# Caractérisation thermique de revêtements céramiques réfractaires par projection plasma de suspensions : application aux barrières thermiques

Benjamin BERNARD<sup>1,2\*</sup>, Luc BIANCHI<sup>1</sup>, Vincent SCHICK<sup>2</sup>, Benjamin REMY<sup>2</sup>

<sup>1</sup>CEA DAM Le Ripault BP16 – 37260 Monts <sup>2</sup>Laboratoire d'Energétique et Mécanique Théorique Appliquée (UMR 7563) 2, avenue de la Forêt de Haye TSA 60604 – 54518 Vandoeuvre-lès-Nancy Cedex

\*(auteur correspondant : <u>benjamin.bernard@cea.fr</u>)

**Résumé** – Depuis de nombreuses années, l'industrie aéronautique développe des revêtements dits « barrières thermiques » pour augmenter les performances des turboréacteurs. Ces systèmes complexes permettent en effet l'augmentation des températures de fonctionnement (températures liées aux performances des turboréacteurs par un cycle thermodynamique de Brayton) par la réduction de la température de surface vue par les composants métalliques revêtus. Actuellement, la technique de choix pour la mise en œuvre des revêtements céramiques barrières thermiques demeure l'évaporation sous faisceau d'électron (EB-PVD). Ce choix est essentiellement dû à la structure colonnaire du revêtement qui lui confère une durée de vie étendue en condition de cyclage thermique. Cette structure est en effet capable d'accommoder les contraintes thermomécaniques dues aux différences de coefficients de dilatation thermique entre la céramique et les composants métalliques. Néanmoins, cette technique ne permet plus d'envisager de forte augmentation de température de fonctionnement conductivité thermique relativement élevée des couches céramiques obtenues du fait de la  $(\lambda \sim 1.5 \text{ W/mK} \text{ pour une barrière EB-PVD en YSZ}: ZrO_2-7\% \text{ mass}.Y_2O_3)$ . Le coût de réalisation élevé est également un frein supplémentaire au développement de la technique à l'avenir. La technique de projection plasma APS, moins coûteuse (~ 10 fois moins), est également utilisée par les industriels. Cette dernière permet l'obtention de couches poreuses de plus faible conductivité thermique du fait de la structure lamellaire obtenue. Néanmoins, cette structure est moins tolérante que la structure colonnaire EB-PVD vis-à-vis de l'accommodation des contraintes thermomécaniques. Afin de combiner les avantages de chacune des deux techniques (accommodation des contraintes et faible  $\lambda$ ) la technique de projection plasma de suspensions (SPS) a été employée pour réaliser le dépôt de YSZ. Cette technique permet notamment la réalisation de dépôts « nanostructurés » avec des propriétés remarquables : réduction de la taille des pores, dépôts fortement segmentées. Dans le cas du procédé SPS, des particules d'oxyde (quelques nm  $-1 \mu m$ ) sont injectées au sein du jet plasma via un média liquide. Le traitement des particules (fusion, accélération) fait alors suite à la fragmentation et la vaporisation du solvant employé. De nombreuses études ont montrées la possibilité, par SPS, de réaliser des structures dites « colonnaires » qui sont totalement inaccessibles par APS. Ces dépôts colonnaires SPS ont déjà démontrés leurs capacités à accommoder les contraintes thermomécaniques à l'instar de dépôts EB-PVD. Les valeurs de conductivité thermique de tels dépôts restent cependant à évaluer. Dans cette étude, des résultats de mesures de diffusivité thermique par la technique Flash Laser développée par Parker ainsi que de DSC permettront de déterminer les valeurs de conductivité thermique. Dans un premier temps les valeurs de diffusivité thermique seront obtenues par transformées intégrales en utilisant un modèle bicouche classique détaillé dans cette article. La conductivité thermique de deux dépôts colonnaires par SPS a ensuite été déterminée. La morphologie colonnaire présentant la plus forte compacité possède une conductivité thermique de 0,9 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>. La forte anisotropie des dépôts colonnaires SPS pourra, à l'avenir, amener à la considération d'un modèle prenant en compte l'orientation préférentielle du dépôt.

#### Nomenclature

APS	projection plasma							
Cp	capacité calorifique, $J.kg^{-1}.K^{-1}$							
DSC	calorimétrie différentielle à							
	balayage							
е	épaisseur, m							
EB-PV	D évaporation sous faisceau							
	d'électron							
h	pertes, $W.K^{-1}.m^{-2}$							
K	coefficient de contraste							
MEB	microscopie électronique à balayage							
р	variable de Laplace, s <sup>-1</sup>							
$\overline{q}$	apport d'énergie, J							
S	section, $m^2$							
SPS	projection plasma de suspension							
Т	température, °C ou K							
t	temps, s							
Ve	Vitesse d'éclairement. <i>m/s</i>							

### YSZ Zircone Yttriée (7 % massique Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) Symboles grecs : $\alpha$ diffusivité thermique, $m^2/s$

- $\alpha$  diffusivite thermique, *m*/s
- $\lambda$  conductivité thermique,  $W.m^{-1}.K$
- $\rho$  masse volumique, kg.m<sup>-3</sup>
- $\Theta$  transformée de Laplace de *T*
- $\varphi$  flux,  $W/m^2$
- $\Phi$  transformée de Laplace de  $\varphi$

Indices

- *1,3* numéro de coefficient de contraste
- *i* couche *i*
- s substrat
- d dépôt
- *0* face avant
- *e* face arrière

# 1. Introduction

Depuis de nombreuses années des efforts ont été réalisés afin de proposer de nouvelles barrières thermiques (compositions, architectures et techniques de mises en œuvre innovantes) afin de protéger les pièces métalliques au sein d'un turboréacteur. Une barrière thermique est un système multicouche complexe apposé à un alliage métallique qui permet de prévenir sa dégradation thermique et son oxydation. Une première couche, dite « couche de liaison » qui est souvent une aluminisation de l'alliage, permet lors d'une phase de pré-oxydation de la pièce de créer à sa surface une fine couche d'oxyde (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) qui va permettre de protéger l'alliage de son oxydation à haute température (1150 °C). Dans une certaine mesure la couche d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> va également permettre d'assurer l'adhérence de la couche oxyde déposée en surface. Cette dernière couche, composée d'une céramique réfractaire, actuellement de la zircone yttriée YSZ (avec un pourcentage en Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de 7 % en masse), va permettre de diminuer la température vue par la pièce métallique et ainsi prévenir de sa dégradation thermique.

Actuellement deux techniques sont privilégiées dans l'industrie pour réaliser le dépôt de la couche céramique : l'évaporation sous faisceau d'électron (EB-PVD) et la projection plasma à pression atmosphérique (APS). Dans le cas de l'EB-PVD les structures colonnaires obtenues engendrent les durées de vie les plus élevées. Ceci est imputable à l'accommodation, via la microstructure, des contraintes thermomécaniques (issue de la différence de coefficient de dilatation thermique entre les métaux et la céramique). La microstructure lamellaire, obtenue par projection plasma APS, ne permet quant à elle pas d'accommoder aussi efficacement les contraintes thermomécanique de celle obtenue par EB-PVD par sa plus faible valeur de conductivité thermique  $\lambda$ . En effet, la structure dite lamellaire, résultante de l'étalement et de l'empilement de particules d'oxyde fondues au sein du plasma, va présenter une forte porosité qui permet la diminution de  $\lambda$  dans la direction perpendiculaire à la surface.

À l'heure actuelle, les industriels de l'aéronautique cherchent à augmenter les performances des barrières thermiques tout en diminuant les coûts de fabrication. Ils

souhaitent trouver des solutions pour, à la fois assurer des durées de vie comparables au couches YSZ par EB-PVD, tout en diminuant la valeur de  $\lambda$  afin d'augmenter les rendements des turboréacteurs. Dans cette optique, la réalisation de couches céramiques réalisées par projection plasma de suspension (SPS) est évaluées. Cette technique permet, via l'emploi d'un milieu liquide, l'injection de nanoparticules au sein d'un jet plasma. La taille très fine des particules traitées puis déposées par l'écoulement plasma permet de réaliser des dépôts avec des porosités de tailles nanométriques [1], très intéressants du point de vue de la conductivité thermique. Des études récentes font état de structures dites « colonnaires » obtenues par SPS qui sembleraient être un bon compromis entre les structures EB-PVD pour la durée de vie et les structures APS pour la faible valeur de  $\lambda$  [2,3]. Néanmoins, même si certaines valeurs de conductivité thermique  $\lambda$  ont été données dans la littérature pour des couches SPS (colonnaire ou non) [3,4,5], la méthode pour déterminer les valeurs de diffusivité thermique  $\alpha$  ou la capacité volumique  $\rho Cp$  qui sont nécessaires au calcul de  $\lambda$  n'est pas toujours précisées.

Dans cette étude la projection plasma de suspension (SPS) a été employée pour réaliser les dépôts de YSZ colonnaires. Deux nuances de microstructures colonnaires par SPS seront réalisées et décrites en deuxième partie avant de déterminer les propriétés thermiques des dépôts SPS ( $\alpha$ ,  $\rho Cp$ ,  $\lambda$ ). La méthode d'estimation de la diffusivité thermique  $\alpha$  sera en particulier décrite dans la troisième partie et les résultats seront données en partie quatre.

# 2. Réalisation des dépôts SPS et analyse de la microstructure

Les dépôts sont réalisés au sein d'une enceinte fermée et ventilée maintenue à pression atmosphérique sous air. Une torche F4-VB Oerlikon Metco (Wohlen, Suisse), dont le diamètre de sortie de tuyère est 6 mm, permet l'obtention d'un jet plasma par ionisation d'un mélange plasmagène (Ar, He, H<sub>2</sub>). L'enthalpie massique moyenne du plasma est dans notre cas fixée à 20 kJ/g. Les substrats sablés sont fixés sur un cylindre à 8 facettes. La suspension de YSZ (diamètre moyen des particules < 300 nm) dans l'éthanol est fournie par Treibacher Industry AG (Althofen, Autriche) et est maintenue sous agitation dans un pot sous pression puis injectée mécaniquement au sein du jet plasma durant le dépôt. Lors de la projection, la torche réalise un mouvement vertical de va et vient tandis que le cylindre est en rotation. Il est ainsi possible de recouvrir de façon homogène les substrats. La vitesse de balayage de la torche devant le substrat peut être caractérisée par la vitesse d'éclairement *Ve*. Enfin un système de refroidissement cryogénique permet de refroidir les substrats lors du dépôt. Une illustration du procédé SPS ainsi que du dispositif expérimental est donnée en Figure 1.



Figure 1 : Schéma de principe du SPS à gauche et configuration expérimentale à droite

À l'heure actuelle, aucun mécanisme de formation n'a été réellement approuvé par la communauté scientifique pour expliquer ces structures colonnaires obtenues par SPS. Néanmoins, la théorie qui semble la plus plausible pour expliquer l'apparition de ces structures atypiques, résiderait en la déviation des plus petites particules au sein du jet plasma.

En effet, à l'approche du substrat le jet plasma est dévié et les plus fines particules seraient entraînées par le jet, acquérant ainsi une vitesse dont la composante est perpendiculaire au substrat. Ceci permettrait la croissance à la fois normale et latérale des colonnes (en forme de cône) autour des aspérités du substrat [6]. En suivant cette logique de croissance, il semblerait possible en jouant sur des paramètres inhérents à la cinétique de dépôt (comme la vitesse d'éclairement Ve de la torche), de moduler la morphologie des colonnes obtenues et notamment leur diamètre. Les conditions de projection employées sont données en Tableau 1 et les microstructures associées en Figure 2

	Ve
	mm/s
Colonnaire A	1000
Colonnaire B	1500

Tableau 1 : paramètres de projection lors desdépôts SPS



Figure 2 : microstructures obtenus avec les paramètres du Tableau 1

L'analyse des diamètres des colonnes a été réalisée sur des clichés MEB en surface de dépôts colonnaires A et B pour différentes épaisseurs via le logiciel ImageJ. Les résultats, présentés en Figure 3 montrent que la distribution en taille des colonnes est plus resserrée pour la structure colonnaire B. Dans ce cas, la vitesse d'éclairement qui augmente de 1000 à 1500 mm/s par rapport à la structure colonnaire A, mène à une vitesse de croissance de la couche YSZ (épaisseur déposée par passage de torche) plus faible. En effet, la vitesse de croissance normale de la couche colonnaire B est mesurée à 0,70 µm/passe contre 1,15 µm/passe pour la structure colonnaire A. Cette vitesse de croissance, plus faible, permet une meilleure organisation du dépôt lors de sa croissance, les colonnaire A et B) ont ensuite été déterminées par méthode Flash. Le modèle utilisé pour déterminer la valeur de  $\alpha$  est décrit dans la partie suivante. Les résultats et interprétations seront donnés en dernière partie



Figure 3 : Distribution des diamètres mesurés expérimentalement en surface des échantillons.

# **3.** Détermination de la diffusivité thermique par transformation intégrale et méthode quadripôle

Un modèle bicouche, avec prise en compte des pertes, a été utilisé dans cette étude. Celuici consiste à réaliser deux expériences de type « flash », où l'évolution temporelle de la température en face arrière (thermogramme) est mesurée. La première mesure permet de caractériser la diffusivité thermique du substrat seul  $\alpha_s$ . La seconde mesure est réalisée sur le système bicouche substrat/dépôt SPS afin de caractériser la valeur de  $\alpha_d$  du dépôt SPS. Le principe de cette méthode est schématisé en Figure 4.



Figure 4 : Principe de la méthode et conditions associées

Afin de résoudre ce système, la méthode des quadripôles thermiques, décrite par Maillet *et al.* [7], a été employée. Cette méthode permet de résoudre l'équation de la chaleur dans l'espace de Laplace où  $\Theta(z,p)$  et  $\Phi(z,p)$  représentent les transformées de Laplace de la température T(z,t) et du flux  $\varphi(z,t)$  (voir équations (1) et (2)).

$$\Theta(z,p) = \int_0^\infty T(z,t) \exp(-pt) dt \tag{1}$$

$$\Phi(z,p) = \int_0^\infty \varphi(z,t) \exp(-pt) dt$$
(2)

L'équation de la chaleur dans l'espace de Laplace ne dépend ainsi que de la variable d'espace z en considérant que le transfert de chaleur est unidirectionnel selon l'épaisseur de l'échantillon *i* de section *S* analysé et que T(z,0) = 0. On obtient ainsi l'équation (3).

$$\Phi(z,p) = -\lambda_i S \frac{d\Theta(z,p)}{dz} \quad \text{où}: \quad \lambda_i = \alpha_i \rho_i C p_i$$
(3)

En tenant compte des conditions aux limites identifiées précédemment (voir Figure 4), il est possible de résoudre l'équation (3). La solution est donnée en équation (4) avec le formalisme quadripolaire. Ainsi, la température T et le flux  $\varphi$  en face avant et arrière de l'échantillon (indice 0 et e) sont reliés dans l'espace de Laplace par le biais de matrices de passages. Ces matrices tiennent compte des réponses du substrat et du dépôt (indices s et d) ainsi que des pertes h considérées identiques en face avant (z = 0) et en face arrière (z = e) de l'échantillon. L'équation (4) peut être illustrée par le schéma équivalent du système (par analogie électrique) qui est donné en Figure 5.

$$\begin{bmatrix} \Theta_0(z,p) \\ \Phi_0(z,p) \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ hS & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_s & B_s \\ C_s & A_s \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_d & B_d \\ C_d & A_d \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 & 0 \\ hS & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \Theta_e(z,p) \\ \Theta_e(z,p) \end{bmatrix}$$
(4)

$$O\hat{u}: A_i = D_i = \cos h\left(\sqrt{\frac{p}{\alpha_i}}e_i\right); B_i = \frac{1}{\lambda_i\sqrt{\frac{p}{\alpha_i}}S}\sin h\left(\sqrt{\frac{p}{\alpha_i}}e_i\right); C_i = \lambda_i\sqrt{\frac{p}{\alpha_i}}S\sinh(\sqrt{\frac{p}{\alpha_i}}e_i) \text{ et } i = s, d$$

Modélisation de l'expérience par analogie électrique								Représentation électrique d'un quadripôle					
$\Theta_0$	Quad Pertes ( 1 hS	ripôle (entrée) 0 1	$Quad Réponse d$ $- A_S$ $- C_S$	lripôle lu substrat B <sub>S</sub> D <sub>S</sub>	Quad Réponse $A_d$ $C_d$	$\begin{bmatrix} ripôle \\ du dépôt \\ B_d \\ D_d \end{bmatrix}$	Quadri, Pertes (s 1 hS	ipôle iortie) 0	$ \begin{bmatrix} \Phi_e \\ \bullet \\ $	$\begin{array}{c c} & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & &$	$=\frac{A_i-1}{C_i}$	$Z_{2l} = \frac{D_l - 1}{C_l}$ $Z_{3l} = \frac{1}{C_l}$	$\Phi_e$ $\Theta_e$

Figure 5 : Analogie électrique par méthode quadripôle décrivant le système dans l'espace de Laplace

L'équation (4) subit ensuite une inversion numérique de Laplace sous Matlab selon l'algorithme de De Hoog *et al.* [8] afin d'obtenir l'évolution temporelle de la température en face arrière de l'échantillon. La valeur de  $\alpha_d$  est ensuite obtenue à partir d'une estimation de type « moindres carrés non linéaire » en utilisant l'algorithme régularisé de Levenberg-Marquardt [9,10]. Les paramètres sensibles lors de l'inversion numérique peuvent être estimés par la méthode du contraste thermique décrit par Remy *et al.* [11]. Dans notre cas nous considérons les coefficients de contrastes  $K_1$  et  $K_3$  (voir Figure 6) qui illustrent la sensibilité du modèle aux valeurs de  $\alpha_d$  ( $K_1$ ) et de  $\rho_d Cp_d$  ( $K_3$ ).



Figure 6 : Courbes de sensibilités réduites aux deux coefficients K<sub>1</sub> et K<sub>3</sub>.

Le profil des courbes de sensibilités réduites, donné en Figure 6, montre que les coefficients de contrastes  $K_1$  et  $K_3$  sont décorrélés. Une mesure de l'écart-type sur les coefficients  $K_1$  et  $K_3$  est ensuite réalisée afin de déterminer les paramètres estimables par le modèle. Dans le cas du coefficient  $K_1$ , l'écart-type est suffisamment faible (2,2 %) pour pouvoir estimer la valeur de  $\alpha_d$  par le modèle bicouche proposé dans cette étude. Dans le cas de  $K_3$  l'écart-type, mesuré aux alentours de 17,4 %, est trop élevé pour estimer la valeur de  $\rho_d Cp_d$  sans l'entacher d'une importante erreur. Ce paramètre sera donc laissé libre lors de la modélisation et la valeur de  $\rho_d Cp_d$  sera déterminée par une autre technique de caractérisation (dans notre cas par calorimétrie différentielle DSC).

## 4. Mesures expérimentales

Les mesures Flash ont été réalisées à température ambiante avec un appareil « Lumix » permettant de délivrer une énergie de 750 J pendant 1 ms. Le signal est ensuite enregistré par undétecteur InSb [1,5 µm - 5,5 µm] refroidi via un moteur Stirling. Ce type de refroidissement résulte en un thermogramme entaché d'un signal sinusoïdal parasite lié à la fréquence du cycle Stirling. Trois échantillons ont été analysés : le substrat en HastelloyX aluminisé, sablé et pré-oxydé 1 h sous air à 1100 °C afin de favoriser la formation d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (comparable au système barrière thermique usuel) d'une épaisseur de 1 mm; et les deux structures colonnaires précédemment décrites avec une épaisseur de l'ordre 200 - 300 µm. Une fine couche de Ti (1 µm) est déposée en surface du dépôt SPS par évaporation afin de pallier à la semi-transparence de YSZ dans l'infra-rouge. Ces trois échantillons seront nommés substrat (pour HastelloyX aluminisé, sablé, pré-oxydé) puis colonnaire A et colonnaire B pour les deux dépôts SPS. Les thermogrammes expérimentaux et les reconstructions numériques sont présentés en Figure 7. L'observation de résidus plats entre les mesures expérimentales et les modélisations permet d'apprécier la bonne qualité des reconstructions numériques présentées. De plus, ceci permet de confirmer que la fréquence parasite, due au moteur Stirling, ne perturbe pas la reconstruction numérique.



Figure 7 : Thermogrammes obtenus pour trois échantillons à température ambiante. Les mesures expérimentales figurent en noir, la reconstruction numérique en rouge et les résidus en bleu.

Les valeurs de capacités calorifiques des différents échantillons ont ensuite été déterminées par DSC avec un appareil DSC Micro Sc3 Setaram. Une première mesure est effectuée avec le substrat seul afin de déterminer sa valeur de  $\rho Cp$ . Les valeurs de  $\rho Cp$  des dépôts sont ensuite déduites des mesures DSC sur les systèmes substrat/dépôt par une loi de mélange. Enfin, la conductivité thermique est calculée à partir des valeurs de  $\alpha$  issues de la modélisation et de la mesure de  $\rho Cp$  donnée par DSC (voir équation (3)). Les valeurs de  $\alpha$ ,  $\rho Cp$  et  $\lambda$  sont données dans le Tableau 2.

	α	ρCp	λ
	$\times 10^{-7} \text{ m}^2/\text{s}$	$\times 10^{6} \text{ J.K}^{-1} \text{.m}^{-3}$	$W.m^{-1}.K^{-1}$
Substrat	$28 \pm 1$	$3,\!49 \pm 0,\!03$	$9,8 \pm 0,4$
Colonnaire A	$6.2 \pm 0,3$	$2,1 \pm 0,1$	$1,3 \pm 0,1$
Colonnaire B	$5,8 \pm 0,3$	$1,6 \pm 0,1$	$0,9 \pm 0,1$

 Tableau 2 : Propriétés thermiques des dépôts SPS et de son substrat à température ambiante

La valeur de conductivité thermique, obtenue pour le substrat, est plus élevée que celle donnée par Haynes International (9,1 W.m<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>). Cette différence est attribuée à la présence de la sous-couche d'aluminisation ainsi qu'à la couche d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Cette différence a donc été prise en compte pour le calcul de la conductivité thermique des couches de YSZ obtenues par SPS. Les valeurs de conductivité thermique des deux nuances colonnaires A et B en YSZ sont proches de valeurs relevées dans la littérature (0,7 - 1,2 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>) pour des dépôts colonnaires par SPS [3]. Dans le cas de la couche colonnaire B on peut observer une diminution de la conductivité thermique par rapport à la couche colonnaire A. L'obtention de colonnes plus compactes dans le cas de l'échantillon colonnaire B (voir Figure 3), avec un espace colonnaire plus faible par rapport à la structure colonnaire A (voir Figure 2) permet de réduire la part de conduction thermique entre les colonnes. Au regard des valeurs présentées dans le Tableau 2, cette différence entre les valeurs de  $\lambda$  est fortement liée la diminution du  $\rho Cp$  du dépôt colonnaire B par rapport au dépôt colonnaire A. La diminution de la vitesse de croissance, dans le cas du dépôt colonnaire B, peut amener à une construction différente du dépôt qui pourrait impacter sur sa porosité, menant alors à une valeur de  $\rho Cp$  plus faible.

### 5. Conclusion

La caractérisation de la conductivité thermique  $\lambda$  a été menée pour des dépôts céramiques en YSZ obtenus par SPS. La méthode de détermination de la valeur de la diffusivité thermique  $\alpha$  a notamment été présentée. Dans ce cas les thermogrammes obtenus expérimentalement par méthode Flash sont reconstruit numériquement par un modèle bicouche qui permet la résolution de l'équation de la chaleur dans l'espace de Laplace. Par minimisation par la méthode des « moindres carrés » la valeur de  $\alpha$  est ensuite déterminée. Les valeurs de  $\rho Cp$  obtenues par DSC, ainsi que de diffusivités thermiques estimés présentent des différences entre les deux dépôts colonnaires obtenus par SPS. Ces différences sont attribuées aux différentes vitesses de croissances employées lors des dépôts qui vont influer sur la microstructure. Dans le cas de la structure colonnaires obtenue avec une faible vitesse de croissance, les colonnes sont plus resserrées (compacité améliorée) et présentent une porosité accrue. Ceci se traduit par une plus faible valeur de conductivité thermique (de l'ordre de  $0.9 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) qui se rapproche de résultats de la littérature.

Une différence non négligeable de l'ordre de 8 % a également été observées entre les valeurs de  $\alpha$  déterminées entre un flash côté dépôt ou côté substrat. À l'heure actuelle cette différence reste inexpliquée, aussi les valeurs présentées dans ce document sont une moyenne entre mesures face avant et face arrière. Ces différences pourraient provenir d'autres formes de transferts non pris en compte par le modèle (exemple : le rayonnement), ou bien d'une anisotropie causée par la structure colonnaire obtenue par SPS.

À l'avenir il serait intéressant d'implémenter un modèle bidimensionnel afin de déterminer les valeurs de  $\alpha$  dans les trois directions de l'espace. L'orientation préférentielle des dépôts colonnaires devrait amener à l'obtention d'une forte anisotropie entre les valeurs de  $\alpha$  dans le plan et dans l'épaisseur. Il sera également très intéressant de déterminer l'évolution de la conductivité thermique des dépôts SPS en température pour illustrer leurs propriétés en condition réelle d'utilisation.

### Références

[1] A. Biacciochini, J. Ilavsky, G. Montavon, A. Denoirjean, S. Valette, P. Fauchais, K. Wittmann-Teneze, Quantification of void network architectures of suspension plasma-sprayed (SPS) yttriastabilized zirconia (YSZ) coatings using Ultra-small-angle-X-ray scattering (USAXS), *Mater. Sci. Eng. A*, 528 (2010), 91-102.

[2] N. Curry, Design of Thermal Barrier Coatings, thesis in English of University West (2014).

[3] N. Curry, K. VanEvery, T. Snyder, N. Markocsan, Thermal Conductivity Analysis and Lifetime Testing of Suspension Plasma-Sprayed Thermal Barrier Coatings, *Coatings*, 4 (2014), 630-650.

[4] Z. Tang, H. Kim, I. Yaroslavski, G. Masindo, Z. Celler, D. Ellsworth, Novel Thermal Barrier Coatings Produced by Axial Suspension Plasma Spray. *Proceedings of ITSC*, 5 (2011), 571-575.

[5] P. Carpio, Q. Blochet, B. Pateyron, L. Pawlowski, M.D. Salvador, A. Borell, E. Sanchez, Correlation of thermal conductivity of suspension plasma sprayed Yttria stabilized zirconia coating with some microstructural effects, *Mat. Letters*, 107 (2013, 370-373

[6] K. VanEvery, M.J.M. Krane, R.W. Trice, H. Wang, W. Porter, M. Besser, D. Sordelet, J. Ilavsky, J. Almer, Column Formation in Suspension Plasma-Sprayed Coatings and Resultant Thermal Properties, *J. Therm. Spray Technol.*, 20(4) (2011), 817-828.

[7] D. Maillet, S. André, J.C. Batsale, A. Degiovanni, C. Moyne, *Thermal Quadripoles Solving the Heat Equation through Integral Transforms*, Wiley (2000).

[8] F.-R. De Hoog, J.-H. Knight, A.-N. Stokes, An improved method for numerical inversion of Laplace transforms, *S.I.A.M. J. Sci. and Stat. Comp.*, 3 (1982), 357-366.

[9] K. Levenberg, A method for the solution of certain nonlinear problems in least squares, *Quart. Appl. Math.*, 2(2) (1944), 164-168.

[10] D.W. Marquardt, An Algorithm for Least-Squares Estimation of Nonlinear Parameters, J. of the Society for Ind. and Appl. Mathematics, 11(2) (1963), 68-78.

[11] B. Rémy, S. André, D. Maillet, Non linear parameter estimation problems: tools for enhancing metrological objectives, *Metti 5 Spring School*, lecture 4 (2011), 1-71.

### Remerciements

Les auteurs souhaitent exprimer leur gratitude au groupe SAFRAN, et en particulier à André Malié (ingénieur Snecma-SAFRAN) pour la fourniture des substrats HastelloyX aluminisés.