ti6Al4V 2 mm avec $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm est donné à titre d'exemple dans la Figure V.25.

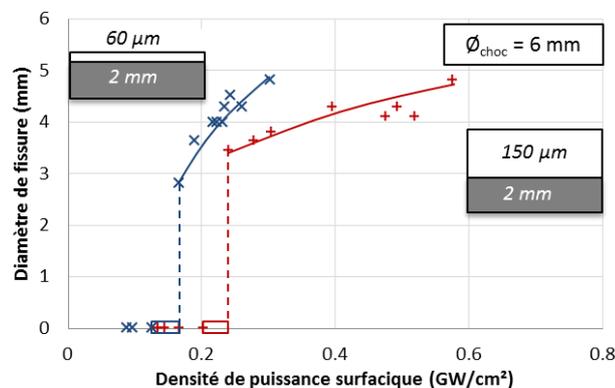


Figure V.25 : Influence de l'épaisseur de dépôt sur une courbe LASAT (Ti6Al4V 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm)

Expérimentalement, ce cas d'exemple est valable pour tous les cas étudiés que l'on retrouve dans la Figure V.23 et traduit que les seuils LASAT (en GW/cm²) sont toujours plus bas pour le dépôt le plus

fin et ce quel que soit le diamètre de choc. Malgré les décalages observés, l'amplitude des fissures mesurées ne dépend pas de l'épaisseur de dépôt. D'autre part, on note aussi que ce décalage de seuil (et de courbe LASAT) entre deux épaisseurs de dépôt est d'autant plus grand que le diamètre de choc est petit. Il est très prononcé pour $\varnothing_{choc}=3$ mm et dans une moindre mesure pour $\varnothing_{choc}=6$ mm tandis que pour $\varnothing_{choc}=10$ mm cette différence est avérée mais très peu marquée. Pour les niveaux de densités de puissance qui définissent les seuils, la modélisation laisse supposer que l'épaisseur de dépôt influence peu le niveau de contrainte à l'interface (voir Figure IV.46). Ceci conduirait donc systématiquement à une adhérence plus faible pour le dépôt le plus fin. Or, les niveaux d'adhérence des essais standards de traction sur plots collés (Tableau V.3) ou par la méthode de mesure directe par VISAR (Tableau IV.10) montrent plutôt une tendance inverse. Dans ce cas, il faudrait pouvoir remettre en cause en premier l'atténuation calculée et sous-estimée dans le modèle pour des densités de puissance inférieures à 1 GW/cm². Si de plus, on observe une influence du diamètre de choc, il est possible que les phénomènes d'atténuation influencent également les effets de bord.

V.2.1.3 Influence de l'épaisseur du substrat

a) Cas des disques

En plus des plaquettes, des essais LASAT ont été menés sur des disques de 25 mm correspondant au format des éprouvettes de l'essai de traction sur plots collés. Au cours de ces campagnes, les seuils et courbes LASAT ont été mesurés pour trois épaisseurs de substrat. L'exemple de la Figure V.26 présente trois essais sur des disques de 2 mm (a), 3 mm (b) et 6,35 mm (c) d'épaisseur de substrat. Dans ces exemples, le diamètre de choc est de 6 mm uniquement et l'épaisseur de dépôt est de 150 µm mais des résultats similaires ont été observés sur les dépôts fins.

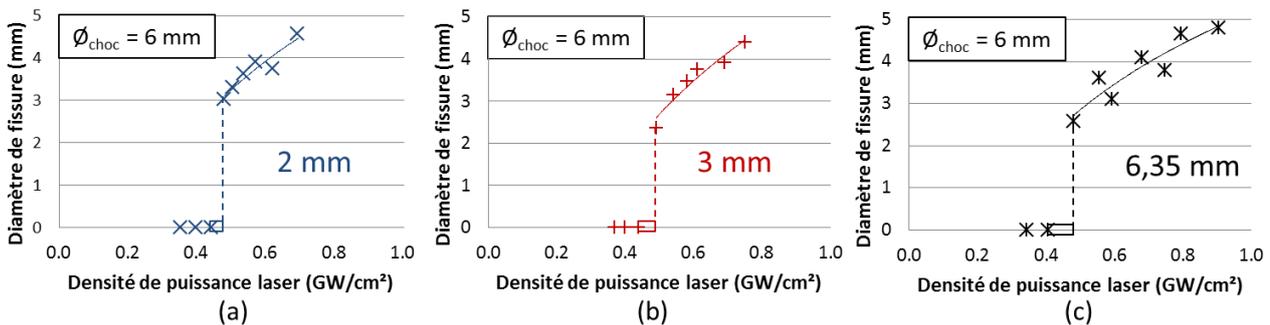


Figure V.26 : Influence de la taille de substrat (disques) sur la courbe LASAT, HAP 150µm, $\varnothing_{choc}=6$ mm

Pour les trois épaisseurs de substrat, les seuils laser sont compris entre 0,40 et 0,48 GW/cm² et les mesures de fissures sont comprises entre 2,3 et 4,8 mm. Les résultats LASAT montrent une faible dépendance du seuil d'adhérence laser à l'épaisseur de substrat dans le cas des disques. L'amortissement de l'onde de choc dans le substrat Ti6Al4V des disques ne serait donc pas très important pour la gamme de pressions engendrées par des flux inférieurs à 1 GW/cm².

D'autre part, on note que les seuils d'adhérence laser sont plus élevés que pour les plaquettes (2 ou 3 mm) avec une différence 0,10 à 0,25 GW/cm². Les courbes LASAT sont obtenues pour des densités de puissance elles aussi supérieures. Ces résultats peuvent être reliés aux mesures VISAR sur plaquettes et disques des Figure IV.18 et Figure IV.19. Les signaux de vitesse de surface libre montrent des valeurs maximales plus élevées dans le cas de plaquettes dans les mêmes conditions de tirs ($F < 1,2$ GW/cm²). Bien que l'incertitude des mesures VISAR puisse être élevée, on retrouve ce résultat avec les essais LASAT pour lesquels une même décohésion nécessite une densité de puissance plus élevée dans le cas des disques. Cela n'a pas été investigué plus avant mais l'hypothèse avancée pour expliquer ce phénomène serait une différence de microstructure métallique entre les échantillons

disques et plaquettes issus respectivement de barreaux et de tôles qui affecterait de manière notable les propriétés et donc la pression générée à la surface du substrat.

b) Cas des plaquettes

Les essais LASAT sur les plaquettes de 2 et 3 mm permettent de discuter de l'influence du substrat sur les courbes et seuils obtenus. Le cas de systèmes 150 μ m/2mm et 150 μ m/3mm avec $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm est donné à titre d'exemple dans la Figure V.27.

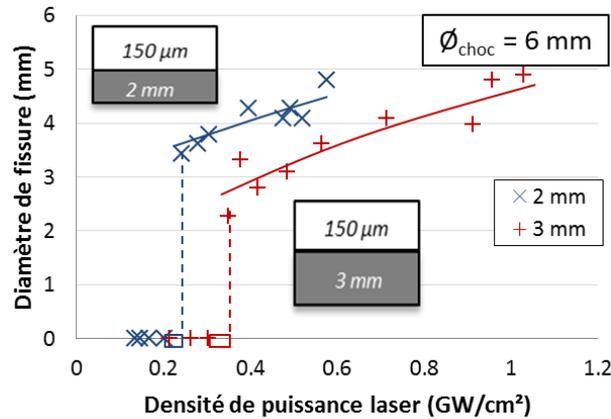


Figure V.27 : Influence de l'épaisseur de substrat (plaquettes) sur une courbe LASAT (HAP 150 μ m, $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm)

Les résultats des plaquettes à substrat épais (3 mm) présentent un niveau d'adhérence (en GW/cm²) systématiquement plus élevé que pour les substrats fins (2 mm) quel que soit le diamètre de choc (3, 6 et 10 mm). En revanche, les tailles de fissure ne semblent pas être affectées par l'augmentation d'épaisseur de substrat et ne varient qu'avec les différents diamètres de choc. On peut supposer que l'ancrage mécanique et les propriétés des dépôts sont proches. Aussi, compte tenu des résultats obtenus sur disques, on émet l'hypothèse que l'épaisseur de substrat ne modifie pas sensiblement les effets tridimensionnels sur la contrainte à l'interface.

Les mesures VISAR menées sur des plaquettes avaient mis en évidence une diminution de la vitesse de surface libre lorsque l'épaisseur augmente pour des densités de puissance de 0,14 ; 0,69 et 1,1 GW/cm² (voir Tableau IV.4). On suppose alors que la propagation des ondes de choc dans le substrat est donc également accompagnée d'un amortissement qui diminue la pression de l'onde principale. Cependant, l'amortissement de l'onde dans le Ti6Al4V est sans doute limité dans le domaine de densité de puissance des essais de la Figure V.23 surtout pour la détermination du seuil. En effet ce domaine est largement inférieur à la limite élastique d'Hugoniot (HEL, cf. §I.3.1.4a) pour le Ti6Al4V ELI qui est égale à 2,27 GPa. Dans notre cas, les résultats LASAT mettent en évidence des différences de 0,1 à 0,2 GW/cm² pour les valeurs de seuil. On peut supposer que les propriétés des plaquettes de 2 et 3 mm sont légèrement différentes avec des valeurs de limite élastique HEL propres. Cela peut, par exemple, être dû à une étape de laminage dans la production des échantillons. D'autre part, de manière identique à l'effet de l'épaisseur de dépôt sur la position des seuils, on remarque également dans la Figure IV.23 que le décalage des courbes entre substrat de 3 et 2 mm varie et reste le plus prononcé pour $\varnothing_{\text{choc}} = 3$ mm mais dans une moindre mesure. Pour les autres diamètres $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm et $\varnothing_{\text{choc}} = 10$ mm, les seuils sont légèrement supérieurs pour le substrat le plus épais mais sont finalement assez proches pour les deux épaisseurs étudiées.

V.2.1.4 Conclusion partielle la mise en œuvre de l'essai LASAT (choc face métal)

La mise en œuvre de l'essai LASAT en configuration de tir face métal a permis de discuter de l'influence des dimensions d'échantillons et du choix du diamètre de choc. Deux épaisseurs de dépôts

(60 et 150 μm) et deux épaisseurs de substrat (2 et 3 mm) étaient disponibles. Contrairement à l'essai de traction sur plots collés, l'essai LASAT peut être appliqué à des dépôts épais ou fins. Le diagnostic infrarouge a pu être appliqué à chaque configuration pour identifier les seuils et courbes LASAT. Trois diamètres de choc ont été investigués de manière à étudier des régimes de propagation monodimensionnel ($\varnothing_{\text{choc}} = 10 \text{ mm}$), tridimensionnel ($\varnothing_{\text{choc}} = 3 \text{ mm}$) et mixte 1D-2D ($\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$).

Les seuils laser d'adhérence des différentes configurations étaient compris entre 0,12 et 0,71 GW/cm^2 . Seuls les diamètres de choc 3 et 6 mm ont permis de mener la procédure d'essai de choc laser choisie pour mettre en évidence les seuils et courbes LASAT de chaque configuration. Le diamètre de choc 3 mm permet d'accéder à des hauts flux mais est limité dans la recherche des seuils de nos systèmes car les chocs sont effectués avec des énergies inférieures à 0,23 J (0,73 GW/cm^2). Bien que le nombre de tirs disponibles soit réduit, le diamètre de choc de 6 mm a permis d'établir des encadrements de seuils à 0,04-0,05 GW/cm^2 près. On a aussi observé que tous les intervalles mesurés avec ce diamètre sont décalés vers les densités de puissance plus faibles par rapport aux autres conditions de choc. Ce constat est sans doute lié au profil spatial de pression initial et sera discuté à l'aide de la modélisation numérique en partie V.3.1.3. De plus, le modèle de rupture fragile couplé à un type de profil de contrainte possédant un maximum local en périphérie implique qu'une décohésion générée avec un grand diamètre de choc se traduit toujours par une taille minimale qui doit faciliter sa détection (voir Figure IV.48). Le diamètre de choc 6 mm semble donc être un choix pertinent pour la méthode de recherche du seuil LASAT appliquée aux revêtements HAP de l'étude.

Concernant la méthode des courbes LASAT, le diamètre de choc 3 mm a conduit à une plus forte dispersion des mesures de fissures et nécessite une plus large gamme de flux pour faire évoluer significativement les tailles de fissure. Au contraire, le diamètre de choc 6 mm a permis de construire des courbes LASAT avec une plage de fissures mesurées assez étalée pour une gamme de flux relativement proches. De plus, un diamètre plus grand permet de diminuer l'incertitude sur la mesure du diamètre des décohésions. Dans notre cas, le diamètre 6 mm semble aussi être un bon compromis pour mener l'essai de choc laser en configuration de tir face métal afin d'identifier les courbes LASAT. Selon nos essais, et sous-couvert d'un approfondissement des étalonnages en pression sous la forme de filiation de mesures VISAR pour tenir compte d'éventuelles hétérogénéités, il serait également possible d'envisager d'autres diamètres compris entre 5 et 12 mm.

Les résultats ont permis de montrer qu'une augmentation de l'épaisseur de dépôt conduit à une élévation des densités de puissance nécessaires à la détermination du seuil et de la courbe LASAT. Or les contraintes à rupture mesurées par essais de traction sur plots collés montraient une adhérence plus élevée dans le cas d'un dépôt fin. On suppose donc que l'onde de choc est fortement atténuée par le passage dans la céramique malgré des densités de puissance inférieures à 1 GW/cm^2 . Cette hypothèse est renforcée par les essais VISAR en configuration de tir face céramique qui avaient montré une atténuation pour des flux entre 0,5 et 5,1 GW/cm^2 . La reproduction de cette atténuation par la modélisation numérique des systèmes sera discutée dans la partie V.3.1.1.

L'influence de l'épaisseur de substrat a été discutée pour des échantillons sous formes de plaquettes ou de disques. Dans le premier cas, l'augmentation de l'épaisseur de substrat (2 à 3 mm) conduisait à l'élévation des densités de puissance nécessaires à l'identification des seuils et courbes LASAT. Dans le second cas, les trois épaisseurs testées (2, 3 et 6,35 mm) conduisaient à trois résultats LASAT similaires avec des seuils et courbes très proches. On suppose que l'onde de choc est peu ou pas atténuée par le Ti6Al4V dans la gamme de densité de puissance inférieure à 1 GW/cm^2 . La différence entre les plaquettes de 2 et 3 mm pourrait alors s'expliquer par le procédé de fabrication (laminage) qui induirait une variation entre les propriétés liées à la propagation de l'onde dans les plaquettes 2 et

3 mm. Une fois la phase exploratoire terminée, le nombre de tir requis était moins élevé et les disques ont alors été préférés pour conserver les mêmes échantillons que l'essai de traction sur plots collés.

L'analyse de ces résultats expérimentaux serviront de référence pour discuter de la portée et de la validité de la modélisation entreprise autour des influences des effets dimensionnels combinés des épaisseurs d'échantillon (cf. §V.3.1.1 et §V.3.1.2) et des diamètres de choc (cf. §V.3.1.3). Il s'agira alors d'apprécier mieux les tendances établies à travers les variations de profils des contraintes engendrées à l'interface. Au final, la modélisation doit permettre également une quantification d'une adhérence via un critère de seuil simple dont on cherchera à établir la validité, la sensibilité et les limites.

V.2.2 Méthodes LASAT avec choc face céramique

L'essai LASAT conduit avec un choc face céramique permet de modifier la propagation de l'onde en inversant l'ordre de traversée des matériaux. Lors de ses travaux, Bégué a montré que la fissuration était possible par le retour de l'onde principale [Bégué, 2015] mais elle pourrait aussi survenir préalablement dès la première traversée avec la traction interfaciale issue des réflexions dans la céramique (cf. §IV.3.1.1). La fissuration se ferait alors en deux étapes avec une première fissure de taille réduite due aux réflexions de l'onde dans la céramique et un agrandissement lors du retour de l'onde principale. Cette configuration a été utilisée pour obtenir des profils vitesse pour les systèmes revêtus (cf. §IV.2.2.1) et constitue aussi une opportunité de protocole d'essai. Dans cette partie, l'essai LASAT avec choc face céramique est investigué pour les différentes dimensions d'échantillon afin de vérifier son applicabilité et les limites spécifiques à cette configuration.

V.2.2.1 Mise en œuvre avec choc laser face céramique

Un essai LASAT avec un choc face céramique nécessite une modification du mode opératoire car l'ablation du dépôt est limitée par sa semi-transparence à la longueur du laser. S'inspirant des travaux antérieurs, le choix d'ajouter un milieu ablateur sur la surface du dépôt est imposé. Des essais préliminaires ont été conduits avec un ruban adhésif en aluminium ou une bande adhésive noire en PVC (3M). Seule la bande noire a été retenue car les niveaux de vitesse en VISAR étaient satisfaisants et reproductibles pour une gamme de densité de puissance de 0,5 à 6,0 GW/cm². Son épaisseur est d'environ 130 µm et sa faible impédance acoustique permet la bonne transmission de l'onde dans la céramique. La pression transmise est systématiquement supérieure à la pression générée dans le milieu ablateur (voir Figure I.37). Le choc s'effectue après avoir appliqué un morceau d'adhésif noir sur la zone visée et l'ajout d'un ruban adhésif transparent pour le confinement de l'ablation du polymère. La zone ablatée de la bande noire mesure environ 30 µm comme le présente la Figure V.28 avec une vue en coupe d'un feuillard d'aluminium après choc avec milieu ablateur.

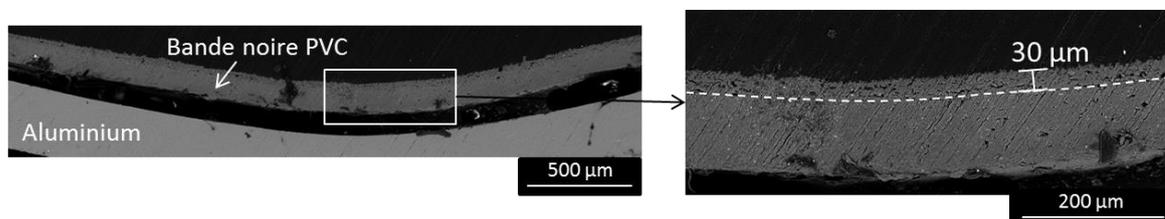


Figure V.28 : Vue en coupe optique d'un adhésif PVC noir (3M) sur feuillard Al après ablation laser

Le diamètre de choc choisi était de 3 mm car les énergies nécessaires à la décohésion étaient plus élevées. Un exemple de courbe LASAT est présenté en Figure V.29 pour un échantillon avec 2 mm de Ti6Al4V et 150 µm d'hydroxyapatite. Des vues en coupe après essai LASAT sur un dépôt épais (voir Figure III.14) ont montré que les fissures étaient situées à l'interface (rupture adhésive) et que leur diamètre correspond aux mesures par thermographie IR. Avec cet essai, un seuil de décohésion est mis en évidence et les fissures engendrées par les chocs d'énergies supérieures sont circulaires avec des

diamètres proportionnels à la densité de puissance. Les méthodes LASAT semblent donc être applicables à la nuance de référence pour des tirs dits « face avant » du côté de la céramique comme cela a été le cas pour les barrières thermiques EB-PVD [Bégué et al., 2013].

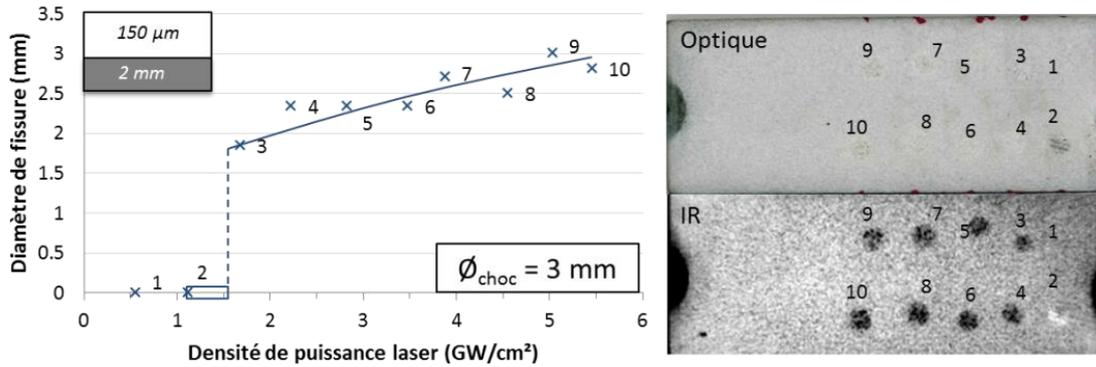


Figure V.29 : Courbe LASAT avec choc face céramique N1, HAP 150µm, Ti6Al4V 2mm, Ø_{choc}=3 mm (N1)

V.2.2.2 Mesure de l'adhérence par LASAT face céramique

Les essais LASAT en configuration de choc face céramique ont été menés avec le diagnostic de mesure par thermographie IR et un diamètre de choc de 3 mm. La Figure V.30 rassemble les seuils et courbes LASAT obtenus sur les diverses géométries de plaquettes (Ti6Al4V : 2 et 3 mm, HAP : 60 et 150 µm) de la nuance N1. L'écaillage de la céramique n'a été observé que pour l'échantillon 60µm/2mm et a été intégré aux résultats sans distinction.

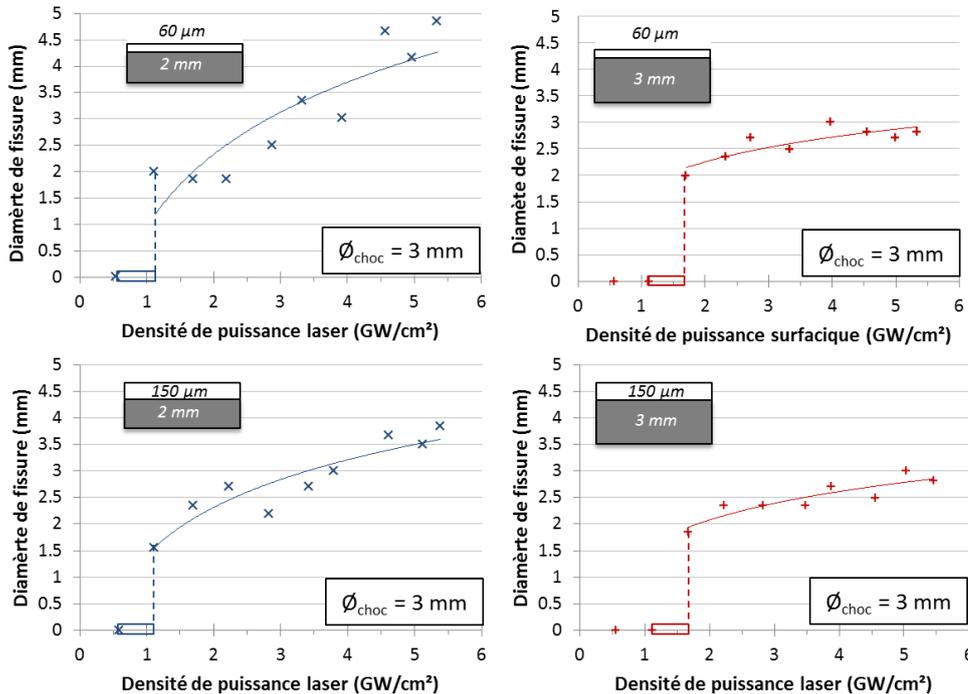


Figure V.30 : Courbes LASAT avec chocs face céramique pour quatre échantillons N1 (plaquettes), HAP APS 60 et 150µm, Ti6Al4V 2 et 3 mm, Ø_{choc}=3 mm

Bégué avait travaillé sur des systèmes composés d'une barrière thermique EB-PVD et d'un substrat AM1 de 1 et 2 mm d'épaisseur. Il avait obtenu des courbes LASAT pour des densités de puissance comprises entre 1,2 et 5 GW/cm² [Bégué et al., 2013]. En conduisant des chocs face céramique avec un diamètre de 2 mm, il avait mis en évidence des tailles de fissure plus grandes pour le substrat plus fin. Notre étude permet d'étendre l'étude de l'influence des épaisseurs de substrat et de dépôt à des

systèmes biocompatibles (Ti6Al4V/HAP). Pour un substrat plaquette de 2 mm, les seuils sont compris dans l'intervalle 0,5-1,1 GW/cm² quelle que soit l'épaisseur de dépôt. Lorsque l'épaisseur de substrat augmente, l'intervalle est de 1,1-1,7 GW/cm² également pour les deux épaisseurs. Aussi on observe que les tailles de fissures ne semblent pas être très influencées par l'épaisseur de dépôt mais diminuent lorsque l'épaisseur de substrat augmente pour les flux supérieurs à 3 GW/cm². Les essais présentés ici peuvent être rapprochés des mesures VISAR pour des chocs face céramique présentées dans le Tableau IV.7. Les valeurs de vitesse de surface libre mettent en évidence une atténuation due à l'augmentation de l'épaisseur de substrat ou de dépôt. Dans le cas du Ti6Al4V, la propagation en régime élastique de l'onde peut être remise en cause pour les densités conduisant à une pression supérieure à la limite d'Hugoniot ($HEL_{Ti6Al4V} = 2,27$ GPa). L'amortissement dans le métal est donc plus important avec les flux utilisés pour le choc face céramique (0,5 à 5,5 GW/cm²). Ce phénomène explique la différence de taille de fissure entre les deux épaisseurs de Ti6Al4V. Dans le cas du HAP, l'étude de l'influence de l'épaisseur de céramique pour des configurations de chocs face métal (cf. §V.2.1.2) avait montré une différence entre les seuils de l'ordre de 0,2 à 0,3 GW/cm² pour un diamètre de choc de 3 mm. Or la largeur des intervalles encadrant les seuils pour les chocs face céramique de la Figure V.30 est supérieure (0,6 GW/cm²). Ces essais devraient donc être complétés par des chocs resserrés autour des seuils pour diminuer les intervalles qui encadrent la décohésion et statuer sur les effets des épaisseurs de substrat et de dépôt.

D'autre part, il est intéressant de comparer les résultats LASAT obtenus pour des configurations de tir face métal (FM) et face céramique (FC). Dans sa thèse, Bégué avait conduit des essais similaires avec des chocs côté substrat confinés avec de l'eau et des chocs côté céramique effectués avec une bande adhésive noire pour l'ablation et un ruban adhésif transparent pour le confinement [Bégué, 2015]. Les chocs face métal montraient un seuil LASAT plus bas ($0,8 < 1,1$ GW/cm²) et des fissures plus grandes pour une gamme de densité de 0,8 à 3,2 GW/cm². La Figure V.31 présente deux exemples représentatifs d'essais LASAT menés avec des configurations de tirs face métal (bleu) et céramique (rouge), un diamètre de choc 3 mm et sur une cible HAP 150 µm et Ti6Al4V 3 mm.

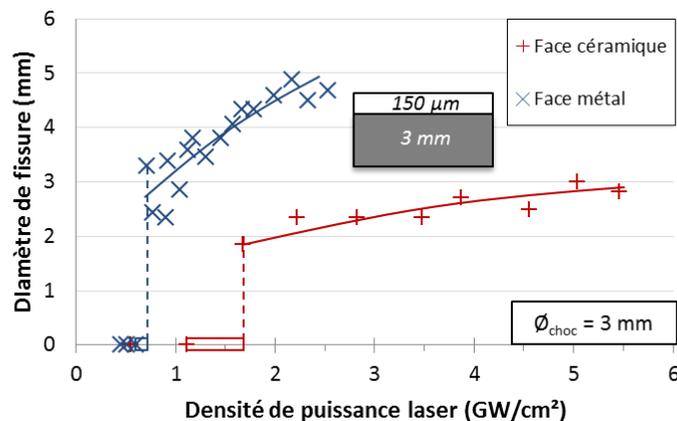


Figure V.31 : Courbes LASAT pour des chocs face métal et face céramique, nuance N1 (plaquettes), HAP 150 µm, Ti6Al4V 3 mm et \varnothing_{choc} 3 mm

Dans notre étude, les niveaux d'énergie nécessaires à la décohésion en tir face céramique sont bien plus élevés (> 1 GW/cm²) qu'en configuration choc face métal (< 1 GW/cm²). De plus, on note que les diamètres des fissures engendrées par les chocs face céramique sont systématiquement plus petits. Ces observations sont valables pour l'ensemble des géométries d'échantillon et plusieurs phénomènes peuvent expliquer ces résultats. D'abord, les ondes générées ne sont pas produites dans les mêmes conditions. La différence de matériaux des ablations du métal (cas standard) et de la bande adhésive noire (cas face céramique) conduit à des niveaux de pression initiale différents. De plus, la transmission de l'onde dans la céramique se traduit par une interface avec une certaine rugosité et un

milieu de propagation supplémentaire. Des bulles d'air peuvent parfois se loger dans les anfractuosités et empêcher la transmission de l'onde. D'autre part, on sait que l'historique temporel de propagation d'onde menant à des fissurations est différent dans les deux cas. En tir face métal, la rupture est généralement obtenue lorsque l'onde de détente principale traverse l'interface après son retour de la surface libre. L'atténuation est due à un seul passage dans le métal et à un aller-retour dans la céramique. En tir face céramique, l'onde de choc principale parcourt l'ensemble de l'échantillon puis à nouveau le substrat avant de solliciter l'interface en traction. La propagation de l'onde dans cette configuration est plus longue donc elle peut être d'avantage amortie surtout pour des densités de puissance élevées dans la céramique puis dans le métal. Enfin, la gamme réduite des diamètres de fissure obtenus pour les chocs côté céramique (entre 2 et 3 mm) indique un élargissement modéré du profil de contrainte à l'interface pour des densités de puissance croissantes. Ce phénomène peut être aussi lié à un amortissement de l'onde de choc plus important dans cette configuration de choc qui limite l'augmentation du profil de contrainte et donc la taille des fissures.

V.3 Comparaison expériences-simulations 2D de l'essai LASAT

Avec les premières observations expérimentales des essais LASAT sur la nuance de référence N1, la modélisation 2D peut dorénavant être confrontée à l'expérience. Dans la partie IV.3, la modélisation a permis de définir des cartographies spatio-temporelles des chargements induits par les chocs et d'isoler les profils de contraintes de traction maximales le long de l'interface. Ces profils ont ensuite conduit à étalonner la valeur de contraintes maximales à l'interface en fonction de la densité de puissance (cf. §IV.3.3.2). De plus, ils ont servi à extraire des rayons de fissure selon un critère de rupture « cut-off » afin de construire des abaques de courbes LASAT (cf. §IV.3.3.3). Les approches expérimentales et numériques doivent se rencontrer et nourrir si possible la compréhension et la critique des méthodes d'essai engagées (choc côté métal). Il s'agit ici de rapporter les influences des différents paramètres à la lumière des courbes et seuils LASAT expérimentaux obtenus pour différents cas sur plaquettes (Figure V.23). *In fine*, la modélisation doit permettre de traduire les seuils et courbes LASAT de chaque cas en contrainte à rupture pour discuter de l'adhérence de la nuance N1.

V.3.1 Influence des configurations de modèle sur les courbes LASAT simulées

Une campagne de modélisation a été menée pour comprendre les influences des épaisseurs (dépôt et substrat) et des conditions de choc (diamètre et profil spatial) sur les seuils et courbes LASAT simulées. La démarche consistait à extraire les profils de contraintes maximales à l'interface pour l'ensemble des dimensions d'échantillon (HAP 60 et 150 μm Ti6Al4V 2 et 3 mm). Les deux diamètres de choc 3 et 6 mm ont été modélisés par le profil top-hat (Figure IV.3) et couronne (Figure IV.12b). Le diamètre 10 mm n'est pas présenté dans cette partie car il est trop limitant dans la mise en œuvre de l'essai LASAT. Chaque configuration a été soumise à des pressions d'entrée comprises entre 0,1 et 0,6 GPa (parfois 1 GPa) avec une incrémentation de 0,05 GPa entre chaque calcul soit 0,04 GW/cm². Ces modélisations ont permis d'extraire des profils de contraintes maximales puis de construire les courbes LASAT (avec seuil). Les seuils d'adhérence numériques choisis pour le critère « cut-off » étaient compris entre 0,025 GPa et 0,800 GPa par pas de 0,025 GPa.

V.3.1.1 Influence de l'épaisseur de HAP

L'épaisseur des cibles est une donnée qui influe sur la propagation des ondes ainsi que l'atténuation de la pression lors des traversées. La Figure V.32 regroupe des résultats numériques représentatifs obtenus pour des incréments de pression jusqu'à 1 GPa sur des systèmes de substrat 2 mm avec les deux épaisseurs de dépôt. Elle présente les courbes LASAT obtenues pour deux exemples de seuils d'adhérence choisis à 200 et 400 MPa pour les deux types de modélisation numérique (profils top-hat

ou couronne) et un diamètre de choc de 6 mm. Notons qu'hormis l'épaisseur, le modèle ne différencie par les dépôts 60 et 150 μm et applique des critères « cut-off » identiques.

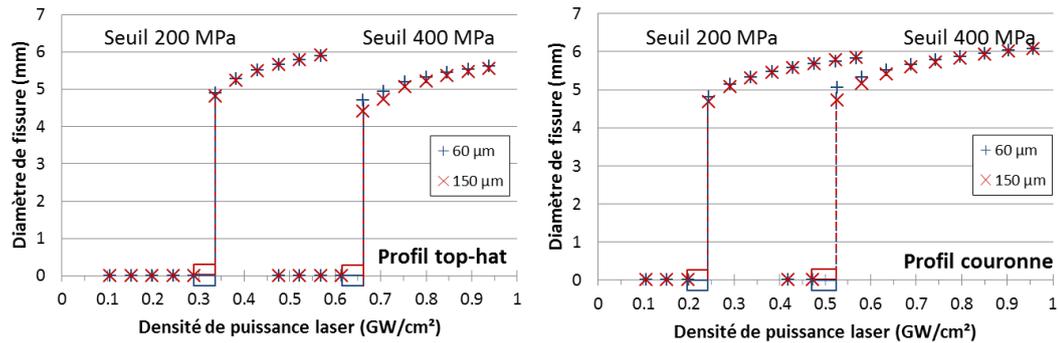


Figure V.32 : Courbes LASAT simulées avec seuil d'adhérence à 200 et 400 MPa pour HAP 150 μm et 60 μm (Ti6Al4V 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm) : profils top-hat (gauche) et couronne (droite)

Dans les deux exemples, les seuils laser numériques se superposent et ne sont pas influencés par l'épaisseur de céramique quel que soit le type de profil choisi. En revanche, les diamètres de fissure extraits sont à chaque fois légèrement plus grands dans le cas du dépôt fin. Les courbes LASAT numériques obtenues pour d'autres seuils et pour le diamètre de choc 3 mm présentent les mêmes conclusions avec des écarts de taille de fissure similaires. Les courbes LASAT expérimentales de la Figure V.23 indiquent des seuils décalés vers de plus hautes densités de puissance pour le dépôt épais pour les deux diamètres de choc étudiés. De plus, les tailles des fissures des courbes LASAT sont effectivement plus grandes pour le dépôt fin comme le prédit le calcul mais de manière beaucoup plus prononcée. Si l'on peut toujours envisager une différence d'adhérence entre le dépôt de 60 μm et le dépôt de 150 μm , les premiers constats mènent à proposer en priorité une atténuation de la vitesse matérielle accrue dans la céramique la plus épaisse pour expliquer les résultats expérimentaux et remettre en cause le calcul. En effet, malgré un paramètre S volontairement élevé ($S=10$) pour tenter de rendre compte d'un effet atténuateur de la porosité, il semble que cela ne convienne pas au flux les plus bas. Expérimentalement, les mesures de vitesse VISAR pour des chocs face céramique du Tableau IV.7 montrent bien une atténuation de la vitesse dès les densités de puissance 0,5 et 1,1 GW/cm^2 . Cependant, la pertinence des données de HAP dans le modèle n'a été vérifiée que pour une valeur de flux de 3,8 GW/cm^2 (voir Figure IV.31). Il aurait été judicieux d'étendre la série de calcul de profils de vitesse pour la comparaison avec l'ensemble des signaux de vitesse acquis lors de cette campagne VISAR. Cependant, il faut noter que dans le domaine d'énergie considéré et compte tenu de l'écart d'épaisseur qui reste assez faible, les modèles hydrodynamiques peuvent conduire à ce genre de résultat qui montre une influence limitée de l'épaisseur dans des domaines où la propagation satisfait plus à un régime élastique sans dissipation. Dans notre modèle actuel, les phénomènes d'atténuation dus aux données rentrées pour la céramique interviennent pour des énergies plus élevées, à partir de 1 GW/cm^2 typiquement.

V.3.1.2 Influence de l'épaisseur de Ti6Al4V

La Figure V.33 regroupe des résultats numériques représentatifs obtenus pour des incréments de pression jusqu'à 0,6 GPa sur des systèmes de dépôt 150 μm avec les deux épaisseurs de substrat. Elle rassemble les deux types de modélisations numériques (top-hat/couronne) pour un diamètre de choc de 6 mm et présente les courbes LASAT obtenues pour un seuil d'adhérence de 200 MPa.

Dans cette partie, la comparaison expérience-simulation est conduite avec les résultats obtenus sur plaquettes présentés en Figure V.23 car la calibration du modèle numérique a été menée en parallèle de mesures VISAR sur des plaquettes de Ti6Al4V de 2 et 3 mm. L'influence de l'épaisseur de substrat

étudiée à partir des profils de vitesse des courbes LASAT expérimentales a montré une différence entre plaquette et disque de Ti6Al4V que l'on attribue à une différence de microstructure du métal en surface ou en volume.

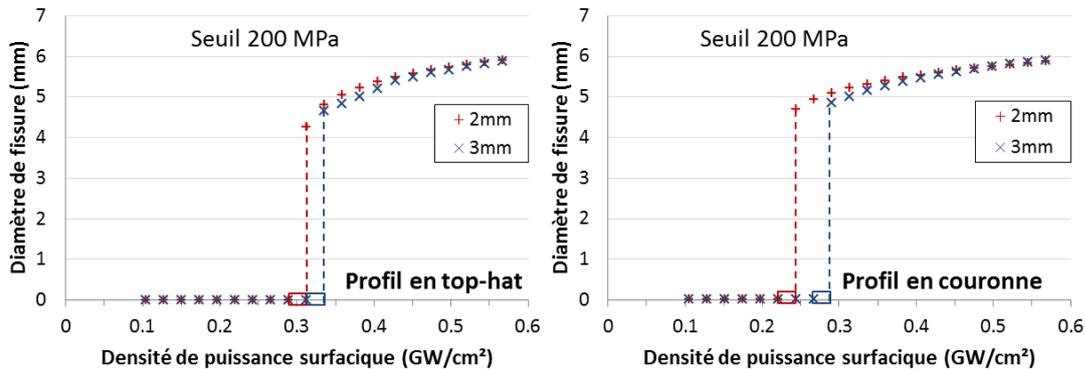


Figure V.33 : Courbes LASAT simulées avec seuil d'adhérence à 200MPa pour Ti6Al4V 2 et 3 mm HAP 150 μm et 60 μm (HAP 150 μm , $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$) : profils top-hat (gauche) et couronne (droite)

Les résultats montrent des seuils numériques qui croissent lorsque l'épaisseur de substrat augmente. Par ailleurs, le choix de profil radial d'entrée influence le décalage du seuil simulé qui est plus grand (deux incréments de 0,04 GW/cm^2) pour le profil couronne. On note aussi que les diamètres de fissure extraits pour le substrat 2 mm sont légèrement supérieurs pour une même condition de choc juste au-dessus du seuil mais semblent se rejoindre pour les densités supérieures. Les mêmes comportements sont observés avec un diamètre de choc 3 mm ou une épaisseur d'HAP de 60 μm et pour d'autres seuils de rupture. La modélisation numérique est en accord avec les tendances expérimentales mais avec des différences moins marquées. En effet, les densités de puissance nécessaires aux décohésions dans les systèmes à substrat 3 mm de la Figure V.23 étaient nettement supérieures à celles pour les substrats 2 mm. De plus, les diamètres de fissure obtenus pour les échantillons de 2 mm d'épaisseur étaient systématiquement plus grands. On note toutefois que les écarts entre les seuils expérimentaux sont plus proches de ceux mis en évidence par le profil en couronne (décalage 0,08 GW/cm^2) mais que l'écart entre les tailles de fissure est plus important sur les courbes LASAT expérimentales par rapport à celles simulées. Compte tenu des gammes de pression assez basses, l'atténuation dans le Ti6Al4V est sans doute négligeable. On suppose que la modélisation numérique met ici en évidence une différence d'influence des effets tridimensionnels pour des cibles de 2 ou 3 mm accentué avec un profil en couronne.

V.3.1.3 Influence du diamètre de choc

Au cours des expérimentations, trois diamètres ont été testés (voir Figure V.23) mais seuls les diamètres 3 et 6 mm ont été retenus pour les courbes LASAT simulées. La modélisation numérique a été conduite avec les deux profils spatiaux pour comparer l'influence des effets de bord « classiques » (profil top-hat) et des effets de bord amplifiés dès l'état initial (profil en couronne). La Figure V.33 regroupe des résultats numériques représentatifs obtenus pour des pressions jusqu'à 0,6 GPa sur des systèmes de dépôt de 150 μm et de substrat de 2 mm. Elle rassemble les deux types de modélisation numérique top-hat et couronne pour les diamètres de choc 3 et 6 mm et présente les courbes LASAT obtenues pour un seuil d'adhérence de 200 MPa.

Expérimentalement, les seuils de décohésion pour le diamètre 6 mm sont systématiquement plus faibles que pour le diamètre 3 mm quelles que soient les dimensions des plaquettes. Les résultats numériques montrent que les seuils de décohésion sont les mêmes pour des diamètres de choc de 3 et 6 mm lorsque le profil est top-hat. En revanche, le profil couronne conduit à un décalage de deux incréments (0,08 GW/cm^2).

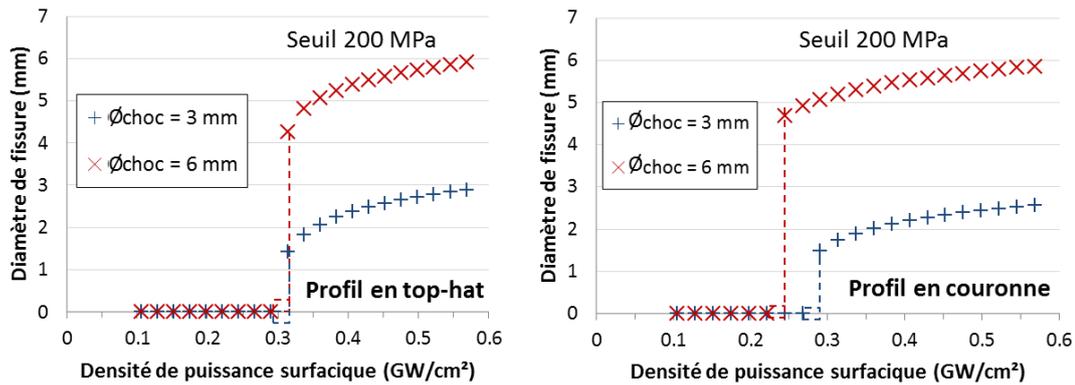


Figure V.34 : Courbes LASAT simulées avec seuil d'adhérence à 200MPa pour $\varnothing_{\text{choc}}$ 3 et 6 mm (Ti6Al4V 2mm, HAP 150 μ m) : profils top-hat (gauche) et couronne (droite)

Ce phénomène s'explique par les caractéristiques des profils en couronne des diamètres de choc 3 et 6 mm qui ne modélisent pas le même niveau de pression maximum à l'entrée. Dans le cas du diamètre 3 mm, la pression maximale est 1,16 fois plus élevée en périphérie qu'au centre tandis que pour le diamètre 6 mm le rapport est de 1,50 (voir Figure IV.12b). On note que ce choix de modélisation en couronne est le seul qui permet de reproduire l'effet du diamètre de choc 6 mm sur le seuil LASAT. Les mêmes résultats sont observés avec une épaisseur de dépôt de 60 μ m et pour d'autres critères de seuil de rupture. Avec le profil top-hat, les profils de contrainte à l'interface présentent des maxima proches pour les deux diamètres de choc dans cette gamme de densité de puissance (voir Figure IV.44). Les seuils sont donc superposés. D'autre part, on note que l'étendue des diamètres fissure est plus grande dans le cas d'un profil top-hat avec des tailles minimales plus petites que pour le choix en couronne. On peut relier cette observation à la raideur du profil en couronne initial mais aussi à l'influence des effets tridimensionnels qui ont tendance à réduire la largeur du front d'onde plan (cf. §I.3.1.3b) et qui sont accentués dans ce choix de modélisation. La comparaison des gammes de taille de fissures expérimentales et numériques en fonction du choix de modélisation sera présentée dans le cadre de l'application de la méthode LASAT 2D dans la partie V.3.2.2.

V.3.2 Application pour la mesure d'adhérence du système de référence (N1)

La modélisation permet de compléter la mise en œuvre de l'essai LASAT sur la nuance de référence (N1) par la conversion des seuils et des courbes LASAT en contraintes à rupture à l'interface. Dans le Chapitre IV, deux outils issus de la modélisation ont été construits pour étendre les résultats d'adhérence expérimentaux. La méthode du seuil utilise des courbes d'étalonnage (Figure IV.49) qui permettent d'accéder à la contrainte maximale à l'interface en fonction du flux laser. La méthode des courbes LASAT superpose les courbes expérimentales aux abaques numériques (Figure IV.50) pour lire la contrainte à rupture. Les résultats expérimentaux utilisés pour discuter des seuils et courbes LASAT numériques sont issus des essais présentés dans la Figure V.23.

V.3.2.1 Méthode du seuil LASAT

En théorie, l'adhérence est définie par un seuil qui correspond à la contrainte minimale pour laquelle un choc laser d'une intensité donnée conduit à une décohésion à l'interface. D'un point de vue expérimental, la définition du seuil se traduit par un intervalle qui encadre la valeur d'énergie minimale menant à la première décohésion et la valeur maximale qui n'en produit aucune. Avec les abaques de seuil simulés (Figure IV.49), ces intervalles en densité de puissance sont convertis directement en deux bornes de contrainte qui permettent d'encadrer le niveau d'adhérence recherché. Pour rappel, selon la méthodologie employée faisant appel à la modélisation 2D, la valeur maximale choisie pour les abaques ne correspond pas systématiquement à la valeur au centre de la zone

choquée mais à la valeur maximale le long de l'interface. Selon les profils radiaux des contraintes cette valeur maximale peut-être positionnée plus ou moins loin du centre à cause des effets tridimensionnels ou du choix d'un profil couronne (voir Figure IV.44). Pour ce dernier choix, comme cela a été montré dans le paragraphe précédent, un même encadrement en énergie conduit forcément à une adhérence plus élevée du fait de la surintensité de pression au niveau de la couronne.

Le Tableau V.8 rassemble les intervalles en densité de puissance entourant les seuils d'adhérence expérimentaux des échantillons de la nuance N1 (Ti6Al4V/HAP-APS). Ils ont été mesurés pour les différentes épaisseurs et pour les deux diamètres de choc (3 et 6 mm). Avec le calcul, un intervalle de seuil laser de 0,1 GW/cm² conduit à une plage de contrainte de 60 à 70 MPa dans le domaine d'énergie des seuils considérés. Pour chaque échantillon, les bornes ont d'abord été converties en contraintes maximales selon les abaques de la Figure IV.49, puis on retient la moyenne des deux valeurs afin de faciliter la comparaison entre les différents cas.

Seuil LASAT		60µm/2mm	60µm/3mm	150µm/2mm	150µm/3mm
Ø _{choc} 3 mm	GW/cm²	0,22-0,22	0,29-0,49	0,37-0,41	0,60-0,71
	MPa (top-hat)	140	250	260	405
	MPa (couronne)	170	270	290	435
Ø _{choc} 6 mm	GW/cm²	0,13-0,17	0,26-0,31	0,20-0,24	0,30-0,35
	MPa (top-hat)	95	185	150	215
	MPa (couronne)	137	230	190	267

Tableau V.8 : Seuils d'adhérence expérimentaux et en contrainte équivalente à l'interface des échantillons de la Nuance N1 Ti6Al4V/HAP-APS (plaquettes)

Logiquement, le choix du profil radial d'entrée conditionne la valeur de contrainte seuil numérique. Cependant, conformément aux abaques de la Figure IV.49, les résultats de la simulation indiquent des augmentations modérées du seuil (30 à 50 MPa) par rapport au top-hat. Si les profils de la Figure IV.41 montrent bien une amplification due au profil en couronne par rapport au top-hat, celle-ci est très modérée pour les seuils laser expérimentaux de cette étude correspondant à des flux assez bas.

D'autre part, l'influence de l'épaisseur de substrat (plaquettes) sur la mesure des seuils laser présenté en V.2.1.3b est transférée sur les contraintes. Les seuils de la modélisation sont systématiquement supérieurs dans le cas de l'épaisseur 3 mm avec une différence moyenne de 103 ± 29 MPa. L'influence de l'épaisseur de dépôt est aussi traduite avec les résultats numériques mais l'écart dépend du diamètre de choc. Avec Ø_{choc} = 6 mm, les seuils numériques des dépôts épais sont 30 à 50 MPa supérieurs par rapport aux dépôts fins tandis qu'avec Ø_{choc} = 3 mm la différence est plus marquée (entre 120 et 165 MPa). Dans le cas du dépôt fin, les résultats obtenus avec les deux diamètres de choc sont assez proches, avec un seuil moyen de 134 ± 38 MPa pour les plaquettes 2 mm et 234 ± 36 MPa pour les plaquettes 3 mm. En revanche, on observe un écart important entre les résultats identifiés avec les diamètres de choc 3 mm et 6 mm sur les échantillons 150 µm. Cet écart, jugé trop significatif, est probablement à relier aux limites de détection par imagerie non destructive d'une première décohésion pour un diamètre de choc de 3 mm. En effet, avec un dépôt épais, le diagnostic par thermographie IR est moins facile à appliquer car les contrastes de la fissure sont plus facilement masqués par les bruits de l'image IR. Or, avec un diamètre de 3 mm, la fissure engendrée proche du seuil d'adhérence est potentiellement très petite et donc difficile à détecter. On suppose alors que les échantillons 150µm/2mm et 150µm/3mm peuvent présenter des seuils laser plus bas qui n'ont pas été correctement identifiés avec le diamètre de choc 3 mm.

V.3.2.2 Méthode avec courbes LASAT

La modélisation numérique du choc laser permet d'extraire les tailles de fissure selon un critère de seuil de type « cut-off » que l'on relie à un seuil d'adhérence sous la forme d'abaques numériques de courbes LASAT (cf. §IV.3.3.3). Les Figure V.35 et Figure V.36 superposent ces abaques avec les résultats expérimentaux des systèmes à substrat 2 mm de la Figure V.23 pour les diamètres de choc 3 et 6 mm. La Figure V.35 présente les résultats pour le dépôt fin ($60\ \mu\text{m}$) et la Figure V.36 pour le dépôt épais. Les fissures numériques de forme annulaires ont été ramenées à des fissures circulaires qui traduisent une décohésion totale à l'intérieur de l'anneau. Cela correspond à la démarque de dépouillement expérimental lorsque des fissures inhomogènes sont rencontrées (cf. §III.4.1.2a). Naturellement, les abaques générés avec la modélisation en couronne présentent des seuils d'adhérence plus élevés par rapport à la modélisation top-hat car la pression est normalisée au centre pour les deux types de profils. Autrement dit, les abaques LASAT sont toujours décalés vers les plus hauts flux dans le cas de profils top-hat. D'autre part, on note aussi que la plage de variation des tailles de fissure numériques est légèrement plus grande dans le cas d'une modélisation en top-hat.

Sur la Figure V.35, on note que les abaques de courbes du dépôt fin suivent l'évolution expérimentale des diamètres de fissure obtenus avec un diamètre de choc de 3 mm (Figure V.35 haut). La superposition de la courbe expérimentale montre des niveaux d'adhérence de 150 à 175 MPa avec le profil top-hat et de 150 à 200 MPa avec le profil en couronne. Comme pour la méthode de mesure de seuil du paragraphe précédent, l'écart entre les deux choix de modélisation n'est pas très marqué. Avec cette méthode, le niveau d'adhérence du système $60\ \mu\text{m}/2\ \text{mm}$ est encadré par des intervalles de 25 à 50 MPa. Dans le cas du diamètre de choc 6 mm (Figure V.35 bas), on note que la courbe expérimentale présente des diamètres de fissures de 2,9 mm qui ne sont pas reproduits par la modélisation (top-hat ou couronne). L'identification du seuil par la position de la courbe LASAT n'est donc pas possible.

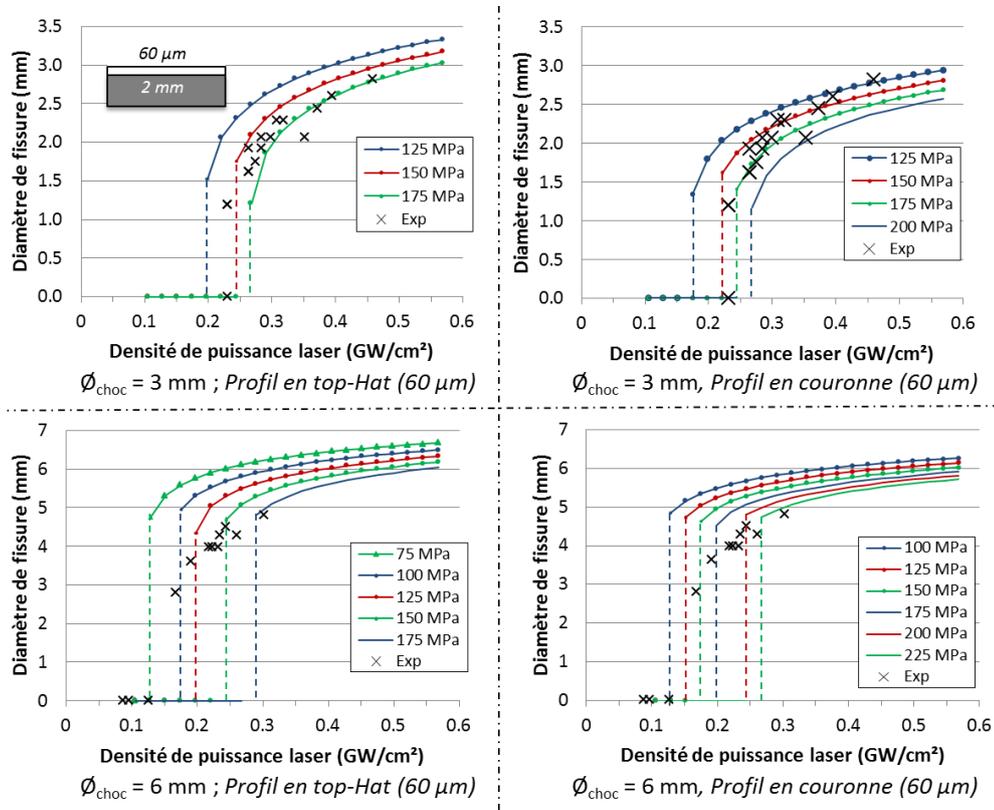


Figure V.35 : Superposition des courbes LASAT aux abaques numériques pour des échantillons HAP $60\ \mu\text{m}$, Ti6Al4V 2 mm (plaquettes)

Ces observations et conclusions sont aussi valables pour les résultats du dépôt épais présentés dans la Figure V.36. Dans ce cas, la dispersion des diamètres de fissure rend difficile l'identification d'une seule courbe parmi les abaques. Néanmoins, pour le diamètre de choc 3 mm, l'adhérence du système est estimée entre 225 et 325 MPa pour un profil top-hat et entre 225 et 375 MPa pour un profil en couronne. Le diamètre de choc 6 mm présente les mêmes limites que pour le dépôt fin avec des fissures numériques systématiquement plus grandes qui empêchent d'estimer la contrainte via la position de la courbe LASAT expérimentale.

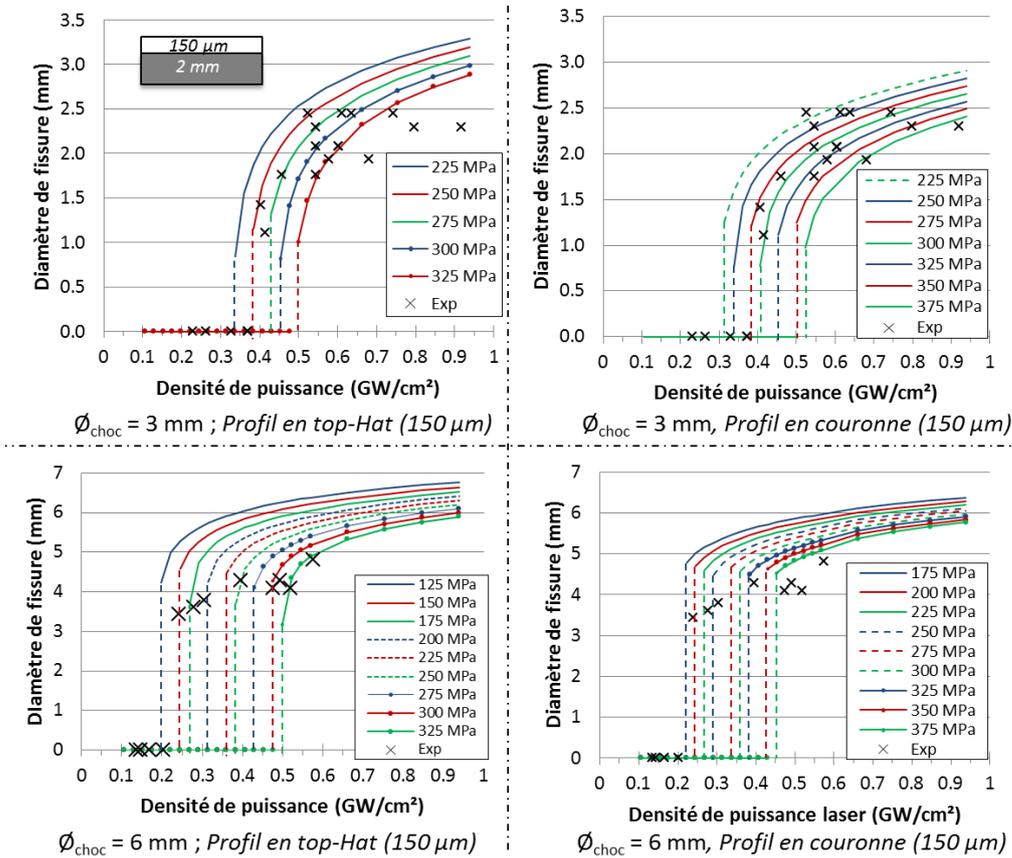


Figure V.36 : Superposition des courbes LASAT aux abaques numériques pour des échantillons HAP 150 µm, Ti6Al4V 2 mm (plaquettes)

V.3.2.3 Discussion sur les tailles de fissures numériques

De manière générale, les fissures calculées avec un critère « cut-off » à partir de la simulation numérique sont systématiquement surestimées par rapport aux décohésions réelles. Pour diminuer les tailles de fissures numériques, le profil de contrainte à l'interface devrait être moins large. On peut d'abord penser à des effets de bord qui pourraient modifier la largeur du front d'onde dès la génération de l'onde ou lors de la traversée du substrat. Cependant, l'étude des signaux de vitesse expérimentaux et numériques des cibles Ti6Al4V de 2 et 3 mm (voir Figure IV.22) indique que la propagation des ondes dans le métal est bien reproduite par la simulation. L'écart entre les tailles de fissures numériques et expérimentales pourrait alors être expliqué par les caractéristiques du dépôt ou de l'interface. En effet, la microstructure de la céramique (porosité, phases secondaires) pourrait induire une diminution de la largeur du front d'onde ou modifier sa forme (profil gaussien) en plus de l'atténuation de la pression au centre mise en évidence par les mesures de vitesse (cf. §IV.2.2.2). D'autre part, la rugosité à l'interface génère sans doute des réflexions de l'onde de choc qui peuvent aussi modifier la forme du profil de pression. Les filiations de mesures de vitesse de la partie IV.1.2.2 pourraient être reproduites sur des cibles épaisses (2 ou 3 mm) et dans des systèmes revêtus (choc

face céramique) afin d'étudier la forme de l'onde de choc après la propagation dans le substrat ou dans le dépôt. Ces résultats serviraient ensuite à calibrer la simulation numérique de l'essai.

D'autre part, avec le critère de seuil « cut-off », on considère une décohésion instantanée à l'interface dès que le seuil d'adhérence est dépassé. Pour construire la courbe LASAT, on suppose que le rayon de fissure correspond à toute la zone qui a été sollicitée par une contrainte égale ou supérieure au seuil. Or, même si on suppose la rupture fragile, la propagation de la fissure peut être entravée par la présence d'un corindon ou par la rugosité du substrat. Le critère de seuil « cut-off » du modèle numérique permet de modéliser l'amorçage de la fissure (seuil) mais il devrait être complété pour inclure l'étude précise de la propagation afin d'obtenir des diamètres de décohésion finaux plus réalistes. Par exemple, le modèle de Tuler-Butcher (cf. §I.3.2.3b) permettrait de définir un seuil de rupture en établissant le chargement mécanique cumulé sur une base de temps à l'interface. Avec la modélisation numérique du système présentée dans le Chapitre IV, la méthode du seuil semble être la voie la plus robuste et la plus facile à mettre en œuvre. Cependant, le protocole d'essai LASAT incluant la courbe et le seuil sera conservé dans la suite de l'étude pour fournir d'avantage de résultats sur les systèmes étudiés.

V.4 Evaluation de l'essai LASAT pour différentes conditions d'interface

Cette partie porte sur l'évaluation de la méthode LASAT pour différents cas d'interface d'un système Ti6Al4V/HAP-APS (APS) dont on souhaite contrôler et comparer le niveau d'adhérence, qualitativement puis quantitativement. On s'appuie sur les données collectées précédemment lors de la mise-en-œuvre de l'essai (seuils et courbes LASAT) pour la nuance N1 de référence qui seront comparées essentiellement à une seconde nuance N2 avec un substrat moins rugueux. La comparaison porte également sur un cas plus exploratoire d'interface pré-oxydée (N6) à partir de N1. Toujours dans un souci d'analyse exhaustive et à chaque fois que cela a été possible, les comparaisons sont menées pour les deux épaisseurs de dépôt et de substrat. Pour l'analyse des nuances N1 et N2, on mène cela aussi sous la forme d'une étude de répétabilité et de reproductibilité (R&R) avec des échantillons à part, spécialement produits pour cette campagne. Si l'évaluation comparative des différentes méthodes peut être faite soit sur des plaquettes ou des disques (ou les deux), l'étude R&R est menée uniquement sur des disques revêtus et comprend également un examen de la sensibilité du diagnostic par thermographie IR. Même si la surface utile d'un disque permet moins de tir (*a fortiori* si on sélectionne $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$), le nombre de disques testés dans l'étude R&R a pu être plus facilement multiplié pour une meilleure statistique. L'objectif final est d'établir un protocole opératoire robuste appuyé par un calcul numérique de la contrainte équivalente comme seuil de rupture pour évaluer une adhérence mesurée par LASAT sur les matériaux industriels.

V.4.1 Etude des niveaux d'adhérence pour deux rugosités de substrat (N1 et N2)

Avec la modification de la rugosité du substrat avant projection, on table sur un ancrage mécanique différent pour les deux nuances N1 et N2. C'est ce que révèle l'essai de traction sur plots collés qui met en évidence une adhérence de $8,3 \pm 1,1 \text{ MPa}$ contre $5,0 \pm 0,7 \text{ MPa}$ pour les nuances N1 et N2 dont les paramètres de rugosité arithmétique moyenne sont respectivement $R_a = 5,7 \text{ }\mu\text{m}$ et $R_a = 2,4 \text{ }\mu\text{m}$ (cf. V.1.1.2c). L'objectif est de démontrer un écart d'adhérence entre N1 et N2 par la comparaison des seuils et courbes LASAT. Les échantillons utilisés dans cette partie ont été produits industriellement à la même période et correspondent aux caractéristiques présentées dans le Chapitre III. Les essais ont été menés avec les deux diamètres de choc 3 et 6 mm et un diagnostic de mesure des fissures par thermographie infrarouge. Dans un premier temps, l'étude menée sur plaquettes permet de multiplier les tirs pour analyser les différences entre les nuances. Ensuite, les conditions choisies peuvent être

appliquées aux disques revêtus de différentes épaisseurs pour vérifier la cohérence des résultats obtenus sur des échantillons identiques à ceux utilisés en plots collés.

V.4.1.1 Cas des plaquettes Ti6Al4V/HAP-APS

a) Résultats LASAT pour un diamètre de choc 3 mm

L'utilisation d'un diamètre de choc de 3 mm permet un grand nombre de tirs sur plaquettes (21) qui conduisent à des fissures circulaires et homogènes (cf. §III.4.1.1). Cependant, l'erreur relative commise sur la mesure du diamètre par thermographie IR est plus élevée et l'identification du seuil est soumise à la détection d'une première fissure qui peut être très petite. La Figure V.37 rassemble les résultats LASAT des deux nuances N1 et N2 obtenus avec ce diamètre de choc sur des plaquettes des différentes épaisseurs (dépôt et substrat) ainsi que les clichés thermographiques correspondant. On retrouve les mêmes conclusions discutées en partie V.2.1.2 et V.2.1.3 quant aux influences des épaisseurs de dépôt et de substrat sur les seuils et courbes LASAT de la nuance N2.

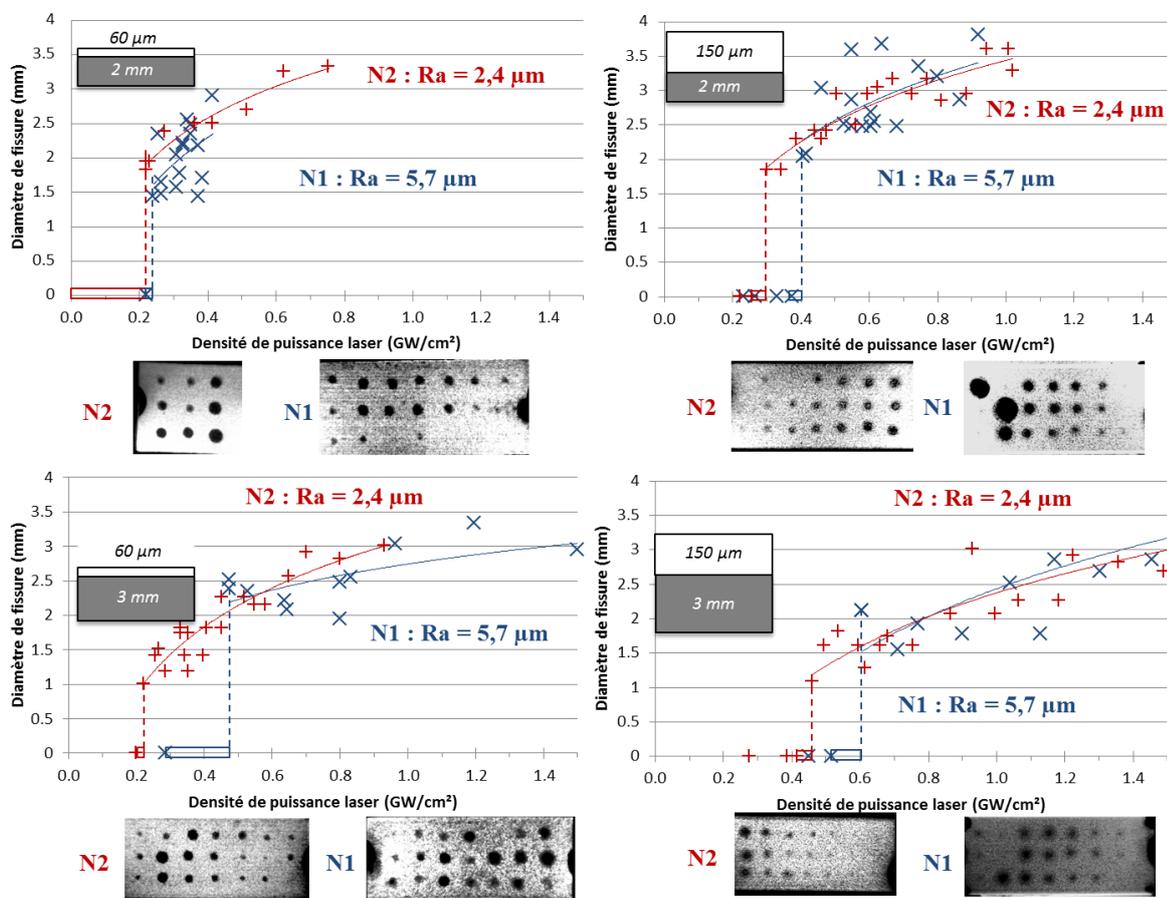


Figure V.37 : Courbes LASAT pour les nuances N1 et N2 (plaquettes) avec HAP 60 et 150 μm, Ti6Al4V 2 et 3 mm, Ø_{choc} 3 mm et images thermographiques (IR)

Les seuils de la nuance N2 sont systématiquement plus bas et les intervalles sont bien distincts de ceux de la nuance N1. Dans le cas 60μm/2mm (haut à gauche), le dépôt présentait des écaillages systématiques dès 0,2GW/cm². Les densités de puissance inférieures n'ont pas été investiguées mais auraient sans doute mis en évidence des seuils plus éloignés. On note une dispersion importante des diamètres de choc pour les deux nuances qui empêche d'identifier des courbes LASAT précises. Les régressions logarithmiques proposées dans la Figure V.37 ne suivent pas bien les mesures de fissure (R²<0,5) mais permettent de dégager des tendances de courbes LASAT. On note que leurs positions relatives ne permettent pas de distinguer systématiquement les deux nuances N1 et N2. La méthode du seuil semble donc être à privilégier dans ce cas.

Le diagnostic thermographique a permis de bien identifier les fissures engendrées par le choc mais reste limité en termes de résolution. Le diagnostic optique est mieux résolu mais n'est pas facile à appliquer dans certains cas. En effet, pour les dépôts épais, la tache blanche correspondante à une décohésion se confond avec la couleur de la céramique (cf. §III.3.1). Lorsque la céramique s'écaille, l'identification de la fissure en optique est plus facile car le substrat (gris) est visible. Le diamètre de choc de 3 mm n'étant pas limitant en nombre de tirs, des essais ont été menés sur les nuances N1 et N2 avec des tirs à hautes densités de puissance afin de construire des courbes LASAT à partir des fissures avec un écaillage visible sans ambiguïté. L'objectif de ces essais est de vérifier si les courbes ainsi créées permettent de mettre en évidence la différence d'adhérence entre N1 et N2. La Figure V.38 présente un exemple de résultats obtenus sur un système HAP 60 μm et Ti6Al4V 2 mm pour des tirs compris entre 0,1 et 4,4 GW/cm^2 accompagné des clichés optiques et thermographiques.

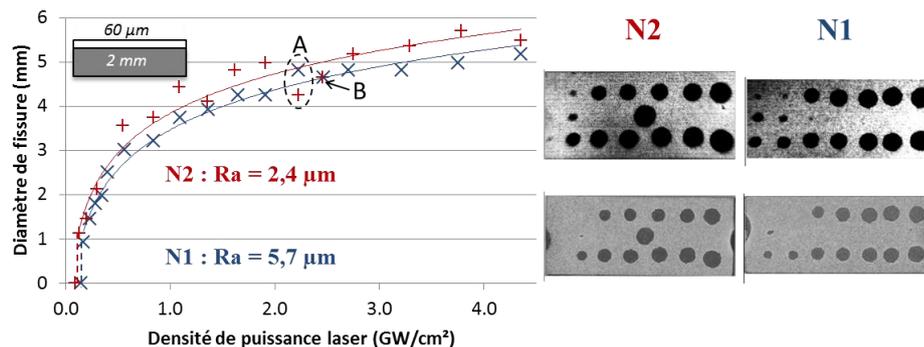


Figure V.38 : Exemple de résultats LASAT à hauts flux (0,1-4,4 GW/cm^2) nuances N1 et N2, HAP 60 μm , Ti6Al4V 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}}$ 3 mm avec images thermographiques IR (haut) et optiques (bas)

On observe deux densités de puissance particulières qui engendrent dans un cas des fissures de même taille pour les deux nuances (points A ; 2,2 GW/cm^2) et dans l'autre une taille plus faible pour N2 (points B ; 2,43 GW/cm^2). Cependant, les fissures engendrées dans le système N2 sont majoritairement plus grandes et la régression logarithmique obtenue (N1 : $R^2 = 0,98$, N2 : $R^2 = 0,94$) à partir de toutes les mesures montre un léger décalage vers les diamètres plus grands ce qui indique une adhérence plus faible. Des résultats similaires ont été observés pour les trois autres configurations géométriques. Le protocole proposé est encourageant mais nécessiterait une étude menée sur davantage d'échantillons pour s'assurer que la dispersion des mesures de diamètre n'entrave pas les comparaisons qualitatives d'adhérence. D'un point de vue quantitatif, la proximité des deux courbes limite l'analyse de la contrainte à rupture par la superposition avec la modélisation.

b) Résultats LASAT pour un diamètre de choc 6 mm

Au cours de la mise au point de l'essai LASAT sur la nuance N1, le diamètre de choc 6 mm a été préconisé pour conduire le protocole visant à identifier le seuil d'adhérence laser et la courbe d'évolution des tailles de fissure en fonction du flux (cf. §V.2.1.4). La Figure V.39 rassemble les résultats LASAT des nuances N1 et N2 obtenus avec ce diamètre de choc sur des plaquettes de différentes dimensions ainsi que les clichés thermographiques correspondants. Comme pour le diamètre de choc 3 mm, les mêmes influences des épaisseurs de substrat et de dépôt sont observées avec les résultats de la nuance N2. On note aussi que les seuils et courbes LASAT sont à nouveau systématiquement obtenus pour des flux plus bas que les résultats équivalents avec un diamètre de choc 3 mm (voir Figure V.37).

Comme précédemment, les seuils de la nuance N2 sont systématiquement plus bas et les intervalles sont bien distincts de ceux de la nuance N1. On note que la définition des courbes LASAT est meilleure avec l'emploi du diamètre 6 mm. En effet, la dispersion des diamètres de fissure est moins importante sauf dans un cas (60 $\mu\text{m}/3\text{mm}$). La position relative des courbes permet alors de conclure à une

adhérence plus faible pour la nuance N2. Cependant on note que le système 150 μ m/2mm présente des résultats différents avec des fissures réduites pour la nuance N2. Cet exemple souligne l'importance de conserver l'identification du seuil laser d'adhérence dans le protocole d'essai LASAT pour certains cas litigieux. D'autre part, on note que certaines fissures des plaquettes N2 sont très petites (1,1 ; 1,75 ; 2,25 mm). Ces décohésions ont été incluses dans les courbes LASAT mais témoignent sans doute de phénomènes qui diminuaient l'adhérence locale et ont conduit à une décohésion. On peut penser à des fissures pré-existantes à l'interface par exemple. Malheureusement, les difficultés de préparation qui détériorent l'interface (cf. § III.2.1) et le manque de précision lors de la découpe ont empêché l'analyse précise de ces fissures en coupe.

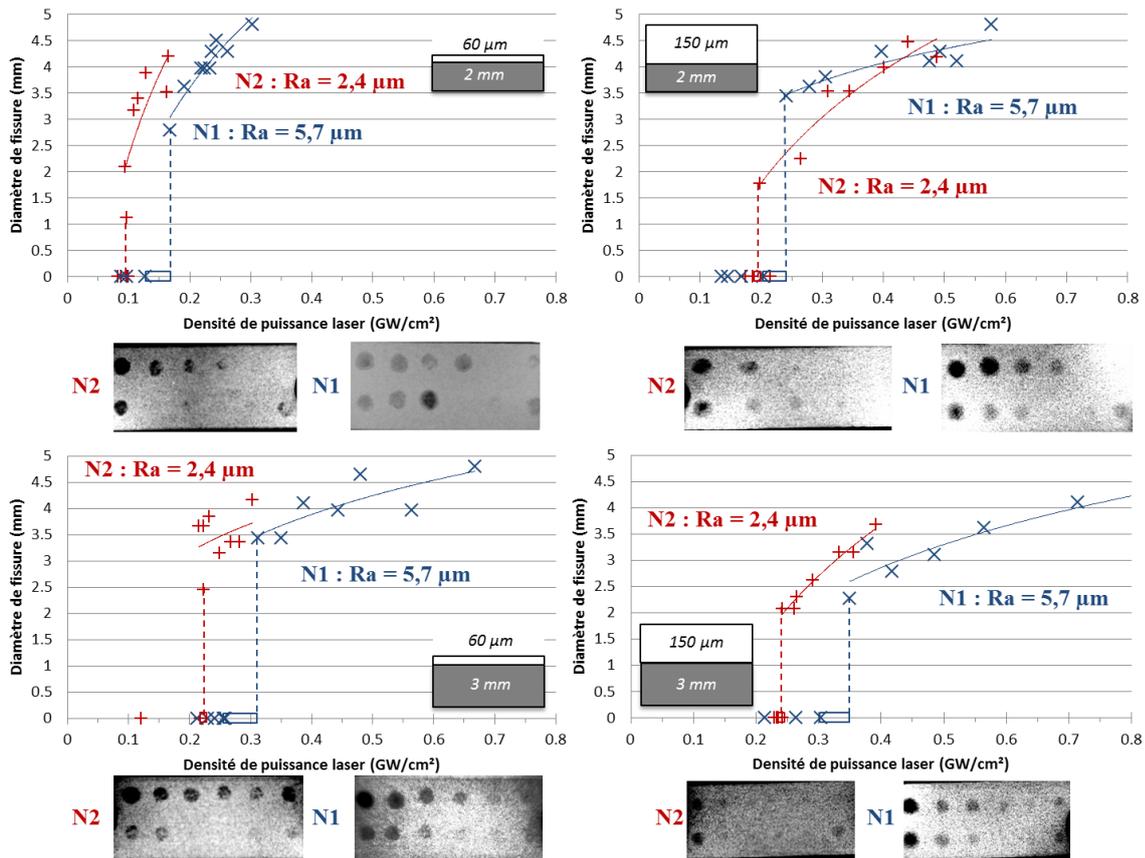


Figure V.39 : Courbes LASAT pour les nuances N1 et N2 (plaquettes) avec HAP 60 et 150 μ m, Ti6Al4V 2 et 3 mm, $\varnothing_{\text{choc}}$ 6 mm et images thermographiques (IR)

V.4.1.2 Cas des disques Ti6Al4V/HAP-APS

En complément des résultats obtenus sur plaquettes, des essais LASAT ont été menés sur des disques des nuances N1 et N2. La Figure V.40 regroupe les résultats LASAT obtenus pour des échantillons à substrats Ti6Al4V 2, 3 et 6,35 mm et dépôts HAP 60 et 150 μ m. Le diamètre 6 mm a été privilégié pour les raisons évoquées dans le paragraphe précédent (cf. §V.4.1.1b). Bien qu'il n'autorise que 9 tirs par disque, les seuils et courbes LASAT ont pu être identifiés dans tous les cas grâce aux connaissances acquises lors des essais précédents. D'abord, on note que l'essai LASAT a pu être appliqué à des systèmes constitués de substrats très épais (6, 35mm) et a mis en évidence des seuils et courbes discriminantes pour les nuances N1 et N2. Par ailleurs, on retrouve l'influence de l'épaisseur de céramique avec les seuils et courbes LASAT des dépôts épais systématiquement obtenus pour des flux plus élevés. La campagne menée sur les disques de la nuance N1 avait montré une dépendance modérée des résultats LASAT à l'épaisseur de substrat (cf. §V.1.1.2a). Dans le cas de la nuance N2, on retrouve ce même résultat pour les systèmes à dépôts de 150 μ m. Les résultats des dépôts 60 μ m ne permettent pas de définir un comportement précis avec une augmentation (entre 2 et 3 mm) puis une

diminution (entre 3 et 6 mm) du seuil en fonction de l'épaisseur de substrat. Cependant, tous les seuils mis en évidence pour la nuance N2 sont inférieurs aux valeurs de la nuance N1 et les intervalles sont bien distincts. De plus, l'ensemble des courbes LASAT de la nuance N2 permettent de conclure aussi à une adhérence plus faible. On note toutefois que le système 150 μ m/2mm présente une nouvelle fois une particularité avec des courbes très proches. L'essai n'a pas pu être répété sur d'autres échantillons afin d'étudier ce phénomène. Cependant, les diamètres de fissures du système N2 sont majoritairement plus grands et la différence de seuil est marquée ce qui assure une adhérence effectivement plus faible. L'étude sur les disques confirme que le protocole d'essai déterminant le seuil et la courbe LASAT est une méthode discriminante pour discuter de l'adhérence des nuances N1 et N2.

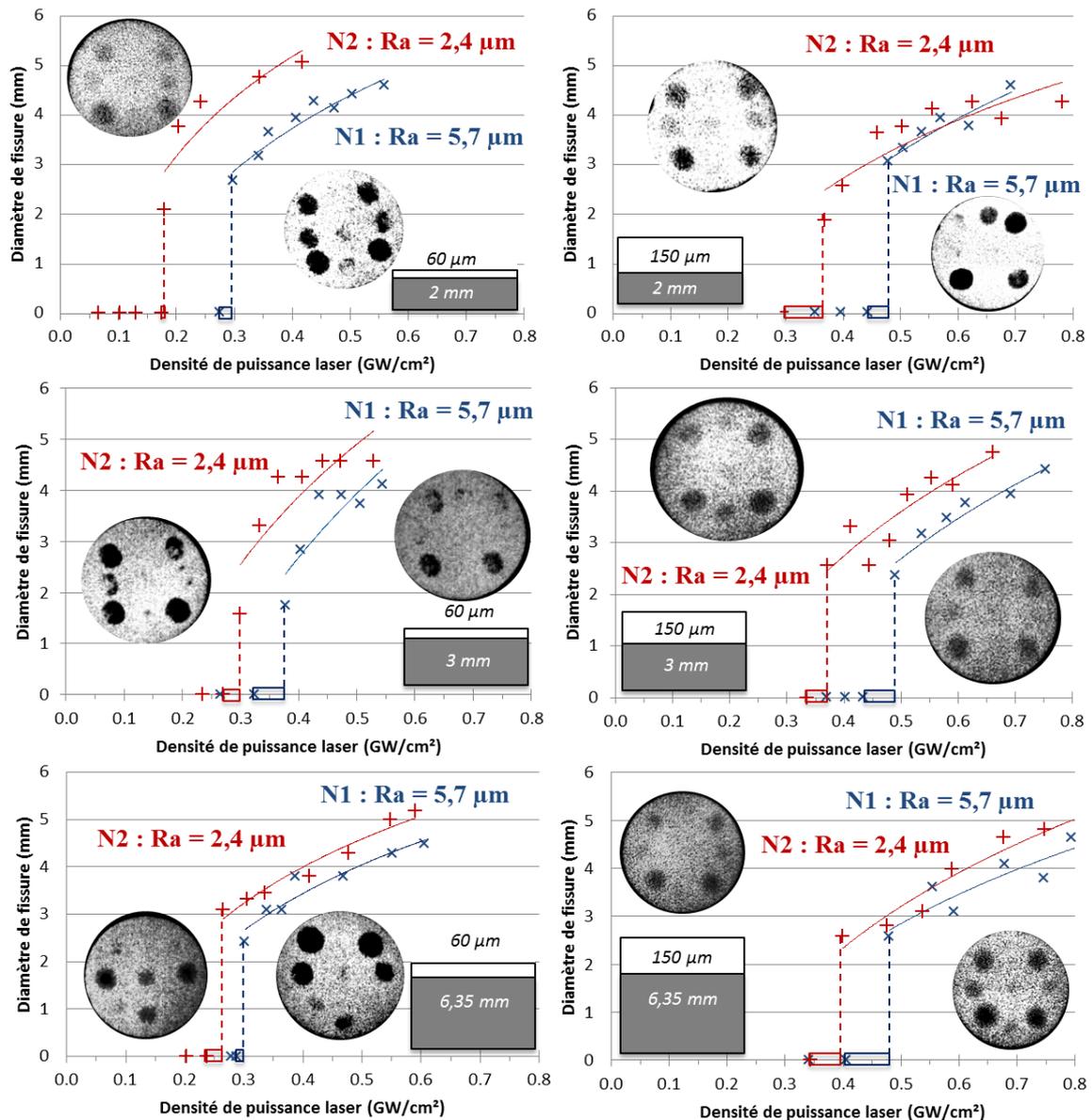


Figure V.40 : Courbes LASAT pour les nuances N1 et N2 (disques) avec HAP 60 et 150 μ m, Ti6Al4V 2, 3 et 6,35 mm, \varnothing_{choc} 6 mm et images thermographiques (IR)

V.4.2 Courbes LASAT pour un substrat rugueux pré-oxydé (N6)

Des travaux existants ont montré l'influence bénéfique d'une couche d'oxyde intermédiaire micrométrique sur le niveau d'adhérence mesuré par plot collé dans le cas de dépôts plasma (cf. §I.2.1.2b). Ce type d'amélioration a été également mis en évidence par LASAT avec la méthode du seuil et de la tache blanche dans le cas de dépôt plasma HAP sur Ti6Al4V sablé et pré-oxydé [Guipont et al.,

2010] et plus récemment par LASAT-2D sur des dépôts plasma d'alumine sur substrats base cobalt [Sapardanis et al., 2017]. Dans tous ces cas, la nature de l'oxyde créé dépend évidemment de la nature du substrat et son épaisseur des conditions de traitement au four. On mesure toujours cependant une réduction du niveau de rugosité si l'on part d'un substrat sablé. Les hypothèses sur l'amélioration de l'adhérence peuvent être fondées sur un meilleur accord cristallographique entre un oxyde et une céramique à base d'oxyde lors du processus de solidification-refroidissement mais ceci n'est probablement pas généralisable à tous les cas de matériaux et de dépôts. On peut également envisager simplement une modification des échanges thermiques lors du contact et de l'étalement des particules projetées. En revanche, il est établi qu'au-delà d'une certaine épaisseur de couche d'oxyde les bénéfices deviennent moindres [Valette et al., 2007].

Dans le cadre de notre étude sur les matériaux biocompatibles, il est intéressant d'appliquer l'essai LASAT à cette nouvelle condition d'interface susceptible de faire varier notablement l'adhérence. Une nuance supplémentaire a donc été produite spécialement afin d'être comparée à la nuance de référence (N1). Cette nuance N6 est constituée de disques de Ti6Al4V sablés puis pré-oxydés au four sous air à 700 °C pendant 1h avant d'être revêtus de HAP (APS) par l'industriel projeteur dans les mêmes conditions que les échantillons N1. On obtient alors une couche de TiO₂ (rutile) relativement homogène d'environ 1µm (voir Figure III.5). Elle confère au substrat sablé une rugosité Ra de 4,3 µm tandis que celle de N1 est de 5,7 µm. Les courbes LASAT de la Figure V.41 ont été réalisées le même jour sur des disques d'épaisseur 3mm et pour les deux épaisseurs de dépôt de l'étude. Les fissures n'ont pas été investiguées en coupe mais on suppose que la rupture est adhésive.

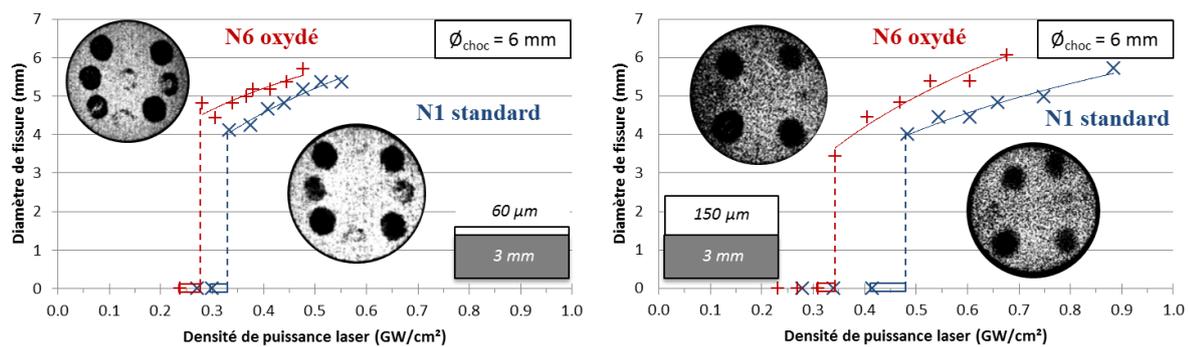


Figure V.41 : Comparaison des résultats LASAT sur les nuances N1 (standard) et N6 (préoxydé), Ø_{choc}=6 mm, HAP 150 µm Ti6Al4V 3 mm et images thermographiques (IR)

Des niveaux d'adhérence différents ont été mis en évidence par les méthodes du seuil et des courbes LASAT. Dans le cas d'un dépôt fin (60µm), on observe une diminution du seuil laser d'environ 0,05 GW/cm² pour la nuance N6 ce qui la rapproche du niveau d'adhérence de la nuance N2. Dans le cas d'un dépôt épais (150 µm), la différence est encore plus marquée, avec des seuils séparés de 0,1 GW/cm². On note aussi que les fissures engendrées dans la nuance N6 sont systématiquement plus grandes pour une même condition de choc. Ainsi, dans notre cas d'étude, il apparait que le cas pré-oxydé conduit à une diminution de l'adhérence mesurée par l'essai LASAT qui est avérée pour les deux épaisseurs de dépôt. Les travaux sur la nuance N6 ne corroborent pas les résultats de Guipont menés sur des systèmes Ti6Al4V/HAP, pour des états de surface (Ra = 5,5 µm) et des traitements thermiques similaires (1h, 700°C) [Guipont et al., 2010]. Cependant, les projections avaient été effectuées en laboratoire ce qui limite la comparaison avec le procédé industriel. De plus, les seuils laser avaient été identifiés avec un diagnostic de décohésion optique en visualisant les taches blanches. Or, la méthode thermographique utilisée pour les nuances N1 et N6 permet d'affiner cette identification par un contraste plus élevé. De plus, les essais ont été répétés deux fois dans le cas du dépôt fin et ont conduit aux mêmes conclusions. On suppose donc que la méthode LASAT a permis de mettre en évidence une véritable diminution de l'adhérence par la pré-oxydation des systèmes de l'étude.

Afin de compléter ces résultats, l'adhérence de la nuance N6 a aussi été investiguée avec l'essai de traction sur plots collés. Le Tableau V.9 rassemble les résultats moyens obtenus pour cinq échantillons de chaque épaisseur de dépôt (Ti6Al4V 3 mm) et un rappel des niveaux d'adhérence déjà mesurés pour la nuance N1.

	60 μm^*	150 μm
N6 - σ (MPa)	36,3 \pm 8,8 (N=5)	8,7 \pm 0,9 (N=5)
N1 - σ(MPa)	15,0 \pm 1,5 (N=5)	8,3 \pm 1,1 (N =31)

Tableau V.9 : Résultats des plots collés sur la nuance N6 (substrats préoxydés)

* problème de traversée de colle

Les ruptures observées sont systématiquement adhésives. Les contraintes à rupture des dépôts fins sont plus élevées dans le cas d'un substrat préoxydé (N6 : 36,3 MPa > N1 : 15,0 MPa). Cependant, toutes les surfaces de rupture des dépôts fins présentent des signes de traversées de colle comme évoqués dans la partie V.1.1.1b. Ces observations empêchent donc de conclure quant à l'influence de la couche de TiO₂. Dans le cas du dépôt épais, la valeur obtenue pour N6 est légèrement plus élevée (8,7 \pm 0,9 MPa) mais du même ordre de grandeur que pour N1 (8,3 \pm 1,1 MPa).

Les résultats d'adhérence obtenus par LASAT et plots collés sont contradictoires. Toutefois, on note que les contraintes à rupture mesurées par l'essai de traction sont proches tandis que les seuils et courbes LASAT sont bien discriminants. Des essais complémentaires devraient être effectués sur un nombre plus important d'échantillons afin de vérifier les tendances présentées ici. Aussi, il serait intéressant de faire varier les traitements thermiques ou les états de surface initiaux pour étudier la modification de l'adhérence dans des conditions différentes. Par exemple, les substrats sablés puis microbillés utilisés pour la nuance N2 pourraient être pré-oxydés afin d'étudier l'influence de l'oxyde sur l'adhérence dans le cas d'une rugosité de départ plus faible.

V.4.3 Répétabilité et reproductibilité de l'essai LASAT

L'étude de reproductibilité et répétabilité (R&R) menée sur l'établissement des courbes LASAT des dépôts HAP a pour objectif la quantification de certaines variations qui peuvent être dues à l'opérateur ou au dispositif de choc lui-même. Avant d'évaluer la variation d'adhérence due à la rugosité, l'étude s'est intéressée aux incertitudes autour du choix des densités de puissance et de la mesure des fissures par thermographie IR. Pour la mesure des diamètres de décohesion, la méthode consistait à répéter des chocs pour une même consigne (GW/cm²) et à utiliser les mesures de durée de pulse afin d'étudier les variations de densité de puissance et l'influence sur les tailles de fissure engendrées. Pour l'étude de l'adhérence, neuf disques de chaque nuance N1 et N2 avec 150 μm d'hydroxyapatite et 3 mm de Ti6Al4V ont été produits en même temps. Le protocole d'essai a été appliqué par deux opérateurs différents sur des groupes de quatre et cinq échantillons de chaque nuance à une semaine d'intervalle.

V.4.3.1 Evaluation de la répétabilité du choc avec le diagnostic IR

L'essai LASAT décrit dans ces travaux conduit à des résultats constitués des valeurs de densité de puissance pour chaque choc ainsi que des tailles de fissures engendrées mesurées par thermographie infrarouge. Ces données expérimentales sont sujettes à des variations dues à la méthode de mesure et à l'équipement laser. L'objectif de cette partie est d'établir les incertitudes autour de la sélection des flux laser et les écarts de mesures possibles pour les diamètres de décohesion.

Chaque fissure engendrée lors de l'étude R&R a été mesurée avec la thermographie infrarouge par les deux opérateurs afin d'évaluer la reproductibilité de la méthode de mesure par la superposition

manuelle de cercles (cf. §II.3.3.2). L'écart entre les valeurs maximales et minimales pour une même décohésion a permis de définir une incertitude de mesure de la fissure en fonction de la proximité avec le seuil de rupture pour les systèmes APS et le diamètre de choc 6 mm. Proche du seuil laser, l'écart de mesure du diamètre de fissure est estimé à 2-3 pixels (320-480 μm) soit 14 % en moyenne. Lorsque la densité de puissance augmente, les décohésions sont plus faciles à identifier et l'écart diminue jusqu'à 1-2 px (160-320 μm) soit 5% du diamètre en moyenne.

L'analyse de l'incertitude autour de la densité de puissance a été conduite avec des chocs laser répétés sur six disques (HAP 150 μm et Ti6Al4V 3 mm) du même lot destiné à l'étude R&R. Le but était de déterminer la sensibilité de la réponse en termes de mesure de fissure par thermographie pour trois conditions de choc différentes (deux disques par condition). Deux densités de puissance ont été sélectionnées autour du seuil de décohésion et une troisième a été choisie plus élevée de façon à obtenir une fissuration systématique. Neuf chocs sont répétés par disque avec un diamètre de choc de 6mm. Le protocole a permis de laisser l'échantillon à la même distance de la lentille de focalisation pour conserver le diamètre de choc. La position du polariseur est fixe afin de garantir une même énergie pour chaque série de 18 tirs avec une incertitude relative très faible (0,6%, cf. §II.2.3.2). Des mesures de durée de pulse préliminaires avaient conduit à une moyenne de $5,5 \pm 0,4$ ns soit un écart type de 7% (cf. §II.2.3.2). Ces mesures ont été conduites pour diverses positions du polariseur indiquant que la durée du pulse ne dépend pas du niveau d'énergie. Cependant, on profite de cette série de tirs pour enregistrer le signal temporel du pulse pour chaque tir grâce à une photodiode rapide et un oscilloscope. Dès lors, on calcule la durée de pulse (largeur à mi-hauteur) ce qui permet de corriger la densité de puissance délivrée tir à tir. La Figure V.42 présente les mesures de diamètres de fissure en fonction des flux corrigés pour les trois consignes 0,30 GW/cm² (vernier 6,25 mm, énergie 469 mJ), 0,35 GW/cm² (vernier 7,00 mm, énergie mJ) et 0,57 GW/cm² (vernier 11,00 mm, énergie 894 mJ) et les clichés thermographiques de chaque échantillon.

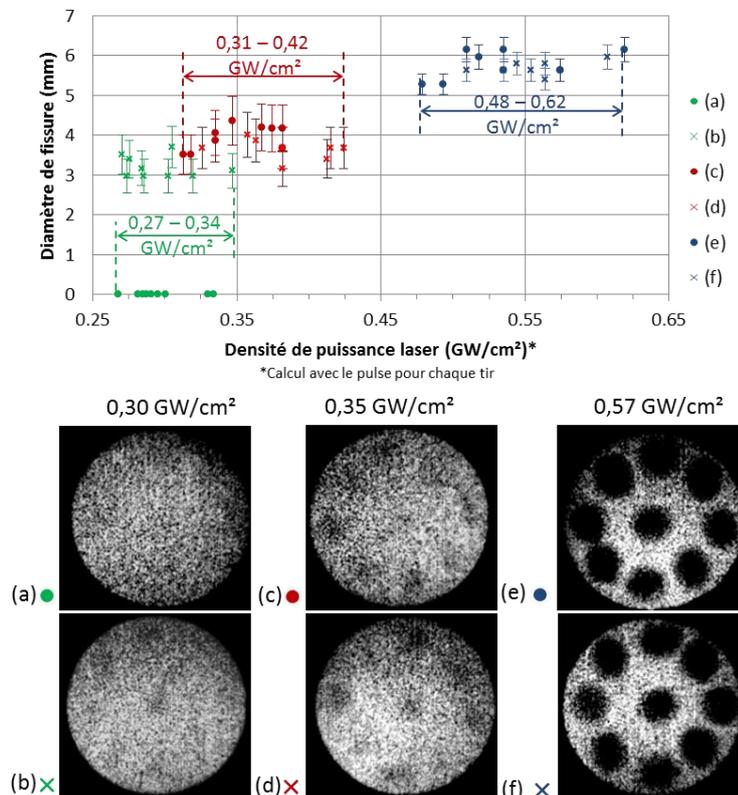


Figure V.42 : Mesures de fissures (IR) pour trois consignes de flux (0,32 ; 0,37 ; 0,57 GW/cm²) corrigés par la lecture du pulse, nuance N1 ($\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm, HAP 150 μm Ti6Al4V 3 mm)

Pour la plus haute densité, les mesures de fissure varient de 5,3 à 6,2 mm pour une valeur moyenne de 5,7 mm et il n'y a pas de différence de comportement entre les deux échantillons. Les densités de puissance corrigées sont comprises entre 0,48 et 0,62 GW/cm² pour une moyenne de 0,55 GW/cm². La moyenne des durées de pulse mesurées pour ces tirs étaient de 5,9 ± 0,4 ns ce qui explique l'écart du flux moyen avec la consigne. Les diamètres de fissures obtenus avec les plus hauts flux corrigés sont légèrement plus grands en prenant en compte une erreur de mesure de 5 % (1-2 pixel). Aucune influence de la position du tir (centre ou bord) ou de la proximité avec une fissure pré-existante n'a été mise en évidence lors de ces essais.

Pour la consigne de 0,35 GW/cm², les corrections par les mesures de pulses conduisent à des densités de puissance comprises entre 0,31 et 0,42 GW/cm² pour une moyenne de 0,37 GW/cm². Ce flux moyen est supérieur à la consigne car la durée à mi-hauteur des pulses était plus basse (moyenne à 5,2 ± 0,4 ns). Cette condition de choc se rapproche du seuil d'adhérence laser et donc l'erreur commise sur les diamètres de décohéation est estimée à 14% (2-3 px). On observe que les fissures deviennent plus petites et sont difficiles à mesurer car le contraste est moins important. Néanmoins, la dispersion des valeurs de diamètre reste dans les écarts attendus compte tenu de l'erreur de mesure. Les tailles de fissure varient de 3,2 à 4,4 mm pour une valeur moyenne de 3,8 mm.

Dans le cas de la dernière consigne (0,30 GW/cm²), les densités de puissance corrigées sont comprises entre 0,27 et 0,34 GW/cm² pour une moyenne de 0,30 GW/cm². Cette fois, on observe que la consigne est respectée car la durée à mi-hauteur moyenne du pulse a été évaluée à 5,6 ± 0,4 ns. Pour ce flux, un échantillon présente des fissurations systématiques tandis que l'autre ne présente aucune décohéation. On peut donc supposer que la densité de puissance 0,30 GW/cm² est une première approche du seuil laser d'adhérence pour les échantillons de nuance N1. Logiquement, les fissures observées sur l'un des échantillons sont difficiles à caractériser et traduisent aussi la difficulté de déterminer un seuil indépendamment des tailles de décohéation. Toutefois, les diamètres ont pu être mesurés et varient entre 3,0 et 3,7 mm pour une moyenne de 3,2 mm. Ces variations entrent dans le cadre de l'incertitude de mesure des fissures par thermographie IR proche du seuil (14%).

Les résultats des six échantillons montrent que l'étendue des densités de puissance corrigées augmente lorsque la valeur consigne est plus élevée. Etant donné que les écarts de pulse ne dépendent pas de la position du polariseur, il est normal qu'une variation de 0,5 ns conduise à une variation de flux absolue plus importante pour les hautes énergies. On note que le recouvrement des densités de puissance entre les disques (c)/(d) et (f) conduit à des diamètres de fissure similaires (entre 0,31 et 0,34 GW/cm²) et des tailles plus petites pour des flux inférieurs. Ceci démontre la sensibilité de la méthode LASAT pour laquelle une différence de consigne de 0,05GW/cm² entraîne une réduction des diamètres de fissures obtenues. Une telle différence se traduit par une différence de seuil d'adhérence d'environ 35 MPa. Par ailleurs, ces essais ont montré que les variations de durée du pulse conduisent à des modifications importantes des densités de puissance laser. Une lecture de la durée tir à tir est donc recommandée pour l'essai LASAT afin de garantir un suivi précis de la densité de puissance laser. Si ce n'est pas possible alors une incertitude de 7 % sur la valeur du flux doit être prise en compte dans les campagnes pour tenir compte de la variabilité de la durée du pulse.

V.4.3.2 Application à la mesure de l'adhérence par LASAT sur un lot d'échantillons

Le but principal de l'étude R&R est la quantification des adhérences des nuances N1 et N2 pour une série d'échantillons pour tendre à proposer un protocole applicable dans un laboratoire de certification en vue d'une normalisation. La multiplication des échantillons et le duo d'opérateur permettent d'évaluer les parts de variabilité dues à chacun mais aussi les écarts inhérents à l'installation laser (énergie, pulse). Enfin, lorsque toute autre explication est écartée, les différences entre échantillons supposés identiques peuvent être attribuées à des phénomènes locaux des

matériaux qui modifient le seuil ou la propagation des fissures et qui représente la variabilité du procédé de projection.

a) *Répétabilité et reproductibilité pour les nuances N1 et N2*

L'ensemble des essais préliminaires sur les nuances projetées en APS a permis de choisir un jeu de neuf énergies croissantes pour chaque nuance. Les essais menés sur le premier disque de chaque nuance ont permis d'ajuster le choix des énergies afin de garantir une identification du seuil et la détermination des courbes LASAT pour chaque échantillon. Le vernier mécanique contrôlant la rotation du polariseur a garanti une bonne précision pour la sélection des énergies d'un échantillon à un autre (0,6%). La durée à mi-hauteur n'a pas été mesurée pour chaque tir mais l'écart entre chaque densité suffisait pour tenir compte des incertitudes. Tous les chocs ont été effectués avec un diamètre de choc de 6 mm et la localisation des tirs respecte le schéma de la Figure II.14. Avec la thermographie, un seuil de décohérence est encadré et une courbe LASAT est tracée pour chaque échantillon. Cette partie se concentre sur les résultats des systèmes APS (N1 et N2) pour étudier les dispersions de mesure de fissure obtenues pour les différentes densités de puissance supposées identiques pour une même condition de choc. La Figure V.43 présente les résultats LASAT obtenus par les deux opérateurs sur leurs échantillons respectifs issus des nuances N1 et N2.

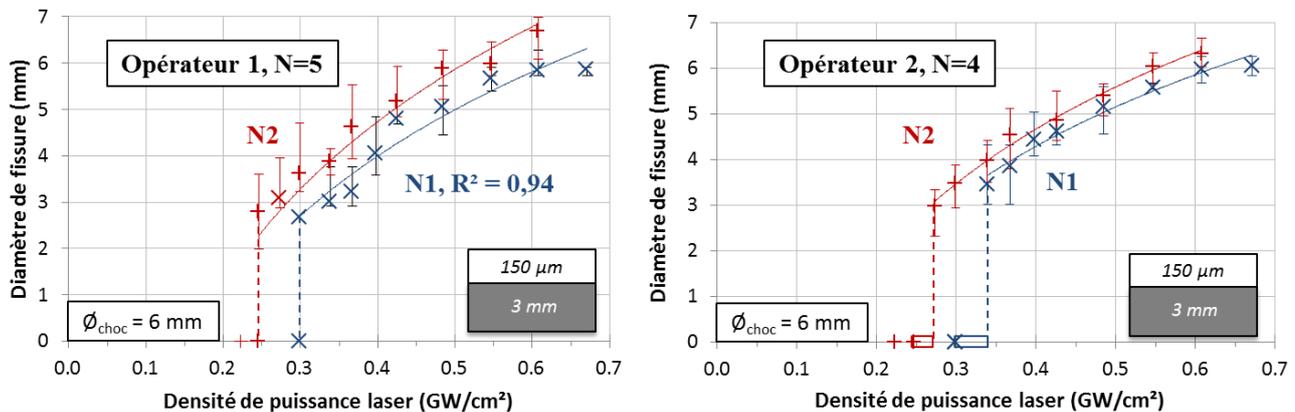


Figure V.43 : Courbes LASAT moyennes par deux opérateurs sur un même lot scindé composé des nuances N1 et N2, HAP 150 µm Ti6Al4V 3 mm, Ø_{choc} = 6 mm

Lorsqu'une même densité de puissance a conduit à des zones fissurées sur un échantillon et à une absence de fissure sur un autre, les deux résultats sont conservés dans la courbe finale. Ces deux points permettent de caractériser le seuil laser par une unique valeur. C'est le cas des résultats de l'opérateur 1 (gauche) qui permettent de mesurer des seuils pour les nuances N1 et N2 valant respectivement 0,25 et 0,30 GW/cm². Ces conclusions sont en accord avec les seuils mis en évidence par les quatre autres échantillons de chaque nuance (droite).

Chaque point des courbes LASAT est la moyenne des tailles de fissures qui est encadrée par les valeurs minimales et maximales obtenues sur chaque groupe. Les incertitudes de mesure liées à la méthode d'imagerie ne sont pas considérées ici par souci de clarté. L'observation de certaines fissures en coupe a confirmé leurs localisations à l'interface (rupture adhésive) comme pour les échantillons précédents (cf. §III.2.2.1). Les deux opérateurs observent des tailles de fissure comprises entre 2,9 et 7 mm. Les extremums des diamètres de fissures présentent parfois des zones de recouvrement entre les nuances N1 et N2. Cependant, les valeurs moyennes des diamètres de fissure obtenues avec pour la nuance N2 sont systématiquement plus grandes. Ainsi, les courbes LASAT permettent de mettre en évidence une diminution de l'adhérence avec une rugosité adoucie. De plus, les courbes sont tracées selon des régressions logarithmiques dont les coefficients de détermination R² sont supérieurs à 0,92 pour

l'opérateur 1 et 0,97 pour l'opérateur 2. On note donc que la multiplication des échantillons permet d'obtenir une courbe LASAT moyenne assez précise.

En plus de la reproductibilité de l'essai LASAT, l'étude R&R tend à confirmer la stabilité du procédé de projection pour un même lot en assurant que le comportement des échantillons est le même. Cependant, on note que les seuils et courbes LASAT mesurés dans cette étude sont obtenus pour des densités de puissance inférieures ($0,30 \text{ GW/cm}^2$) aux résultats présentés dans la Figure V.40 pour des disques $150 \mu\text{m}/3 \text{ mm}$ ($0,45\text{-}0,49 \text{ GW/cm}^2$). La comparaison avec les échantillons précédents est délicate car les disques de l'étude R&R ont été produits deux ans plus tard. La variabilité du procédé industriel à cette échelle temporelle peut donc conduire à des différences importantes sur les propriétés des systèmes revêtus. D'autre part, les essais LASAT ont été conduits avec une installation LASAT améliorée comprenant un système de refroidissement qui améliore la stabilité du laser et une calibration récente de l'énergie en fonction de la position du vernier à l'aide d'un calorimètre (cf. §II.2.3.2). Les densités de puissance retenues pour le LASAT sur disques peuvent donc être entachées d'une erreur systématique entre les deux campagnes. D'autre part, la rugosité de substrat de chaque échantillon compris dans l'étude R&R a été mesurée par palpeur chez l'industriel avant projection. Pour la nuance N2, la moyenne vaut $R_a = 2,4 \pm 0,1 \mu\text{m}$ ce qui correspond aux mesures effectuées sur les échantillons précédents (cf. Tableau III.6). Au contraire, pour la nuance N1, la moyenne vaut $R_a = 3,7 \pm 0,3 \mu\text{m}$ alors qu'elle avait été mesurée à $5,7 \pm 0,3 \mu\text{m}$ pour le lot précédent. Cette baisse du niveau de rugosité est significative donc une réelle diminution de l'adhérence pour les disques de la nuance N1 utilisés dans l'étude R&R peut être à l'origine de la différence sur les deux lots.

b) Quantification des niveaux d'adhérence

Les neuf échantillons par nuance de la Figure V.43 sont rassemblés pour établir une seule courbe LASAT. La Figure V.44 présente ces courbes LASAT tracées avec les diamètres de fissure moyens mesurés par un seul opérateur pour les neuf échantillons. Les diamètres sont encadrés par les valeurs minimales et maximales mesurées.

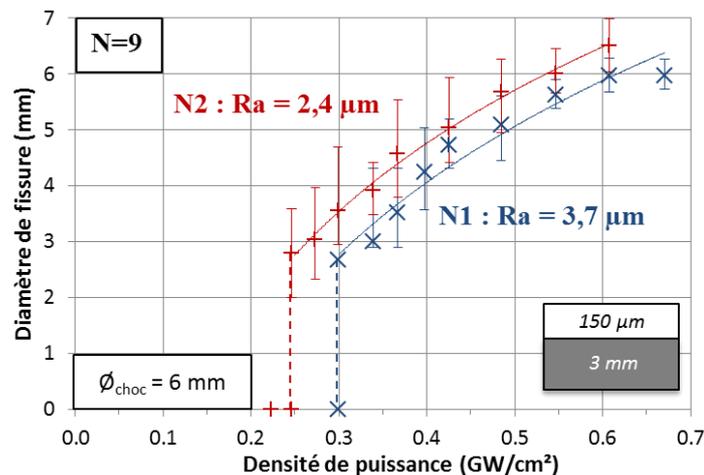


Figure V.44 : Courbes LASAT moyennes sur un lot des nuances N1 et N2 ($\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, HAP $150 \mu\text{m}$ Ti6Al4V 3 mm)

On retrouve des courbes LASAT moyennes séparées ($R^2 = 0,96$ pour N1 et $0,99$ pour N2) ainsi que des seuils distincts. Néanmoins, on note des zones de recouvrement des encadrements des extrêmes mesurés. Cela montre la nécessité d'un protocole sur un lot d'échantillon (disque) pour permettre une statistique suffisante. Dans ce cas, la multiplication de tirs identiques autour du seuil sur ce lot conduit à une valeur de seuil sans encadrement car statistiquement une même énergie peut conduire une décohésion ou non pour cette valeur. Malgré les incertitudes sur les flux et les mesures de fissure sur ces matériaux, les courbes LASAT moyennes témoignent de la reproductibilité du choc et d'un

comportement univoque en fissuration à l'interface métal/céramique. De plus, avec ces conditions d'essai LASAT, ce comportement est établi avec des fissures enregistrées de tailles significativement différentes variant de 2 à 7 mm sur la plage des chocs appliquée.

Avec les abaques existants, les seuils et courbes LASAT moyens permettent de calculer une contrainte équivalente pour évaluer la variation d'adhérence en raison de la différence de rugosité de substrat. Les résultats sont présentés dans le Tableau V.10 pour la méthode du seuil et selon les deux types de profils top-hat ou couronne.

	Seuil LASAT (GW/cm²)	Top-hat (MPa)	Couronne (MPa)
N1	0,30	200	210
N2	0,25	170	180

Tableau V.10 : Résultats de la méthode du seuil obtenus avec les courbes d'étalonnage simulées

Les valeurs de 200 MPa (N1) et 170 MPa (N2) avec le profil top-hat correspondent à une variation de 0,05GW/cm² (soit environ 70 mJ) entre les seuils laser. Du profil en couronne résulte des valeurs proches et un écart similaire de 30 MPa entre les deux nuances soit une différence relative d'environ 15%. Pour rappel, les contraintes à rupture mesurées par des essais de plots collés ont montré une baisse de 40% avec un écart de 3,3 MPa entre les deux moyennes (N1 : 8,3 MPa ; N2 : 5,0 MPa). Comme les sollicitations sont très différentes entre les deux essais, la comparaison directe des résultats n'est pas facile. Un essai de rupture en condition dynamique (LASAT) conduit toujours à des niveaux de contrainte plus élevés pour enclencher les phénomènes de déformations plastiques ou de rupture. On note cependant un niveau de contrainte calculé assez bas au regard des pressions élevées engendrées ce qui témoigne bien d'une interface à faible ténacité. Arrigoni a proposé une approche énergétique considérant un transfert majoritaire de l'énergie du choc dans le processus bref d'amorçage et de propagation de la fissure interfaciale pour calculer un énergie d'adhésion qui pourrait être appliquée à ce jeu de courbes LASAT [Arrigoni et al., 2006]. Pour rappel, dans le cas des essais de fissuration en quasi-statique, les valeurs de G_c pour des dépôts HAP sont très basses, de l'ordre de 2 à 6 J/m² pour des niveaux de contrainte en traction de 5-6 MPa [Tsui et al., 1998]. Dans notre cas, les essais de plots collés avec une pré-fissuration par choc laser ont permis de calculer G_c=8,0 MPa (cf. §V.1.1.3b).

Dans la partie V.4.3.1, l'étude de sensibilité avait montré que les variations de la durée du pulse entraînaient une incertitude de 7% sur la valeur de densité de puissance. Une telle incertitude se traduit par des seuils laser compris entre 0,28 et 0,32 GW/cm² (valeur moyenne : 0,30 GW/cm²) pour la nuance N1 et entre 0,23 et 0,27 GW/cm² (valeur moyenne : 0,25GW/cm²) pour la nuance N2. La modélisation en couronne conduit alors à des adhérences entre 200 et 225 MPa pour N1 et entre 170 et 190 MPa pour N2. On note donc que le protocole mis en place permet d'identifier des seuils distincts même avec la prise en compte des incertitudes sur la densité de puissance. Cette conclusion est aussi valable pour une modélisation en top-hat. Un protocole d'essai LASAT pourrait se baser sur les variations de la durée du pulse pour la recherche du seuil. En effet, ces variations permettraient de fixer une énergie et un diamètre de choc puis de faire varier la densité à 7% près. Dès lors, une consigne de flux bien choisie, répétée sur plusieurs tirs conduirait à des zones fissurées et non fissurées. Pour garantir la robustesse des résultats, cette démarche devrait être conduite sur un nombre suffisant d'échantillons afin de vérifier que le seuil est constant et pour multiplier les densités de puissance.

La seconde méthode employée pour évaluer les niveaux d'adhérence est la superposition des courbes LASAT avec les abaques simulés. La Figure V.45 présente les courbes LASAT moyennes issues de l'étude R&R superposées aux abaques construits avec les profils top-hat (gauche) et couronne (droite) pour des seuils d'adhérence compris entre 150 et 300 MPa. Bien sûr, on retrouve les seuils d'adhérence discutés plus haut mais aussi les limitations évoquées en V.3.2.3 avec des diamètres de

fissure numériques systématiquement plus grands que les mesures expérimentales. La méthode des courbes LASAT ne semble donc pas adaptée à la quantification de l'adhérence par les contraintes à l'interface avec la modélisation construite dans ces travaux. Cependant, les courbes moyennes issues de l'ensemble des résultats sont précises et mettent bien en évidence une diminution de l'adhérence pour la nuance N2. Une étude qualitative de l'adhérence peut donc être menée avec les courbes LASAT dans les cas où la détection des fissures rend difficile l'identification du seuil laser d'adhérence.

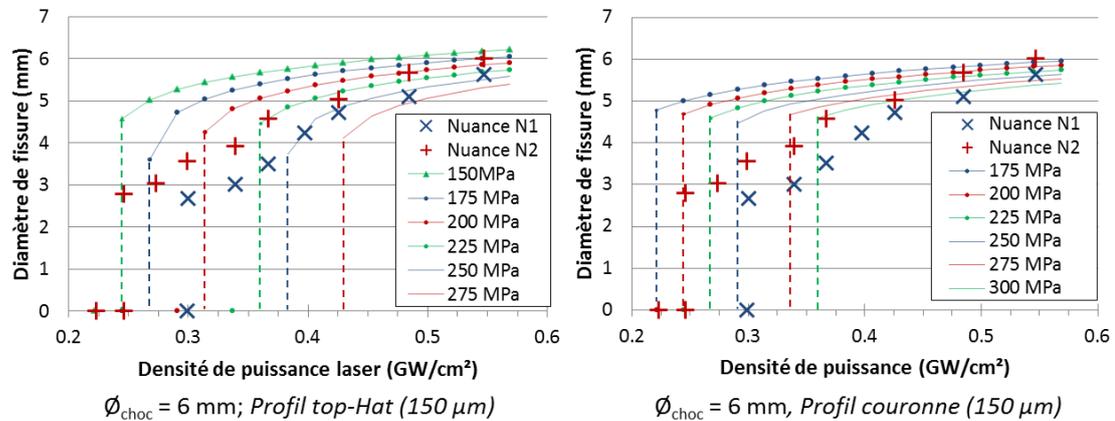


Figure V.45 : Superposition des résultats de l'étude R&R sur N1 et N2 avec les abaques numériques ($\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, HAP $150 \mu\text{m}$ Ti6Al4V 3 mm)

L'étude R&R menée sur les nuances N1 et N2 a permis de mettre en évidence une meilleure précision de la méthode du seuil pour quantifier la variation d'adhérence inhérente à la modification de la rugosité. Le protocole d'essai LASAT pourrait alors être revu dans le but d'améliorer la précision de la valeur de seuil. La mesure de la durée du pulse de chaque tir permettrait de s'affranchir de l'incertitude de 7 % sur la densité de puissance. Cependant, on note dans la Figure II.9 une chute de l'intensité lumineuse répétable mesurée par la photodiode rapide au centre du pulse laser. Ce défaut peut limiter les mesures de durée à mi-hauteur. D'autres méthodes plus robustes de mesure de la durée du pulse pourraient être investiguées (largeur intégrale par exemple). Avec la prise en compte des variations pour chaque tir, l'incertitude de mesure des densités de puissance, et donc du seuil laser, diminue drastiquement. Le facteur limitant serait alors la détection des fissures. Dans notre étude, on a vu que la thermographie infrarouge permet d'obtenir un contraste suffisant pour observer les décohésions pour de flux élevés. Pour les systèmes de l'étude, il était plus facile à mettre en œuvre et plus précis que le diagnostic optique par la tache blanche. Cependant, il est parfois difficile de bien visualiser les fissures proches du seuil qui se fondent dans le bruit de l'image. L'ajout d'un revêtement pourrait limiter ce bruit pour améliorer la détection des fissures autour du seuil.

Le protocole d'essai liant seuil et courbe LASAT apparaît comme un compromis efficace pour étudier la différence d'adhérence entre deux nuances. D'une part, le seuil laser identifié sur un lot d'échantillons supposés identiques peut être traduit par les abaques numériques en une contrainte à rupture. D'autre part, les chocs à flux supérieurs conduisent à des fissures plus faciles à caractériser et forment une courbe LASAT moyenne très précise. La comparaison des courbes peut alors servir de preuve dans les cas où le seuil est difficile à identifier ou pour confirmer la différence d'adhérence.

Conclusions du chapitre

Le Chapitre V s'est intéressé à l'étude de l'adhérence de système APS (Ti6Al4V/HAP-APS) pour différentes conditions d'interface. L'objectif était la mise au point d'un essai LASAT sur ces systèmes biocompatibles à travers l'analyse de l'influence d'une diminution de la rugosité (N2) ou de la présence d'une sous-couche d'oxyde à l'interface (N6) sur l'adhérence du dépôt par rapport à un

système de référence N1. Le choix a été fait de varier les épaisseurs des échantillons et les configurations de tirs afin d'évaluer la cohérence de la réponse au choc à travers l'établissement de courbes LASAT expérimentales et numériques. En jouant sur ces conditions géométriques et le profil spatial de chargement en couronne ou top-hat, il s'agissait d'intégrer le plus possible les aspects liés aux effets de bord sur la propagation bidimensionnelle de l'onde de choc. La faible ténacité d'interface des dépôts HAP sur Ti6Al4V a permis d'envisager des diamètres de choc jusque 10 mm. En plus des aspects bidimensionnels volontairement traités, le choix d'un diamètre de choc est très important car il conditionne pour beaucoup la détection univoque d'une fissure par imagerie optique ou infrarouge.

L'essai LASAT a d'abord été mis en œuvre sur la nuance N1. Alors que les taches blanches sont difficiles à discerner pour ce système, le diagnostic par thermographie IR a permis d'identifier les seuils et de mesurer les fissures engendrées par le choc. L'essai a permis de caractériser les dépôts épais (150 μm) mais aussi les dépôts fins (60 μm) avec seuils laser inférieurs. Bien que les adhérences puissent être dépendantes de l'épaisseur de dépôt, on privilégie ici une atténuation de l'onde par la microstructure de l'hydroxyapatite. Les résultats obtenus dépendent aussi du format de l'échantillon (plaquettes ou disques) et de l'épaisseur de substrat dans le cas des plaquettes. La génération et/ou la propagation des ondes de choc sont donc probablement sensibles au procédé de fabrication du Ti6Al4V. Si l'influence du substrat est observée en simulation, le choix d'une céramique massive reproduisant le comportement du milieu poreux ne permet pas de restituer l'atténuation de l'onde de choc pour les flux considérés. Des mesures plus précises de la vitesse de surface libre, face métal ou céramique, au centre et dans la largeur, permettraient de mieux comprendre la propagation et l'atténuation des ondes dans ces systèmes. Suite à cela, il serait intéressant d'inclure des éléments de la microstructure (porosité, phases secondaires) dans le dépôt numérique pour étudier leurs effets sur l'onde de choc.

La diversité des épaisseurs et les diamètres de choc 3, 6 et 10 mm ont conduit à différents régimes de propagation de l'onde de choc. Si le régime 3D ($\varnothing_{\text{choc}} = 3\text{mm}$) permet de faire varier les diamètres de décohésion, les petites fissures autour du seuil rendent son identification difficile. Au contraire, le régime 1D ($\varnothing_{\text{choc}} = 10\text{mm}$) conduit à des grandes décohésions mais limite le nombre de fissure servant à construire la courbe LASAT. Le régime mixte ($\varnothing_{\text{choc}} = 6\text{mm}$) est un bon compromis pour la mise en œuvre de l'essai car il permet l'identification du seuil et l'établissement de la courbe LASAT. D'autre part, il conduit systématiquement à des seuils de décohésion inférieurs ce qui met en évidence l'influence des effets tridimensionnels plus marquée pour ce régime mixte dans le cas du système APS. L'étude numérique de l'influence du diamètre de choc, a conduit à introduire et à comparer un profil non monotone dès l'instant initial (profil couronne) qui agit en plus des effets tridimensionnels sur les effets de bord. Il s'agissait de reproduire les écarts de vitesses entre $\varnothing_{\text{choc}} = 3$ et $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm mesurés par VISAR. Cependant, malgré les différences notables, les deux profils conduisent à des contraintes calculées relativement proches car le domaine de flux appliqué est bas pour notre cas d'étude.

La modélisation numérique a permis d'identifier les contraintes seuils pour chaque cas. En revanche, les superpositions des courbes LASAT expérimentales avec les abaques numériques ont montré que les fissures définies avec le critère de seuil « cut-off » sont surestimées, surtout pour $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm. Ceci empêche une évaluation satisfaisante des niveaux d'adhérence par cette méthode. La modélisation numérique de l'étude devrait donc être améliorée par une meilleure prise en compte de la microstructure (rugosité et porosité) et par modèle d'endommagement plus sophistiqué en lien avec la physique de l'amorçage et de la propagation de fissure pour permettre l'application de la méthode des courbes LASAT. Ce point n'a pas été abordé pendant la thèse en raison des limites du calcul hydrodynamique et du choix d'un maillage assez fin pour tenter de résoudre au mieux les aspects quantitatifs autour de la propagation de l'onde lors de son passage à l'interface.

La mise en œuvre du LASAT sur la nuance N1 a été complétée par des chocs face céramique. Bien que nécessitant des densités de puissance plus élevées, cette configuration a permis d'identifier des seuils et courbes LASAT pour chaque cas. Cependant, ces résultats devraient être complétés par l'étude précise de la propagation des ondes de choc dans le système et de l'atténuation pour de tels flux afin d'analyser les sollicitations à l'interface en lien avec les effets tridimensionnels.

Par ailleurs, le choc laser a été utilisé pour introduire des fissures aux interfaces métal-céramique de disques revêtus de la nuance N1. Connaissant la taille du défaut par thermographie IR, la contrainte à rupture mesurée par essais de plots collés a permis d'appliquer des lois de mécanique de la rupture afin de mesurer la ténacité d'interface K_{IC} et l'énergie d'adhérence G_c pour le système N1. La méthode est prometteuse mais nécessiterait une étude numérique approfondie pour discuter de l'influence des différents éléments (fissures, adhésif, contre-plots, etc) afin de garantir la fiabilité des mesures.

L'influence de la rugosité adoucie sur l'adhérence du système Ti6Al4V/HAP-APS (N2) a ensuite été investiguée par différents essais. L'essai de traction n'a pu être appliqué qu'à des dépôts épais (150 μm) à cause de la pénétration de l'adhésif. Les contraintes à rupture moyennes valent $8,3 \pm 1,1$ MPa pour la nuance N1 et $5,0 \pm 0,7$ MPa pour la nuance N2 validant ainsi l'influence de la rugosité adoucie sur le niveau d'adhérence. Parmi les trois méthodes de rayage (scratch test) investiguées, seules les rayures parallèles à intervalles décroissants permettent de distinguer les nuances N1 et N2 pour les deux épaisseurs de dépôt (plaquettes). Les résultats sont encourageants mais mériteraient une campagne plus fournie afin d'étudier la reproductibilité de l'essai et d'analyser plus avant la sollicitation mécanique engendrée par cette méthode. L'essai LASAT a permis de mesurer les adhérences pour les dépôts épais (150 μm) et fins (60 μm) pour les nuances N1 et N2. Dans chaque cas (épaisseurs, dimension, diamètre de choc), l'adhérence est systématiquement plus faible pour la rugosité adoucie. Une étude de répétabilité et de reproductibilité a confirmé le résultat pour les disques HAP 150 μm et Ti6Al4V 3 mm avec des seuils laser de $0,25 \text{ GW/cm}^2$ pour la nuance N2 et de $0,30 \text{ GW/cm}^2$ pour la nuance N1 soit des contraintes respectives de 175 et 205 MPa. Les courbes LASAT moyennes sont bien définies ($R^2 > 0,94$) et démontrent aussi la variation d'adhérence. La précision, la répétabilité et la reproductibilité sont jugées bonnes malgré la résolution faible des images thermographiques et les variabilités autour de la puissance délivrée. Il est en revanche préconisé de travailler sur des lots d'échantillons afin d'obtenir une statistique représentative.

Concernant l'effet d'une couche d'oxyde, les essais LASAT conduits sur des disques de la nuance N6 (HAP 60 et 150 μm) montrent des niveaux d'adhérence plus faibles que pour la nuance N1 avec des seuils bien distincts et des fissures systématiquement plus grandes. En revanche, les résultats obtenus par plots collés (HAP 150 μm) conduisent à une contrainte à rupture légèrement plus élevée que la nuance N1. Bien que ces conclusions soient en contradiction, on suppose qu'une réelle différence d'adhérence est mise en évidence par l'essai LASAT, plus discriminant. Ces résultats devraient donc être complétés par davantage d'essais pour obtenir une statistique représentative.

L'essai LASAT a donc mis en évidence des variations d'adhérence inhérentes à la modification de l'interface (rugosité et oxyde) pour des systèmes Ti6Al4V/HAP projeté sous air (APS). Afin de garantir la robustesse de la méthode, il convient d'appliquer l'essai à d'autres systèmes biocompatibles. Les nuances projetées sous vide (VPS) présentées dans le Chapitre III seront donc investiguées dans le Chapitre VI avec la méthode LASAT dans le but de comprendre l'influence des matériaux sur les résultats de l'essai et sur les effets tridimensionnels associés au choc laser.

Chapitre

VI

Influence des matériaux du système revêtu sur la conduite de l'essai LASAT

Introduction

Suite à la mise au point de l'essai LASAT réalisée sur des dépôts HAP de référence (APS), il est intéressant d'appliquer la méthode à d'autres systèmes également applicables industriellement. Dès lors, pour bien marquer une différence pour ces nouveaux systèmes revêtus à étudier, on propose d'examiner une nature du substrat et un mode de projection différents. Dans cette étude, la projection sous vide (VPS) de l'hydroxyapatite a permis de produire des nouvelles nuances sur des substrats en alliage de cobalt (CoCrMo) soit revêtus de HAP VPS seul (Nuance N4) soit avec une sous-couche de titane VPS (Nuance N5) qui est également appliquée dans le domaine biomédical. Afin d'étudier séparément les influences du dépôt et du substrat sur l'application de LASAT, une nuance supplémentaire Ti6Al4V/HAP-VPS est également introduite dans l'étude (Nuance N4bis). La composition du dépôt HAP VPS ainsi que les fissures (cohésives et adhésives) engendrées par le choc laser ont été analysées dans le Chapitre III. Ceux-ci présentent une microstructure, une rugosité et un niveau de porosité qui diffèrent des dépôts APS. En effet, les dépôts VPS sont plus denses (cf. Tableau III.3) et ont une rugosité de surface moins élevée (cf. Tableau III.5). De plus, le dépôt sous vide présente une structure lamellaire plus marquée. Ces éléments seront mis en lien avec les résultats d'adhérence dans ce chapitre. Même si des éléments d'analyses ont déjà été exposés pour la nuance de référence APS au sujet de géométries et dimensions des systèmes étudiés, les échantillons VPS ont été également étudiés selon deux épaisseurs de céramique (60 et 150 μm) et deux épaisseurs de substrat (2 et 3 mm). Il s'agit ici de consolider la cohérence de l'analyse de l'essai LASAT à travers l'étude de l'influence des matériaux et des procédés de projection sur sa conduite. Cette direction d'étude est une étape supplémentaire pour tenter de généraliser l'essai LASAT toujours en regard d'essais conventionnels (plots collés et scratch test) également abordés pour ces nouvelles nuances dans ce chapitre. Cette étape d'ouverture vers des nouveaux systèmes est importante dans la perspective future d'une normalisation de l'essai ou de sa combinaison avec les essais existants. Ainsi, l'essai de choc laser a été mis en œuvre selon le protocole défini dans le Chapitre V pour l'identification des seuils et courbes LASAT. Afin de compléter l'investigation de ces nouveaux matériaux, des campagnes de mesures de vitesse par VISAR pour le substrat seul et pour les systèmes revêtus ont pu être réalisées. On souhaite étudier mieux la propagation des ondes de choc et étoffer l'analyse comparée de l'essai LASAT avec l'aide de la simulation numérique. Dans cette voie, des premières modélisations réalisées pour un seul diamètre de choc permettent d'aborder en priorité l'influence de la céramique pour le calcul et la comparaison des abaques.

Enfin, à la lumière de l'étude de la mise en œuvre et des capacités de l'essai LASAT appliqué aux systèmes biomédicaux, on souhaite exposer les premiers résultats de choc laser menés sur une cupule et une tige revêtu HAP (sans sous-couche Ti) de prothèse de hanche confiées par le CRITT MDTs. Ces produits, très différents des échantillons de l'étude, permettent également d'aborder la faisabilité de l'essai LASAT sur pièces réelles pour déterminer un seuil d'adhérence.

VI.1 Mesure de l'adhérence des revêtements HAP VPS par essais conventionnels

VI.1.1 Essais de traction sur plots collés

Les géométries des échantillons et le mode opératoire de l'essai de traction appliquée aux nuances VPS sont identiques aux dépôts APS présentés en partie V.1.1. Pour rappel, le procédé de sablage des substrats avant projection est le même pour les nuances APS et VPS. Il conduit à des rugosités similaires pour les surfaces des substrats Ti6Al4V ($R_a = 5,7 \pm 0,3\mu\text{m}$) et CoCrMo ($R_a = 5,8 \pm 0,4\mu\text{m}$). Dans cette étude, les contraintes à rupture ont été mesurées pour des échantillons des nuances N4, N4bis et N5. Dans le cas des nuances N4 et N5, les essais ont été menés sur 10 disques répartis équitablement entre des substrats de 3 mm et 6,35 mm pour chaque épaisseur de dépôt (60 et 150 μm). Les contraintes à rupture de la nuance N4bis ont été mesurées sur 5 disques de substrats de 3 mm et pour chaque épaisseur de dépôt. La Figure VI.1 présente des exemples représentatifs de surfaces de rupture des nuances VPS avec un rappel des faciès obtenus pour la nuance N1 (HAP 60 et 150 μm).

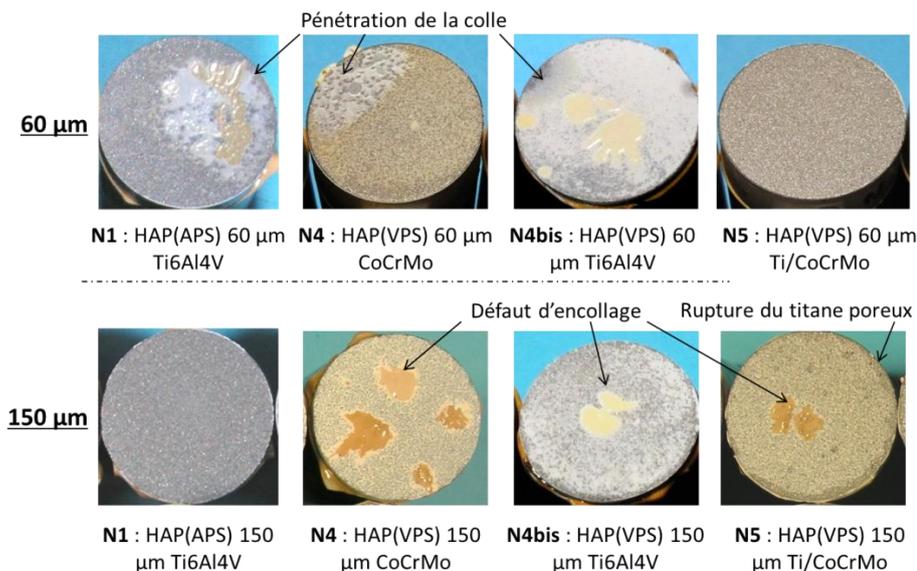


Figure VI.1 : Exemples représentatifs de surfaces après rupture des nuances VPS (N4, N4bis et N5) et APS (N1) pour des dépôts de 60 μm (haut) et 150 μm (bas)

Les surfaces des systèmes à dépôt fins des nuances N4 et N4bis montrent systématiquement des signes de traversées de colle tandis que celles des systèmes à dépôts épais présentent des défauts d'encollage caractérisés par les zones orangées. Ces phénomènes sont similaires à ceux décrits pour les dépôts APS (cf. §V.1.1.1b) mais leurs influences sur les mesures des contraintes à rupture est toujours difficile à établir. Dans le cas des dépôts fins des nuances N4 et N4 bis, les ruptures sont jugées mixtes (adhésives et cohésives) car peu de céramique adhère encore au substrat comme on le voit sur la surface de la nuance N4 (Figure VI.1, 2^{ème} haut). Pour les dépôts épais, la rupture est systématiquement cohésive avec une épaisseur de céramique sur la surface après l'essai de traction (Figure VI.1, bas). Dans le Chapitre III, des analyses d'image du dépôt épais VPS avaient révélé que le taux de porosité était plus élevé à partir de la moitié de l'épaisseur du revêtement (cf. §III.1.1.2c). On

peut supposer qu'une hétérogénéité de microstructure dans l'épaisseur due aux passes de déposition entraîne une fragilité qui conduit à la rupture cohésive. Les vues en coupe des plots après l'essai de traction auraient permis de vérifier la hauteur de la fissure dans le dépôt. Malheureusement les contre-plots utilisés pour ces essais ne pouvaient pas systématiquement être découpés car ils servaient à d'autres campagnes de mesures répondant à des demandes industrielles au CRITT MDTs.

Les systèmes à dépôts épais de la nuance N5 présentent systématiquement des ruptures cohésives. L'hypothèse d'une fragilisation par l'hétérogénéité de microstructure dans le dépôt peut aussi être émise dans ce cas. De plus, on observe en périphérie quelques zones de titane rugueux non adhérentes qui ont été arrachées lors des essais. Ce phénomène peut traduire des défauts d'adhérence de la sous-couche de titane sur cette zone et/ou une concentration des contraintes de traction vers l'extérieur du disque (voir Figure I.13). Par ailleurs, des défauts d'encollage sont à nouveau identifiés avec des zones orange présentes sur les disques. Les systèmes à dépôts fins de la nuance N5 présentent des ruptures majoritairement adhésives (pourcentage estimé à 95%) comme on le voit sur la Figure VI.1 (4^{ème} haut). On note toutefois la présence de points blancs sur la surface du disque qui peuvent être identifiés comme des résidus de colle (traversées) ou de céramique encore adhérents au substrat CoCrMo dans les zones exemptes de titane.

Le Tableau VI.1 présente les moyennes de contraintes à rupture mesurées pour les systèmes des nuances N4, N4bis et N5. Les valeurs obtenues pour la nuance N1 sont rappelées à titre indicatif. Le pourcentage moyen de rupture adhésive est calculé à partir des taux renseignés par les opérateurs du CRITT MDTs lors des essais pour chaque lot d'échantillon. Pour rappel, cette valeur est une estimation à l'œil nu pour décrire le mode de rupture de chaque plot. Les essais obtenus pour des substrats de 3 et 6,35 mm n'ont pas montré d'influence de l'épaisseur de CoCrMo sur la valeur de la contrainte.

	HAP 60 μm		HAP 150 μm	
	σ (MPa)	% moyen rupture adhésive	σ (MPa)	% moyen rupture adhésive
N4 CoCrMo/HAP-VPS (n=10)	17,6 \pm 2,4*	9 \pm 7	6,5 \pm 0,4	9 \pm 9
N4b Ti6Al4V/HAP-VPS (n=5)	18,3 \pm 2,8*	6,5 \pm 3	12,6 \pm 0,8	5 \pm 1
N5 CoCrMo/Ti/HAP-VPS (n=10)	17,9 \pm 2,2	95 \pm 2	6,6 \pm 0,5	2 \pm 2
N1 Ti6Al4V/HAP-APS (n=10)	15,0 \pm 1,5*	70 \pm 30	7,8 \pm 0,6	95 \pm 0

*traversée de colle jusqu'à l'interface

Tableau VI.1 : Contraintes à rupture mesurées par essais de traction sur plots collés, nuances N4, N4bis et N5, HAP VPS 60 μm et 150 μm et pourcentage moyen de rupture adhésif

Dans le cas d'un dépôt fin, les contraintes moyennes à rupture mesurées pour les nuances N4 et N4bis valent respectivement 17,6 \pm 2,4 MPa et 18,3 \pm 2,6 MPa. Compte tenu des écarts types, on considère que ces valeurs sont similaires et on note une légère augmentation par rapport à la nuance N1 APS (15,0 \pm 1,5 MPa). Dans le cas des dépôts épais, les contraintes mesurées pour la nuance N4 valent 6,5 \pm 0,4 MPa et 12,6 \pm 0,8 MPa pour la nuance N4 bis. On observe ici une influence de la nature du substrat (CoCrMo ou Ti6Al4V) sur les résultats de contraintes à rupture. Etant donné que les ruptures sont systématiquement cohésives pour les dépôts VPS, les résultats ne peuvent pas être directement comparés avec la nuance N1. En effet, pour cette dernière, les contraintes à rupture (adhésive) représentent l'adhérence du dépôt APS au substrat métallique alors qu'elles reflètent la cohésion du dépôt VPS avec les nuances N4 et N4bis. La contrainte moyenne à rupture de la nuance N1 (7,8 \pm 0,6 MPa) est légèrement plus élevée que celle de la nuance N4 ce qui empêche la comparaison. En revanche, la contrainte moyenne de la nuance N4 est supérieure à celle de la nuance N1 ce qui suggère que l'adhérence du dépôt VPS est plus élevée par rapport au dépôt APS pour un même substrat Ti6Al4V.

Les essais menés sur des dépôts épais de la nuance N5 conduisent à des valeurs moyennes de contraintes de $6,6 \pm 0,5$ MPa pour le dépôt épais. On retrouve des mesures très proches des résultats de la nuance N4 qui suggèrent que les revêtements projetés pour les deux systèmes ont des propriétés de rupture interne comparables. Dans le cas des dépôts fins de la nuance N5, la contrainte moyenne vaut $17,9 \pm 2,2$ MPa. Une nouvelle fois on note que le résultat se rapproche des mesures obtenues pour la nuance N4 pour des systèmes équivalents. Ici, on montre que pour ces systèmes les deux modes de rupture (adhésive et mixte) mènent aux mêmes valeurs de contrainte par essais de plots collés. On peut alors supposer que la valeur finale est davantage issue de la pénétration de la colle dans le dépôt jusqu'à l'interface et caractérise le composite céramique-polymère.

VI.1.2 Essais de rayage à intervalles décroissants sur les nuances HAP (VPS)

Suite aux différents types d'essais de rayage entrepris sur les nuances APS, on sélectionne uniquement l'essai de rayage à intervalles décroissants qui semblait apporter plus d'informations exploitables par simple observation des décolllements dans les surfaces inter-sillons (cf. §V.1.2.3). La méthode a été appliquée sur les nuances N4 (CoCrMo/HAP-VPS) et N5 (CoCrMo/Ti/HAP-VPS) avec des substrats d'épaisseur 2 mm et pour les deux épaisseurs de dépôt (60 et 150 μm). Deux échantillons ont été utilisés dans chaque cas afin de tester une large gamme d'intervalles entre les sillons (0,3 mm à 1,6 mm par pas de 0,1 mm). La force appliquée a été choisie suite à des essais de rayage à charge croissante afin de garantir un contact avec le substrat métallique en s'éloignant de la charge critique. Elle a été fixée à 20 N pour l'ensemble des échantillons. La Figure VI.2 présente les sillons avec des intervalles de 0,3 à 1 mm obtenus pour les systèmes N4 et N5 et les deux épaisseurs de dépôt.

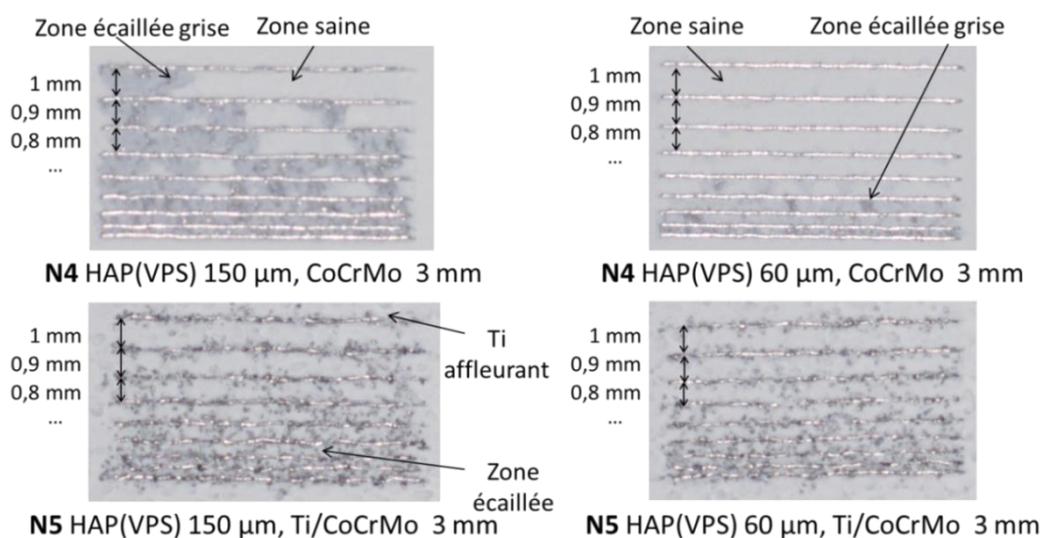


Figure VI.2 : Vues de dessus après essai de rayage à intervalles décroissants, HAP (VPS) 150 et 60 μm , Nuances N4 et N5

Comme pour les systèmes APS, la portion écaillée de la bande de céramique augmente à mesure que les espaces entre les sillons diminuent. En revanche, on note que la rupture de la céramique est systématiquement cohésive pour les deux nuances contrairement aux dépôts APS (voir Figure V.21) Dans le cas de la nuance N4, un voile d'hydroxyapatite est visible entre les sillons. L'épaisseur résiduelle de céramique n'a pas été investiguée par des vues en coupe dans ces travaux. Cependant, on peut relier ces ruptures cohésives aux observations des surfaces des plots après l'essai de traction. Supposant une ou des zone(s) fragile(s) dans l'épaisseur, on peut émettre l'hypothèse que la rupture se situe à une hauteur similaire pour les deux essais. Dans le cas de la nuance N5, la décohésion de la céramique est moins identifiable mais on observe tout de même des zones de ruptures cohésives qui laissent apparaître le titane. De plus, les sillons creusés dans cette nuance suivent des tracés sinueux

car l'indenteur est localement dévié par les picots de la sous-couche de titane (voir Figure III.3). Pour rappel, on suppose que l'essai sollicite le dépôt en compression suivant une direction parallèle à l'interface. On comprend alors que la rugosité importante du titane modifie fortement la rigidité du dépôt HAP et donc sa réponse à la sollicitation limitant la comparaison entre les nuances N4 et N5.

La Figure VI.3 rassemble les types de ruptures observés pour les nuances N4 et N5. Les deux épaisseurs 150 μm (intervalles : 0,3-1,2mm) et 60 μm (intervalles : 0,3-1mm) sont représentées. Pour rappel, en fonction des écaillages observés, chaque espace est classé qualitativement dans l'une des trois catégories associées à des valeurs arbitraires pour nuancer les écaillages au sein de celles-ci. Dans le cas des dépôts VPS, la catégorie « écaillage total » a été remplacé par « écaillage interne » qui correspond au mode cohésif. Le classement des différents faciès de rupture est choisi en jugeant à l'œil nu l'état de l'écart entre deux sillons de rayage.

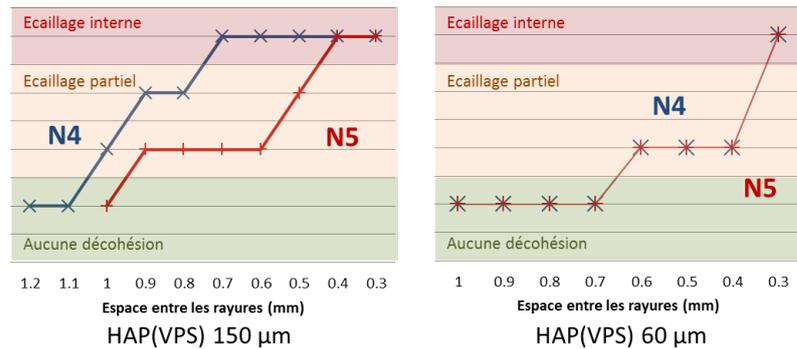


Figure VI.3: Résultat de l'essai de rayure à intervalles décroissants pour les nuances N4 et N5, dépôts 150 μm (gauche) et 60 μm (droite) sur des disques de diamètre 25 mm et de substrat 2 mm

Comme pour les dépôts APS, la diminution de l'épaisseur nécessite systématiquement des écarts réduits entre les sillons. Les dépôts fins requièrent une sollicitation plus importante pour conduire à l'écaillage et aucune différence n'est observée entre les nuances N4 et N5. Bien que la sous-couche de titane ait sans doute un effet, le protocole d'essai appliqué n'a pas une sensibilité suffisante pour distinguer les deux systèmes à dépôts fins. En revanche, le dépôt épais de la nuance N5 nécessite des espaces plus petits pour conduire à un même écaillage de la bande de céramique par rapport à la nuance N4. L'écart entre les largeurs d'intervalle critiques varie entre 0,1 et 0,3 mm. Dans ce cas, la différence de sollicitation évoquée précédemment permet d'expliquer ce phénomène. Enfin, on observe que les décohésions des dépôts VPS sont obtenues pour des écarts inférieurs aux résultats des dépôts APS (voir Figure V.22) et ne provoquent que des ruptures cohésives. On peut alors conclure à une résistance plus élevée des dépôts projetés sous vide à la sollicitation de cet essai de rayage. A nouveau, une analyse précise de l'état de la bande après l'écaillage de la céramique (vue en coupe, analyse d'image) serait nécessaire pour compléter et quantifier les résultats. Dans le cas spécifique des ruptures cohésives, des observations devraient être conduites pour décrire précisément les fissurations de la nuance N4 (hauteur de fissuration) et de la nuance N5 (influence du titane).

VI.2 Influence des matériaux sur la propagation des ondes de choc

Comme pour les systèmes APS, l'étude des ondes de choc générées dans les nuances VPS s'est concrétisée par une campagne de mesures des profils temporels des vitesses de surface libre par VISAR. A partir de cibles de mêmes épaisseurs pour les deux types de systèmes APS et VPS, il est possible d'investiguer l'influence des matériaux sur la propagation des ondes de choc. Cela concerne l'enregistrement des vitesses de surface libre sur des cibles métalliques de CoCrMo et sur des systèmes revêtus complets. Les méthodologies établies pour les cas APS (cf. IV.1.3.1b et IV.2) sont reprises sur les nuances VPS. L'objectif est d'étudier les différences éventuelles entre l'alliage de cobalt

et le Ti6Al4V et si possible d'établir des données matériaux spécifiques pour la céramique VPS. En effet, on souhaite examiner en priorité l'influence de la céramique par VPS dont on observe une microstructure et un comportement en rupture différents par rapport à la céramique par APS. Cette contribution à l'établissement de données d'entrée du calcul pour chacune des céramiques peut permettre d'améliorer la confrontation des simulations numériques avec les expériences.

VI.2.1 Etudes des profils de vitesse des systèmes VPS et APS

Les substrats et systèmes complets VPS de la nuance N4, analysés lors de campagne VISAR, permettent de mesurer la vitesse de l'onde principale (C_0) ainsi que d'évaluer les atténuations de vitesses matérielles en fonction de l'épaisseur parcourue aux différents débouchés. On focalise notamment sur celle de l'hydroxyapatite VPS à partir de chocs effectués côté céramique en présence d'un milieu ablateur pour une prise en compte dans le modèle. Des essais en choc « face avant » ont aussi été menés sur la nuance N5 à cette occasion mais n'ont pas permis d'obtenir des signaux de vitesse de surface libre exploitables. Malgré des densités de puissance comprises entre 0,27 et 5,44 GW/cm², aucun pic n'était identifiable et le rapport signal sur bruit des profils était très faible empêchant donc de renseigner ce cas particulier. On peut supposer que les états de surface et d'interface inhérents à la sous-couche de titane entraînent une forte atténuation de l'onde ou des propagations difficiles à prévoir.

VI.2.1.1 Profils de vitesse de substrats nus : comparaison des substrats CoCrMo et Ti6Al4V

Les mesures VISAR ont été réalisées avec un total de trente tirs sur disques nus CoCrMo de 2 mm dans la plage de 0,59GW/cm² à 5,44GW/cm² avec plusieurs tirs espacés sur chaque disque. Ces expériences ont été menées soit avec l'interaction laser-matière (ILM) directement sur le métal ou avec l'emploi d'un adhésif PVC ablateur avec des confinements par adhésif transparent. Pour ces derniers cas, la plage d'énergie est plus élevée (à partir de 1,63 GW/cm²) car il s'agit de se rapprocher des tirs LASAT en face avant. Ces mesures peuvent être comparées avec celles réalisées dans les mêmes conditions sur des substrats nus de Ti6Al4V. Par ailleurs, huit tirs ont été effectués sur des disques de 3 mm d'épaisseur avec une illumination directe (entre 0,59 et 1,1 GW/cm²) et ont conduit à des valeurs de vitesses maximales de premier débouché identiques à celles obtenues pour l'épaisseur 2 mm.

Des enregistrements de vitesse de surface libre représentatifs du CoCrMo et du Ti6Al4V, mesurés pour des disques de 2 mm d'épaisseur, sont donnés dans la Figure VI.4 dans le cas d'une illumination directe (Figure VI.4-a) ou avec l'emploi avec d'un milieu ablateur (Figure VI.4-b).

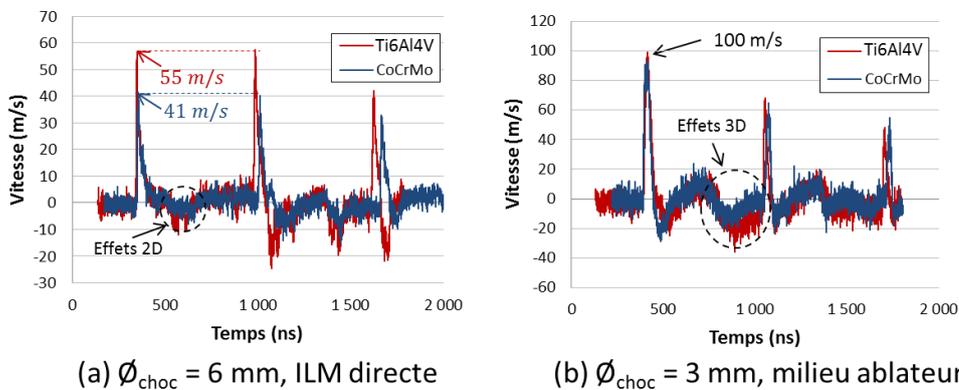


Figure VI.4 : Signaux VISAR CoCrMo et Ti6Al4V (a) ILM directe $F(\text{Ti6Al4V}) = 1,1 \text{ GW/cm}^2$, $F(\text{CoCrMo}) = 1,2 \text{ GW/cm}^2$ $\varnothing_{\text{choc}} = 6\text{mm}$ (b) choc sur milieu ablateur (scotch noir), $F = 2,7 \text{ GW/cm}^2$, $\varnothing_{\text{choc}} = 3\text{mm}$

Dans le cas d'un choc avec ILM sur le métal, les allures caractéristiques des signaux de vitesse sont toujours les mêmes avec des temps d'accélération et de décélération identiques pour les différents pics. De plus, les passages en vitesses négatives surviennent également au même instant (500 ns). La

célérité longitudinale de l'onde calculée à partir des différents pics est de $C_L=6090 \pm 90$ m/s pour le substrat CoCrMo qui est proche de celle mesurée pour le Ti6Al4V dans la partie IV.1.3.1b (6165 ± 65 m/s). On mesure également ce même niveau de vitesse longitudinale pour des chocs avec un milieu ablateur et une superposition des profils de vitesse du Ti6Al4V et du CoCrMo (Figure VI.4-b).

Si les deux métaux présentent des célérités longitudinales d'onde proches, les niveaux de vitesse du premier débouché sont toujours significativement plus faibles pour l'alliage de cobalt en ILM directe. Dans l'exemple de la Figure VI.4a, la densité de puissance du choc sur le CoCrMo est légèrement plus élevée mais conduit à une vitesse maximale (41 m/s) inférieure à celle obtenue pour le Ti6Al4V (55 m/s). Cette diminution de l'intensité pour le CoCrMo peut être attribuée à une impédance acoustique plus élevée ($Z(\text{CoCrMo})=40.10^6$ kg.m⁻².s⁻¹) ou une limite élastique d'Hugoniot plus faible (HEL=770MPa). Il est peu probable que l'atténuation que l'on situe dans le domaine élastique intervienne car on note que les vitesses de surface libre restent quasi constantes au second débouché, c'est-à-dire pour un parcours de 6mm cumulés dans le cas présenté. Le phénomène est aussi observé dans le cas de profil de vitesse extraits pour des cibles de 3 mm soit pour un parcours de 9 mm. En cela également, les deux métaux employés pour cette étude montrent des comportements assez proches en termes d'atténuation qui est jugée faible dans le domaine de flux considéré pour les chocs côté métal. Cela permet d'envisager, pour ces deux cas, des tirs sur des substrats de très fortes épaisseurs. Une hypothèse supplémentaire concerne aussi l'interaction laser-matière (ILM) et la pression générée qui dépend également de l'impédance acoustique mais, dans ce cas, en faveur d'une pression amplifiée pour CoCrMo [Bolis et al., 2007]. Il est important d'avoir ces éléments en considération lors des analyses comparées des essais LASAT même si nous n'avons pas pu mener la simulation complète des systèmes revêtus avec des substrats CoCrMo.

On constate par ailleurs que des enregistrements effectués avec un même flux élevé (2,7 GW/cm²) en présence d'un milieu ablateur (Figure VI.4-b) conduisent à des vitesses matérielles très proches pour les deux métaux étudiés. Les profils sont superposés avec les mêmes signatures d'effets de bord et aussi une même atténuation au second débouché. Dans ce cas, l'atténuation est probablement due au domaine d'énergie utilisée qui traduit un comportement non linéaire. Ces observations traduisent une propagation finalement assez similaire pour les deux métaux en présence d'un milieu ablateur. Bien que cela n'ait pas été étudié davantage, on note que le CoCrMo est deux fois plus rigide et deux fois plus dense avec une limite élastique deux fois plus faible environ que le Ti6Al4V. L'emploi d'un milieu ablateur peut donc s'avérer intéressant pour l'industrialisation du procédé LASAT car cela permettrait de s'affranchir plus de l'effet du matériau dans la génération de l'onde de choc si en effet il y a une sensibilité prononcée de sa nature.

VI.2.1.2 Profils de vitesse de systèmes complets

a) Célérité d'onde et atténuation dans HAP (VPS)

Comme pour les nuances N1 de référence HAP (APS) dans la partie IV.2.2, on propose l'analyse des profils de vitesse de surface libre pour des chocs face céramique sur les systèmes complets HAP (VPS) de la nuance N4. Sur la base des deux épaisseurs de dépôt à disposition, cette approche permet d'analyser la célérité de l'onde et l'atténuation des vitesses matérielles dans la céramique VPS. Dix tirs ont été effectués sur un disque de chaque configuration géométrique (CoCrMo : 2 et 3 mm et HAP : 60 et 150 μm) avec un diamètre de choc de 3 mm et un adhésif PVC ablateur sur la céramique. Les dix chocs ont permis de couvrir une gamme de densité de puissance de 0,27 GW/cm² à 2,72 GW/cm². Presque tous les tirs ont mené à des décohésions visibles en thermographie infrarouge et les quelques chocs sans fissuration conduisaient à des signaux bruités difficiles à exploiter. Les profils sur systèmes complets de la Figure VI.5 correspondent aux substrats CoCrMo de 2 mm. Les allures des profils sont représentatives des différents enregistrements obtenus aussi pour les substrats plus épais.

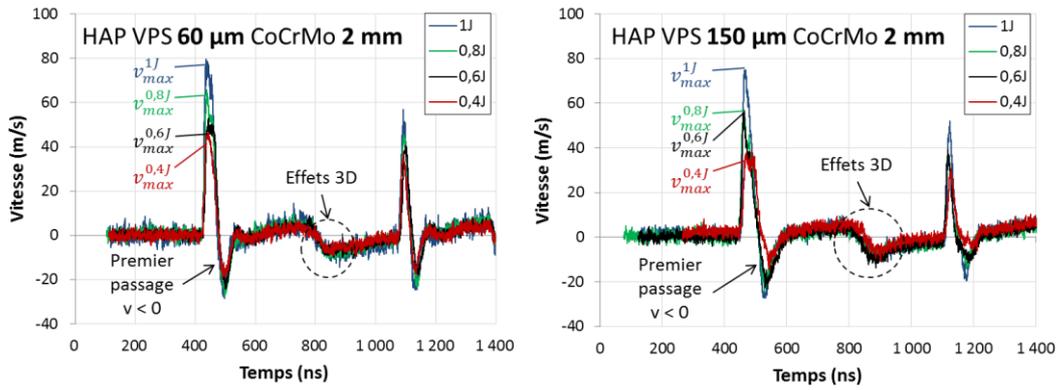


Figure VI.5: Profils de vitesse de surface libre, chocs face céramique, N4 (HAP VPS 60 et 150 µm, CoCrMo 2 mm, Ø_{choc} = 3 mm)

Les signaux issus de tirs à différentes énergies se superposent très bien temporellement et la vitesse maximale du premier débouché croît bien avec l'intensité du choc. Si l'on mesure le décalage temporel Δt entre les premiers débouchés, comme dans le cas de HAP APS (voir Figure IV.27), la moyenne calculée à partir de 7 paires de signaux (disques 2mm), est $\Delta t_{\text{moy}} = 23 \pm 4$ ns. Pour une différence d'épaisseur d'environ 90 µm on obtient une célérité de l'onde égale à $C_0 = 4,0 \pm 0,7$ km/s. Par ailleurs, l'atténuation de la vitesse dans la céramique peut être approchée par l'étude des vitesses de premiers pics comme pour le dépôt APS (cf. §IV.2.2.2). Les valeurs de vitesses maximales sont rassemblées dans le Tableau VI.2. Pour le dépôt VPS, le rapport moyen des vitesses est égal à $1,1 \pm 0,1$ pour l'épaisseur 2 mm et $0,9 \pm 0,1$ pour l'épaisseur 3 mm. On peut émettre l'hypothèse que la microstructure du dépôt (compacité) permet une transmission de l'onde avec une atténuation limitée dans le domaine d'énergie étudié.

Vitesse maximale (m/s)	HAP 60 µm Ti6Al4V 2 mm	HAP 150 µm Ti6Al4V 2 mm	HAP 60 µm Ti6Al4V 3 mm	HAP 150 µm Ti6Al4V 3 mm
0,27	10	10	15	-
0,54	25	25	20	25
0,82	35	35	30	30
1,09	45	40	40	45
1,36	45	45	40	50
1,63	50	57	50	50
1,90	55	50	60	55
2,18	65	55	60	55
2,45	70	60	60	65
2,72	80	70	65	70

Tableau VI.2 : Valeurs de vitesse maximale au premier pic pour les systèmes revêtus N4, tirs face céramique, HAP 60 et 150 µm, CoCrMo 2 et 3 mm

b) Comparaison des nuances CoCrMo/HAP-VPS et Ti6Al4V/HAP-APS

L'utilisation d'un milieu ablateur permet de limiter l'influence du matériau sur la génération de l'onde de choc car l'interaction laser-matière est la même. Seule la transmission est différente et dépend du rapport entre les impédances acoustiques. Les essais sur cibles simples non revêtues de la partie VI.2.1.1 ont montré que les ondes de choc se propagent de manière comparable dans les deux alliages de l'étude pour un choc généré sur un milieu ablateur. L'influence du changement de céramique peut donc être étudiée avec la comparaison de profils de vitesse mesurés côté métal pour les nuances N1 Ti6Al4V/HAP-APS et N4 CoCrMo/HAP-VPS choquées côté céramique avec un milieu ablateur. En toute rigueur, une démarche comparative plus simple aurait consisté à mener des mesures par VISAR sur la nuance N4 bis (HAP (VPS) sur Ti6Al4V) pour établir l'influence de la céramique seule mais les échantillons n'étaient pas disponibles lors des campagnes VISAR. La Figure VI.6 présente des profils de

vitesse caractéristiques pour des tirs à même densité de puissance ($1,6 \text{ GW/cm}^2$) pour un diamètre de 3 mm, sur les nuances N1 et N4 et les deux épaisseurs 60 et 150 μm .

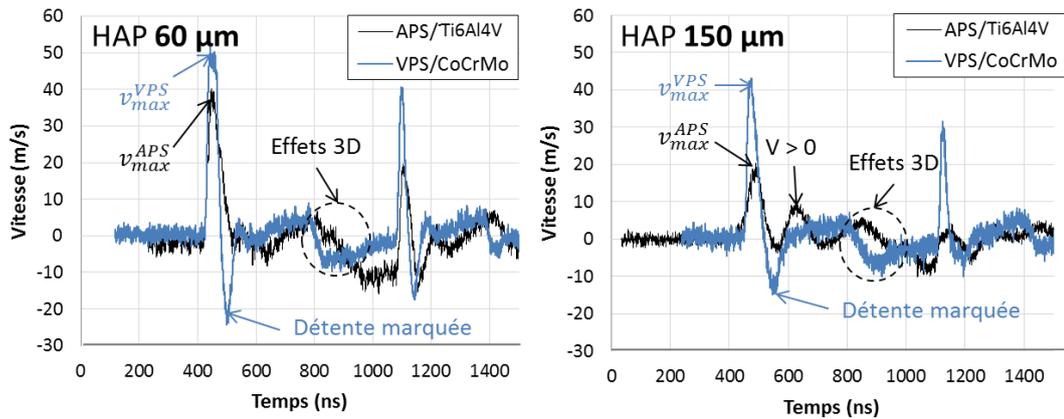


Figure VI.6 : Profils de vitesse pour des chocs côté céramique sur N1 HAP(APS)/Ti6Al4V et N4 HAP(VPS)/CoCrMo ($\varnothing_{\text{choc}} = 3 \text{ mm}$, $F = 1,6 \text{ GW/cm}^2$)

Les signaux présentent des allures similaires pour les deux nuances (instants des débouchés et des effets de bord) mais les valeurs des vitesses maximales sont toujours plus élevées pour les systèmes VPS. De surcroît, les signatures temporelles des ondes de détente ($v < 0$) sont aussi systématiquement plus basses avec des premiers passages en vitesse négative très marqués pour ces dépôts VPS. En plus des effets de substrat, ces observations doivent être mises en parallèle des différences d'amortissement entre les deux céramiques. Celles-ci sont en faveur de l'hydroxyapatite VPS qui permet d'obtenir des vitesses toujours plus élevées pour une configuration de tir face céramique. En effet, les rapports moyens des vitesses mesurées pour les deux épaisseurs de dépôt valent, pour un substrat de 2 mm, 2,0 pour les échantillons APS (cf. §IV.2.2.2) et 1,1 pour les VPS (cf. §VI.2.1.2a).

Dans le cas des dépôts épais, les signaux des systèmes APS présentaient un pic intermédiaire ($v > 0$) qui est absent pour les systèmes VPS et que l'on attribue à la différence de célérité de l'onde qui modifie la temporalité des débouchés attribués aux allers-retours dans la céramique (voir Figure IV.26). La vitesse de l'onde dans la céramique VPS est environ deux fois supérieure à celle dans la céramique APS ($2,2 \pm 0,2 \text{ km/s}$). Dans le cas du dépôt HAP (VPS) les ondes secondaires, issues d'aller-retour dans la céramique et qui débouchent du côté du métal, ne sont pas forcément bien détachées. Les pics peuvent être plus facilement inclus dans le 1^{er} débouché car la célérité de l'onde dans la céramique VPS est plus élevée. En revanche, dans le cas des dépôts HAP (VPS) uniquement, on observe une première zone de vitesse négative toujours consécutive à la détente principale (décélération). Il s'agit aussi probablement d'une contribution des ondes secondaires issues d'aller-retour dans la céramique qui se propagent sous la forme de détente jusqu'à la surface du métal. Il conviendrait d'exploiter des diagrammes (X,t) par simulation numérique, comme dans le cas du dépôt APS (voir Figure IV.34), pour approfondir plus le scénario possible conduisant à ces profils spécifiques et reproduits systématiquement. L'autre passage en vitesse négative (détente vers 800 ns) est plus facilement identifiable car il est caractéristique des effets de bord bidimensionnels associés aux ondes de détente latérales déjà décrites en partie VI.2.1.1 pour le système de référence. Ces constats et ces hypothèses seront rediscutés à la lumière des résultats de LASAT appliqué aux systèmes VPS.

VI.2.2 Modélisation de HAP VPS et comparaison d'abaques numériques

A partir des profils de vitesses obtenus avec des chocs sur systèmes complets en face avant, on a mis en évidence, dans le paragraphe précédent, une différence notable entre le dépôt HAP et le dépôt VPS. Cela se traduit essentiellement par une célérité d'onde plus élevée et une atténuation de vitesse matérielle moindre dans le cas du dépôt VPS. Avec ces éléments, on propose d'établir des données

matériaux pour l'hydroxyapatite (VPS) de la même manière que celles établies pour l'HAP (APS). En revanche, même si des tirs avec une illumination directe du métal sont atténués par rapport au Ti6Al4V, le matériau CoCrMo se comporte de manière très proche en matière de propagation. Les données hydrodynamiques du CoCrMo n'étant pas renseignées dans la littérature, nous avons préféré comparer les abaques numériques calculés pour les deux céramiques différentes et le même substrat Ti6Al4V. Par ailleurs, cette démarche comparative de simulation est analogue à la comparaison des essais LASAT menés sur les nuances N1 et N4bis.

La densité du dépôt VPS est évaluée à partir de la valeur théorique du HAP massif et du taux de porosité mesuré en partie III.1.1.2c par analyse d'image. La valeur est égale à 3,16 g/cm³ et représente un dépôt VPS légèrement plus dense que l'APS. La valeur du coefficient de Grüneisen est conservée soit $\Gamma_0 = 1,1$. Le paramètre S de l'Hugoniot est calculé comme précédemment (cf. §IV.2.3) avec le modèle « snow-plough ». Ainsi, le dépôt est considéré comme homogène dans le modèle avec un paramètre S assez élevé, égal à 6 pour rendre compte de la porosité et de son rôle sur l'atténuation en fonction de la pression de choc. Logiquement, cette valeur est moins élevée que celle du dépôt APS (S = 10) car le dépôt projeté sous vide est moins poreux. Le module de cisaillement G est calculé à partir du coefficient de Poisson (0,27) et du module d'Young, lui-même issu de la formule acoustique suivante déjà employée pour l'APS : $E = 3(1 - 2\nu)\rho C_0^2$. La valeur de E calculée pour le VPS est 64 GPa qui est plus élevée que pour la céramique APS (21 GPa) et conduit à G = 24,6 GPa. Les données matériaux sélectionnées sont rassemblées dans le Tableau VI.3.

	Densité ρ_0 (g.cm ⁻³)	Module de cisaillement G (GPa)	Vitesse du son C ₀ (km/s)	Coefficient de Gruneisen	
				S	Γ_0
HAP	3,16	24,6	4,0*	6	1.1**

* cf. §VI.2.1.2a, ** Ashay et Shahinpoor 1993

Tableau VI.3 : Données matériaux pour l'hydroxyapatite VPS pour la modélisation numérique

L'objectif de la modélisation est le calcul des profils radiaux de la contrainte maximale à l'interface dans le but les comparer à ceux des systèmes APS obtenus pour les mêmes conditions. Les chargements laser étudiés sont ceux étalonnés et tabulés précédemment pour l'étude des dépôts APS dans le Chapitre IV mais pour un diamètre de choc unique de 6 mm. Les deux épaisseurs de céramique (60 et 150 µm) ont été reproduites numériquement pour étudier l'influence de la géométrie en lien avec le paramètre S. Des exemples représentatifs de contraintes maximales à l'interface sont présentés en Figure VI.7 pour une pression initiale P_{max}=0,4 GPa et un diamètre de choc de 6 mm.

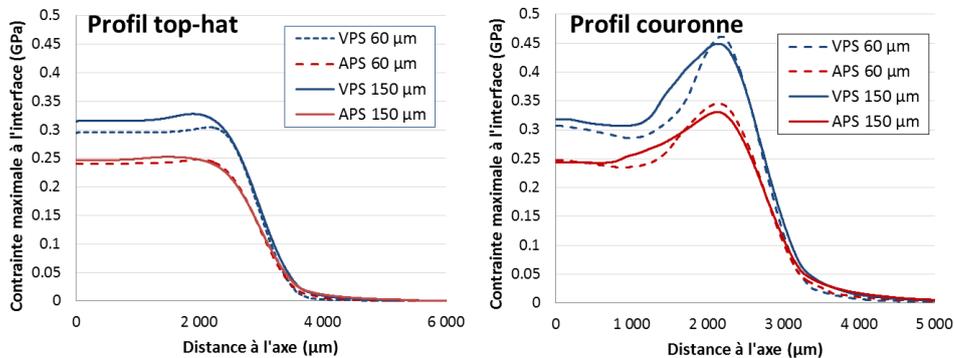


Figure VI.7 : Profils radiaux de contrainte pour HAP VPS et APS de 150 et 60 µm: profils top-hat ou couronne ($\varnothing_{choc} = 6$ mm, P_{max}=0,4 GPa, Ti6Al4V 2 mm)

Les allures des profils radiaux sont identiques pour HAP (VPS) et HAP (APS) avec un plateau au centre et un maximum local en périphérie dû aux effets de bord qui sont mis en évidence avec le profil top-hat et très amplifiés dans le cas d'un profil couronne. Les valeurs de contrainte calculées sont

nettement plus élevées (+ 0,05-0,07 GPa) dans le cas de HAP (VPS). Par ailleurs, on remarque que le dépôt HAP (VPS) est plus sensible à l'épaisseur pour ce niveau de pression appliqué. Cela se traduit par une contrainte à l'interface significativement plus élevée pour le dépôt le plus épais (+0,02 GPa). Ceci est bien mis en évidence pour le profil top-hat tandis que le profil couronne montre un maximum de contrainte en périphérie pour les dépôts fins. Toutefois, on note que les valeurs de contrainte deviennent supérieures pour les dépôts épais lorsque l'on se déplace vers le centre.

La méthode présentée en partie IV.3.2 permet la création d'abaques de courbes LASAT fondés sur un modèle simple de rupture fragile sans propagation. Pour rappel, la taille de fissure numérique est conditionnée par la position radiale du premier maximum de contrainte en balayant le profil radial de la périphérie vers le centre. Les abaques numériques des systèmes VPS et APS peuvent alors être comparés. La Figure VI.8 montre un exemple de courbes LASAT numériques réalisés avec un profil top-hat pour des seuils de rupture compris entre 150 MPa et 225 MPa par pas de 25 MPa pour des substrats Ti6Al4V de 2 mm avec 150 μm d'HAP APS ou VPS. Les points sont extraits des profils de contraintes calculés pour des pas de densité de puissance de 0,05 GW/cm^2 et reliés pour établir les courbes LASAT. Les seuils sont donc estimés à 0,05 GW/cm^2 près mais ne sont pas représentés par souci de lisibilité. Les fissures numériques de forme annulaires ont été ramenées à des fissures circulaires pour correspondre à la démarche de dépouillement expérimental (cf. §III.4.1.2a).

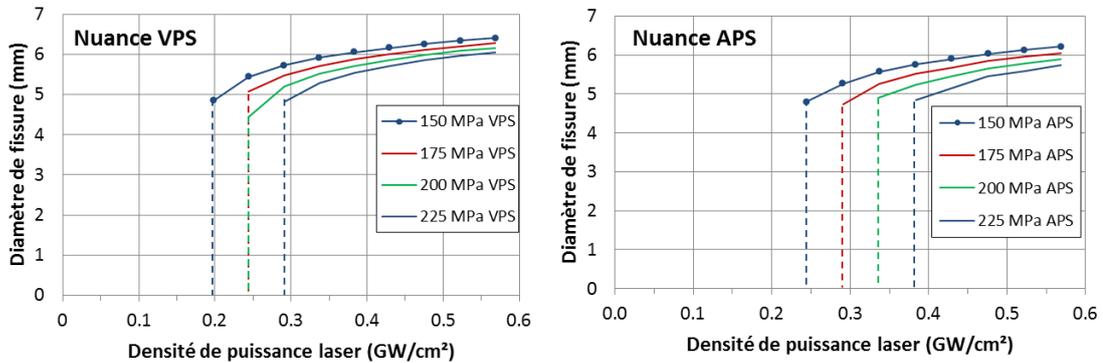


Figure VI.8 : Abaques numériques de courbes LASAT pour les systèmes APS et VPS, $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$ (top-hat), Ti6Al4V 2 mm, HAP 150 μm , seuil de rupture de 150 à 225 MPa

Conformément aux analyses faites sur les profils calculés, les seuils du système VPS mis en évidence par les abaques sont plus faibles que pour le système APS. La différence varie entre 0,05 et 0,1 GW/cm^2 en fonction des cas. Aussi, les rayons de fissure du VPS sont systématiquement plus grands, bien que les écarts soient moins marqués pour des densités de puissance élevées (à partir de 0,5 GW/cm^2). Les résultats numériques de seuils et courbes LASAT seront mis en parallèle des essais LASAT menés sur les échantillons des nuances N4bis et N1 dans la partie VI.3.2.1. Pour compléter l'étude numérique et l'influence des matériaux sur la méthode LASAT, il conviendrait de modéliser le substrat CoCrMo avec un étalonnage de la pression d'entrée spécifique.

VI.3 Mise en œuvre et application du LASAT sur HAP (VPS)

La mise au point d'un essai LASAT fondé sur l'inspection directe de la décohésion sur des dépôts HAP APS aux conditions d'interface variées (N1, N2 et N6) a permis de montrer l'applicabilité, la sensibilité, la répétabilité et la reproductibilité de la méthode pour la mesure et la comparaison d'adhérence. Cela concernait des dépôts d'hydroxyapatite fins et épais sur des substrats de Ti6Al4V. Si certaines limites sont apparues à travers le calcul des abaques de seuil ou de courbes LASAT, elles sont sans doute à relier aux propriétés d'atténuation des matériaux qui doivent être mieux étudiées. On note aussi que les gammes d'énergie utilisées positionnent ces cas d'étude dans des domaines de pression relativement faibles qui donnent des vitesses matérielles basses et d'autant plus sensibles à la

précision de la méthode interférométrique. Dès lors, il est intéressant d'aborder une démarche similaire sur des matériaux différents afin d'appréhender leurs influences sur les conclusions déjà établies sur la mise au point d'un protocole LASAT qu'on aimerait pouvoir généraliser. C'est le cas des nuances VPS traitées dans ce chapitre pour des échantillons de géométries variées et des configurations de tirs différentes. Il s'agit des nuances N4 (CoCrMo/HAP-VPS) et N5 (CoCrMo/Ti/HAP-VPS) investiguées avec des tirs côté métal et également côté céramique. La nuance supplémentaire, N4 bis (Ti6Al4V/HAP-VPS), permet d'étudier spécifiquement l'influence des matériaux du dépôt et du substrat. Tous les essais LASAT présentés dans cette partie ont été effectués avec un confinement par ruban adhésif transparent.

VI.3.1 Essais LASAT sur la nuance HAP(VPS)/CoCrMo (N4)

Dans un premier temps, l'essai LASAT a été appliqué à des échantillons VPS de différentes épaisseurs (dépôt, substrat) avec deux diamètres de choc (3 et 6 mm) dans le but de comparer à nouveau les régimes de propagation. Les fissures engendrées par l'essai LASAT dans les systèmes VPS (N4 et N4bis) ont été présentées dans la Figure III.15. Lorsque le dépôt est fin, la rupture est majoritairement adhésive tandis que pour un dépôt épais la rupture est mixte avec une fissuration à l'interface et une décohésion dans le dépôt vers la moitié de l'épaisseur. Les fissures à l'interface peuvent être discontinues pour des densités de puissance proches du seuil. Dans le dépôt, les ruptures sont régulièrement discontinues avec une forme annulaire. On suppose que ces fissures surviennent après la décohésion à l'interface. Cette chronologie est suggérée par les vues en coupe des fissures proches du seuil qui présentent des fissures à l'interface nettes et des ruptures cohésives éparses. De plus, comme pour les systèmes APS, l'impédance du dépôt HAP VPS est inférieure à celle du substrat ($Z(\text{HAP-VPS}) = 13.10^6 \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$ et $Z(\text{CoCrMo})=40.10^6 \text{ kg.m}^{-2}.\text{s}^{-1}$). Dans un cas idéal, la propagation des ondes suit le diagramme (X,t) de la Figure I.43. D'abord l'interface est sollicitée en traction puis l'onde de choc est réfléchi dans le dépôt ce qui provoque des contraintes de traction internes qui peuvent conduire à une fissuration. Toutefois, seuls les revêtements VPS présentent des ruptures cohésives. On peut supposer que l'atténuation moins marquée et la vitesse de propagation de l'onde plus élevée dans le cas d'une hydroxyapatite projetée sous vide favorise une pression plus importante dans le dépôt par rapport aux systèmes APS. Une seconde explication pourrait être une fragilité interne pour le dépôt HAP VPS due à une seconde passe nécessaire à la production des dépôts épais. Les différents cas de fissuration mixte observés en coupe ont montré que la taille de la rupture à l'interface est plus grande ou égale à la largeur de la décohésion dans le dépôt. Les diagnostics en vue de dessus ont donc été utilisés pour les essais LASAT sans tenir compte du type de fissuration en supposant que le diamètre correspondait à la rupture adhésive. Le diagnostic de détection et de mesure des fissures choisi est la thermographie infrarouge car elle permet d'obtenir un contraste élevé et une bonne précision comme discuté dans les parties III.3 et III.4. Le diagnostic optique est conservé lors des essais pour guider le choix des densités de puissance. Les surfaces des échantillons ont systématiquement été analysées par profilométrie optique après l'essai LASAT. Les essais de choc laser ont été conduits de manière à mettre en évidence les seuils et les courbes LASAT. Les courbes représentées dans les figures sont des régressions logarithmiques calculées à partir des points au-dessus du seuil et ont pour but de donner une courbe de tendance pour suivre de manière identique l'évolution des fissures.

VI.3.1.1 Influence du diamètre de choc

La Figure VI.9 rassemble les résultats de quatre essais menés avec les deux diamètres de choc 3 et 6 mm sur des échantillons de substrat 2 mm et pour les deux épaisseurs de dépôt. Le choix de ces deux diamètres permet de conduire l'essai avec un régime de propagation 3D ($\varnothing_{\text{choc}} = 3\text{mm}$, $R_g \sim 0,70$) et mixte proche 1D ($\varnothing_{\text{choc}} = 3\text{mm}$, $R_g \sim 0,35$). Les thermographies de chaque échantillon sont ajoutées pour commenter certaines décohésions.

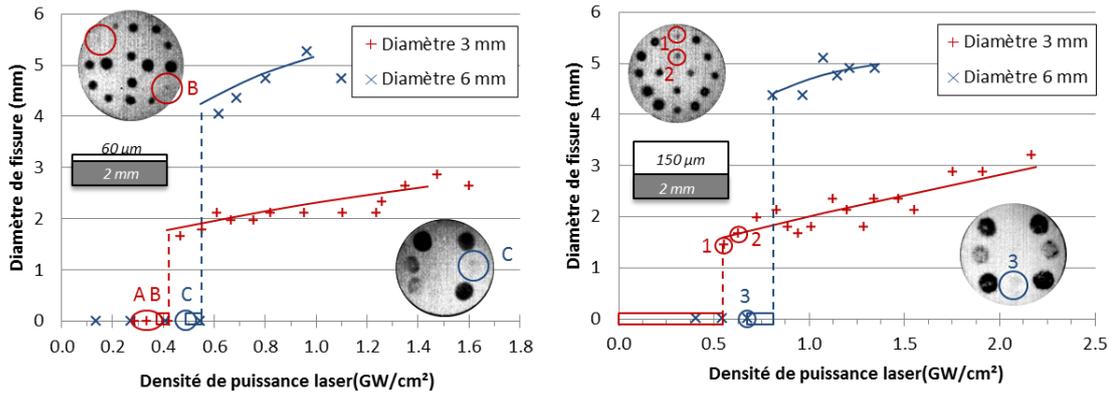


Figure VI.9 : Influence du diamètre de choc sur les courbes LASAT de la nuance N4 : HAP 60 μ m (gauche) et HAP VPS 150 μ m (droite), $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm et 3mm, CoCrMo 2 mm

On note que les mesures des fissures VPS sont moins dispersées avec $\varnothing_{\text{choc}} = 3$ mm que les résultats obtenus avec les échantillons APS (voir Figure V.37). Les zones {A, B, C et 1, 2, 3} présentées sur les thermographies sont issues de chocs proches des seuils de décohésion et traduisent des fissures partielles (cf. §III.4.1.2c) ou des doutes sur des ruptures potentielles à l'interface ou dans le dépôt. Ces décohésions sont discontinues et peuvent être attribuées à des défauts locaux d'adhérence ou à des surintensités dans le profil de contrainte. Les points A et B sont des fissures issues de tirs de 3 mm de diamètre effectués sur un échantillon à dépôt fin qui n'ont pas mené à des décohésions nettes (contraste gris). Le point C correspond au même cas pour un diamètre de 6 mm. Malheureusement, ces zones n'ont pas pu être investiguées en coupe pour vérifier la présence d'une fissure. Pour ces échantillons, on fait l'hypothèse que ces densités de puissance étaient sous le seuil de décohésion. On retrouve ces questions pour les points 1,2 (diamètre 3 mm) et 3 (diamètre 6 mm) pour le dépôt épais. Cette fois les points 1 et 2 ont été associés à des décohésions car le contraste en thermographie est noir. Au contraire, avec un contraste plus gris, le point 3 est considéré sous le seuil. Le diamètre de choc 3 mm identifie donc des seuils laser plus faibles par rapport au diamètre 6 mm. Ce résultat s'oppose aux conclusions obtenues pour les systèmes APS (cf. §V.2.1.1). Sachant que l'observation des fissures est plus facile pour les systèmes VPS, on peut supposer que les premières décohésions n'ont pas été bien identifiées dans les systèmes APS et remettre en question les conclusions sur l'effet du diamètre de choc. Cependant, la comparaison des tailles de fissure vues en coupe et en thermographie IR démontre la pertinence du diagnostic pour des décohésions de 1,5 à 2 mm (voir Figure III.18). Aussi la multiplication des dimensions et formats d'échantillon a conduit aux mêmes observations ce qui améliore la robustesse de la conclusion sur l'influence du diamètre de choc pour les systèmes APS. On peut supposer que l'influence des effets tridimensionnels dépend de la propagation des ondes sphériques latérales engendrées en même temps que l'onde de choc. En effet, la différence de vitesse de propagation dans la céramique ou dans le métal peut modifier l'intensité ou la localisation des effets tridimensionnels et donc le profil final. Des filiations de mesure de vitesse permettraient d'analyser le profil de pression engendré par l'onde de choc. Ces données seraient ensuite utilisées pour construire une modélisation numérique du système N4 (CoCrMo/HAP-VPS) afin d'étudier le profil de contrainte de traction à l'interface en fonction du diamètre de choc.

VI.3.1.2 Influence des épaisseurs de dépôts et de substrats

La Figure VI.10 présente des résultats LASAT pour des disques de la nuance N4 avec des dépôts d'épaisseurs 60 et 150 μ m, pour des substrats 2 mm (gauche) et 3 mm (droite). Chaque courbe est obtenue à partir d'un essai mené sur un seul échantillon.

Les seuils de décohésion sont systématiquement plus élevés dans le cas d'un dépôt épais avec un décalage de 0,1 GW/cm² sans que les intervalles ne se recouvrent avec les dépôts fins.

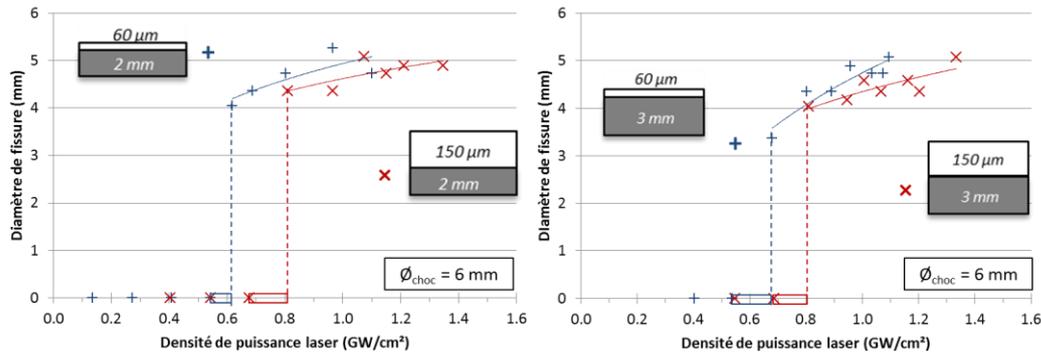


Figure VI.10 : Influence de l'épaisseur de dépôt sur les courbes LASAT de la nuance N4 : CoCrMo 2 mm (gauche) et 3 mm (droite), HAP VPS 60 et 150 µm, Ø_{choc} = 6 mm

D'autre part, les fissures observées pour les dépôts fins sont légèrement plus grandes mais les différences ne sont pas très significatives. Ces écarts mesurés suivent les mêmes tendances que les dépôts APS (cf. §V.2.1.2). De telles observations pourraient être expliquées par des adhérences plus élevées pour les dépôts épais. Cependant, comme pour les systèmes APS, ce résultat est en désaccord avec les mesures par essais de plots collés (cf. §VI.1.1). Une autre explication serait alors un amortissement plus important dû au passage dans la céramique la plus épaisse. Toutefois, les mesures VISAR de la partie VI.2.1.2a ont montré que l'atténuation entre les dépôts fins et épais n'est pas très marquée pour les revêtements VPS. Pour compléter cette discussion, il conviendrait d'étudier plus précisément la propagation des ondes de choc dans les systèmes N4 (CoCrMo/HAP-VPS) par des mesures de vitesse de surface libre précises en fonction de l'épaisseur de céramique. Ces mesures pourraient être conduites en configuration de tir face métal (mesure côté HAP) ou face céramique (mesure côté CoCrMo) afin d'obtenir différents types de propagation.

Ces mêmes échantillons permettent de comparer les deux épaisseurs de substrat CoCrMo de 2 et 3 mm pour une même épaisseur de dépôt sur les courbes LASAT de la Figure VI.11.

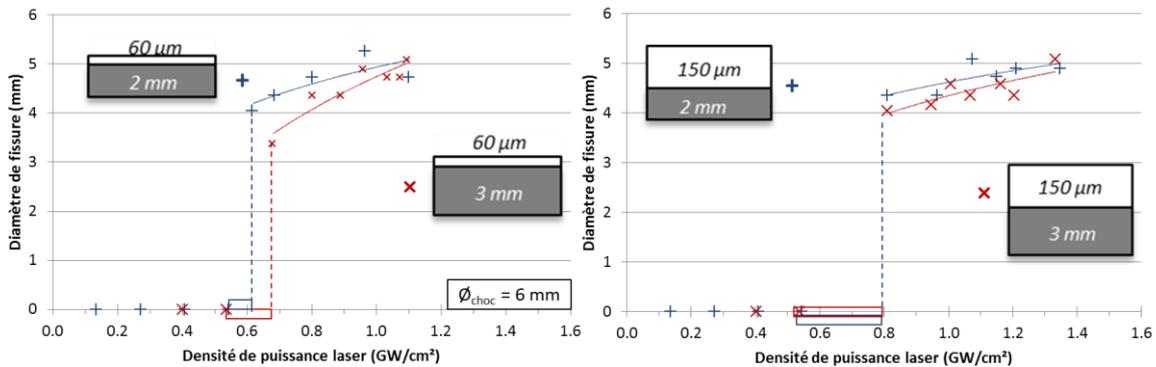


Figure VI.11 : Influence de l'épaisseur de substrat sur les courbes LASAT de la nuance N4 : CoCrMo 2 et 3 mm, HAP VPS 60 µm (gauche) et 150 µm (droite), Ø_{choc} = 6 mm

Les fissures des disques de 2 mm sont légèrement plus grandes que celles des substrats 3 mm lorsque le dépôt est fin tandis que le cas d'un dépôt épais conduit à des courbes LASAT similaires. Les seuils de décohésion sont superposés dans les deux cas. Comme pour les disques des nuances APS sur Ti6Al4V, l'épaisseur de disques CoCrMo n'a pas d'influence significative pour les chocs pratiqués sur une plage d'énergie comprise entre 0,1 et 1,5 GW/cm². Pour vérifier cette tendance nette, de nouveaux essais devraient être menés avec un pas d'énergie plus faible entre chaque tir autour du seuil.

VI.3.1.3 Essais LASAT en configuration de choc côté céramique avec milieu ablateur

Pour compléter l'étude sur les échantillons de la nuance N4, des essais LASAT ont été conduits en configuration de tir face céramique avec le même milieu ablateur que pour les nuances APS ou les 206

essais VISAR (bande adhésive noire en PVC). Un diamètre de choc de 3 mm a été choisi pour couvrir une gamme de densités de puissance allant de 0,5 à 5,0 GW/cm². La Figure VI.12 superpose les résultats obtenus pour les deux épaisseurs de dépôts VPS sur substrat CoCrMo 2 mm pour des tirs face céramique et face métal. Le choix d'investiguer les hauts flux n'a pas permis d'identifier la borne inférieure du seuil avec des tirs sans décohésion.

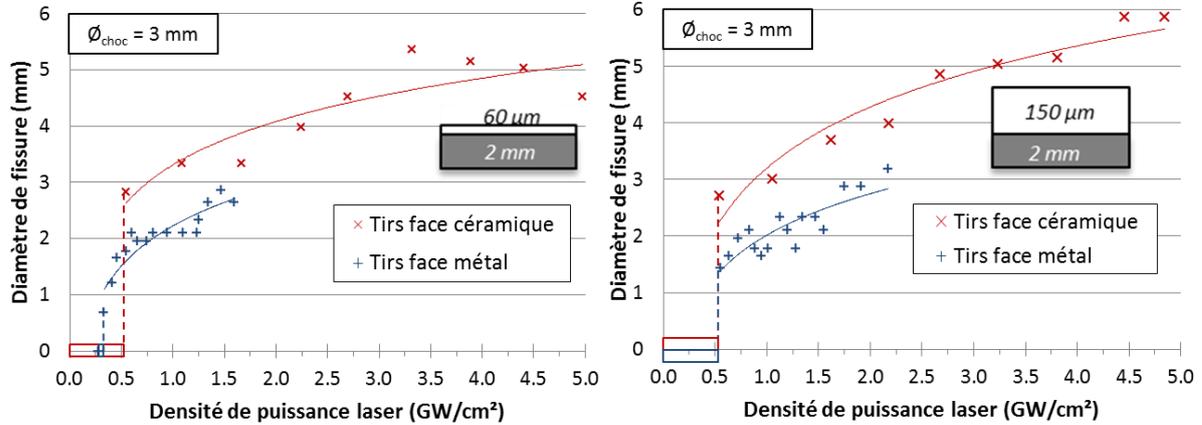


Figure VI.12 : Courbes LASAT en configuration de choc face céramique pour des systèmes VPS nuance N4 : HAP VPS 60µm (gauche) et 150 µm (droite), CoCrMo 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}} = 3$ mm

Les tailles de fissures, comprises entre 2,9 et 5,5 mm, sont grandes devant le diamètre de choc et conduisent majoritairement à l'écaillage du dépôt. Lorsque les deux configurations de choc sont comparées, on note que les seuils de décohésion se superposent. Cependant, des essais complémentaires en configuration de tirs face céramique avec des pas d'énergie plus faibles pourraient conduire à des seuils laser plus faibles. En revanche les diamètres de fissure issus des tirs face céramique sont bien plus grands pour les deux épaisseurs de dépôt.

Les résultats obtenus sur les systèmes VPS peuvent être expliqués par différentes hypothèses. En plus d'une différence d'interaction laser-matière, le rapport d'impédance entre la céramique et le substrat implique une augmentation de la pression lors de la transmission dans le métal (voir Figure I.36). Dans ce cas, la contrainte à l'interface serait plus élevée pour une configuration de choc face céramique et la fissure générée est donc plus grande. Par ailleurs, on peut supposer que cette configuration de choc favorise un amorçage puis une propagation de fissure. On a montré par le calcul que l'endommagement interfacial peut intervenir dès le premier aller-retour de l'onde de choc dans la céramique pour un tir face céramique (cf. §IV.3.1.1). On peut envisager que le retour de l'onde de choc principale sous forme de détente fait se propager la première fissure. *In fine*, le diamètre de la fissure sera plus grand. Toutefois, on note que le comportement des systèmes VPS diffère de celui observé pour les échantillons APS (cf. §V.2.2). Cela suggère que la propagation des ondes et donc l'intensité de la pression dépend des matériaux en plus du simple rapport d'impédance. Une étude numérique approfondie de la configuration de choc face avant permettrait d'investiguer plus les contraintes de traction pouvant mener à une fissuration et leur chronologie en fonction des épaisseurs et des matériaux.

VI.3.2 Influences des matériaux de dépôt et de substrat sur l'essai LASAT

VI.3.2.1 Influence de la céramique : comparaison HAP(APS) et HAP(VPS) sur Ti6Al4V

La comparaison entre les nuances N1 (Ti6Al4V/HAP-APS) et N4 bis (Ti6Al4V/HAP-VPS) permet d'étudier les différences engendrées par une modification de la céramique. Dans le Chapitre III, les microstructures et la porosité des deux dépôts ont été caractérisées. Le dépôt VPS est plus dense que

l'APS et sa microstructure lamellaire est bien plus marquée. Notons que les substrats ont subi la même préparation par sablage avant la projection. La Figure VI.13 montre des courbes LASAT sur les nuances N1 et N4 bis pour les deux épaisseurs de céramique avec des substrats Ti6Al4V de 2 mm.

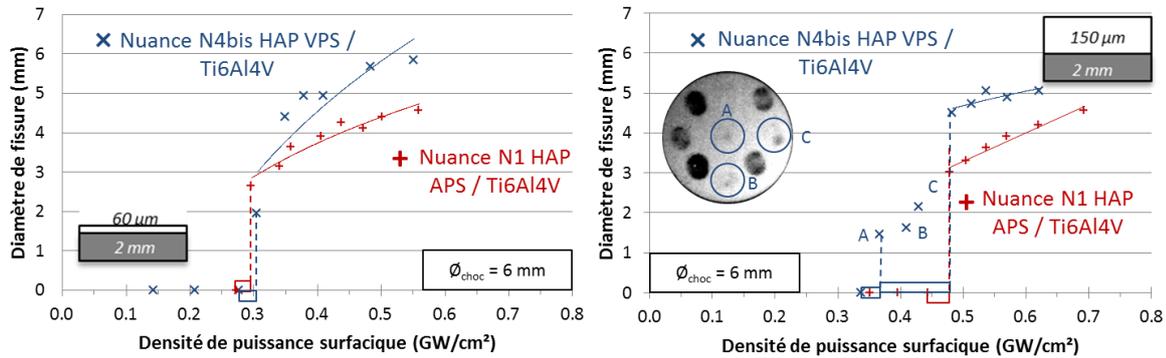


Figure VI.13 : Courbes LASAT sur les systèmes de nuances N1 (Ti6Al4V/HAP-APS) et N4 bis (Ti6Al4V/HAP-VPS), dépôt 60 µm (gauche) et 150 µm (droite), substrat 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm

Dans le cas d'un dépôt fin, les deux seuils de décohéation sont confondus. Pour les dépôts épais, les points A, B et C, représentatifs de fissures proches du seuil laser du dépôt VPS épais, indiquent plutôt un seuil plus bas. Néanmoins, la thermographie de l'échantillon montre des fissures partielles avec des contrastes relativement faibles. On peut alors supposer que ces trois densités de puissance conduisaient bien à des contraintes à l'interface inférieures au seuil d'adhérence mais que des défauts locaux ont entraîné des décohéations partielles. L'observation en coupe de la zone B a permis de montrer une fissuration discontinue à l'interface en accord avec cette hypothèse. Ainsi, lorsque seules les ruptures franches sont prises en compte, les seuils des dépôts N1 APS et N4bis VPS sont confondus. Ces résultats mettent en évidence un cas où le seuil est difficile à définir précisément ce qui limite l'application directe de la méthode LASAT associée. Pour approfondir ces observations, il conviendrait de multiplier les tirs proches de seuil laser et d'observer les fissures en coupe.

Les courbes LASAT des quatre échantillons sont plus discriminantes car elles montrent des tailles de fissure nettement supérieures dans le cas du dépôt VPS pour des chargements identiques. Dans un premier temps, on peut supposer que la ténacité d'interface est plus faible dans le cas d'une céramique VPS ($K_{Ic}[\text{APS}] > K_{Ic}[\text{VPS}]$). Alors, un même chargement peut conduire à une décohéation finale plus grande suite à la propagation de la fissure initiale. D'autre part, la différence de matériau (APS et VPS) peut modifier la sollicitation à l'interface. Si les seuils identiques suggèrent que les valeurs maximales à l'interface sont comparables, l'écart entre les diamètres traduit un élargissement du profil de contrainte de traction. On peut supposer que la différence de vitesse de propagation dans la céramique modifie l'influence des effets tridimensionnels. Dans la partie VI.2.2, le système N4 bis a été modélisé et comparé aux résultats numériques de la nuance N1. Les abaques montrent bien des profils de contrainte plus larges qui entraînent des fissures plus grandes. Toutefois, les écarts entre les diamètres de fissure VPS et APS mesurés sont plus élevés.

VI.3.2.2 Influence du substrat : comparaison HAP(VPS) sur Ti6Al4V et CoCrMo

Bien que les substrats Ti6Al4V et CoCrMo n'aient pas fait l'objet de caractérisation métallographique, les signaux VISAR décrits en parties IV.1.3.1 et VI.2.1.1 pour des cibles épaisses non revêtues renseignent sur leurs influences sur la propagation des ondes de choc. Dans la continuité de ces travaux, la comparaison des nuances N4 (CoCrMo/HAP-VPS) et N4bis (Ti6Al4V/HAP-VPS) permet d'étudier les différences induites par le changement de nature du substrat. La Figure VI.14 présente des courbes LASAT représentatives des nuances N4 et N4 bis pour les deux épaisseurs de dépôts et pour des substrats CoCrMo et Ti6Al4V de 2 mm.

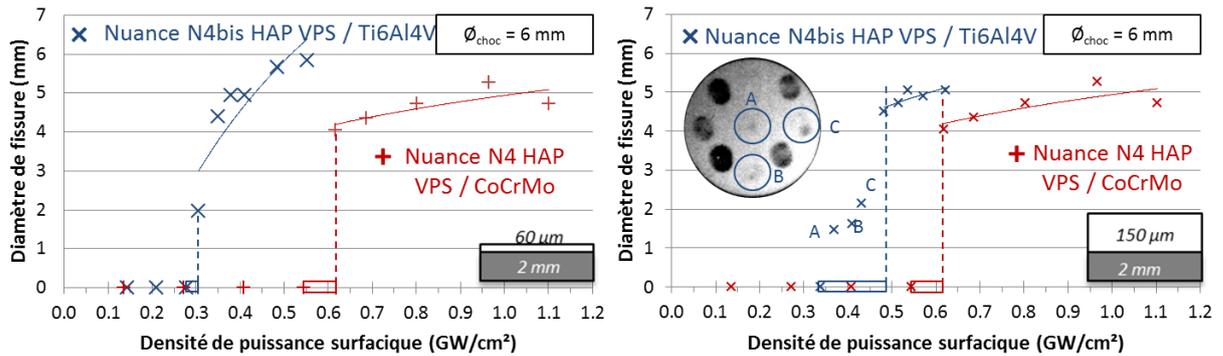


Figure VI.14: Courbes LASAT sur les systèmes de nuances N4 (CoCrMo/HAP-VPS) et N4 bis (Ti6Al4V/HAP-VPS), dépôt 60 µm (gauche) et 150 µm (droite), substrat 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm

A nouveau, les points A, B et C correspondent à des tirs pour lesquels la décohésion est mise en doute. Néanmoins, les seuils mesurés par les essais LASAT sont bien distincts quelle que soit l'hypothèse pour les points A, B et C avec une diminution de $0,15 \text{ GW/cm}^2$ pour le substrat Ti6Al4V (N4 bis). La différence est encore plus marquée pour les dépôts fins. Le changement de substrat modifie fortement les résultats de l'essai LASAT. Avec les mesures interférométriques VISAR sur cibles épaisses en interaction laser-matière directe ou sur un milieu ablateur, on peut avancer que la pression générée lors de l'interaction laser-matière est moins élevée et/ou que l'amortissement est plus important dans le cas du substrat CoCrMo (cf. § VI.2.1.1). Ces hypothèses devraient être investiguées avec des mesures de vitesse de surface libre sur des feuillards de Ti6Al4V et de CoCrMo pour différents types de confinement avec et sans milieu ablateur.

Pour compléter les résultats présentés dans cette partie et dans la précédente, il conviendrait d'investiguer précisément l'influence de chaque matériau sur la propagation des ondes et sur les profils de contraintes engendrées à l'interface. Comme pour les systèmes APS, il serait alors intéressant d'affiner les mesures de vitesse de surface libre (VISAR) en variant les protocoles expérimentaux et/ou en améliorant la réflectivité de la céramique par exemple. Des mesures de vitesse au centre et dans la largeur sur des substrats épais et sur des systèmes revêtus permettraient d'identifier expérimentalement le profil de pression associé à chaque cas. D'autre part, ces résultats, accompagnés d'autres essais, permettraient d'affiner ou de compléter les données matériaux utilisées pour la modélisation numérique des dépôts céramiques. Aussi, l'inclusion de la microstructure des revêtements dans la simulation permettrait de discuter de l'influence des pores et des phases secondaires sur la propagation de l'onde et la sollicitation à l'interface. Enfin, les modélisations des systèmes devraient inclure une modélisation de l'endommagement afin d'étudier les conditions d'amorçage et de propagation de fissure associées aux différents matériaux et aux conditions de choc.

VI.3.2.3 Relaxation des contraintes résiduelles par cloquage après le choc laser

L'étude du cloquage de barrières thermiques engendré à la suite d'essais LASAT a montré que le phénomène ne dépend pas des conditions de choc laser mais uniquement de la taille de la décohésion [Guipont et al., 2019]. En effet, la génération de la fissure à l'interface entraîne une relaxation d'éventuelles contraintes thermiques résiduelles de compression présentes dans le dépôt. De plus, les résultats montrent que le cloquage du dépôt n'est déclenché qu'à partir d'un certain diamètre de fissure. Les essais LASAT menés sur la nuance N4 (CoCrMo/HAP-VPS) ont conduit à l'observation de cloques qui ont été caractérisées par profilométrie optique 3D (voir Figure III.22). Le phénomène a été observé pour les deux épaisseurs de dépôts et avec des diamètres de choc de 3 et 6 mm. Les hauteurs de cloque mesurées sur les échantillons revêtus de dépôts fins (60 µm) sont rassemblées dans la Figure VI.15 en fonction des diamètres de fissures mesurées par thermographie infrarouge.

VI. Influence des matériaux du système revêtu sur la conduite de l'essai LASAT

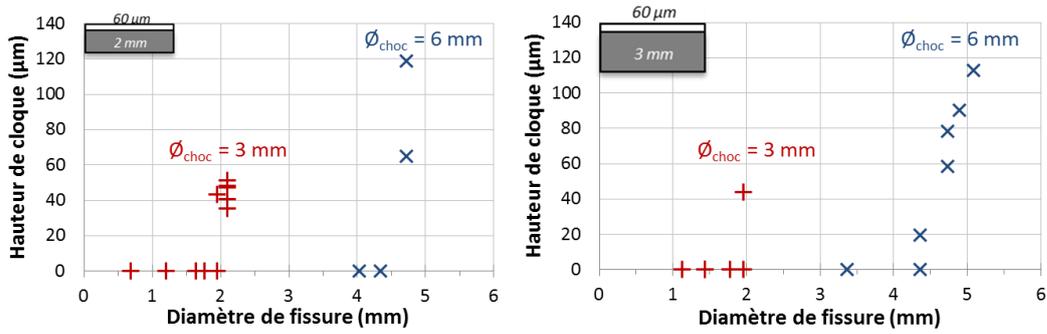


Figure VI.15 : Hauteur de cloque en fonction du diamètre de fissure associé, nuance N4, CoCrMo 2 et 3mm HAP VPS 60 µm, Ø_{choc} 3 et 6 mm

Comme pour les barrières thermiques, on note que le phénomène de cloquage n'est observé qu'à partir d'un certain diamètre de fissure. Dans le cas du diamètre de choc 3 mm, la taille de décohésion critique est de 2,0 mm environ. Pour le diamètre de choc 6 mm, le cloquage est observé pour des décohésions supérieures ou égales à 4,4 mm. On note que l'augmentation d'épaisseur de substrat de 2 à 3 mm n'influence pas les valeurs seuils mises en évidence. En revanche, le choix du diamètre de choc influence fortement les courbes obtenues contrairement aux résultats présentés par Guipont. Dans son étude, il avait comparé des diamètres de choc de 2, 3 et 4 mm qui sont finalement assez proches alors que les conditions de choc appliquées à la nuance N4 sont très différentes (Ø_{choc} 3 et 6 mm). Il serait intéressant d'étendre ce genre d'étude à d'autres systèmes revêtus et d'appliquer l'essai LASAT avec une large gamme de diamètres de choc afin de vérifier ces comportements.

Par ailleurs, l'absence de cloquage pour les autres nuances de l'étude renseigne aussi sur les contraintes thermiques résiduelles dans ces systèmes revêtus. Les coefficients de dilatation thermique du HAP, du TAV6 et du CoCrMo, qui conditionnent en partie ces contraintes résiduelles (cf. §I.1.2.1), sont présentées dans le Tableau VI.4.

	HAP	Ti6Al4V	CoCrMo
Coefficient de dilatation thermique α (K⁻¹)	11,5*	9,2**	15**

* d'après [Tang, 2015] ** d'après [Marton et al., 2009]

Tableau VI.4 : Coefficients de dilatation thermique (HAP, Ti6Al4V et CoCrMo)

Dans le cas des nuances N1, N2 et N4bis, l'absence de cloquage indique que le choc laser n'a pas relaxé de contraintes résiduelles de compression importantes dans les dépôts APS et VPS déposés sur des substrats Ti6Al4V. Ce résultat est cohérent avec le rapport des coefficients de dilatation thermique $\alpha_{TA6V} < \alpha_{HAP}$. Dans le cas d'un comportement dans le domaine élastique, ce rapport suggère des contraintes résiduelles longitudinales en traction qui ne permettent pas le cloquage du dépôt. Dans le cas de la nuance N4, le rapport des coefficients de dilatation est inversé $\alpha_{CoCrMo} > \alpha_{HAP}$. Cela suppose donc des contraintes résiduelles en compression dans le dépôt VPS. A nouveau, les résultats de l'essai LASAT sont cohérents avec l'étude des coefficients de dilatation.

Ces contraintes en compression témoignent d'un meilleur ancrage mécanique du dépôt HAP au substrat CoCrMo. La comparaison des résultats LASAT des nuances N1, N2 et N4 bis avec la nuance N4 montrent bien une adhérence plus élevée dans le cas d'un substrat CoCrMo par rapport à l'alliage de titane. Cependant, cette conclusion doit être nuancée car les résultats des essais VISAR menés sur substrats épais montrent que le passage d'un substrat Ti6Al4V au CoCrMo modifie la pression maximale de l'onde de choc (cf. §VI.2.1.1). Les résultats de plots collés ne permettent pas de confirmer cette hypothèse car ils ne conduisent qu'à des ruptures cohésives dans le dépôt VPS ce qui empêche la caractérisation de l'adhérence à l'interface. La validation du raisonnement nécessiterait une mesure

des contraintes résiduelles dans les dépôts HAP par DRX par exemple et des études complémentaires de la pression générée par l'onde de choc dans le CoCrMo.

VI.3.3 Influence de la sous-couche de titane sur l'adhérence (nuance N5)

VI.3.3.1 Configuration de choc côté métal

La nuance N5 (CoCrMo/Ti/HAP-VPS) est un système d'intérêt car elle correspond à un système revêtu habituel pour certaines prothèses. Des essais LASAT ont été menés sur des échantillons de 2 mm de substrat de la nuance N5 avec les deux épaisseurs de dépôt (60 et 150 μm). Dans un premier temps, le diamètre de choc de 6 mm a été choisi mais le contraste des fissures en thermographie IR ne permet pas d'étudier précisément leurs tailles ou d'identifier le seuil comme on le voit sur la Figure VI.16a. Pour ce système, l'énergie du SAGA 330 limite l'utilisation du diamètre de choc 6 mm qui a donc été réduit à 3 mm. Avec ce diamètre, les contrastes visibles sur la Figure VI.16b ont permis de détecter et de mesurer les diamètres de fissure afin d'appliquer l'essai LASAT.

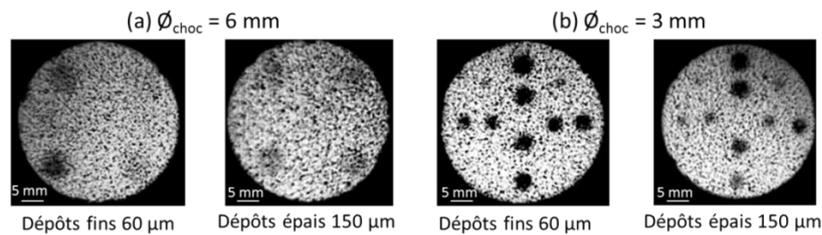


Figure VI.16 : Images thermographiques après essais LASAT nuance N5 (CoCrMo/Ti/HAP-VPS), HAP 60 et 150 μm (a), $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$ et (b) $\varnothing_{\text{choc}} = 3 \text{ mm}$

La Figure VI.17 rassemble les résultats des essais LASAT conduits avec un diamètre de choc 3 mm sur des systèmes de la nuance N5 avec un substrat d'épaisseur 2 mm et les deux épaisseurs de dépôt. Les résultats obtenus sur la nuance N4 dans les mêmes conditions sont ajoutés dans un but comparatif.

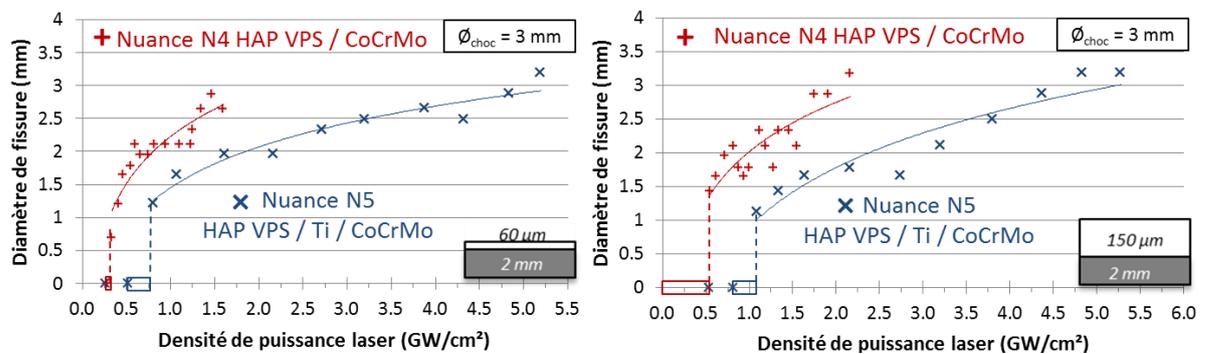


Figure VI.17 : Courbes LASAT sur les systèmes de nuances N5 (CoCrMo/Ti/HAP-VPS) et N4 (CoCrMo/HAP-VPS), dépôt 60 μm (gauche) et 150 μm (droite), substrat 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}} = 3 \text{ mm}$

On note que les essais permettent de définir des seuils et courbes LASAT pour les deux échantillons de la nuance N5. On observe que les seuils de décohésion de la nuance N5 sont supérieurs d'environ 0,4 GW/cm^2 à ceux de la nuance N4. De plus, les diamètres de fissures sont systématiquement plus petits pour la nuance N5 avec des courbes LASAT situées en-dessous des courbes de la nuance N4. Néanmoins, dans la partie III.2.2.3, les vues en coupe ont montré que les fissures sont systématiquement situées dans le dépôt pour la nuance N5 (ruptures cohésives). L'essai de choc laser ne permet donc pas de caractériser l'interface métal-céramique mais la cohésion du revêtement. Il est difficile de comparer les résultats des deux types de système car les modes de ruptures sont différents et on peut supposer que la propagation des ondes de choc est largement modifiée par la sous-couche de titane très rugueuse.

Les essais LASAT conduits sur la nuance N5 évoquent les travaux réalisés sur la propagation des ondes de choc dans des cas d'interfaces rugueuses décrits en partie I.3.2.c. D'abord, cette nuance peut être rapprochée de la rugosité en dent de scie (triangulaire et asymétrique) présentée par Arrigoni [Arrigoni, 2004]. Cette géométrie entraîne une concentration locale des contraintes de traction sur le profil de plus longue pente et conduit à une mixité modale à l'interface (mode I et II). D'autre part, le système N5 évoque aussi les travaux de Courapied sur des substrats texturés par laser pour lesquels les modélisations numériques montrent une concentration de contrainte dans les zones non structurées, en dehors des creux [Courapied, 2016]. De plus, la rugosité fortement marquée entraîne une diminution de la contrainte maximale de traction pour la plupart des motifs qu'il a envisagés. Travaillant sur ces mêmes systèmes, Kromer a relié l'angle mesuré entre l'interface et la pente de la rugosité avec le mode de fissuration [Kromer, 2016]. Il a montré qu'il existe un angle critique au-delà duquel la fissure bifurque dans la céramique au lieu de se propager à l'interface (voir Figure I.42). Dans le cas de la nuance N5, le motif de rugosité est très marqué et n'est pas régulier ce qui entraîne des angles de rugosité très variés qui peuvent s'approcher de l'angle droit voire plus (voir Figure III.3). On peut supposer que la bifurcation de la fissure dans le dépôt est régulièrement favorisée. De plus, il est présent à l'interface mais aussi à la surface de la céramique qui suit le profil de rugosité du titane. La simulation numérique du système pourrait alors se baser sur une mesure expérimentale des rugosités afin de reproduire les formes aléatoires de la couche de titane et du dépôt dans le but d'étudier leurs influences sur la propagation des ondes de choc. Elle pourrait alors définir la forme et les valeurs du profil de contrainte et permettre de comparer les résultats obtenus sur les nuances N4 et N5.

VI.3.3.2 Configuration de choc côté céramique avec milieu ablateur

Dans l'optique d'un essai appliqué à des produits finis comme des prothèses, des essais LASAT ont été menés en configuration de choc face céramique avec l'utilisation d'un milieu ablateur (bande adhésive noire PVC). La rugosité de surface de la nuance N5 a été mesurée dans la partie III.1.1.3 et les valeurs de Ra et Rt sont très élevées (Ra = 29,5 µm et Rt = 200,4 µm). Une attention particulière a été portée à la pression appliquée à la bande adhésive noire lors de la pose pour qu'elle épouse les anfractuosités de la céramique. La Figure VI.18 présente les résultats LASAT des essais sur des échantillons de la nuance N5 d'épaisseur de substrat 2 mm avec les deux épaisseurs de dépôt ainsi que les résultats de la nuance N4 pour les mêmes conditions.

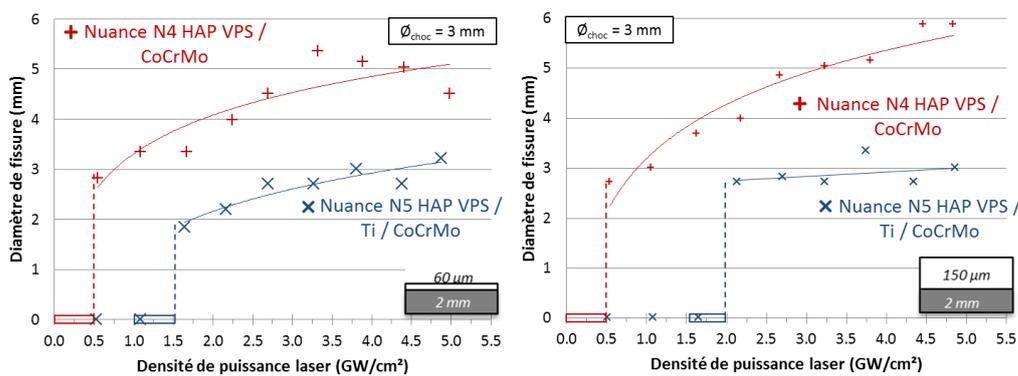


Figure VI.18: Courbes LASAT (chocs face céramique) sur les systèmes N5 (CoCrMo/Ti/HAP-VPS) et N4 (CoCrMo/HAP-VPS), dépôt 60 µm (gauche) et 150 µm (droite), substrat 2 mm, Ø_{choc} = 3 mm

On note que l'essai LASAT est aussi applicable sur la nuance N5 avec une configuration de choc face céramique. Les différences de seuils et de tailles de fissure évoquées dans le paragraphe précédent sont ici accentuées. Les seuils de la nuance N5 sont obtenus pour des densités de puissance bien supérieures avec une différence de 1 GW/cm². Les diamètres de fissures de la nuance N4 sont plus grands et l'écart varie entre 1 et 3 mm selon les conditions de tirs.

Comme évoqué précédemment, la sous-couche de titane rugueuse influence nécessairement la propagation de l'onde de choc qui devrait être étudiée davantage pour permettre une véritable comparaison. De plus, en configuration de choc face céramique, les rugosités de surface et d'interface interviennent dès les premiers instants de la propagation de l'onde. Les réflexions de l'onde principale dans la céramique, qui peuvent être à l'origine de rupture dans cette configuration, sont sans doute fortement modifiées dans le cas du système N5. Par ailleurs, on peut supposer que, malgré les précautions, la bande adhésive n'adhère pas totalement à la céramique et que l'onde transmise dans le système est très amortie par les zones emplies d'air. Pour s'affranchir de cette limite, une mise sous vide systématique avant chaque tir pourrait être envisagée afin de chasser l'air présent et garantir le contact entre le système et le milieu ablateur.

VI.4 Essais LASAT sur des prothèses revêtues

La mise en œuvre de l'essai LASAT sur les dépôts biocompatibles a pour objectif de développer un protocole d'essai en vue d'une possible normalisation. Le choc laser peut être envisagé sur pièces réelles comme méthode sans contact et locale. Suite à une perspective proposée par Fabre, Bégué a appliqué l'essai LASAT à des aubes de turbine en configuration de tir face céramique [Bégué, 2015]. Son but était de caractériser l'adhérence de la barrière thermique selon deux types de protocoles. D'abord il suggère que les diamètres de fissure peuvent servir à évaluer les différences d'adhérence entre deux produits pour une même condition de choc. Ensuite, si le seuil laser est bien identifié, l'essai LASAT peut être appliqué comme un contrôle non-destructif (ou semi-destructif) en effectuant des chocs à densités de puissance inférieures.

Dans notre étude, les résultats obtenus sur des échantillons représentatifs indiquent que les matériaux biocompatibles Ti6Al4V et CoCrMo permettent d'envisager des chocs laser sur des cibles épaisses. Cela suggère que l'essai pourrait être proposé pour la caractérisation de l'adhérence du dépôt HAP projeté sur des prothèses. Cette partie s'intéresse donc à l'application de l'essai LASAT avec inspection directe de la décohésion sur ce type d'échantillon. Les deux configurations de tirs (face métal ou face céramique) ont permis d'effectuer des essais sur une cupule ou une tige de prothèses de hanche. Les essais ont été réalisés dans le cadre d'un stage [Chalony, 2020].

VI.4.1.1 Cupule de prothèses de hanche

La cupule est une demi-sphère creuse faite en inox (ép. 3 mm) et recouverte d'un dépôt d'hydroxyapatite (ép. 130 μm) sur la surface extérieure. Le rayon de courbure de la cupule vaut environ 7 cm. La pièce de démonstration fournie par le CRITT MDTS est ancienne avec un dépôt HAP par projection plasma sous air sans informations précises concernant la composition. Les chocs laser menés sur cette prothèse ont pour objectif la mise en œuvre exploratoire de l'essai LASAT assisté par thermographie infrarouge. Pour le diagnostic, l'échantillon était simplement posé sur une plaque chauffante jusqu'à ce que la température mesurée soit stable. Les chocs laser ont été menés face métal à l'intérieur de la cupule (zone concave) avec la configuration présentée en Figure VI.19a. Le confinement a été réalisé avec un ruban adhésif transparent. La Figure VI.19b montre que les décohésions ne peuvent être pas identifiées avec le diagnostic optique. Deux diamètres de choc ont été choisis (3 et 6 mm) pour des flux croissants qui ont menés à des zones sans fissure et des décohésions qui sont visibles sur la thermographie (Figure VI.19c). Le diagnostic infrarouge avait aussi révélé une zone sombre avant l'essai LASAT au sommet de la cupule. On suppose que cette zone correspond à une décohésion originelle de la céramique. Les tirs ont été placés selon trois cercles concentriques à partir du sommet délimitant trois latitudes A, B et C. La zone A est incluse dans la surface sombre révélée par la thermographie et les zone B et C sont situées plus au sud, en dehors de la décohésion présumée. Le diamètre de choc choisi pour les deux latitudes A et B est 3 mm et de 6 mm dans la zone C.

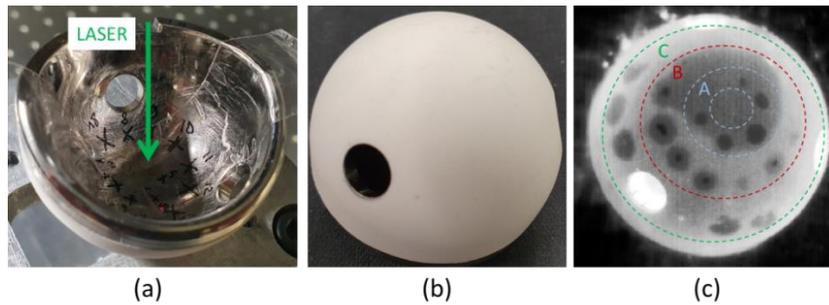


Figure VI.19 : Essai LASAT sur une cupule de prothèse de hanche HAP 130 μm , Inox 3 mm (a) configuration de tir face métal (b) observation optique après choc (c) observation IR après choc

Bien que les résultats proviennent du même échantillon, ils ont été séparés selon la latitude de choc et le diamètre pour l'analyse. La Figure VI.20 rassemble ainsi les courbes LASAT pour les trois zones A, B et C avec trois seuils distincts identifiables.

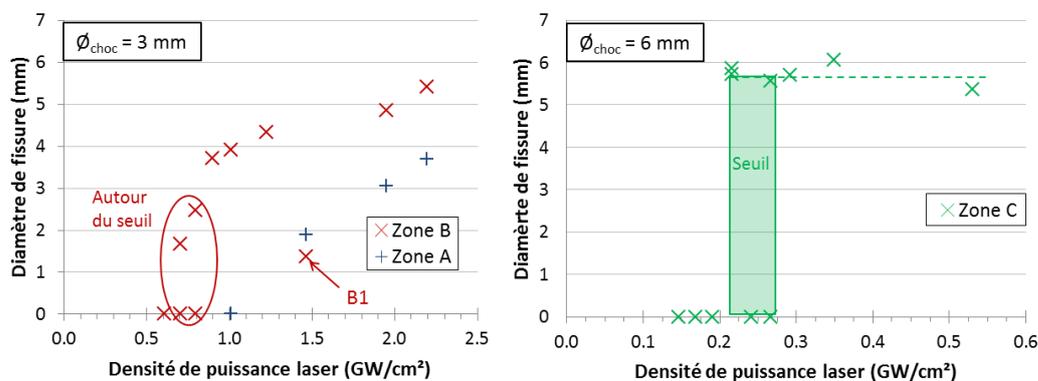


Figure VI.20 : Résultat de l'essai LASAT sur cupule de prothèse de hanche, $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, configuration de tirs face métal, HAP 130 μm et Ti6Al4V 3 mm

Qualitativement, on note que les diamètres de fissure croissent avec l'augmentation de la densité de puissance. Les tirs de la zone A délimitent le seuil le plus élevé, entre 1 et 1,5 GW/cm^2 . Ces résultats sont sans doute la conséquence de la décohésion préliminaire qui amortit fortement la propagation de l'onde et donc la pression générée dans le système. Malgré l'amortissement, les chocs ont généré des fissures clairement visibles en thermographie IR. On peut supposer que la fissure était située dans le dépôt ou que la lame d'air associée à la décohésion originelle n'était pas suffisamment épaisse en comparaison avec l'ouverture finale des fissures due au choc. Dans les deux cas, la baisse de température de surface induite par cette lame d'air isolante était moins marquée qu'avec la fissure engendrée par le choc laser. Une découpe de l'échantillon aurait permis de mieux comprendre les fissurations de la zone A.

La seconde zone, avec un diamètre de choc de 3 mm (B) identifie un seuil de décohésion de 0,6 à 0,7 GW/cm^2 caractérisé par des tirs sans décohésion et des diamètres de fissures réduits (1,7 à 2,4 mm). Le point B1 est un choc à haut flux (1,5 GW/cm^2) ayant conduit à un diamètre de fissure réduit (1,4 mm). Il correspond au choc de la zone B le plus proche de la décohésion préliminaire (A). On suppose alors que la décohésion a influencé la génération de la fissure et donc sa taille. La valeur du seuil correspond à la gamme mesurée pour des disques de 3 mm de substrat et 150 μm de céramique de la nuance N1 APS. Malgré les différences d'épaisseur, de nature des matériaux ou de géométrie d'échantillon, une cohérence est observée entre les deux campagnes expérimentales.

Les tirs de la dernière zone (C) ont été effectués avec un diamètre 6 mm et mettent en évidence un seuil moins élevé autour de 0,20 à 0,25 GW/cm^2 . Ces résultats suggèrent une influence du diamètre de choc identique à celle décrite en partie V.2.1.1 pour les systèmes APS. Néanmoins, ces résultats

pourraient aussi être expliqués par des différences d'épaisseurs locales pour cette latitude ou par la non-planéité de l'échantillon dont l'influence augmente lorsque le diamètre de choc est plus grand. Des expériences complémentaires devraient être menées pour étudier en profondeur l'applicabilité de l'essai LASAT sur de telles pièces pour comparer les résultats obtenus sur des échantillons représentatifs (plaquettes et disques revêtus).

VI.4.1.2 Tige de prothèses de hanche

La tige de prothèse de hanche fournie par le CRITT MDTs est constituée de métal massif (alliage de titane, « Hélianthe ») et la partie supérieure est recouverte de céramique d'épaisseur 50 μm environ sur une longueur d'environ 5 cm (Figure VI.21a). L'épaisseur de métal de la zone d'intérêt pour le choc est d'environ 3 cm. Comme l'hydroxyapatite est projetée sur toutes les faces, les essais LASAT n'ont pu être envisagés qu'avec la configuration de tir face céramique avec un milieu ablateur (bande adhésive noire PVC) présentée en Figure VI.21b. Compte tenu de la complexité de la géométrie et de l'épaisseur de l'échantillon, on suppose que la fissuration est le résultat des réflexions dans la céramique issues de l'onde de choc principale. Deux diamètres de choc de 3 et 6 mm ont été choisis pour conduire les essais LASAT. Les écaillages sont visibles en optique comme le présente la Figure VI.21c. Pour déterminer les diamètres des fissures, la prothèse a été chauffée avec une plaque chauffante et observée par thermographie infrarouge. Un exemple de cliché est présenté en Figure VI.21d. Le chauffage n'étant pas homogène, le diagnostic était difficile à mettre en place.

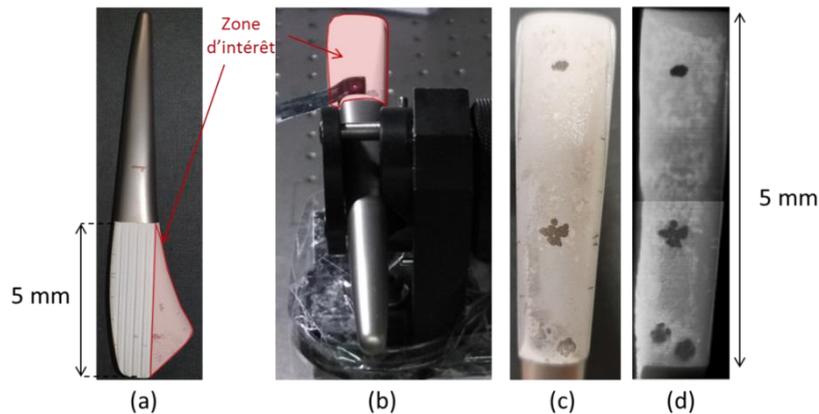


Figure VI.21 : Essai LASAT sur une tige de prothèse de hanche, Ø_{choc} 3 et 6 mm, HAP 50 μm (a) tige, (b) configuration de tir, (c) observation optique après choc (d) observation IR après choc

Les essais LASAT ont conduit à des ruptures avec des écaillages systématiques de la céramique au niveau de la zone de choc. Les surfaces opposées ont aussi été inspectées sans que des décohésions ne soient mises en évidence. Les différentes densités de puissance laser ont permis de déterminer un seuil répétable autour de 0,16-0,19 GW/cm^2 . A nouveau, ces valeurs sont proches de celles relevées pour des dépôts fins de la nuance N1. Les difficultés à observer les fissures ainsi que leurs formes ont limité la mesure précise des diamètres et donc l'application de la méthode des courbes LASAT.

L'essai LASAT a pu être appliqué sur des produits finis. Il a permis de mesurer des seuils laser d'adhérence et les fissures engendrées ont pu être observées avec le diagnostic IR. Comme dans le cas de Bégué, l'essai pourrait être envisagé comme contrôle non destructif en effectuant des chocs avec des densités de puissance inférieures au seuil ou être utilisé pour générer des fissures sur différents échantillons dont les tailles seraient représentatives des niveaux d'adhérence. Toutefois, il serait nécessaire de compléter ces essais avec d'autres chocs laser et des observations en coupe pour définir précisément les modes de fissuration.

Conclusions du chapitre

Les cas de systèmes revêtus par VPS ont permis d'étudier l'influence du changement de matériaux (substrat et dépôt) sur l'application et l'exploitation de l'essai LASAT. Le procédé de dépôt plasma par VPS conduit à des dépôts assez éloignés en termes de microstructure de ceux obtenus par le procédé conventionnel APS. La comparaison la plus directe possible concerne le cas des dépôts VPS sur substrats Ti6Al4V spécialement préparés pour cette étude (N4bis). Le cas du dépôt VPS projeté sur une sous-couche de Ti VPS poreux est en revanche un cas particulier qui a permis d'étendre le champ d'étude du LASAT dans le cas d'interface structurée sous forme très rugueuse.

L'essai LASAT a été appliqué à la nuance N4 (CoCrMo/HAP-VPS) avec succès pour les deux épaisseurs de dépôt 60 et 150 μm avec un diagnostic infrarouge. Comme pour les disques de nuance N1 (Ti6Al4V/HAP-APS), l'épaisseur de substrat ne modifie pas les seuils et courbes LASAT alors que l'augmentation de la taille du dépôt requiert une densité de puissance laser plus élevée pour obtenir des résultats similaires. Le phénomène de cloquage, uniquement observé pour cette nuance, est cohérent avec l'analyse des coefficients de dilatation thermique des matériaux. En effet, ces derniers suggèrent que seul le couple CoCrMo/HAP induit des contraintes résiduelles de compression à l'origine du cloquage du dépôt. A nouveau, l'application des deux diamètres de choc 3 et 6 mm a permis d'étudier les résultats LASAT pour deux régimes de propagation différents au regard des effets de bord. Cette fois, les essais avec un diamètre de choc de 3 mm (régime 3D) ont conduit à des seuils LASAT moins élevés que pour un diamètre de choc de 6 mm (régime mixte 1D-3D) contrairement à la nuance APS. On ne peut expliquer cette différence avérée que par une influence des matériaux constitutifs du système sur le régime de propagation. Des mesures VISAR ont permis de mesurer la vitesse expérimentale de l'onde dans l'hydroxyapatite VPS ($C_0 = 4,0 \text{ km/s}$) et ont montré que l'amortissement par le dépôt n'est pas très important. Dans le cas du système VPS, il semblerait donc que des effets d'atténuation latérale moins prononcés ainsi qu'une vitesse de l'onde notablement plus grande favorise un profil de contrainte gaussien et expliquent les seuils LASAT plus bas pour le diamètre de choc 3 mm.

L'influence du changement de céramique a été étudiée spécifiquement avec les nuances N1 (Ti6Al4V/HAP-APS) et N4bis (Ti6Al4V/HAP-VPS). Les résultats ont montré des seuils LASAT similaires mais des diamètres des fissures systématiquement plus grands dans le cas VPS. On suppose que les deux céramiques ont des ténacités d'interface propres qui conditionnent la propagation des fissures et donc leurs tailles finales. Ces caractéristiques pourraient être analysées avec une modélisation numérique des interfaces ou mesurées expérimentalement avec l'essai de plots collés pré-fissuré par choc laser ou suivant des méthodes traditionnelles. De plus, on peut supposer que la vitesse des ondes dans l'hydroxyapatite VPS et l'atténuation moins marquée lors de la propagation conduisent à une pression plus élevée. Cette hypothèse est confirmée par les modélisations numériques qui montrent des contraintes maximales de traction supérieures dans le cas VPS pour une même pression initiale ainsi que des fissures légèrement plus grandes.

Les nuances N4 bis et N4 ont mis en évidence l'influence du substrat avec des seuils LASAT systématiquement plus élevés pour le cas CoCrMo. La comparaison des vitesses de surface libre mesurées sur des cibles épaisses de Ti6Al4V et de CoCrMo a montré que les propagations sont similaires (vitesse de l'onde D et instants de débouchés) mais que la pression est moins élevée dans un échantillon en alliage de cobalt. Ce phénomène s'explique par l'impédance acoustique plus élevée du CoCrMo et/ou par une interaction laser-matière à la surface est moins efficace que pour le Ti6Al4V.

L'influence de la sous-couche de titane rugueux a été étudiée à travers différentes méthodes. Les essais de traction sur plots collés appliqués aux dépôts fins conduisent à des fissurations cohésives pour la nuance N4 et adhésive pour la nuance N5. Toutefois, les contraintes moyennes à rupture sont proches

(17,9 et 18,3 MPa) suggérant que l'effet de pénétration de la colle dans le dépôt prévaut sur le mode de fissuration. Dans le cas des dépôts épais, les ruptures sont systématiquement cohésives et les contraintes moyennes identiques pour les deux nuances (6,5 MPa). Ces résultats associés aux observations en coupe suggèrent la présence d'une fragilité dans le dépôt épais que l'on attribue à la microstructure induite par un procédé de production multi-passes. *De facto*, les contraintes maximales de traction ne représentent pas l'adhérence des dépôts mais leurs résistances internes, identiques pour les dépôts épais des nuances N4 et N5. Cette valeur reste intéressante pour caractériser un dépôt industriel car elle représente une contrainte limite pour laquelle une épaisseur de dépôt subsiste.

Ensuite l'essai de rayage parallèle a été conduit sur les deux épaisseurs de dépôts pour les nuances N4 et N5. Les ruptures sont systématiquement cohésives et les résultats ne distinguent pas les dépôts fins des deux nuances. En revanche, l'essai a mis en évidence une adhérence plus élevée dans le cas des dépôts épais de la nuance N5 ce qui indique les dépôts n'ont pas la même cohésion interne. Ici, l'essai met en évidence l'effet de la sous-couche de titane qui modifie fortement la réaction du dépôt à la sollicitation due au passage de l'indenteur. La méthode semble donc être pertinente mais nécessiterait un développement approfondi afin de quantifier la sollicitation puis caractériser le dépôt.

Enfin, l'essai LASAT a été appliqué à la nuance N5 avec un diamètre de choc de 3 mm et un diagnostic par thermographie IR. Contrairement à l'essai de traction sur plots collés, l'influence de la sous-couche de titane a été mise en évidence par les essais LASAT avec des seuils plus élevés que pour la nuance N4. Cependant, les fissures engendrées dans la nuance N5 sont systématiquement cohésives et ne représentent donc pas le comportement de l'interface. L'influence de la structure rugueuse très prononcée n'a pas été prise en compte dans ces travaux et modifie certainement la propagation des ondes et donc les contraintes à l'interface et dans le dépôt. Des modélisations numériques incluant le profil rugueux à l'interface et en surface permettraient d'étudier précisément leurs influences. De plus, des modèles d'endommagement à l'interface et dans la céramique permettraient l'étude de la fissuration en lien avec les contraintes en traction. Ces résultats serviraient alors à la comparaison relative des différents systèmes revêtus.

Finalement, des essais LASAT ont été conduits avec le diagnostic thermographique IR sur une cupule et une tige de prothèse de hanche. La configuration de tir face métal a été possible pour la cupule grâce à sa géométrie hémisphérique creuse et a permis de caractériser le dépôt HAP (seuils et courbes LASAT). La tige, constituée de métal massif recouvert de céramique, n'a autorisé que la configuration de tir face céramique avec un milieu d'ablation. Les diamètres de fissure n'ont pas pu être mesurés mais des seuils laser de décohésion ont été mis en évidence. Bien que les matériaux soient différents, les résultats d'adhérence sont proches de ceux relevés pour les échantillons de l'étude. Ces essais démontrent l'applicabilité de la méthode LASAT pour caractériser l'adhérence des dépôts HAP sur les prothèses. Une méthode non destructive pourrait être envisagée avec des densités de puissance laser inférieures au seuil. Une autre approche serait un classement de l'adhérence en comparant les diamètres de fissure engendrés pour une même condition de choc sur deux prothèses de géométries identiques afin d'étudier la fiabilité de l'essai LASAT sur ces produits.

De manière générale, l'étude présentée dans ce chapitre suggère que les résultats des essais LASAT obtenus pour différents systèmes revêtus ne peuvent pas être directement comparés. Un changement de matériau dans le système revêtu nécessite une étude rigoureuse de la propagation des ondes en lien avec les effets de bord pour la quantification de la contrainte à l'interface dans chaque cas.

Conclusion générale

Ce mémoire a présenté la mise au point de l'essai LASAT appliqué à des systèmes revêtus biocompatibles composés d'un dépôt d'hydroxyapatite et d'un substrat métallique. L'étude a proposé une méthode basée simultanément sur la recherche d'un seuil laser et sur le tracé de courbes LASAT à l'aide d'un diagnostic de décohésion par imagerie directe en vue de dessus du dépôt. La thermographie infrarouge introduite dans cette thèse pour le cas des dépôts HAP a montré une meilleure sensibilité par rapport à la méthode optique historique dite de la « tache blanche ». Les analyses expérimentales et numériques de la méthode LASAT ont été menées sur des échantillons de dimensions et de natures variées incluant deux grandes familles de dépôts HAP : APS et VPS. Les densités de puissance nécessaires ont toujours été comprises entre 0,1 et 1,1 GW/cm² quelles que soient les géométries et la nature des matériaux. Ces niveaux d'énergie assez bas ont permis d'étudier systématiquement des diamètres de choc de 3 et 6 mm et même jusque 10 mm avec le laser 1,9J du laboratoire. Ceci a permis d'avancer largement dans l'étude de l'influence des effets tridimensionnels sur la méthode LASAT appliquées à ces systèmes biocompatibles. Enfin, le protocole d'essai LASAT a été appliqué à diverses nuances avec des états d'interface différents afin de mettre en évidence des variations d'adhérence.

Contrôle non destructif de la fissuration

L'essai LASAT proposé est tributaire du diagnostic des fissures interfaciales qui conduisent à une lame d'air de l'ordre de 1µm. Les propriétés optiques des dépôts d'HAP de notre étude ont limité l'utilisation du diagnostic optique par la tache blanche surtout pour les dépôts les plus épais. Toutes les fissures, parfois invisibles optiquement, ont été identifiées par imagerie infrarouge. Cependant, si la détection est favorisée, c'est au détriment de la résolution des images plutôt basse (160 µm/pixel). La comparaison avec les vues en coupe et une étude statistique des vues de dessus a montré que la thermographie conduisait à une incertitude absolue de 1 à 3 pixels sur la mesure d'un diamètre. La précision est donc en faveur de diamètres de fissure élevés qu'il a été possible de pratiquer dans cette thèse. Les thermographies obtenues pour les dépôts VPS étaient nettement moins bruitées que les dépôts APS. Ce résultat souligne la dépendance du diagnostic aux caractéristiques de rayonnement thermique du dépôt inhérentes à sa microstructure et sa rugosité de surface.

Mise au point de l'essai LASAT sur les dépôt APS

L'essai LASAT a été appliqué aux nuances APS avec succès pour l'évaluation qualitative de l'adhérence et la quantification de la contrainte à rupture par modélisation numérique. Les fissures engendrées par le choc laser étaient majoritairement circulaires et l'observation en coupe a dévoilé des ruptures adhésives. L'essai appliqué à la nuance N1 a montré une sensibilité de la génération et/ou de la propagation des ondes de choc au procédé de fabrication du Ti6Al4V sous forme de tôle ou de barreau. Expérimentalement, l'augmentation de l'épaisseur de céramique a toujours mené à des seuils LASAT plus élevés que l'on attribue à l'atténuation dans le matériau aussi mise en évidence par les mesures de vitesse de surface libre par VISAR.

La comparaison de trois diamètres de choc (3, 6 et 10 mm) a permis d'étudier les conséquences des régimes de propagation (respectivement 3D, mixte 1D-3D et 1D) sur les résultats finaux. Les diagnostics en vue de dessus ont révélé des fissures inhomogènes ou d'allures annulaires pour des diamètres de chocs de 6 et 10 mm et des densités de puissance laser proches du seuil LASAT. Confirmées par les vues en coupe, ces ruptures en couronne sont directement induites par les effets tridimensionnels qui favorisent des maximums de contrainte au bord de la zone de choc. Par ailleurs, ces essais ont mis en évidence des seuils LASAT systématiquement plus faibles avec le diamètre 6 mm pour tous les systèmes APS en comparaison des diamètres 3 et 10 mm.

Dans cette thèse, l'accent a été mis sur l'établissement de données au plus proche des matériaux et des conditions de choc grâce à des mesures VISAR. Par exemple, l'analyse des profils issus de chocs face céramique sur des échantillons bicouches ont permis d'établir une vitesse du son dans l'HAP APS de $C_0[\text{APS}] = 2,2 \text{ km/s}$. Concernant la pression de choc, des filiations radiales de mesures de vitesse de surface libre ont conduit à introduire des profils de chargement en couronne propres aux diamètres 3 et 6 mm. Ce type de profil accentue l'amplitude des effets de bord dès l'instant initial. Ces derniers ont été comparés systématiquement à des profils top-hat plus conventionnels pour les études de propagation en configuration 2D. Seuls les calculs avec un profil en couronne ont conduit à une contrainte maximale calculée plus élevée (seuil plus bas) pour le diamètre de choc 6 mm par rapport aux autres diamètres. L'hypothèse d'un profil radial d'allure non gaussienne en lien avec une inhomogénéité concentrique du faisceau est donc renforcée.

Une fois calibrée, la simulation a mis en évidence l'influence des effets tridimensionnels sur le profil radial des contraintes maximales de traction à l'interface. Dans la majorité des cas, ce profil présentait une forme annulaire plus ou moins marquée avec une valeur maximale localisée en périphérie. Ces résultats confirment le lien entre les effets tridimensionnels et les fissurations annulaires obtenues avec les grands diamètres. Pour chaque profil, la valeur maximale a été sélectionnée sans distinguer sa position (centrale ou périphérique) pour construire des abaques numériques utiles à la conversion des densités de puissance seuils en contraintes à l'interface. Si les épaisseurs de cible et le choix du profil de chargement influencent bien les niveaux de contraintes calculées à l'interface pour des pressions d'entrée supérieures à 0,70-1,0 GPa, les écarts sont beaucoup moins marqués pour le domaine des seuils LASAT rencontrés dans cette étude ($<0,45 \text{ GW/cm}^2$ soit environ $<0,50 \text{ GPa}$). Ce domaine correspond donc à un régime de propagation élastique. D'autre part, le choix d'un critère de seuil de type « cut-off » à partir des calculs 2D a permis de créer des abaques de courbes LASAT dont les tailles de fissures prédites étaient surestimées par rapport aux résultats expérimentaux. Cela s'est traduit par une superposition non satisfaisante avec les courbes LASAT expérimentales ce qui limite l'identification de la contrainte par le calcul hydrodynamique en 2D. Ce constat suggère un approfondissement et la construction d'un modèle d'interface plus sophistiqué pour rendre compte de l'amorçage et de la propagation de la fissure.

Les niveaux d'adhérence des nuances N1 ($R_a = 5,7 \mu\text{m}$) et N2 ($R_a = 2,4 \mu\text{m}$) ont été investigués par diverses méthodes afin de mettre en évidence une diminution de l'adhérence. Applicable uniquement à des dépôts épais à cause de la pénétration de la colle, l'essai de traction sur plots collés a conduit à des contraintes à rupture respectives de 8,3 et 5,0 MPa. Les méthodes de rayage choisies dans ces travaux n'ont pas mis en évidence une variation d'adhérence. Seul l'essai LASAT a permis de caractériser l'écart d'adhérence pour tous les échantillons quels que soient l'épaisseur ou le format. De plus, les résultats obtenus pour le dépôt épais ont été vérifiés par une étude de reproductibilité et de répétabilité. Les abaques numériques pour la méthode du seuil ont alors permis de déterminer des adhérences de 170 MPa pour la nuance N2 et de 200 MPa pour la nuance N1.

Influence des matériaux sur les résultats LASAT

La nuance N4 (CoCrMo/HAP-VPS) a permis de confronter l'essai LASAT à un système revêtu biocompatible différent afin de comprendre l'influence des matériaux sur les résultats. Cette fois, les ruptures engendrées dans ce système étaient doubles avec des fissures situées à l'interface et dans le dépôt. Comme pour les nuances APS, le diamètre de choc 6 mm a conduit à des ruptures inhomogènes pour des densités proches du seuil de décohésion. En revanche, les seuils LASAT identifiés étaient cette fois supérieurs à ceux mis en évidence avec le diamètre de choc 3 mm. Ces comportements suggèrent que les évolutions des effets tridimensionnels en lien avec le diamètre de choc dépendent aussi des matériaux qui composent le système. L'examen de profil en couronne dû au laser reste pertinent mais l'influence des matériaux, surtout de la céramique poreuse, peut également ajouter à la complexité des effets d'amplification ou d'atténuation dans le volume de choc en général et à l'interface en particulier.

Les mesures de vitesse de surface libre obtenues par VISAR sur des cibles métalliques épaisses (Ti6Al4V et CoCrMo) et sur le système N4 (choc face céramique) ont permis d'étudier la propagation de l'onde dans les différents matériaux. De plus, la nuance N4 bis (Ti6Al4V/HAP-VPS) a permis de comparer spécifiquement les résultats LASAT en fonction des dépôts (APS/VPS) et des substrats. Si l'atténuation dans les deux alliages métalliques n'est pas marquée pour le domaine de flux d'intérêt, on observe des pressions moins élevées dans le CoCrMo pour un même flux initial. Ceci est cohérent avec les résultats LASAT de la nuance N4 obtenus à plus hauts flux par rapport aux résultats des nuances APS (N1, N2) et N4bis sur substrats Ti6Al4V. Concernant l'hydroxyapatite VPS, on montre que son effet d'atténuation de l'onde est moins marqué et que la vitesse du son dans la céramique est beaucoup plus élevée ($C_0[\text{VPS}] = 4,0 \text{ km/s}$). Les essais LASAT menés sur les nuances N1 et N4 bis mènent à des seuils comparables mais la nuance VPS présentait des fissures plus grandes et des modes de ruptures mixtes. Ces résultats indiquent que la différence de vitesse C_0 et l'atténuation moins marquée de la céramique VPS conduisent à un profil de contrainte plus large et une valeur maximale supérieure. De même, ces caractéristiques suggèrent un niveau de traction plus important dans le dépôt qui expliquerait les ruptures cohésives en plus de l'hypothèse de fragilité interne locale due au procédé de déposition. On démontre ici une limite de l'essai LASAT qui ne permet pas une comparaison directe entre les systèmes APS et VPS malgré des natures de dépôt similaires. Il est nécessaire d'analyser la propagation des ondes pour chaque cas de façon à définir précisément les profils de contraintes maximales à l'interface et permettre la comparaison.

Application de l'essai LASAT à d'autres états d'interface

Des textures intermédiaires à l'interface ont permis d'évaluer plus avant la sensibilité de la méthode LASAT. La nuance N6 a permis d'étudier l'influence d'une sous-couche d'oxyde sur l'adhérence du dépôt HAP APS. Si les contraintes à rupture mesurées par plots collés étaient comparables aux résultats obtenus pour la nuance N1, l'essai LASAT a démontré une nette diminution de l'adhérence des dépôts fins et épais sur plusieurs échantillons.

La nuance N5 (CoCrMo/Ti/HAP-VPS) a permis d'étudier l'influence d'un motif de rugosité très marqué sur l'adhérence et les résultats LASAT. L'essai de traction sur plots collés n'a pas permis de différencier les dépôts épais des nuances N4 et N5 avec des contraintes à rupture cohésives identiques égales à 6,5 MPa. Dans le cas de l'essai LASAT, les fissures engendrées dans les systèmes N5 étaient systématiquement cohésives. Ce constat indique que la sous-couche de titane très rugueuse a fortement influencé la propagation des ondes qui conditionne le niveau de contrainte de traction et la fissuration à l'interface et dans le dépôt. Bien que le mode de rupture soit différent, la comparaison des résultats LASAT des nuances N4 et N5 a montré l'influence positive de la couche de titane rugueuse sur l'adhérence de la céramique contrairement à l'essai de traction. Ces résultats devraient être

complétés par une étude numérique pour définir précisément les niveaux de contraintes induits dans les systèmes VPS avec et sans le motif de rugosité prononcée à l'interface.

Protocoles LASAT

L'essai LASAT avec des chocs face métal a permis de caractériser l'ensemble des nuances de l'étude ainsi qu'une cupule de prothèse. Le diamètre de choc 6 mm permet de travailler avec une taille minimale de fissure et de diminuer l'erreur absolue sur la mesure des tailles de fissures. Permettant un nombre de fissure suffisant sur des disques ($\varnothing 25\text{mm}$), il apparaît donc comme un choix pertinent pour conduire les essais LASAT. L'étude a montré que la méthode du seuil était plus facile à mettre en place et permettait de caractériser l'adhérence sous forme de contrainte à l'interface sous réserve de travailler sur une dizaine d'échantillon. Le protocole d'identification pourrait être amélioré avec des chocs proches du seuil en jouant sur les variations de durée d'impulsion laser mesurées *in situ* pour obtenir une meilleure précision sur la densité de puissance du choc. Toutefois, dans les cas où les décohésions caractéristiques du seuil sont difficiles à identifier, la méthode des courbes LASAT, dont la précision a été démontrée, peut être utilisée en complément pour évaluer les variations d'adhérence.

Par ailleurs, la configuration de tir face céramique avec un milieu ablateur est un protocole prometteur. Les essais menés ont permis de définir des seuils et des courbes LASAT discriminants pour les nuances APS et VPS. Ce choix permet d'envisager des tirs sur des échantillons massifs comme la tige d'une prothèse de hanche. Cependant, la fissuration est plus complexe qu'avec un choc face métal. En effet, le premier aller-retour dans la céramique peut générer une première fissure à l'interface au regard des faibles adhérences mesurées sur ces dépôts HAP. Cette première fissure peut ensuite être agrandie suite au retour en détente de l'onde principale. Cette configuration de choc nécessiterait donc une étude approfondie de la propagation des ondes et des contraintes de traction générées en considérant nécessairement les effets tridimensionnels.

Aussi, l'essai LASAT pourrait aussi être envisagé combiné à l'essai standard de traction. En effet, le protocole proposé dans ces travaux, incluant des plots collés pré-fissurés par choc laser, a permis de caractériser l'interface du système de référence (N1). Les valeurs de ténacité d'interface (K_{IC}) et d'énergie d'adhérence (G_{IC}) permettraient alors de mieux définir l'adhérence d'un système.

Les travaux présentés se sont efforcés de répondre aux questionnements du laboratoire de certification CRITT MDTS qui envisage aujourd'hui l'intégration d'un démonstrateur pour poursuivre le développement en vue de la normalisation de l'essai.

Perspectives de l'étude

Pour améliorer les résultats présentés dans ces travaux, la caractérisation des dépôts d'HAP pourrait être complétée. D'abord, il est recommandé d'inclure des mesures d'épaisseurs (dépôt et substrat) précises afin de mieux pouvoir comparer les résultats entre les échantillons. Par ailleurs, la densité des revêtements n'a pas été mesurée par une méthode physique mais des dépôts autoportés ont pu être obtenus par décohésion LASAT en fin de thèse et pourraient servir à cela. La densité réelle des dépôts est un paramètre de premier ordre dans la propagation des ondes de choc. L'analyse de la porosité et des microstructures pourrait aussi être améliorée par un approfondissement du protocole d'analyse d'images MEB au contraste et à la taille adaptés. Ce type d'analyse morphologique pourrait également servir pour l'étude numérique poussée de la propagation d'onde à partir de microstructure simulée et maillée numériquement. Dans le cas de dépôts plasma HAP, la composition multiphasée du dépôt peut rendre délicat la simulation d'une telle microstructure. De plus, la mesure du module d'Young à l'échelle du dépôt permettrait une comparaison avec la valeur calculée à partir de la densité, de la vitesse du son et du coefficient de Poisson afin d'assurer la cohérence du modèle. Enfin, bien que l'absence de cloquage après choc laser indique qu'elles ne sont pas élevées, les contraintes résiduelles

pourraient être caractérisées car elles interviennent dans l'analyse de l'adhérence du dépôt, notamment en fonction de l'épaisseur du dépôt.

La mesure de l'adhérence par plots collés devrait être améliorée avec une solution exempte de problème de pénétration de colle dans le dépôt. Pour ce faire, le protocole de préparation pourrait être adapté en fonction du dépôt en affinant la valeur de couple de serrage ou en changeant la colle utilisée. D'autre part, l'association avec le choc laser pour la pré-fissuration calibrée pourrait être approfondie dans le but de définir un protocole expérimental et numérique de mesure de la ténacité d'interface à appliquer à d'autres systèmes revêtus.

Concernant les essais de rayage, des changements de protocole (charge, vitesse) et des observations plus précises des sillons pourraient conduire à des essais plus discriminants concernant les variations d'adhérence. De plus, les observations des sillons créés lors des rayages en coupe ont montré une croissance de la surface de cône projetée lorsque la charge augmente. Il serait intéressant d'étudier plus en profondeur l'évolution de cette surface pour des échantillons présentant deux niveaux de rugosité afin d'évaluer l'efficacité de l'essai avec ce dépouillement. La méthode de rayures parallèles proposée par le CRITT MDTS a mené à des résultats encourageants mais devrait être approfondie, en lien avec les contraintes résiduelles, pour comprendre les mécanismes menant à l'écaillage de la céramique. Comme la sollicitation est proche de celle subie par la prothèse lors de l'implantation, cette méthode pourrait être proposée parmi les prestations d'un laboratoire de certification. D'autre part, l'essai d'indentation à l'interface céramique-métal en coupe pourrait être investiguée pour mesurer la ténacité apparente.

L'essai LASAT conduit au Centre des matériaux a été amélioré avec l'acquisition de nouveau matériel (photodiode rapide, calorimètre). Toutefois, un homogénéisateur de faisceau devrait être inclus dans l'installation afin de s'affranchir de l'influence des hétérogénéités d'intensité laser (profil en couronne). D'autre part, les filiations de mesures de vitesse de surface libre selon le rayon pourraient être démocratisées pour étudier le faisceau laser et les lieux de maximum de contrainte influencés par les effets tridimensionnels. Concernant le diagnostic par thermographie infrarouge, il pourrait être complété par des algorithmes d'analyse d'image pour améliorer la mesure du diamètre et détecter automatiquement les contours de fissure. Si les mesures rapprochées avec une bague d'allonge étaient trop chronophages pour le protocole LASAT de l'étude, elles pourraient être envisagées pour améliorer la précision de la mesure de la taille de fissure obtenue avec des tirs répétés autour du seuil.

La détection de la fissure et le calcul direct de la contrainte d'écaillage en traction dynamique par mesure de vitesse de surface libre pourrait être approfondie en appliquant un film métallique sur le dépôt afin d'augmenter la réflexion du laser sonde du VISAR. D'autre part, certaines méthodes de contrôles non destructifs permettent aujourd'hui de localiser la fissure dans l'épaisseur. L'application de telles méthodes permettrait de définir le mode de rupture (cohésif ou adhésif) lors de l'essai sans devoir observer le système en coupe.

Par ailleurs, les travaux numériques autour de l'essai LASAT pourraient directement se poursuivre avec l'intégration de la fissuration dans le modèle (Tuler-Butcher, Kanel, zones cohésives) et la complexification du système revêtu (porosité, rugosités) pour se rapprocher du cas réel. Les propriétés d'interface pourraient alors être comparées aux mêmes résultats calculés avec les essais de plots collés pré-fissurés. La méthode énergétique proposée par Arrigoni pourrait aussi être investiguée afin de faire le lien entre l'essai quasi-statique des plots collés et le choc laser [Arrigoni et al., 2006]. Toujours dans le but de caractériser l'interface, la méthode de double tir avec une augmentation de diamètre présentée par Saito pourraient être appliquée à ces systèmes avec le diagnostic thermographique pour mesurer la ténacité de l'interface [Saito et al., 2019].

Bibliographie

- [**Amsellem, 2008**] Amsellem, O. (2008), Simulations 2D et 3D de microstructure d'alumine projetée plasma pour l'étude de ses propriétés mécaniques et électriques. Thèse. École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [**Anderholm et al., 1970**] Anderholm, and Goodman (1970), Method and apparatus for measuring adhesion of material bonds.
- [**Ang et al., 2014**] Ang, A.S.M., and Berndt, C.C. (2014), A review of testing methods for thermal spray coatings. *Int. Mater. Rev.* *59*, 179–223.
- [**Antoun et al., 2003**] Antoun, T., Seaman, I, Curran, D., Kanel, G., Razonerov, S., and Utkin, A. (2003), Spall fracture (p.93) (New York: Springer).
- [**Arrigoni, 2004**] Arrigoni, M. (2004), Etude de l'influence des rugosités d'interface, de porosités et de l'épaisseur d'échantillon sur la propagation des chocs laser dans des systèmes revêtus. Application au procédé LASAT. Thèse. Université de Poitiers.
- [**Arrigoni, 2008**] Arrigoni, M. (2008), Ondes de choc dans la matière condensée - Cours ENSIETA.
- [**Arrigoni et al., 2006**] Arrigoni, M., Barradas, S., Braccini, M., Dupeux, M., Jeandin, M., Boustie, M., Bolis, C., and Berthe, L. (2006), A comparative study of three adhesion tests (EN 582, similar to ASTM C633, LASAT (LASer Adhesion Test), and bulge and blister test) performed on plasma sprayed copper deposited on aluminium 2017 substrates. *J. Adhes. Sci. Technol.* *20*, 471–487.
- [**Asay et al., 1993**] Asay, J.R., and Shahinpoor, M. (1993), High-Pressure Shock Compression of Solids (New York, NY: Springer New York).
- [**ASTM C633-13, 2017**] ASTM C633-13 (2017), Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings.
- [**Attar et al., 1996**] Attar, F., and Johannesson, T. (1996), Adhesion evaluation of thin ceramic coatings on tool steel using the scratch testing technique. *Surf. Coat. Technol.* *78*, 87–102.
- [**Avicenne et al., 2019**] Avicenne, and Madani, A. (2019), Orthomanufacture 2019 (Saint Etienne).
- [**Bansard et al., 2006**] Bansard, S., Khor, K.A., Borit, F., Guipont, V., Jeandin, M., Nivard, M., and Berthe, L. (2006), Investigation of the interface strength of hydroxyapatite coating by the LASAT (Laser shock adhesion test) method. In *ITSC 2006 Building on 100 Years of Success*, B.R. Marple, ed. (Seattle, United States: ASM), p. 6 p.
- [**Bardy et al., 2020**] Bardy, S., Aubert, B., Bergara, T., Berthe, L., Combis, P., Hébert, D., Lescoute, E., Rouchausse, Y., and Videau, L. (2020), Development of a numerical code for laser-induced shock waves applications. *Opt. Laser Technol.* *124*, 105983.
- [**Barker et al., 1972**] Barker, L.M., and Hollenbach, R.E. (1972), Laser interferometer for measuring high velocities of any reflecting surface. *J. Appl. Phys.* *43*, 4669–4675.
- [**Barradas, 2004**] Barradas, S. (2004), Etude, à l'aide du choc laser, des mécanismes d'adhérence aux interfaces cuivre-alu. Thèse. École Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [**Barradas et al., 2002**] Barradas, S., Borit, F, Guipont, V, Jeandin, M, Bolis, C, Boustie, M., Berthe, L, and Rosenbaum, J.P. (2002), Study of the role of (Cu,Al) intermetallics on adhesion of copper plasma-sprayed onto aluminium using LASAT. (Essen, Allemagne), p.

- [**Barradas et al., 2005**] Barradas, S., Molins, R., Jeandin, M., Arrigoni, M., Boustie, M., Bolis, C., Berthe, L., and Ducos, M. (2005), Application of laser shock adhesion testing to the study of the interlamellar strength and coating-substrate adhesion in cold-sprayed copper coating of aluminum. *Surf. Coat. Technol.* *197*, 18–27.
- [**Baumung et al., 2001**] Baumung, K., Müller, G., Singer, J., Kanel, G.I., and Razorenov, S.V. (2001), Strength of plasma sprayed turbine-blade coatings using an advanced spallation technique. *J. Appl. Phys.* *89*, 6523–6529.
- [**Bégué, 2015**] Bégué, G. (2015), Etude de l'adhérence de barrière thermique EB-PVD par choc laser (LASAT) pour le développement d'un contrôle non-destructif sur aube de turbine aéronautique. Thèse. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.
- [**Bégué et al., 2013**] Bégué, G., Fabre, G., Guipont, V., Jeandin, M., Bilhe, P., Guédou, J.Y., and Lepoutre, F. (2013), Laser Shock Adhesion Test (LASAT) of EB-PVD TBCs: Towards an industrial application. *Surf. Coat. Technol.* *237*, 305–312.
- [**Berndt, 1990**] Berndt, C.C. (1990), Tensile adhesion testing methodology for thermally sprayed coatings. *J. Mater. Eng.* *12*, 151–158.
- [**Berndt et al., 1979**] Berndt, C.C., and McPherson, R. (1979), The adhesion of flame and plasma sprayed coatings- a literature review- awra report p11-1-78. 10.
- [**Berthe et al., 1997**] Berthe, L., Fabbro, R., Peyre, P., Tollier, L., and Bartnicki, E. (1997), Shock waves from a water-confined laser-generated plasma. *J. Appl. Phys.* *82*, 2826–2832.
- [**Berthe et al., 2011**] Berthe, L., Arrigoni, M., Boustie, M., Cuq-Lelandais, J.P., Broussillou, C., Fabre, G., Jeandin, M., Guipont, V., and Nivard, M. (2011), State-of-the-art laser adhesion test (LASAT). *Nondestruct. Test. Eval.* *26*, 303–317.
- [**Boidin, 2005**] Boidin, X. (2005), Contribution à l'étude expérimentale et numérique à l'échelle de la microstructure de l'écaillage d'un alliage de titane. Thèse. Université de Lorraine.
- [**Boileau, 2004**] Boileau, S. (2004), Mise au point d'un protocole d'essai lasat dans le cas de depots plasma industriels d'hydroxyapatite sur substrat ta6v -depuys (Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris).
- [**Boileau et al., 2005**] Boileau, S., Guipont, V., Jeandin, M., Nivard, M., Berthe, L., Jerome, J., Boustie, M., Li, H., and Khor, K.A. (2005), The Laser Shock Adhesion Test (LASAT) for production control of thermally-sprayed ceramic coatings. In *ITSC 2005*, (Basel, Germany: DVS), p. 6.
- [**Bolis, 2004**] 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. Université de Poitiers.
- [**Bolis et al., 2004**] Bolis, C., Berthe, L., Boustie, M., Arrigoni, M., He, H.L., Jeandin, M., and Barradas, S. (2004), VISAR Pull-Back Signals as a Diagnostic for the LASer Adherence Test Applied to Copper Coating on Aluminum Substrate. *AIP Conf. Proc.* *706*, 1373–1376.
- [**Bolis et al., 2007**] Bolis, C., Berthe, L., Boustie, M., Arrigoni, M., Barradas, S., and Jeandin, M. (2007), Physical approach to adhesion testing using laser-driven shock waves. *J. Phys. Appl. Phys.* *40*, 3155–3163.
- [**Boruah et al., 2020**] Boruah, D., Robinson, B., London, T., Wu, H., de Villiers-Lovelock, H., McNutt, P., Doré, M., and Zhang, X. (2020), Experimental evaluation of interfacial adhesion strength of cold sprayed Ti-6Al-4V thick coatings using an adhesive-free test method. *Surf. Coat. Technol.* *381*, 125130.

- [Bossi et al., 2009] Bossi, R., Housen, K., Walters, C.T., and Sokol, D. (2009), Laser bond testing. *Mater. Eval.* *67*, 819–827.
- [Boustie et al., 1998] Boustie, M., Seymarc, C., Auroux, E., de Rességuier, T., and Romain, J.P. (1998), Coating debonding induced by confined laser shock interpreted in terms of shock wave propagation. *AIP Conf. Proc.* *429*, 985–988.
- [Boustie et al., 2000] Boustie, M., Auroux, E., Romain, J.P., and Bertheau, D. (2000), Influence of pulse duration on debonding of two layer materials by laser shock technique. *Surf. Eng.* *16*, 242–244.
- [Boustie et al., 2002] Boustie, M., Auroux, E., Romain, J.P., and Jeandin, M. (2002), Effects of inside spallation of a coating on the debonding of its interface with a substrate subjected to a laser shock. *J. Phys. Condens. Matter* *14*, 10839–10842.
- [Boustie et al., 2006] Boustie, M., Arrigoni, M., Jérôme, J., Berthe, L., Bolis, C., Jeandin, M., and Barradas, S. (2006), The flyer Laser Shock Adhesion Test as an extension of the LASAT test for thick coating/substrate systems. In *In: Proceedings, 18th International Conference on Surface Modification Technologies (SMT XVIII)*, (Dijon; France; 15-17 Nov. 2004: Pub. ASM International;), pp. 271–275.
- [Boustie et al., 2007] Boustie, M., Cuq-Lelandais, J.P., Bolis, C., Berthe, L., Barradas, S., Arrigoni, M., de Resseguier, T., and Jeandin, M. (2007), Study of damage phenomena induced by edge effects into materials under laser driven shocks. *J. Phys. Appl. Phys.* *40*, 7103–7108.
- [Boustie et al., 2014] Boustie, M., Ecault, R., and Berthe, L. (2014), Procédé de génération d'un état de traction localisé et contrôlé dans un assemblage multi-matériaux et/ou multicouches.
- [Boztepe et al., 2019] Boztepe, S., de Almeida, O., Gilblas, R., Le Maout, Y., Schmidt, F., and Gerlach, C. (2019), A combined experimental and numerical approach for radiation heat transfer in semi-crystalline thermoplastics. *Int. J. Therm. Sci.* *142*, 142–155.
- [Byon et al., 2013] Byon, E., Lee, S.-W., Kitamura, J., and Holmberg, K. (2013), Adhesion/Cohesion Strength of Plasma Sprayed Ceramic Coatings by Scratch Testing On Cross-Section. In *International Thermal Spray Conference and Exposition: Innovative Coating Solutions for the Global Economy, ITSC 2013*, (ASM International), pp. 516–519.
- [Carayon et al., 2003] Carayon, M.T., and Lacout, J.L. (2003), Study of the Ca/P atomic ratio of the amorphous phase in plasma-sprayed hydroxyapatite coatings. *J. Solid State Chem.* *172*, 339–350.
- [Chaki et al., 2011] Chaki, S., Marical, P., Panier, S., Bourse, G., and Mouftiez, A. (2011), Interfacial defects detection in plasma-sprayed ceramic coating components using two stimulated infrared thermography techniques. *NDT E Int.* *44*, 519–522.
- [Chalony, 2020] Chalony, J. (2020), Etude expérimentale et numérique de l'essai LASAT appliqué à des dépôts céramiques (barrières thermiques EBC et HAP), Rapport (Centre des matériaux: Mines ParisTech).
- [Chambard, 2019] Chambard, M. (2019), Revêtements nanostructurés d'hydroxyapatite multisubstituée élaborés par projection de suspension par plasma inductif: de la chimie du précurseur aux propriétés mécaniques et biologiques. Thèse. Sciences et Génie des Matériaux, Institut National Polytechnique de Toulouse.
- [Chambard et al., 2019] Chambard, M., Marsan, O., Charvillat, C., Grossin, D., Fort, P., Rey, C., Gitzhofer, F., and Bertrand, G. (2019), Effect of the deposition route on the microstructure of plasma-sprayed hydroxyapatite coatings. *Surf. Coat. Technol.* *371*, 68–77.

[**Chen, 2011**] Chen, G. (2011), Non-destructive evaluation (NDE) of the failure of thermal barrier coatings. In *Thermal Barrier Coatings*, (Elsevier), pp. 243–262.

[**Chen et al., 2019a**] Chen, B., Li, W., and Qing, X. (2019), Damage Detection of Thermal Barrier Coating by Ultrasonic Guided Wave. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 493, 012063.

[**Chen et al., 2019b**] Chen, X., Shaw, C., Gelman, L., and Grattan, K.T.V. (2019), Advances in test and measurement of the interface adhesion and bond strengths in coating-substrate systems, emphasising blister and bulk techniques. *Measurement* 139, 387–402.

[**Chicot et al., 2010**] Chicot, D., and Tricoteaux, A. (2010), *Mechanical Properties of Ceramic by Indentation: Principle and Applications*. (INTECH Open Access Publisher), p.

[**Clyne et al., 1996**] Clyne, T.W., and Gill, S.C. (1996), Residual stresses in thermal spray coatings and their effect on interfacial adhesion: a review of recent work. *J. Therm. Spray Technol.* 5, 401.

[**Colombier et al., 2005**] Colombier, J.-P., Combis, P., Bonneau, F., Le Harzic, R., and Audouard, E. (2005), Hydrodynamic simulations of metal ablation by femtosecond laser irradiation. *Phys. Rev. B* 71, 165406.

[**Cottet et al., 1989**] Cottet, F., and Boustie, M. (1989), Spallation studies in aluminum targets using shock waves induced by laser irradiation at various pulse durations. *J. Appl. Phys.* 66, 4067–4073.

[**Courapied, 2016**] Courapied, D. (2016), *Etude de l'interaction laser matière en régime de confinement par eau avec deux impulsions laser. Application au test d'adhérence par choc laser*. Thèse. Génie mécanique, Ecole nationale supérieure d'arts et métiers.

[**Courapied et al., 2016**] Courapied, D., Kromer, R., Berthe, L., Peyre, P., Costil, S., Cormier, J., Boustie, M., and Milhet, X. (2016), Laser adhesion test for thermal sprayed coatings on textured surface by laser. *J. Laser Appl.* 28, 022509.

[**Cuenca et al., 2020**] Cuenca, E., Ducouso, M., Rondepierre, A., Videau, L., Cuvillier, N., Berthe, L., and Coulouvrat, F. (2020), Propagation of laser-generated shock waves in metals: 3D axisymmetric simulations compared to experiments. *J. Appl. Phys.* 128, 244903.

[**Cuq-Lelandais, 2010**] Cuq-Lelandais, J.-P. (2010), *Etude du comportement dynamique de matériaux sous choc laser subpicoseconde*. Thèse. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique-Poitiers.

[**Cuq-Lelandais et al., 2009**] Cuq-Lelandais, J.-P., Boustie, M., Berthe, L., Combis, P., Sollier, A., De Resseguier, T., Lescoute, E., Gay, E., Soulard, L., and Bontaz-Carion, J. (2009), Two-dimensional investigation of laser shock induced spallation in sub-picosecond regime. (EDP Sciences), pp. 625–631.

[**Demnati et al., 2014**] Demnati, I., Grossin, D., Combes, C., and Rey, C. (2014), Plasma-sprayed apatite coatings: review of physical-chemical characteristics and their biological consequences. *J. Med. Biol. Eng.* 34, pp–1.

[**Devaux et al., 1991**] Devaux, D., Fabbro, R., and Virmont, J. (1991), Generation of shock waves by laser-matter interaction in confined geometries. *J. Phys. IV* 01, C7-179-C7-182.

[**Dey et al., 2009**] Dey, A., Mukhopadhyay, A.K., Gangadharan, S., Sinha, M.K., Basu, D., and Bandyopadhyay, N.R. (2009), Nanoindentation study of microplasma sprayed hydroxyapatite coating. *Ceram. Int.* 35, 2295–2304.

[**van Dijk et al., 1998**] van Dijk, K., Gupta, V., Yu, A.K., and Jansen, J.A. (1998), Measurement and control of interface strength of RF magnetron-sputtered Ca-PO coatings on Ti-6Al-4V substrates using a laser spallation technique. *J. Biomed. Mater. Res.* *41*, 624–632.

[**Duan et al., 2012**] Duan, Y., Zhu, S., Guo, F., Zhu, J., Li, M., Ma, J., and Zhu, Q. (2012), The effect of adhesive strength of hydroxyapatite coating on the stability of hydroxyapatite-coated prostheses in vivo at the early stage of implantation. *Arch. Med. Sci.* *2*, 199–208.

[**Dundurs, 1969**] Dundurs, J. (1969), Discussion:“Edge-bonded dissimilar orthogonal elastic wedges under normal and shear loading”(Bogy, DB, 1968, *ASME J. Appl. Mech.*, *35*, pp. 460–466).

[**Ecault, 2013**] Ecault, R. (2013), Etude expérimentale et numérique du comportement dynamique de composites aéronautiques sous choc laser. Optimisation du test d'adhérence par ondes de choc sur les assemblages composites collés. Thèse. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers.

[**Fabbro et al., 1990**] Fabbro, R., Fournier, J., Ballard, P., Devaux, D., and Virmont, J. (1990), Physical study of laser-produced plasma in confined geometry. *J. Appl. Phys.* *68*, 775–784.

[**Fabre, 2013**] 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. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[**Fabre et al., 2012**] Fabre, G., Jeandin, M., Guipont, V., Passilly, F., Lepoutre, F., and Guedou, J.Y. (2012), Assessment of interfacial crack in EB-PVD thermal barrier coating combining laser shock adhesion test (LASAT) and photoluminescence piezospectroscopy. In *HTCPM'8 - 8th International Symposium on High-Temperature Corrosion and Protection of Materials*, (Les Embiez, France), p. 9.

[**Fabre et al., 2013**] Fabre, G., Guedou, J.Y., Guipont, V., and Jeandin, M. (2013), Procédé de détermination de l'apparition de décohésions dans une couche de revêtement en céramique transparente formée sur un substrat.

[**Fauchais, 2004**] Fauchais, P. (2004), Understanding plasma spraying. *J. Phys. Appl. Phys.* *37*, R86–R108.

[**Fauchais et al., 2004**] Fauchais, P., Fukumoto, M., Vardelle, A., and Vardelle, M. (2004), Knowledge Concerning Splat Formation: An Invited Review. *J. Therm. Spray Technol.* *13*, 337–360.

[**Filiaggi et al., 1991**] Filiaggi, M.J., Coombs, N.A., and Pilliar, R.M. (1991), Student research award in the undergraduate, Master candidate category, or health science degree candidate category, 17th annual meeting of the society for biomaterials, scottsdale, AZ may 1–5, 1991. Characterization of the interface in the plasma-sprayed HA coating/Ti-6Al-4V implant system. *J. Biomed. Mater. Res.* *25*, 1211–1229.

[**Fox, 1974**] Fox, J.A. (1974), Effect of water and paint coatings on laser-irradiated targets. *Appl. Phys. Lett.* *24*, 461–464.

[**Franke et al., 2005**] Franke, B., Sohn, Y., Chen, X., Price, J., and Mutasim, Z. (2005), Monitoring damage evolution in thermal barrier coatings with thermal wave imaging. *Surf. Coat. Technol.* *200*, 1292–1297.

[**Gadow et al., 2010a**] Gadow, R., Candel, A., and Floristán, M. (2010), Optimized robot trajectory generation for thermal spraying operations and high quality coatings on free-form surfaces. *Surf. Coat. Technol.* *205*, 1074–1079.

- [**Gadow et al., 2010b**] Gadow, R., Killinger, A., and Stiegler, N. (2010), Hydroxyapatite coatings for biomedical applications deposited by different thermal spray techniques. *Surf. Coat. Technol.* *205*, 1157–1164.
- [**Guipont, 2013**] Guipont, V. (2013), Microstructures et interfaces céramique/métal obtenues par dépôt physique: vers une conception architecturée des systèmes revêtus multi-matériaux. Contribution au contrôle des propriétés des dépôts épais à base de céramique. Université de Limoges, France.
- [**Guipont et al., 2010**] Guipont, V., Jeandin, M., Bansard, S., Khor, K.A., Nivard, M., Berthe, L., Cuq-Lelandais, J.-P., and Boustie, M. (2010), Bond strength determination of hydroxyapatite coatings on Ti-6Al-4V substrates using the LASer Shock Adhesion Test (LASAT). *J. Biomed. Mater. Res. A* *95A*, 1096–1104.
- [**Guipont et al., 2019**] Guipont, V., Bégué, G., Fabre, G., and Maurel, V. (2019), Buckling and interface strength analyses of thermal barrier coatings combining Laser Shock Adhesion Test to thermal cycling. *Surf. Coat. Technol.* *378*, 124938.
- [**Gupta et al., 1993**] Gupta, V., and Yuan, J. (1993), Measurement of interface strength by the modified laser spallation technique. II. Applications to metal/ceramic interfaces. *J. Appl. Phys.* *74*, 2397–2404.
- [**Gupta et al., 1990**] Gupta, V., Argon, A.S., Cornie, J.A., and Parks, D.M. (1990), Measurement of interface strength by laser-pulse-induced spallation. *Mater. Sci. Eng. A* *126*, 105–117.
- [**Harun et al., 2018**] Harun, W.S.W., Asri, R.I.M., Alias, J., Zulkifli, F.H., Kadirgama, K., Ghani, S.A.C., and Shariffuddin, J.H.M. (2018), A comprehensive review of hydroxyapatite-based coatings adhesion on metallic biomaterials. *Ceram. Int.* *44*, 1250–1268.
- [**Heimann, 2006**] Heimann, R.B. (2006), Thermal spraying of biomaterials. *Surf. Coat. Technol.* *201*, 2012–2019.
- [**Heimann, 2013**] Heimann, R.B. (2013), Structure, properties, and biomedical performance of osteoconductive bioceramic coatings. *Surf. Coat. Technol.* *233*, 27–38.
- [**Heimann, 2016**] Heimann, R.B. (2016), Plasma-Sprayed Hydroxylapatite-Based Coatings: Chemical, Mechanical, Microstructural, and Biomedical Properties. *J. Therm. Spray Technol.*
- [**Herman, H, 1988**] Herman, H (1988), Les revêtements par projection plasma. *Pour la science* *133*, 48–55.
- [**Hutchinson et al., 1991**] Hutchinson, J.W., and Suo, Z. (1991), *Mixed Mode Cracking in Layered Materials*, Livre.
- [**Ichikawa et al., 2007**] Ichikawa, Y., Barradas, S., Borit, F., Guipont, V., Jeandin, M., Nivard, M., Berthe, L., Ogawa, K., and Shoji, T. (2007), Evaluation of adhesive strength of thermal-sprayed hydroxyapatite coatings using the LASer Shock Adhesion Test (LASAT). *Mater. Trans.* *48*, 793–798.
- [**Ikeda et al., 2006**] Ikeda, R., Uchiyama, T., Cho, H., Ogawa, T., and Takemoto, M. (2006), An advanced method for measuring the residual stress of deposited film utilizing laser spallation technique. *Sci. Technol. Adv. Mater.* *7*, 90–96.
- [**ISO 4287, 1997**] ISO 4287 (1997), Spécification géométrique des produits (GPS) — Etat de surface : Méthode du profil — Termes, définitions et paramètres d'état de surface.
- [**ISO 4288, 1996**] ISO 4288 (1996), Spécification géométrique des produits (GPS) — Etat de surface : Méthode du profil — Règles et procédures pour l'évaluation de l'état de surface.

- [ISO 13779-3, 2008] ISO 13779-3 (2008), Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 3 : Analyse chimique et caractérisation de la cristallinité et de la pureté de phase dans l'hydroxyapatite.
- [ISO 13779-4, 2002] ISO 13779-4 (2002), Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 4: Determination of coating adhesion strength.
- [ISO 13779-4, 2018] ISO 13779-4 (2018), Implants for surgery — Hydroxyapatite — Part 4: Determination of coating adhesion strength.
- [ISO 14916, 2017] ISO 14916 (2017), Thermal spraying — Determination of tensile adhesive strength.
- [ISO 27307, 2015] ISO 27307 (2015), Evaluation of adhesion/cohesion of thermal sprayed ceramic coating by transverse scratch testing.
- [Johnson et al., 1983] Johnson, G.R., and Cook, W.H. (1983), A constitutive model and data for metals subjected to large strains, high strain rates and high temperatures. In Proceedings of the 7th International Symposium on Ballistics, (The Netherlands), pp. 541–547.
- [Kanel et al., 1983] Kanel, G., Fortov, V.E., and Sugak (1983), Models of spall fracture. *Strength Mater.* 15, 1080–1085.
- [Kergourlay, 2016] Kergourlay, E. (2016), Apatites nanocristallines biomimétiques carbonatées pour applications médicales: de la synthèse des poudres aux revêtements par projection dynamique à froid (Cold Spray). Thèse. Sciences et Génie des Matériaux, Institut National Polytechnique de Toulouse.
- [Khor et al., 1997] Khor, K.A., Yip, C.S., and Cheang, P. (1997), Post-spray hot isostatic pressing of plasma sprayed Ti-6Al-4V/hydroxyapatite composite coatings. *J. Mater. Process. Technol.* 71, 280–287.
- [Kobayashi et al., 2004] Kobayashi, A., Jain, A., Gupta, V., and Kireev, V. (2004), Study on the interface strength of zirconia coatings by a laser spallation technique. *Vacuum* 73, 533–539.
- [Kromer, 2016] Kromer, R. (2016), Effet des conditions de préparation de surface avant projection thermique sur les propriétés interfaciales des revêtements : impact du vieillissement thermique. Thèse. UTBM.
- [Kromer et al., 2015] Kromer, R., Costil, S., Cormier, J., Courapied, D., Berthe, L., Peyre, P., and Boustie, M. (2015), Laser surface patterning to enhance adhesion of plasma sprayed coatings. *Surf. Coat. Technol.* 278, 171–182.
- [Kurzweg et al., 1998] Kurzweg, H., Heimann, R.B., and Troczynski, T. (1998), Adhesion of thermally sprayed hydroxyapatite–bond-coat systems measured by a novel peel test. *J. Mater. Sci. Mater. Med.* 9, 9–16.
- [Le Bras et al., 2019] Le Bras, C., Rondepierre, A., Seddik, R., Scius-Bertrand, M., Rouchasse, Y., Videau, L., Fayolle, B., Gervais, M., Morin, L., Valadon, S., et al. (2019), Laser Shock Peening: Toward the Use of Pliable Solid Polymers for Confinement. *Metals* 9, 793.
- [Li et al., 2017] Li, D., Gong, Y., Chen, X., Zhang, B., Zhang, H., Jin, P., and Li, H. (2017), Room-temperature deposition of hydroxyapatite/antibiotic composite coatings by vacuum cold spraying for antibacterial applications. *Surf. Coat. Technol.* 330, 87–91.
- [Li et al., 2018] Li, Q., Song, P., Lü, K., Huang, W., Duan, W., Huang, T., and Lu, J. (2018), Enhanced interface adhesion by in-situ oxidation within metal-ceramic coatings. *Ceram. Int.* 44, 23273–23278.

[Lopez et al., 1989] Lopez, E., Beltzung, F., and Zambelli, G. (1989), Measurement of cohesion and adhesion strengths in alumina coatings produced by plasma spraying. *J. Mater. Sci. Lett.* 8, 346–348.

[Lynn et al., 2002] Lynn, A.K., and DuQuesnay, D.L. (2002), Hydroxyapatite-coated Ti–6Al–4V: Part 1: the effect of coating thickness on mechanical fatigue behaviour. *Biomaterials* 23, 1937–1946.

[Maciejak, 2007] Maciejak, A., P. (2007), Mesure de dureté par nano-indentation. *Tech. Ing.*

[Maldague, 2002] Maldague, X.P. (2002), Introduction to NDT by active infrared thermography. *Mater. Eval.* 60, 1060–1073.

[Man et al., 2009] Man, H.C., Chiu, K.Y., Cheng, F.T., and Wong, K.H. (2009), Adhesion study of pulsed laser deposited hydroxyapatite coating on laser surface nitrided titanium. *Thin Solid Films* 517, 5496–5501.

[Marc A Meyers, 1994] Marc A Meyers (1994), *Dynamic Behaviour of Materials* (John Wiley & Son).

[Marinetti et al., 2007] Marinetti, S., Robba, D., Cernuschi, F., Bison, P.G., and Grinzato, E. (2007), Thermographic inspection of TBC coated gas turbine blades: Discrimination between coating over-thicknesses and adhesion defects. *Infrared Phys. Technol.* 49, 281–285.

[Marsh, 1980] Marsh, S.P. (1980), *LASL shock Hugoniot data* (Univ of California Press).

[Marton et al., 2009] Marton, M., Zdravecká, E., Vojs, M., Ižák, T., Veselý, M., Redhammer, R., Varga, M., and Šatka, A. (2009), Study of adhesion of carbon nitride thin films on medical alloy substrates. *Vacuum* 84, 65–67.

[Maurel et al., 2019] Maurel, V., Guipont, V., Theveneau, M., Marchand, B., and Coudon, F. (2019), Thermal cycling damage monitoring of thermal barrier coating assisted with LASAT (LASer Shock Adhesion Test). *Surf. Coat. Technol.* 380, 125048.

[Mellali, 1994] Mellali, M. (1994), Influence de la rugosité et de la température de surface du substrat sur l'adhérence et les contraintes résiduelles au sein de dépôts d'alumine projetés par plasma. Thèse. Université de Limoges.

[Mezghani et al., 2016] Mezghani, S., Perrin, E., Vrabie, V., Bodnar, J.L., Marthe, J., and Cauwe, B. (2016), Evaluation of paint coating thickness variations based on pulsed Infrared thermography laser technique. *INFRARED Phys. Technol.* 76, 393–401.

[Migault, 1972] Migault, A. (1972), Détermination semi-analytique de l'équation d'état des métaux. modèle a deux coefficients de Gruneisen. *J. Phys.* 33, 707–713.

[Mohseni et al., 2014] Mohseni, E., Zalnezhad, E., and Bushroa, A.R. (2014), Comparative investigation on the adhesion of hydroxyapatite coating on Ti–6Al–4V implant: A review paper. *Int. J. Adhes. Adhes.* 48, 238–257.

[Mušálek et al., 2013] Mušálek, R., Pejchal, V., Vilémová, M., and Matějčíček, J. (2013), Multiple-Approach Evaluation of WSP Coatings Adhesion/Cohesion Strength. *J. Therm. Spray Technol.* 22, 221–232.

[Newaz et al., 2005] Newaz, G., and Chen, X. (2005), Progressive damage assessment in thermal barrier coatings using thermal wave imaging technique. *Surf. Coat. Technol.* 190, 7–14.

[Nies et al., 2012] Nies, D., Rehmer, B., Skrotzki, B., and Vaßen, R. (2012), Damage Characterization of Thermal Barrier Coatings by Acoustic Emission and Thermography. *Adv. Eng. Mater.* 14, 790–794.

- [**Nohava et al., 2010**] Nohava, J., Bonferroni, B., Bolelli, G., and Lusvarghi, L. (2010), Interesting aspects of indentation and scratch methods for characterization of thermally-sprayed coatings. *Surf. Coat. Technol.* *205*, 1127–1131.
- [**Novikov, 1966**] Novikov (1966), The study of fracture of steel, aluminium and copper under explosive loading. *Fiz. Met. Metalloved.*
- [**Paris et al., 2018**] Paris, V., Cohen, A., Gudinetzky, E., Hevroni, R., Samuha, S., Osovsky, S., Tiferet, E., and Yosef-Hai, A. (2018), Study of flow stress and spall strength of additively manufactured Ti-6-4 alloy. *EPJ Web Conf.* *183*, 03003.
- [**Patru, Julien, 2005**] Patru, Julien (2005), Modélisation du Développement des Contraintes Résiduelles au Sein de Dépôts Plasma de Zircône et d'Acier. Thèse. Université de Limoges.
- [**Perton et al., 2012**] Perton, M., Costil, S., Wong, W., Poirier, D., Irissou, E., Legoux, J.G., Blouin, A., and Yue, S. (2012), Effect of Pulsed Laser Ablation and Continuous Laser Heating on the Adhesion and Cohesion of Cold Sprayed Ti-6Al-4V Coatings. *J. Therm. Spray Technol.* 1–12.
- [**Peyre et al., 1998**] Peyre, P., Berthe, L., Scherpereel, X., Fabbro, R., and Bartnicki, E. (1998), Experimental study of laser-driven shock waves in stainless steels. *J. Appl. Phys.* *84*, 5985–5992.
- [**Pons, 2016**] Pons, E. (2016), Propriétés d'adhérence de revêtements projetés plasma sur substrats fragiles : caractérisation et identification de lois d'interface par Modèles de Zones Cohésives. Thèse. Matériaux. Université Grenoble Alpes.
- [**Pons, M. Espanol, 2003**] Pons, M. Espanol (2003), Developing hydroxyapatite CAPS coatings on metallic implants for tissue replacement. Thèse. School of Mechanical and Production Engineering Nanyang Technological University Singapore.
- [**Quirama et al., 2017**] Quirama, A., Echavarría, A.M., Meza, J.M., Osorio, J., and Bejarano G, G. (2017), Improvement of the mechanical behavior of the calcium phosphate coatings deposited onto Ti6Al4V alloy using an intermediate TiN/TiO₂ bilayer. *Vacuum* *146*, 22–30.
- [**Radziejewska et al., 2020**] Radziejewska, J., Strzelec, M., Ostrowski, R., and Sarzyński, A. (2020), Experimental investigation of shock wave pressure induced by a ns laser pulse under varying confined regimes. *Opt. Lasers Eng.* *126*, 105913.
- [**Remache et al., 2019**] Remache, D., Balcaen, Y., Demnati, I., Grossin, D., Alexis, J., Bertrand, G., Combes, C., Fort, P., and Dalverny, O. (2019), Delamination study of hydroxyapatite coatings for bone orthopedic implants. (Brest), p.
- [**Ren et al., 2013**] Ren, Y., Wang, F., Tan, C., Wang, S., Yu, X., Jiang, J., Ma, H., and Cai, H. (2013), Shock-induced mechanical response and spall fracture behavior of an extra-low interstitial grade Ti-6Al-4V alloy. *Mater. Sci. Eng. A* *578*, 247–255.
- [**de Ressaigui, 2018**] de Ressaigui, T. (2018), On the shock-based determination of the adhesive strength at a substrate-coating interface. *J. Adhes. Sci. Technol.* *32*, 36–49.
- [**Rice, 1988**] Rice, J.R. (1988), Elastic Fracture Mechanics Concepts for Interfacial Cracks. *J. Appl. Mech.* *55*, 98–103.
- [**Rickerby, 1988**] Rickerby, D.S. (1988), A review of the methods for the measurement of coating-substrate adhesion. *Surf. Coat. Technol.* *36*, 541–557.
- [**Rondepierre et al., 2021**] Rondepierre, A., Ūnaldi, S., Rouchause, Y., Videau, L., Fabbro, R., Casagrande, O., Simon-Boisson, C., Besaucéle, H., Castelnau, O., and Berthe, L. (2021), Beam size

dependency of a laser-induced plasma in confined regime: Shortening of the plasma release. Influence on pressure and thermal loading. *Opt. Laser Technol.* *135*, 106689.

[**Sagnard et al., 2019**] Sagnard, M., Ecault, R., Touchard, F., Boustie, M., and Berthe, L. (2019), Development of the symmetrical laser shock test for weak bond inspection. *Opt. Laser Technol.* *111*, 644–652.

[**Saito et al., 2019**] Saito, Y., Watanabe, H., Yamada, T., Kanamori, K., and Yonezu, A. (2019), Interfacial Strength Evaluation of Oxide Films on Carbon Steel by Using the Laser Shock Adhesion Test. *J. Mater. Eng. Perform.* *28*, 4762–4773.

[**Santangelo et al., 2017**] Santangelo, P.E., Allesina, G., Bolelli, G., Lusvarghi, L., Matikainen, V., and Vuoristo, P. (2017), Infrared Thermography as a Non-destructive Testing Solution for Thermal Spray Metal Coatings. *J. Therm. Spray Technol.* *26*, 1982–1993.

[**Sapardanis, 2016**] 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. École Nationale Supérieure des Mines de Paris.

[**Sapardanis et al., 2017**] Sapardanis, Borit, F., and Guipont, V. (2017), ITSC 2017: abstracts (including proceedings on USB stick) of the Conference in Düsseldorf /Germany on June 7-9, 2017 (Düsseldorf: DVS Media GmbH).

[**Sapardanis et al., 2016**] Sapardanis, H., Maurel, V., Köster, A., Duvinage, S., Borit, F., and Guipont, V. (2016), Influence of macroscopic shear loading on the growth of an interfacial crack initiated from a ceramic blister processed by laser shock. *Surf. Coat. Technol.* *291*, 430–443.

[**Sapardanis, Hélène, 2017**] Sapardanis, Hélène, G., V. (2017), Study of the interface strength and residual stresses within plasma sprayed alumina coatings involving LASAT (Düsseldorf: DVS Media GmbH).

[**Seo et al., 2005**] Seo, S., Min, O., and Yang, H. (2005), Constitutive equation for Ti-6Al-4V at high temperatures measured using the SHPB technique. *Int. J. Impact Eng.* *31*, 735–754.

[**Serres et al., 2011**] Serres, N., Hlawka, F., Costil, S., Langlade, C., and Machi, F. (2011), Microstructures of Metallic NiCrBSi Coatings Manufactured via Hybrid Plasma Spray and In Situ Laser Remelting Process. *J. Therm. Spray Technol.* *20*, 336–343.

[**Sezer et al., 2006**] Sezer, H.K., Li, L., Wu, Z., Anderson, B., and Williams, P. (2006), Non-destructive microwave evaluation of TBC delamination induced by acute angle laser drilling. *Meas. Sci. Technol.* *18*, 167.

[**Singh et al., 2018**] Singh, A., Singh, G., and Chawla, V. (2018), Characterization and mechanical behaviour of reinforced hydroxyapatite coatings deposited by vacuum plasma spray on SS-316L alloy. *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* *79*, 273–282.

[**Sirikham et al., 2020**] Sirikham, A., Zhao, Y., Liu, H., Xu, Y., Williams, S., and Mehnen, J. (2020), Three-dimensional subsurface defect shape reconstruction and visualisation by pulsed thermography. *Infrared Phys. Technol.* *104*, 103151.

[**Sollier, Arnaud, 2002**] Sollier, Arnaud (2002), Etude des plasmas générés par interaction laser-matière en régime confiné. Application au traitement des matériaux par choc laser. Thèse. Physique Atomique, Université de Versailles-Saint Quentin en Yvelines.

[**Steinberg et al., 1980**] Steinberg, D.J., Cochran, S.G., and Guinan, M.W. (1980), A constitutive model for metals applicable at high-strain rate. *J. Appl. Phys.* *51*, 1498–1504.

- [Sun et al., 2003] Sun, L., Berndt, C.C., and Grey, C.P. (2003), Phase, structural and microstructural investigations of plasma sprayed hydroxyapatite coatings. *Mater. Sci. Eng. A* 360, 70–84.
- [Tang, 2015] Tang, D. (2015), Effect of substrate preheating temperature and coating thickness on residual stress in plasma sprayed hydroxyapatite coating. *IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng.* 87, 012097.
- [Tollier, 1996] Tollier, L. (1996), Caractérisation de chocs-laser à éclaircissements modérés par interférométrie doppler VISAR ; application à l'étude de l'endommagement par écaillage de matériaux métalliques. Thèse. Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aéronautique et Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées.
- [Tollier et al., 1998] Tollier, L., and Fabbro, R. (1998), Study of the laser-driven spallation process by the VISAR interferometry technique. II. Experiment and simulation of the spallation process. *J. Appl. Phys.* 83, 1231–1237.
- [Tollier et al., 1994] Tollier, L., Cottet, F., Boustie, M., and Ansart, J.P. (1994), Experimental and numerical studies of Ti-6Al-4V spallation by laser and impact loadings. In *AIP Conference Proceedings*, (Colorado Springs, Colorado (USA): AIP), pp. 1047–1050.
- [Tsui et al., 1998] Tsui, Y.C., Doyle, C., and Clyne, T.W. (1998), Plasma sprayed hydroxyapatite coatings on titanium substrates Part 1: Mechanical properties and residual stress levels. *Biomaterials* 19, 2015–2029.
- [Tuler et al., 1968] Tuler, F.R., and Butcher, B.M. (1968), A criterion for the time dependence of dynamic fracture. *Int. J. Fract. Mech.* 4, 431–437.
- [Unnikrishnakurup, 2020] Unnikrishnakurup, S. (2020), Nondestructive evaluation of thermal barrier coating thickness degradation using pulsed IR thermography and THz-TDS measurements: A comparative study. *NDT E Int.* 9.
- [Valette, 2004] Valette, S. (2004), Influence de la préoxydation d'un acier sur l'adhérence de son revêtement en alumine déposé par voie plasma thermique. Thèse. Université de Limoges.
- [Valette et al., 2007] Valette, S., Troliard, G., Denoirjean, A., and Lefort, P. (2007), Iron/wüstite/magnetite/alumina relationships in plasma coated steel: A TEM study. *Solid State Ion.* 178, 429–437.
- [Vert, Romain, 2011] Vert, Romain (2011), Elaboration par projection plasma d'un revêtement céramique sur un substrat métallique mince et de faible rugosité: usage d'une sous-couche d'adhérence nanostructuré. Thèse. Université de Limoges.
- [Vossen, 1978] Vossen, J. (1978), Measurements of Film-Substrate Bond Strength by Laser Spallation. In *Adhesion Measurement of Thin Films, Thick Films, and Bulk Coatings*, K. Mittal, ed. (West Conshohocken, PA: ASTM International), pp. 122–133.
- [Wang et al., 2013] Wang, Y.M., Tian, H., Shen, X.E., Wen, L., Ouyang, J.H., Zhou, Y., Jia, D.C., and Guo, L.X. (2013), An elevated temperature infrared emissivity ceramic coating formed on 2024 aluminium alloy by microarc oxidation. *Ceram. Int.* 39, 2869–2875.
- [Watanabe et al., 2016] Watanabe, Y., Fujisawa, S., Yonezu, A., and Chen, X. (2016), Quantitative evaluation of adhesion quality of surface coating by using pulse laser-induced ultrasonic waves. *Surf. Coat. Technol.* 286, 231–238.
- [Wen et al., 2000] Wen, J., Leng, Y., Chen, J., and Zhang, C. (2000), Chemical gradient in plasma-sprayed HA coatings. *Biomaterials* 21, 1339–1343.

[**Yang, 2011**] Yang, Y.-C. (2011), Investigation of residual stress generation in plasma-sprayed hydroxyapatite coatings with various spraying programs. *Surf. Coat. Technol.* *205*, 5165–5171.

[**Yang et al., 2003**] Yang, Y.C., and Chang, E. (2003), The bonding of plasma-sprayed hydroxyapatite coatings to titanium: effect of processing, porosity and residual stress. *Thin Solid Films* *444*, 260–275.

[**Yang et al., 2013**] Yang, Y.-C., and Yang, C.-Y. (2013), Mechanical and histological evaluation of a plasma sprayed hydroxyapatite coating on a titanium bond coat. *Ceram. Int.* *39*, 6509–6516.

[**Yang et al., 2007**] Yang, C.Y., Chen, C.R., Chang, E., and Lee, T.M. (2007), Characteristics of hydroxyapatite coated titanium porous coatings on Ti-6Al-4V substrates by plasma sprayed method. *J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater.* *82B*, 450–459.

[**Zheng et al., 2015**] Zheng, Z., Luo, J., and Li, Q. (2015), Mechanism of Competitive Grain Growth in 8YSZ Splats Deposited by Plasma Spraying. *J. Therm. Spray Technol.* *24*, 885–891.

[**Zinszner, 2014**] Zinszner, J.-L. (2014), Identification des paramètres matériau gouvernant les performances de céramiques à blindage. Thèse. Université de Lorraine.

[**Zset, 2016**] Zset (2016), Zset, <http://www.zset-software.com/>.

Table des figures

CHAPITRE I

Figure I.1 : Prothèses orthopédiques avec revêtements HAP, (a) hanche, (b) vertèbres, (c) genoux	9
Figure I.2 : Schématisation des transferts entre le dépôt HAP et la prothèse favorisant l'ostéoconduction	10
Figure I.3 : Schéma de la projection plasma	11
Figure I.4 : Microstructure (lamelles, particules) et défauts (porosité et microfissures) d'un dépôt plasma	12
Figure I.5 : Schématisation de la mise en contrainte du dépôt lors du refroidissement du système.....	12
Figure I.6 : Diagramme de phase de l'hydroxyapatite.....	13
Figure I.7 : Vue en coupe de dépôts HAP projetés en plasma (a) sous air et sous vide.....	14
Figure I.8 : Effet du préchauffage du substrat et de l'épaisseur sur les contraintes résiduelles dépôts HA plasma	14
Figure I.9 : Ancrage mécanique d'une particule fondue sur un substrat rugueux.....	15
Figure I.10 : Schéma d'un bi-matériau et conventions d'écriture pour une fissure à l'interface	17
Figure I.11 : Méthodes alternatives aux plots collés pour mesurer l'adhérence de dépôts plasma	18
Figure I.12 : Schéma de l'assemblage pour l'essai de traction par plots collés	19
Figure I.13 : Profil de contrainte normale à l'interface pour différents essais plots collés	19
Figure I.14 : Schéma des techniques d'indentation pour la mesure de l'adhérence (a) en surface et (b) en coupe	20
Figure I.15 : Schéma d'une technique de rayage à charge croissante pour la mesure de l'adhérence surface	20
Figure I.16 : Modes d'endommagement pour scratch-test, a) modes de fissuration et b) modes de rupture	21
Figure I.17 : (a) Essai de rayage sur coupe enrobée polie (b) Exemple de rayure sur un dépôt céramique)	21
Figure I.18 : Influence de la rugosité sur la contrainte à rupture (plots collés) pour Ti/HAP	22
Figure I.19 : Mesure de l'adhérence en fonction de CR de compression présentes dans le dépôt HAP	22
Figure I.20 : Influence de l'épaisseur sur la résistance à la traction (a) et à la fatigue (b) Ti6Al4V/HAP.....	23
Figure I.21 : Influence d'une couche d'oxyde TiO ₂ sur la valeur de la contrainte à rupture, Ti6Al4V/HAP	23
Figure I.22 : Contraintes d'adhérence pour des dépôts HAP obtenus avec différentes techniques de déposition..	23
Figure I.23 : Schéma de la génération de l'onde de choc par laser impulsif.....	24
Figure I.24 : Schéma du choc laser en régime confiné	24
Figure I.25 : Schéma de propagation d'une onde de choc	25
Figure I.26 : Courbe d'Hugoniot (P,V) et polaire de choc (P, u) calculé à partir des équations	26
Figure I.27 : Schéma de l'amortissement hydrodynamique	26
Figure I.28 : Schéma de réflexion à la surface libre et contraintes de traction induites	27
Figure I.29 : Propagation d'une ODC et effets 2D (a) schématisation, (b) modélisation numérique	27
Figure I.30 : Profil radial des maxima de contraintes pour différents rapports $R_g = L/d$	28
Figure I.31 : Etude des ondes principale (P), de détente due aux effets de bord (R) et de cisaillement (S)	29
Figure I.32 : Exploitation d'un signal VISAR et lien avec le diagramme (X,t)	29
Figure I.33 : Signature des effets de bord dans un signal de vitesse VISAR, cible de 2 mm, $\varnothing_{choc} = 4$ mm.....	30
Figure I.34 : Modélisation de la pression d'entrée pour deux installations laser, Héphaïstos et Saga 330	31
Figure I.35 : Schéma de propagation d'une onde pour un bi-matériau.....	32
Figure I.36 : Schéma de polaires de choc selon le rapport d'impédances d'un système revêtu (choc ou détente) .	32
Figure I.37 : Diagramme (X,t) pour des systèmes revêtus en fonction des matériaux	33
Figure I.38 : Influence du diamètre de choc sur la contrainte à l'interface pour un système revêtu	33
Figure I.39 : Mise en évidence des effets de bord par la modélisation d'une cible Al 530 μm /Cu 130 μm	34
Figure I.40 : Influence de la rugosité d'interface sur la propagation des ondes pour un chargement à 1,1 GPa	34
Figure I.41 : ODC dans les systèmes texturés par laser, (a) modélisation (b) vue en coupe après essai LASAT	35
Figure I.42 : Influence de l'angle de la rugosité sur le mode de rupture.....	35
Figure I.43 : Cas idéal d'un chargement de pression, diagrammes (X,t) et (P,u) pour un système $Z_c < Z_s$	36
Figure I.44 : Exemple de signaux de vitesse avec et sans rupture adhésive pour calculer la contrainte à rupture	36
Figure I.45 : Essais LASAT face revêtement et face substrat avec milieux de confinement et ablateur	38
Figure I.46 : Configurations d'essai LASAT à deux impulsions	38
Figure I.47 : Essai LASAT avec la méthode du seuil appliquée à des dépôts HAP	39
Figure I.48 : Méthode LASAT 2D : lien entre contraintes et tailles de fissure	40

Figure I.49 : Superposition de courbes LASAT 2D expérimentales et d'abaques de courbes LASAT 2D simulées	41
Figure I.50 : (a) Rupture adhésive, (b) Rupture cohésive, (c) Pour interface texturée, (d) Rupture annulaire	41
Figure I.51 : Phénomène de la tache blanche inhérente à la décohésion	43
Figure I.52 : Fissures circulaires et toriques observées par optique (zircone yttrée)	43
Figure I.53 : Détections de défauts dans des revêtements Al_2O_3 par thermographie à sollicitations continues	44
Figure I.54 : Comparaison entre diag. optique et profilométrique (zircone yttrée) après essai LASAT	45

CHAPITRE II

Figure II.1 : Vue en coupe des poudres HAP APS, HAP VPS et Ti VPS utilisées pour la projection thermique	48
Figure II.2 : Schéma des échantillons APS (N1, N2, N6), plaquettes $20 \times 50 \text{ mm}^2$ et disques $\varnothing 25 \text{ mm}$	49
Figure II.3 : Images optiques d'échantillons APS (nuance N1) épaisseur de dépôt (60 et 150 μm)	49
Figure II.4 : Images optiques d'échantillons VPS (nuance N4) épaisseur de dépôt (60 et 150 μm)	50
Figure II.5 : Machines de traction pour l'essai de plots collés du CRITT et du Centre des Matériaux	51
Figure II.6 : Outils d'encollage du système pour l'essai de traction par plots collés	52
Figure II.7 : Machine de micro-indentation et pointe en carbure de tungstène angulée à 90°	52
Figure II.8 : Installation LASAT du centre des matériaux de Mines ParisTech	53
Figure II.9 : Mesures de la durée du pulse laser du SAGA 330 : comparaison des résultats de 2020 et 2009	54
Figure II.10 : Calibration de l'énergie en fonction de la position du vernier mécanique	54
Figure II.11 : Exemples de papiers photos utilisés pour la mesure du rayon de choc	55
Figure II.12 : Analyse du faisceau laser par profileur de faisceau laser pour $\varnothing_{\text{choc}} = 3 \text{ mm}$	55
Figure II.13 : Schématisation des configurations de tir (a) face métal et (b) face céramique	56
Figure II.14 : Schémas de position des tirs pour les plaquettes et les disques pour $\varnothing_{\text{choc}} 3$ ou 6 mm	56
Figure II.15 : Schématisation du protocole d'enrobage pour un échantillon disque après essai LASAT	57
Figure II.16 : Vue en coupe par optique et par microscopie électronique, nuance N1 Ti6Al4V/HAP-APS	58
Figure II.17 : Méthode de traitement d'image pour la mesure de la porosité par analyse d'image	59
Figure II.18 : Appareil de caractérisation par diffraction à rayons X	59
Figure II.19 : Appareil de mesure de surface par profilométrie laser (Altisurf 500)	60
Figure II.20 : Traitement des images brutes par profilométrie pour l'épaisseur de dépôt	60
Figure II.21 : Images optiques brutes et contrastées numériquement Nuance N1 dépôt 60 et 150 μm	61
Figure II.22 : Dispositif de thermographie infrarouge active avec sollicitation continue par plaque chauffante	62
Figure II.23 : Exemples d'images thermographiques d'échantillons de la nuance N1 (HAP APS 60 et 150 μm)	62
Figure II.24 : Schématisation du montage optique du VISAR	63
Figure II.25 : Schéma des méthodes de mesures VISAR standards et décentrées	64

CHAPITRE III

Figure III.1 : Dépôt HAP APS (N1) : Observations MEB en coupe après attaque chimique et en vue de dessus	68
Figure III.2 : Dépôts HAP VPS (N4) : Observations MEB en coupe, après attaque chimique et en vue de dessus	69
Figure III.3 : Images MEB de vues en coupe des dépôts HAP(VPS)/Ti(VPS)/CoCrMo (Nuance 5)	71
Figure III.4 : Observation MEB des interfaces et profils d'interface des nuances N1 et N2	73
Figure III.5 : Observation MEB de l'interface rugueuse avec une couche de TiO_2 de la nuance N6	73
Figure III.6 : Observation MEB des interfaces et profils d'interface des nuances N4 et N4 bis	73
Figure III.7 : Observations MEB du dépôt de titane rugueux (VPS)	74
Figure III.8 : Observations MEB du dépôt HAP (VPS) avec la sous-couche de titane (VPS)	74
Figure III.9 : Exemple de courbes d'indentation obtenues sur HAP APS et VPS en surface et en coupe	75
Figure III.10 : Propriétés optiques spectrales (réflectance, transmittance et absorbance) d'un dépôt HAP APS	76
Figure III.11 : Profondeur d'extinction (63% du signal non transmis) pour le dépôt HAP APS	77
Figure III.12 : Exemples d'images MEB avec une fissure de métallographie ou engendrée par le choc laser	78
Figure III.13 : Exemples de fissures représentatives provoquées par le choc laser sur dépôt APS	79
Figure III.14 : Exemples de fissures provoquées par un choc laser face céramique sur le dépôt APS	79
Figure III.15 : Exemples de fissures provoquées par le choc laser sur dépôt VPS (N4 et N4 bis)	80
Figure III.16 : Exemples de fissures représentatives provoquées par le choc laser sur la nuance N5 Ti/HAP	81
Figure III.17 : Images optiques de dépôts APS (N1, N2) et VPS (N4, N4bis, N5) pour 60 et 150 μm d'épaisseur	82
Figure III.18 : Comparaison des diamètres de fissures sur coupes métallographique et par optique	82
Figure III.19 : Images thermographiques de dépôts d'hydroxyapatite de dépôts APS, VPS et le bicouche N5	83

Figure III.20 : Contraste par niveaux de gris pour des zones fissurées observées en optique et thermographie ...	84
Figure III.21 : Comparaison des diamètres de fissures sur coupes et par thermographie infrarouge.....	84
Figure III.22 : Etude d'un cloquage par profilométrie sur échantillon VPS après essai de choc laser	85
Figure III.23: Représentation schématique des effets géométriques 2D.....	86
Figure III.24 : Plus petite fissure mesurée (N4) e plus grande fissure (N1), optique et thermographie.....	87
Figure III.25 : Rupture cohésive avec écaillage partiel, vue en coupe, en optique et en thermographie	87
Figure III.26 : Limite de densité de puissance laser pour des Dchoc de 3, 6 et 10 mm (LASER CDM)	88
Figure III.27 : Fissuration discontinue dépôts APS, choc de 6 mm, nuance N1 (60 μm).....	89
Figure III.28 : Fissuration discontinue dépôts APS, choc de 10 mm sur la nuance N1 (150 μm)	89
Figure III.29 : Fissuration continue dépôts APS, choc de 10 mm sur la nuance N1 (150 μm)	90
Figure III.30 : Fissuration annulaire cohésive dépôts VPS, choc de 6 mm sur les nuance N4 et N4 bis (150 μm) ..	90
Figure III.31 : Images optique (a) thermographique (b) d'un dépôt APS fin après essai de choc laser.....	91

CHAPITRE IV

Figure IV.1 : Vue générale du modèle 2D pour les feuillards d'aluminium ($\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, $\lambda=5$).....	97
Figure IV.2 : Profil temporel $f(t)$ normalisé du laser SAGA300 – Confinement adhésif transparent	98
Figure IV.3 : Exemples de profils spatiaux $g(r)$ d'allure top-hat en fonction de λ	98
Figure IV.4 : Signaux de vitesse (a et b) et (b) contrainte σ_{22} à l'entrée selon le maillage, $P_{\text{max}}=0,7 \text{ GPa}$.99	
Figure IV.5 : Différents cas de profils temporels $f(t)$	100
Figure IV.6 : Signaux de vitesse pour différents profils temporels, $P_{\text{max}} = 1 \text{ GPa}$	100
Figure IV.7 : Signaux de vitesse VISAR confinement eau, confinement ruban adhésif.....	101
Figure IV.8 : Distribution spatiale d'énergie et filiation de vitesses pour le laser LALP	101
Figure IV.9 : Distribution spatiale d'énergie et filiation de vitesses pour le laser Héphaïstos.....	102
Figure IV.10 : Distribution spatiale d'énergie du laser et profil extrait pour un diamètre de 3 mm et de 6 mm ..	102
Figure IV.11 : Superposition de signaux de vitesse enregistrés selon le rayon de choc pour $\varnothing_{\text{choc}} 3$ et 6 mm	103
Figure IV.12 : Mesures des essais VISAR décentrés pour $\varnothing_{\text{choc}} 3$ et 6 mm et profils spatiaux en couronne.....	104
Figure IV.13 : Simulations 2D, profils top-hat et couronne (Al 250 μm , $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$, 1 GPa)	105
Figure IV.14 : Vitesses de premier pic et étalonnage de la pression d'entrée (GPa) pour $F = 0,1-1,4 \text{ GW/cm}^2$	105
Figure IV.15 : Courbe d'étalonnage du laser du Centre des Matériaux 0.1-4,2 GW/cm^2	106
Figure IV.16 : Signaux de vitesse mesurés sur des cibles Ti6Al4V 250 μm obtenus par électroérosion.....	107
Figure IV.17 : Signaux VISAR sur Ti6Al4V épais (2 et 3 mm) $F = 0,14 ; 0,69$ et $1,14 \text{ GW/cm}^2$, $\varnothing_{\text{choc}} = 6 \text{ mm}$	107
Figure IV.18 : Signaux VISAR pour un disque (ép. 1970 μm) ou une plaquette (ép. 2080 μm).....	109
Figure IV.19 : Moyennes des vitesses maximales de premier pic pour disques et plaquettes	109
Figure IV.20 : Signal de vitesse VISAR, feuillard Ti6Al4V pour 2,4 GW/cm^2 et simulation à 2,6 GPa.....	110
Figure IV.21 : Signaux de vitesse simulés avec un profil top-hat et différents λ , Ti6Al4V 2mm.....	111
Figure IV.22 : Signaux de vitesse VISAR et simulés, profils top-hat ou couronne, Ti6Al4V 2mm et 3mm,	112
Figure IV.23 : Signaux de vitesse VISAR et simulés, Ti6Al4V 2 et 3 mm, profils couronne, $F = 0,69 \text{ GW/cm}^2$	112
Figure IV.24 : Superposition des mesures Ti6Al4V à la courbe d'étalonnage de la pression d'entrée	113
Figure IV.25 : Signaux de vitesse caractéristiques (tenue, décohésion et écaillage de la céramique) HAP APS....	114
Figure IV.26 : Superposition de signaux VISAR mesurés côté métal (avec décohésion)	116
Figure IV.27 : Signaux de vitesse pour deux chocs face céramique, HAP 60 et 150 μm , Ti6Al4V 2 mm	118
Figure IV.28 : Signaux de vitesse pour deux chocs face métal HAP 60 et 150 μm et Ti6Al4V 2 mm.....	119
Figure IV.29 : Vue générale du modèle 2D axisymétrique pour les systèmes revêtus	119
Figure IV.30 : Polaires de choc pour l'hydroxyapatite massif, poreux (avec $S = 10$).....	120
Figure IV.31 : Simulation tirs face céramique pour et superposition avec des signaux VISAR, $F = 3,8 \text{ GW/cm}^2$...	121
Figure IV.32 : Diagramme (X,t) pour un système HAP (APS) sur Ti6Al4V, choc face métal,.....	123
Figure IV.33 : Diagramme (X,t) pour un système HAP (APS) sur Ti6Al4V, choc face céramique	123
Figure IV.34 : Comparaison Diagramme (X,t) et signal VISAR choc face céramique	124
Figure IV.35 : Profil de vitesse de surface libre de la céramique et Δu mesuré pour une décohésion HA 60 μm ..	125
Figure IV.36 : Diagramme (P,u) pour Z(Ti6Al4V) et Z(HAP) de l'étude et diagramme (X,t) schématique	125
Figure IV.37 : Cartographies de pression pour le profil top-hat $\varnothing_{\text{choc}} 3, 6$ et 10 mm HAP 150 μm Ti6Al4V 2mm .	127
Figure IV.38 : Cartographies de pression pour le profil couronne, $\varnothing_{\text{choc}} 3, 6$ mm, HAP 150 μm , Ti6Al4V 2mm....	127
Figure IV.39 : Cartographies σ_{22} :top-hat, $\varnothing_{\text{choc}} 3, 6$ et 10 mm, $P_{\text{max}}=0,5 \text{ GPa}$ Ti6Al4V 2mm HAP 150 μm	128

Figure IV.40 : Cartographies σ_{22} : couronne, $\varnothing_{\text{choc}}$ 3 et 6 mm, $P_{\text{max}}=0,5$ GPa, Ti6Al4V 2mm HAP 150 μm 129
 Figure IV.41 : Profils σ à l'interface, $P_{\text{MAX}}=[0,1-1,0$ GPa] profil top-hat et couronne HA 150,Ti6Al4V2..... 130
 Figure IV.42 : Exemple de profils radiaux de contrainte traction σ_{22} à l'interface pour la sélection du max 131
 Figure IV.43 : Temporalités des contraintes de traction maximales à l'interface 131
 Figure IV.44 : Contraintes de traction maximales σ_{22} à l'interface pour les trois diamètres (3, 6 et 10 mm)..... 132
 Figure IV.45 : Profils radiaux de contrainte σ_{22} à l'interface : HAP 150 μm , Ti6Al4V 2 et 3 mm, $\varnothing_{\text{choc}}$ 6 mm..... 133
 Figure IV.46 : Profils radiaux de contrainte σ_{22} à l'interface : HAP 60 et 150 μm , Ti6Al4V 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}}$ 3mm 134
 Figure IV.47 : Extraction du rayon de fissure par une contrainte seuil à partir de profils gaussiens..... 135
 Figure IV.48 : Extraction du rayon de fissure par une contrainte seuil à partir de profils non gaussiens 135
 Figure IV.49 : Abaques de la contrainte maximale à l'interface (GPa) en fonction du flux (GW/cm²)..... 136
 Figure IV.50 : Abaques des courbes LASAT pour des systèmes HAP 150 μm Ti6Al4V 2 mm 137

CHAPITRE V

Figure V.1 : Schémas de la préparation de l'échantillon, de l'essai de traction (2) et exemple de courbe exp 143
 Figure V.2 : Vue en coupe de plots encollés pour HAP APS 150 et 60 μm (MEB, e⁻ rétrodiffusés)..... 144
 Figure V.3 : Vue en coupe (optique) des plots encollés avant et après dissolution du HAP 60 et 150 μm 144
 Figure V.4 : Vue en coupe (MEB, e⁻ rétrodiffusés) de plots encollés pour les bulles d'air dans la colle..... 145
 Figure V.5 : Surfaces après rupture de plots et contre-plots présentant des problèmes d'adhésif (HAP 60 μm).. 145
 Figure V.6 : Résultats de l'essai de plots collés sur la FM 1000 uniquement..... 146
 Figure V.7 : Mesures d'allongement par extensomètres, essais de plots collés sur N1 (HAP APS 150 μm) 147
 Figure V.8 : Surface de rupture après essai de traction par plots collés HAP 60 μm 148
 Figure V.9 : Surface de rupture après essai de traction par plots collés, Nuances N1 et N2, HAP 150 μm 149
 Figure V.10 : Essais de traction sur des plots collés avec pré-fissuration LASAT 150
 Figure V.11 : Maillage de l'échantillon pour l'essai de plots collés..... 151
 Figure V.12 : K_{Ic} pour des modélisations avec fissures LASAT au centre (4mm) et en périphérie (50 μm) 151
 Figure V.13 : Schéma de l'essai d'adhérence par rayure simple à force croissante (méthode n°1) 153
 Figure V.14 : Courbe de pénétration de pointe pour des échantillons de 60 et 150 μm (cas de N1)..... 153
 Figure V.15 : Courbes de forces de frottement Ft et d'émission acoustique AE nuances N1 et N2, HAP 150 μm 154
 Figure V.16 : Rayures à force croissantes vues de dessus sur les nuances N1 et N2 HAP 60 et 150 μm 155
 Figure V.17 : Schéma de l'essai par rayure sur coupe polie [ISO 27307, 2015] (méthode n°2) 156
 Figure V.18 : Essais de rayage sur coupe enrobée polie par nano indentation (N1, HAP 150 μm) 157
 Figure V.19 : Essais de rayage sur coupe enrobée polie par micro indentation (N1, HAP 150 μm) 157
 Figure V.20 : Schéma de l'essai par rayures parallèles à intervalles décroissants (méthode n°3) 158
 Figure V.21 : Echantillons après essais de rayures parallèles N1 et N2 (HAP 60 et 150 μm , plaquettes) 159
 Figure V.22 : Résultats de l'essai de rayures parallèles nuances N1 et N2, (HAP 60 et 150 μm , plaquettes) 159
 Figure V.23 : Courbes LASAT nuance N1 (plaquettes), HAP 60/150 μm , Ti6Al4V 2 /3mm et $\varnothing_{\text{choc}}$ 3, 6 et 10mm 161
 Figure V.24 : Seuils LASAT nuance N1 (plaquettes), HAP 60/150 μm , Ti6Al4V 2 /3mm et $\varnothing_{\text{choc}}$ 3, 6 et 10mm. 162
 Figure V.25 : Influence de l'épaisseur de dépôt sur une courbe LASAT (Ti6Al4V 2 mm, $\varnothing_{\text{choc}} = 6$ mm) 163
 Figure V.26 : Influence de la taille de substrat (disques) sur courbe LASAT, HAP 150 μm , $\varnothing_{\text{choc}}=6$ mm 164
 Figure V.27 : Influence de l'épaisseur de substrat (plaquettes) sur courbe LASAT (HAP_150 μm , $\varnothing_{\text{choc}}=6$ mm)..... 165
 Figure V.28 : Vue en coupe optique d'un adhésif PVC noir (3M) sur feuillard Al après ablation laser 167
 Figure V.29 : Courbe LASAT choc face céramique N1, HAP 150 μm , Ti6Al4V 2mm, $\varnothing_{\text{choc}}=3$ mm (N1) 168
 Figure V.30 : Courbes LASAT chocs face céramique N1, HAP 60/150 μm , Ti6Al4V 2/3 mm, $\varnothing_{\text{choc}}=3$ mm 168
 Figure V.31 : Courbes LASAT chocs face métal et céramique, N1, HAP 150 μm , Ti6Al4V3 mm et $\varnothing_{\text{choc}}$ 3 mm..... 169
 Figure V.32 : Courbes LASAT simulées avec seuil d'adhérence à 200 et 400 MPa, HAP 150 μm et 60 μm 171
 Figure V.33 : Courbes LASAT simulées avec seuil d'adhérence à 200MPa, Ti6Al4V 2 et 3 mm (HA 150/60 μm). 172
 Figure V.34 : Courbes LASAT simulées avec seuil d'adhérence à 200MPa pour $\varnothing_{\text{choc}}$ 3 et 6 mm..... 173
 Figure V.35 : Superposition des courbes LASAT aux abaques numériques pour N1 HAP 60 μm 175
 Figure V.36 : Superposition des courbes LASAT aux abaques numériques pour N1 HAP 150 μm 176
 Figure V.37 : Courbes LASAT pour les nuances N1 et N2 (plaquettes) $\varnothing_{\text{choc}}$ 3 mm et images IR..... 178
 Figure V.38 : Exemple de résultats LASAT à hauts flux nuances N1 et N2, HAP 60 μm , $\varnothing_{\text{choc}}$ 3 mm et images IR. 179
 Figure V.39 : Courbes LASAT pour les nuances N1 et N2 (plaquettes), $\varnothing_{\text{choc}}$ 6 mm et images IR..... 180
 Figure V.40 : Courbes LASAT pour les nuances N1 et N2 (disques), $\varnothing_{\text{choc}}$ 6 mm et images IR..... 181

Figure V.41 : Résultats LASAT sur les nuances N1 et N6, $\varnothing_{\text{choc}}=6$ mm, HAP 150 μm et images IR.....	182
Figure V.42 : Mesures de fissures (IR) pour trois consignes de flux corrigés par la lecture du pulse, nuance N1	184
Figure V.43 : Courbes LASAT moyennes par 2 opérateurs, N1 et N2, HAP 150 μm Ti6Al4V 3mm, $\varnothing_{\text{choc}}=6\text{mm}$	186
Figure V.44 : Courbes LASAT moyenne sur un lot N1 et N2 ($\varnothing_{\text{choc}}=6\text{mm}$, HAP150 μm Ti6Al4V3 mm).....	187
Figure V.45 : Superposition des résultats de l'étude R&R sur N1 et N2 avec les abaques numériques.....	189

CHAPITRE VI

Figure VI.1 : Exemples de surfaces après rupture des nuances VPS (N4, N4bis et N5) et APS (N1)	194
Figure VI.2 : Vues de dessus après essai de rayages parallèles, HAP (VPS) 150 et 60 μm , Nuances N4 et N5	196
Figure VI.3: Résultat de l'essai de rayures parallèles pour les nuances N4 et N5	197
Figure VI.4 : Signaux VISAR CoCrMo et Ti6Al4V ILM directe et choc sur milieu ablateur (scotch noir)	198
Figure VI.5: Profils de vitesse de surface libre, chocs face céramique, N4 (HAP VPS 60 et 150 μm)	200
Figure VI.6 : Profils de vitesse pour des chocs côté céramique sur N1 et N4 ($\varnothing_{\text{choc}} = 3$ mm, $F = 1,6$ GW/cm ²)	201
Figure VI.7 : Profils radiaux de contrainte pour HAP VPS et APS de 150 et 60 μm	202
Figure VI.8 : Abaques numériques de courbes LASAT pour les systèmes APS et VPS.....	203
Figure VI.9 : Influence du diamètre de choc sur les courbes LASAT de Nuance N4	205
Figure VI.10 : Influence de l'épaisseur de dépôt sur les courbes LASAT de nuance N4	206
Figure VI.11 : Influence de l'épaisseur de substrat sur les courbes LASAT de la nuance N4	206
Figure VI.12 : Courbes LASAT en configuration de choc face céramique pour des systèmes VPS nuance N4.....	207
Figure VI.13 : Courbes LASAT sur les systèmes N1 (Ti6Al4V/HAP-APS) et N4 bis (Ti6Al4V/HAP-VPS).....	208
Figure VI.14: Courbes LASAT sur les systèmes N4 (CoCrMo/HAP-VPS) et N4 bis (Ti6Al4V/HAP-VPS)	209
Figure VI.15 : Hauteur de cloque en fonction du diamètre de fissure associé, N4, HA 60 μm , $\varnothing_{\text{choc}}$ 3 et 6 mm	210
Figure VI.16 : Images IR après essais LASAT nuance N5 (CoCrMo/Ti/HAP-VPS), $\varnothing_{\text{choc}}$ 3 et 6 mm, HA 150/60....	211
Figure VI.17 : Courbes LASAT sur les nuances N5 (CoCrMo/Ti/HAP-VPS) et N4 (CoCrMo/HAP-VPS).....	211
Figure VI.18: Courbes LASAT (chocs face céramique) sur les nuances N5 et N4	212
Figure VI.19 : Essais LASAT sur une cupule de prothèse de hanche (configuration de tir, optique et IR)	214
Figure VI.20 : Résultat de l'essai LASAT sur cupule de prothèse de hanche	214
Figure VI.21 : Essai LASAT sur une tige de prothèse de hanche, (configuration de tir, optique et IR)	215

Annexe A : Diffraction à rayons X

Les mesures de diffraction à rayons X de cette étude ont été réalisées avec la même machine dont les caractéristiques sont rassemblées dans le Tableau A.1 .

<u>DIFFRACTOMETRE</u>	INEL - EQUINOX 3000 avec détecteur CPS 120 – MIC-03
<u>A RAYONS X</u>	Résolution & Reproductibilité pouvant aller jusqu'à 0,015° 2θ Compteur courbe Anticathode du tube à rayons X = Cobalt
<u>CARACTERISTIQUES DE L'APPAREIL</u>	$\lambda = 1.78897000 \text{ \AA}$ Monochromateur au germanium Fente de 100 μm x 4 mm Logiciels : SYMPHONIX et MATCH Porte échantillon tournant
<u>CONDITIONS D'ENREGISTREMENT</u>	HT = 30 kV I = 30 mA Temps d'acquisition = 30 minutes
<u>LOGICIELS</u>	SYMPHONIX – MATCH – WINDIF
<u>Appareil spectro IR</u>	IRTF NOG-01
<u>Condition d'enregistrement (IR)</u>	Transmission Absorbance 400 – 4000 cm^{-1} 100 4 cm^{-1}

Tableau A.1 : Caractéristique de l'appareil de mesure pour de diffraction à rayon X.

Toutes les méthodes évoquées ici ont été développées en interne au CRITT MDTs de Charleville-Mézières et suivent les normes en vigueur pour la caractérisation de la composition de l'hydroxyapatite.

Détermination du rapport Ca/P

Le rapport Ca/P témoigne de la stabilité des phases en présence. L'hydroxyapatite est le phosphate de calcium en proportion stoechiométrique, il est donc le plus stable avec un rapport de 1,67. Si le rapport augmente, cela indique la présence de chaux (CaO) et s'il diminue il suggère la création de phases étrangères. La poudre testée est obtenue par grattage de la surface puis elle est calcinée afin de la rendre cristalline. Il est déterminé par les mesures de rapport d'intensité intégrée des raies pour les angles mentionnés dans le Tableau A.2.

Des abaques HAP/PTC β et HAP/CaO ont été réalisés au préalable avec des mélanges standards obtenus à partir de mix de produits purs connus. De ces abaques découle le rapport Ca/P. La valeur du rapport Ca/P résulte de la moyenne d'au moins 3 acquisitions.

	HAP	β -TCP	CaO	α -TCP	TTCP
Raies (Å)	3,08	2,631	2,88	2,405	2,905

Tableau A.2 : Distance interatomiques caractéristiques des phases présentes dans le dépôt d'hydroxyapatite projeté par plasma

Quantification de la présence des phases étrangères

La quantification des phases étrangères est effectuée par les mesures de rapport d'intensité intégrée des raies (voir Tableau A.2). Des abaques ont été au préalable réalisés, avec des mélanges standards, obtenus à partir, d'une part de produits purs formellement identifiés par leur diagramme de diffraction et d'autre part, d'hydroxyapatite stœchiométrique pure. Les pourcentages des phases étrangères sont déterminés d'après ces abaques à partir de l'intensité de chaque raie. Les valeurs de proportion des phases étrangères résultent de la moyenne d'au moins 3 acquisitions.

Phase	α -TCP	β -TCP	TTCP	CaO
Limite de détection (%)	0,98	0,81	0,92	0,18

Tableau A.3 : Limite de détection des phases du dépôt d'hydroxyapatite projeté par plasma

Détermination du pourcentage de cristallinité

Le rapport de la somme des intensités intégrées des raies (HAP) de la poudre à analyser sur la somme des intensités intégrées de la poudre témoin, exprimé en pourcentage, donne la cristallinité de l'échantillon. Les raies analysées pour cette mesure sont les suivantes {3,44Å ; 3,17Å ; 3,08Å ; 2,81Å ; 2,78Å ; 2,72Å ; 2,63Å ; 2,26Å ; 1,94Å ; 1,84Å}. La valeur du pourcentage de cristallinité résulte de la moyenne d'au moins 3 acquisitions.

$$\% \text{ Cristallinité} = \frac{\text{Somme des 10 intensités intégrées de l'échantillon}}{\text{Somme des 10 intensités intégrées de la référence HAP}} \times 100$$

Les Figure A.1 et Figure A.2 présentent les résultats obtenus par DRX et spectrométrie d'absorption infrarouge pour le dépôt d'hydroxyapatite projeté sous air (APS).

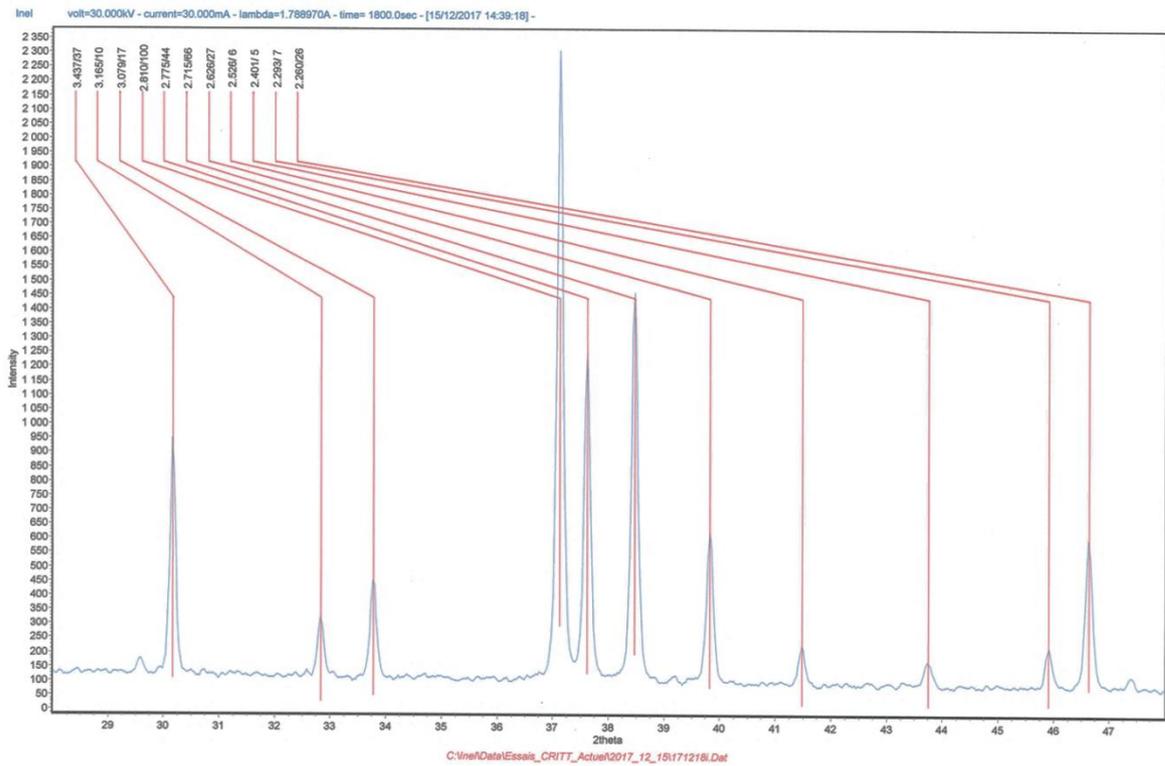


Figure A.1 : Diffractogramme du dépôt d'hydroxyapatite après projection sous air (APS)

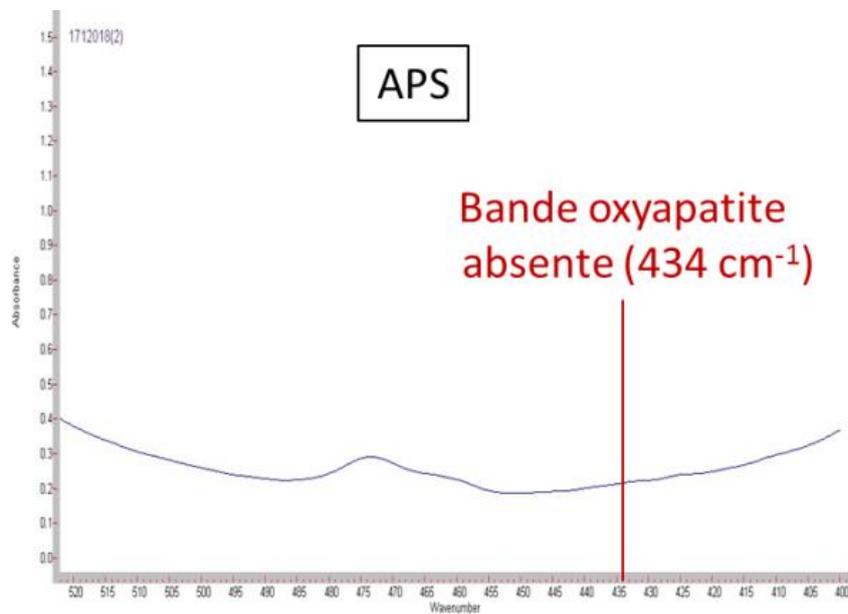


Figure A.2 Résultat de spectrométrie d'absorption infrarouge pour le dépôt d'hydroxyapatite après projection sous air (APS) pour vérifier l'absence d'oxyapatite

Annexe B : Lois de comportement pour la modélisation

La modélisation numérique du choc laser dans les systèmes Ti6Al4V/HAP a nécessité une mise en donnée des matériaux de façon à reproduire leur comportement au cours de la sollicitation. Dans le cas du choc laser, trois domaines de comportement peuvent être appliqués aux matériaux selon que l'on considère des comportements élastiques, hydrodynamiques ou viscoplastiques. D'abord, les matériaux sont définis par leur densité ρ_0 , leur module d'Young E et leur coefficient de Poisson ν qui servent à calculer le module de cisaillement G .

$$G = \frac{E}{2(1 + \nu)}$$

La modélisation du système utilise ensuite l'équation d'état de Mie-Gruneisen (Us-Up dans Abaqus/Explicit). Elle calcule la pression à partir du module d'Young et de la densité mais aussi de C_0 , vitesse du son dans le matériau, s (matériau dépendant) et Γ_0 , coefficient de Gruneisen. Cette équation relie les grandeurs thermodynamiques.

$$P = \frac{\rho_0 C_0^2 * \left(1 - \frac{\rho_0}{\rho}\right) * \left(1 - \frac{\Gamma_0}{2} \left(1 - \frac{\rho_0}{\rho}\right)\right)}{\left(1 - s \left(1 - \frac{\rho_0}{\rho}\right)\right)^2} + \Gamma_0 E$$

Enfin, pour prendre en compte les effets viscoplastiques et la température, le modèle du matériau inclut les données suivant l'équation de Johnson-Cook :

$$\sigma = \left(A + B * \epsilon_p^n\right) * \left(1 + C * \ln\left(\frac{\dot{\epsilon}}{\dot{\epsilon}_0}\right)\right) * \left(1 - \left(\frac{T - T_0}{T_m - T_0}\right)^m\right)$$

avec $A = Y_0$ la limite élastique, B le module d'écrouissage, ϵ_p la déformation plastique, n le coefficient d'écrouissage, C le coefficient pour le taux de déformation, $\dot{\epsilon}_0$ le taux de déformation de référence T_0 la température de référence, T_m la température de fusion et m l'exposant sur la température.

Annexe C : Complément de résultats de modélisation

L'ensemble des résultats obtenus avec la modélisation numérique du choc laser sur le système N1 (Ti6Al4V/HAP-APS) n'a pas pu être inclus dans le Chapitre IV. Cette annexe regroupe des résultats complémentaires sur les systèmes à dépôt fins et à substrat épais. Dans le cas du dépôt fin, les profils de contrainte à l'interface ont été calculés pour des pressions d'entrée comprises entre 0,1 et 1,0 GPa (Figure C.1) et ont permis d'obtenir des abaques de courbes LASAT (Figure C.2).

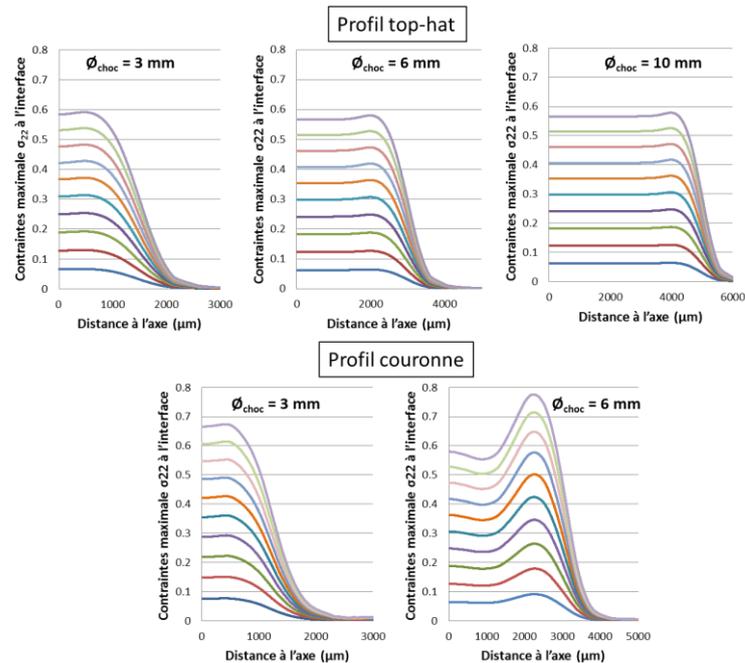


Figure C.1 : Profils radiaux de contrainte maximale de traction S_{22} à l'interface, $P_{MAX} = [0,1 - 1 \text{ GPa}]$, profil top-hat (ϕ_{choc} 3, 6 et 10 mm) et couronne (ϕ_{choc} 3 et 6 mm), HAP 60 μm , Ti6Al4V 2mm

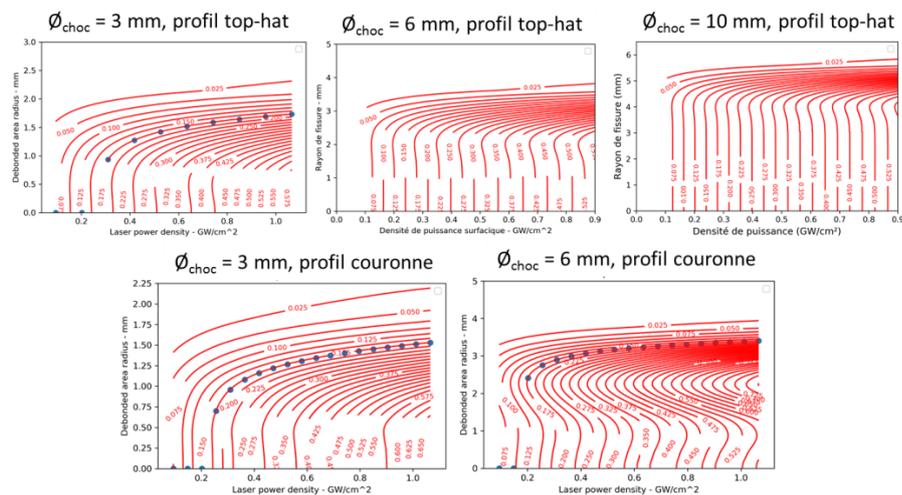


Figure C.2 : Abaques des courbes LASAT pour des systèmes HAP 60 μm Ti6Al4V 2 mm

Les substrats d'épaisseur 3 mm ont aussi été investigués en modélisation numérique pour un dépôt de 150 μm . Les profils de contrainte à l'interface ont été extraits pour des pressions d'entrée comprises entre 0,1 et 1,0 GPa (Figure C.3). Comme pour le substrat 2 mm, des cartographies de la pression (Figure C.4 et Figure C.5) ont permis d'étudier les effets tridimensionnels dans des substrats épais pour les deux diamètres de choc (3 et 6 mm) et les deux profils (top-hat et couronne)

C. Complément de résultats de modélisation

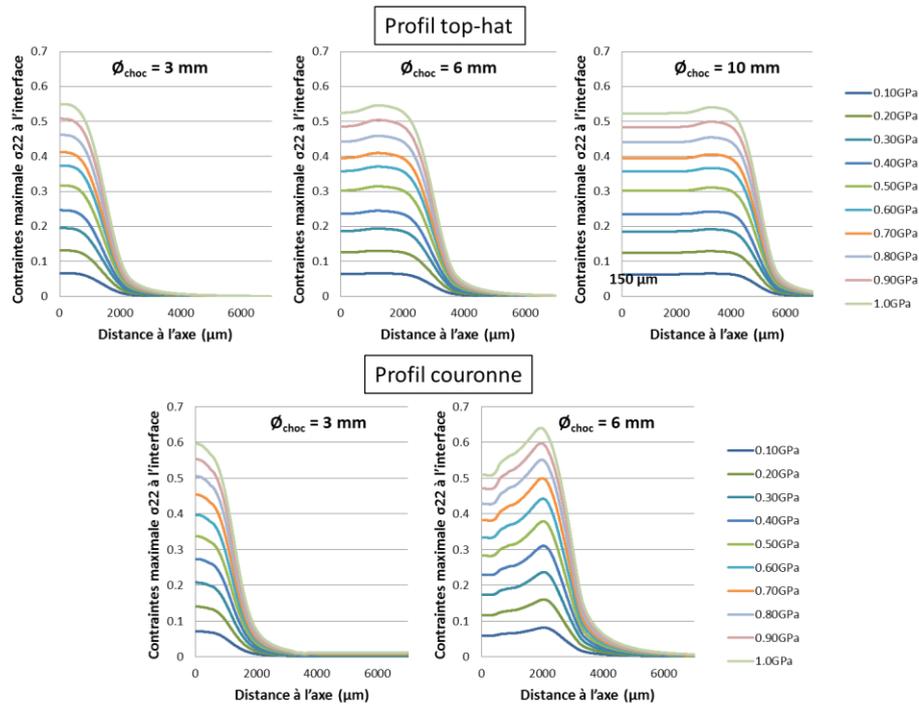


Figure C.3 : Profils radiaux de contrainte maximale de traction S22 à l'interface, $P_{MAX} = [0,1 - 1 \text{ GPa}]$, profil top-hat (\varnothing_{choc} 3, 6 et 10 mm) et couronne (\varnothing_{choc} 3 et 6mm), HAP 150 μm , Ti6Al4V 3mm

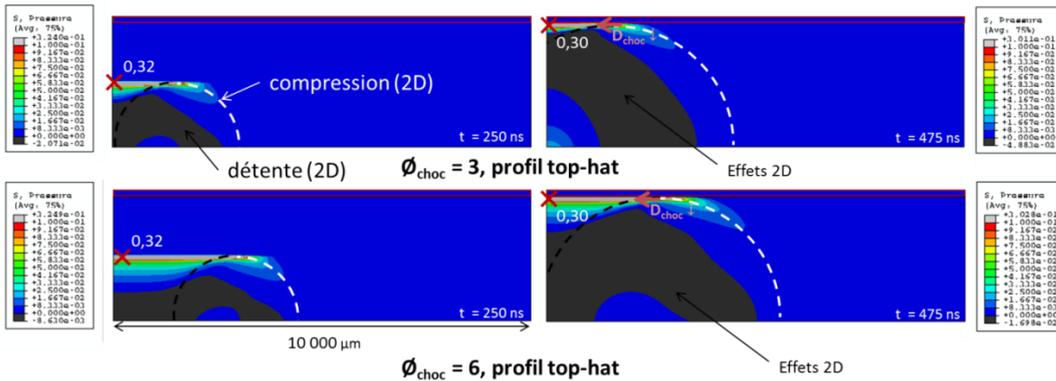


Figure C.4 : Cartographies de pression à 250 ns et 475ns pour le profil top-hat pour les diamètres 3, et 6 mm, $P_{max} = 0,5 \text{ GPa}$, Ti6Al4V 3mm HAP 150 μm

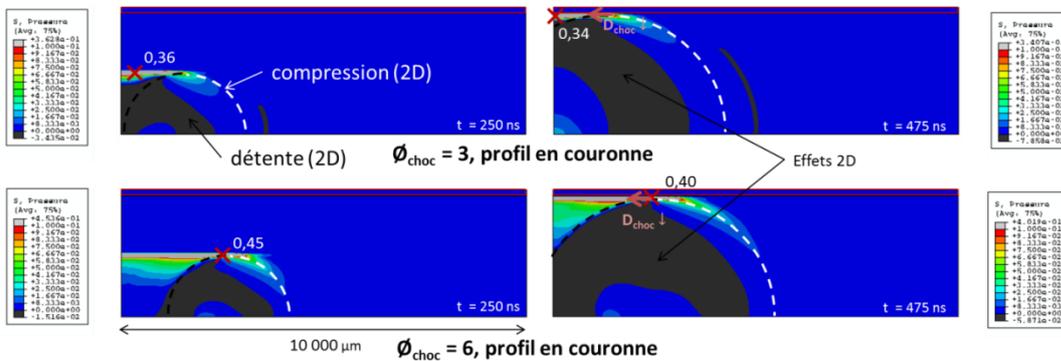


Figure C.5 : Cartographies de pression à 250 ns et 475ns pour le profil couronne pour les diamètres 3, et 6 mm, $P_{max} = 0,5 \text{ GPa}$, Ti6Al4V 3mm HAP 150 μm

Ces modélisations numériques ont bien sûr conduit à la construction de courbes d'étalonnage de la contrainte maximale à l'interface en fonction de la densité de puissance (Figure C.6) et à des abaques de courbes LASAT (Figure C.7) pour l'ensemble des configurations.

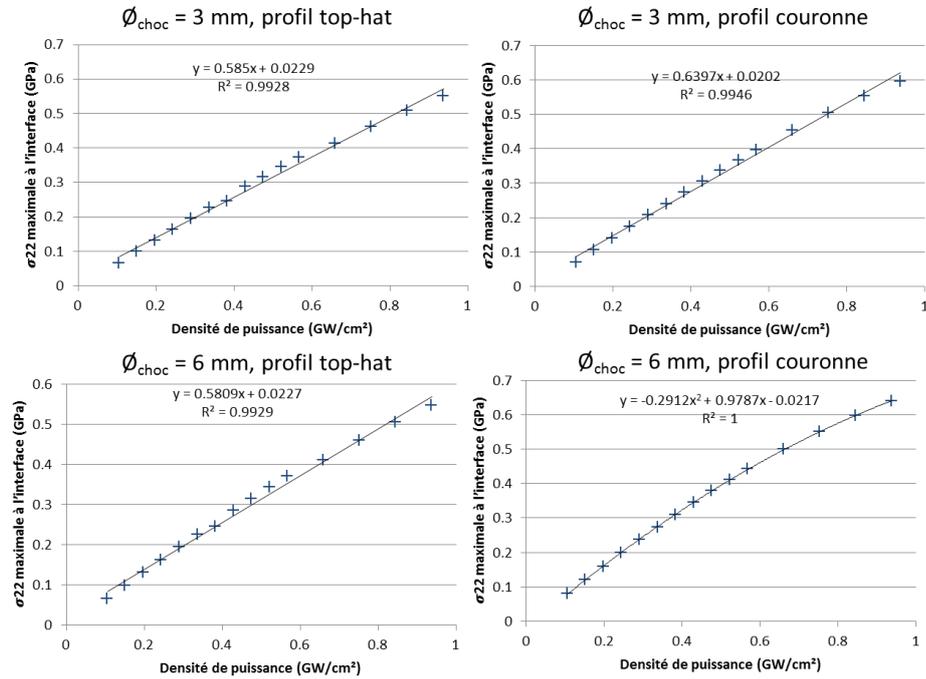


Figure C.6 : Courbes d'étalonnage de la contrainte maximale à l'interface (GPa) en fonction de la densité de puissance (GW/cm^2), Ti6Al4V 3 mm, HAP 150 μm , profils top-hat et couronne

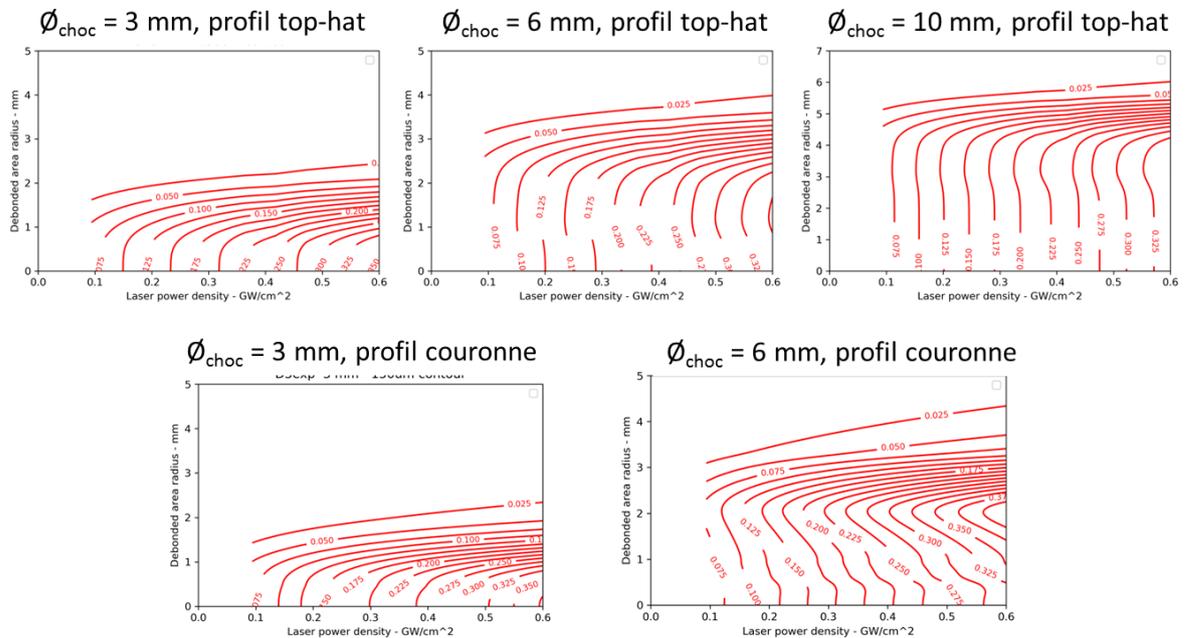


Figure C.7 : Abaques des courbes LASAT pour des systèmes HAP 150 μm Ti6Al4V 3 mm

Annexe D : Calcul de K_{IC} et K_{IIC}

Cette annexe présente le développement de l'expression du facteur d'intensité de contrainte complexe dans le but d'obtenir les deux formules utilisées dans le chapitre V pour le calcul des K_{IC} et K_{IIC} .

D'après Hutchison et Suo [Hutchinson and Suo, 1991], dans le cas d'une sollicitation mixte (modes I et II), le facteur d'intensité des contraintes complexes s'écrit :

$$K = K_I + iK_{II}$$

D'autre part, Rice exprime le facteur d'intensité de contrainte à l'interface d'un bi-matériau en fonction des contraintes des modes I et II [Rice, 1988] :

$$K = (\sigma_{yy}^{\infty} + i\sigma_{xy}^{\infty})(1 + 2i\epsilon)L^{-i\epsilon} \sqrt{\frac{\pi L}{2}}$$

Avec L la longueur de fissure et ϵ la constante d'hétérogénéité élastique présentée dans le chapitre I (I.2.1.3). On écrit :

$$L^{-i\epsilon} = \exp(\ln(L^{-i\epsilon})) = \exp(-i\epsilon \ln(L)) = \cos(\epsilon \ln(L)) - i \sin(\epsilon \ln(L))$$

On suppose que $\sigma_{xy}^{\infty} = 0$ et on pose $\sigma_{yy}^{\infty} = \sigma$, alors on peut écrire ;

$$\frac{K}{\sigma \sqrt{\frac{\pi L}{2}}} = (1 + 2i\epsilon)(\cos(\epsilon \ln(L)) - i \sin(\epsilon \ln(L)))$$

$$\frac{K}{\sigma \sqrt{\frac{\pi L}{2}}} = \cos(\epsilon \ln(L)) + 2\epsilon \sin(\epsilon \ln(L)) + i[2\epsilon \cos(\epsilon \ln(L)) - \sin(\epsilon \ln(L))]$$

Par identification on obtient :

$$K_I = \sigma \sqrt{\frac{\pi L}{2}} [\cos(\epsilon \ln(L)) + 2\epsilon \sin(\epsilon \ln(L))] \text{ et } K_{II} = \sigma \sqrt{\frac{\pi L}{2}} [2\epsilon \cos(\epsilon \ln(L)) - \sin(\epsilon \ln(L))]$$

RÉSUMÉ

Du fait de ses caractéristiques originales (méthode sans contact et locale, répétabilité et reproductibilité avérées des tirs lasers sur dépôts projetés), LASAT (LAsER Shock Adhesion Test) représente une méthode alternative prometteuse pour soutenir les fabricants de prothèses biomédicales dans leurs développements procédés/produits puis la mise sur le marché. Une méthode LASAT a été développée sur des dépôts biocompatibles pour répondre au mieux à la problématique liée à la mise en œuvre d'un essai d'adhérence rapide et robuste dont on envisage à terme la normalisation. L'étude approfondie des dépôts biocompatibles soumis à la décohésion au choc laser a permis d'optimiser les protocoles d'essais et la caractérisation des phénomènes impactant la tenue mécanique des interfaces (effets tridimensionnels) en relation avec la fissuration identifiée par des contrôles non destructifs. L'étude de la faisabilité de la technique sur différents biomatériaux industriels, le choix d'un protocole d'essai complet et transférable a été étayée par la réalisation d'évaluations croisées par diverses méthodes de mesure (plots collés et essais de micro/nano-indentation) ou de calculs de la tenue mécanique interfaciale. L'étude de la robustesse (répétabilité et reproductibilité) et de la fiabilité du LASAT sont les indicateurs principaux de cette étude.

MOTS CLÉS

Revêtement biocompatible, Hydroxyapatite, adhérence, Projection plasma, Matériaux poreux, LASAT, Choc laser, Contrôles Non Destructifs

ABSTRACT

The LASAT (Laser Shock Adhesion Test) represents a promising alternative method to support manufacturers of biomedical prostheses in their process / product developments, entering market. A LASAT method has been developed on biocompatible deposits in order to respond to the problems associated with the implementation of a fast and robust adhesion test that is expected to be standardized in a near future. The thorough study of biocompatible deposits submitted to laser shock debonding has allowed the optimization of a LASAT protocols and the characterization of phenomena impacting the mechanical strength of interfaces (two-dimensional effects) in relation to the debonding analyzed with non-destructive techniques. The study of the feasibility of the technique on various industrial biomaterials, the choice of a complete and transferable test protocol has been supported by the carrying out of cross-evaluations by various methods of measurement (pull-out and scratch tests) or calculations of interfacial mechanical strength. The study of the robustness (repeatability and reproducibility) and the reliability of LASAT have been the main indicators of this study.

KEYWORDS

LASAT, Biocompatible coatings, hydroxyapatite, adherence, Laser shock, Porous materials, Plasma spraying, Non Destructive Techniques

