Influence de la rugosité de surface du substrat sur l'adhérence de revêtements à base d'aluminium élaborés par projection dynamique par gaz froid ("cold spray")

Quentin Blochet

▶ **To cite this version:**

Quentin Blochet. Influence de la rugosité de surface du substrat sur l'adhérence de revêtements à base d'aluminium élaborés par projection dynamique par gaz froid ("cold spray"). Matériaux. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015. Français. NNT : 2015ENMP0025 . tel-01272160v2

HAL Id: tel-01272160

https://pastel.hal.science/tel-01272160v2

Submitted on 16 Jun 2016

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

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

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY

MINES ParisTech

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

Doctorat ParisTech

T H È S E

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École nationale supérieure des mines de Paris

Spécialité Sciences et Génie des matériaux

présentée et soutenue publiquement par

Quentin BLOCHET

le 26 Novembre 2015

Influence de la rugosité de surface du substrat sur l'adhérence de revêtements à base d'aluminium élaborés par projection dynamique par gaz froid (« cold spray »)

Influence of substrate surface roughness on cold-sprayed coating-substrate bond strength in aluminum-based systems

Directeur de thèse : **Michel JEANDIN**

Jury

M. Michel VARDELLE, Professeur, Centre Européen de la Céramique, Université de Limoges	Président
Mme Núria LLORCA-ISERN, Professeur, Faculté de Chimie, Université de Barcelone	Rapporteur
M. Bernard NORMAND, Professeur, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon	Rapporteur
M. Hanlin LIAO, Professeur, IRTES-LERMPS, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard	Examinateur
M. Romain LUCCHINI, Ingénieur de Recherche, Airbus Helicopter	Examinateur
M. Dominique JEULIN, Directeur de Recherche, Centre de Morphologie Mathématique, MINES ParisTech	Examinateur
M. Michel JEANDIN, Directeur de Recherche, Centre des Matériaux, MINES ParisTech	Examinateur
M. Gilles SURDON, Responsable Développement et Simulation des Procédés, Dassault Aviation	Invité

T H È S E

MINES ParisTech
Centre des matériaux – UMR CNRS 7633
B.P.87 – 91003 EVRY Cedex

Ce mémoire est dédié à ma famille, particulièrement à mes grands-parents.

« La connaissance s'acquiert par l'expérience,
tout le reste n'est que de l'information »

Albert Einstein

Remerciements

Parce que la réalisation d'une thèse ne peut se faire seul, ne serait-ce que pour l'encouragement, le soutien et la motivation, de nombreuses personnes doivent être mentionnées pour leur implication et leur aide durant ces trois années pendant lesquelles elles m'ont accompagné.

Cette aventure a pu voir le jour par une forte motivation et une envie profonde de poursuivre dans la recherche scientifique. Je tiens avant tout à remercier mes professeurs de l'Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Limoges ainsi qu'Aurélie Quet, ma tutrice de stage de fin d'études du CEA Le Ripault, pour m'avoir convaincu dans le choix d'une thèse.

Mais sans la confiance de mon directeur de thèse, Michel Jeandin, rien de tout cela n'aurait été possible. C'est pourquoi, je lui dis merci, merci infiniment. Sa réactivité et son soutien m'ont permis de mener à bien les axes scientifiques conjointement coordonnés.

Intégrés au sein d'un projet multipartenaire sur Fonds Unique Interministériel (FUI), ces travaux ont pu être réalisés grâce à la collaboration d'industriels du secteur aéronautique, de PMEs et de laboratoires. Je remercie, par ordre alphabétique, l'ensemble des membres partenaires du projet C-SAR (Cold-Spray for Advanced Repair), Laetitia Kirschner et Tanguy Bize pour *Airbus Group Innovations*, Romain Lucchini pour *Airbus Helicopter*, Philippe Da Cunha pour *APS Coatings*, Kévin Roche et Gilles Surdon pour *Dassault Aviation*, Antoine Guyonvarch pour *Efficient Innovations,* Hanlin Liao, Christophe Verdy et Sébastien Gojon pour l'*IRTES-LERMPS* (UTBM), Sébastien Bucher et Constantin Iacob pour *LIFCO Industries* (fabricant de poudre), Patrick Leborgne et Armand De Tarade pour *Trochet AMGGC* (Usineur), Manuel Silva et Fabrice Crabos pour *Turboméca*. Je souhaite remercier également les partenaires financiers qui ont permis la formation de ce consortium, les régions Franche-Comté, Ile-de-France et Haute Normandie, la Banque Publique d'Investissement (BPI) France, la DGA (Direction Générale des Armées) et l'agence économique Seine et Marne Développement. Je n'oublie pas l'implication majeure des pôles de compétitivité de la filière aéronautique et spatiale, le Pôle ASTech Paris Région, le Pôle Pégase et enfin, le Pôle des microtechniques.

Trois années durant, les expériences ont été nombreuses et ont nécessité l'aide de techniciens et d'ingénieurs compétents. Je remercie infiniment ces personnes pour m'avoir épaulé et rassuré lorsque la situation n'était pas forcément évidente. Je pense notamment à François Borit pour ses conseils toujours très pertinents et ses compétences incontestables pour le procédé cold spray. Son aide dans la réalisation de montages pour éprouvettes, doit être associée à celle de René Cluzet et Jean-Pierre Etourneau de l'atelier. L'élaboration de revêtements est suivie indéniablement de caractérisations approfondies, et pour cela la préparation d'échantillons est nécessairement déterminante. Nicole Fabrègue a été la personne qui a permis l'obtention de résultats de qualité grâce à sa connaissance des matériaux et notamment de leur polissage. Si la complicité et la gentillesse dont elle a fait preuve étaient partagées par davantage de personnes, les relations professionnelles s'en trouveraient renforcées. Pour toutes ces raisons, j'exprime un immense merci à Nicole, la reine de la pâtisserie, car ce talent la caractérise également. Avec elle, je tiens à remercier Maria Betbeder, Anne Laurent et Fabrice Gaslain qui ont, eux aussi, contribué à l'analyse microstructurale des revêtements et des interfaces. Leur implication et leur enthousiasme pour l'imagerie optique m'ont été d'une grande aide. Dans ce même domaine, enfin, la mise au point du système de détection des particules projetées par cold

spray a été rendue possible par les conseils de Jean-Dominique Bartout dont la compétence dans les systèmes optiques a été particulièrement utile. Enfin, je pense à Vincent Guipont qui a été là pour ses conseils avisés, mais aussi pour ses interrogations, et dont la curiosité a permis d'orienter certains axes de recherche, merci Vincent. Enfin, je tiens à remercier Odile Adam pour son aide précieuse dans la recherche bibliographique et pour la disponibilité dont elle a fait preuve pour vérifier l'intégralité des références citées dans ce mémoire.

Un doctorat, c'est aussi une valorisation des résultats dans le monde scientifique. Ainsi, des déplacements nationaux et internationaux ont été réalisés, et ce par l'intermédiaire des responsables Véronique Matos et Ziradjoudine Akber que je remercie pour leur gentillesse. Plus généralement, merci au personnel du Centre des Matériaux qui m'a adopté dignement. Merci à Catherine Rouil qui, tous les matins nous accueille, et en journée est à notre disposition pour des questions multiples.

Je n'oublie pas, bien sûr, mes chers collègues de bureau qui se sont succédés en trois années et ont bercé mon quotidien en commençant par ordre chronologique. A mon arrivée, Caroline Guinard (La lanceuse de peluche parlante), Laure-Line Descurninges, Damien Giraud (la référence du cold spray) et Georges Kamgaing (The King of Composite) régnaient en maîtres dans le bureau C121. Le petit nouveau était arrivé. Fraîchement diplômé, les questions scientifiques, mais pas que, fusèrent parfois pendant des heures. Je les remercie pour leur accueil et pour la sympathie dont ils ont fait preuve alors que j'étais timide et plutôt réservé. Au fil des mois, ma timidité s'est estompée, les débats sociétaux et les pauses café en terrasse étaient devenus la coutume. Même si moi-même je ne fume pas, avec Damien, Francesco (l'italien du bureau C119) et Hicham (le barbu), la pause cigarette pouvait durer longtemps – je ne précise pas le temps pour ne pas affoler le lecteur. Je reviens plus longuement sur cet italien dont l'accent ne laisse aucune place au doute, qui m'a été d'une grande aide dans la partie simulation et programmation. La patience et le temps précieux qu'il m'a consacré, ont été pour moi le gage d'une étude approfondie et aboutie. Sans lui, le contenu du manuscrit et l'approche scientifique auraient été amaigris et limités. Pour toutes ces raisons, je tiens à lui exprimer mes sincères remerciements. Hey mec, grazie mille !

Les mois passaient et les soutenances s'enchaînaient. D'abord Laure-Line, Georges, Damien, et enfin Francesco, bref, les locataires du Centre changeaient et de nouvelles amitiés se formaient. François Rasselet, ce spécimen qui sait manier le verbe, n'hésite pas à verser sur ses collègues une pluie d'injonction mais toujours de manière sympathique. Personnage à qui je dois, d'ailleurs, la création de la constante portant mon nom, la constante de Blochet $\mathcal{B}$. Cette dernière prend sa source et son origine dans les discussions qui alimentaient nos journées. Si la valeur de cette constante n'est, à ce jour, pas révélée, cela s'explique par l'intérêt scientifique sans précédent qu'elle suscite chez de nombreux concurrents. En tête desquels, Pierre-Emmanuel Léger, parfois ronchon et susceptible mais néanmoins très agréable car voué d'une certaine intelligence. Je n'oublie pas Yang Zang mon voisin de bureau, dont j'ai peiné, je le reconnais, à distinguer le prénom du nom pendant longtemps et ses tasses de thé plus exotiques les unes que les autres. Merci à Vincent Bortolussi (bureau C119 et membre de la confrérie du procédé cold spray), identifiable par son rire unique et inimitable. Pour rester dans l'équipe, merci à Geoffrey Bégué, Raphaël Maestracci et Yassine Zeralli pour leur amitié et pour les bons moments passés ensemble. Sans oublié Alexandre Sabard, le stagiaire cold spray, qui m'a étonné en élaborant des revêtements d'aluminium très épais, attendant néanmoins de voir la résistance mécanique ! Je pense également à Judith Wollbrett-Blitz, collègue du clan mécanique des composites polymères, pour sa collection d'objets insolites qu'elle n'a pas manquée de transmettre à son départ du Centre. Merci à Arien Lebrun, cet individu petit par sa taille mais grand par sa générosité. Enfin, merci à Daniel Marcos pour son franc parlé et son amitié.

Sans l'appui et le soutien d'une famille, la réalisation d'études longues est forcément plus difficile, c'est pourquoi, la présence, les conseils, et l'écoute de mes parents, de mes grands-parents, et plus récemment de ma belle famille, bref de ma famille, m'ont permis d'avancer en confiance avec comme leitmotiv, l'envie de les rendre fier. Depuis mon choix, loin d'être logique d'ailleurs, post-baccalauréat de poursuivre mon cursus scientifique, ma famille a toujours su être présente pour me soutenir dans mon parcours. Pour cela, notamment, je tiens à les remercier de tout cœur car sans eux, je n'aurais pas été aussi loin. Et puis, dans la dure épreuve qu'est la vie, le chagrin vient parfois assombrir l'horizon. Parce que j'avais, et j'ai toujours, pour ambition qu'ils soient fiers de leur petit-fils, mes grands-parents ont été et sont plus que jamais une immense source d'inspiration et de motivation. Malgré la disparition de trois d'entre eux au cours de cette thèse qui leur est dédiée, cette épreuve, particulièrement éprouvante, a pu être surmontée par la fierté qu'ils m'accordaient. Parce que la vie m'a aussi réservé de très beaux moments, la rencontre de Laura a été la plus belle chose qu'il me soit arrivée. Pas seulement parce qu'elle vient du sud, mais un peu quand même, un rayon de soleil et un accent chantant avaient alors percés mon quotidien. Depuis deux ans elle m'accompagne avec pour qualité son attention et sa gentillesse. Sans elle, ce manuscrit aurait été bien différent et ma motivation bien moindre je dois le reconnaître. Sa persévérance et ses conseils ont contribué sensiblement à l'obtention d'une synthèse efficace de mes résultats. Merci ma chérie, tu m'es indispensable dans tout ce que j'entreprends. Plus globalement, je tiens à remercier mon père, ma mère, mes frères et mes sœurs…oups, je dérive, je n'ai qu'un frère. Merci à, je l'espère, mes futurs beaux-parents, Gisèle & Jean-Marc, et à ma future belle sœur, Marie, pour leur gentillesse et leur générosité qui, depuis qu'ils font partie de ma vie, ne font pas défaut. Je n'oublie pas les grands-parents de Laura, Jeannot et Paulette, qui me rappellent à quel point une famille est importante. Merci à eux pour leur soutien et leur joie de vivre.

Enfin, parce que toute expérience se termine un jour, la soutenance a été pour moi l'occasion de restituer mes travaux devant des représentants du monde scientifique et industriel. Je tiens à remercier l'ensemble des membres de mon jury de thèse, qui, pour certains, sont venus de loin pour m'écouter. En commençant par le président Michel Vardelle, les rapporteurs Núria Llorca et Bernard Normand, les examinateurs Romain Lucchini, Hanlin Liao, Dominique Jeulin, Michel Jeandin et Gilles Surdon en tant que membre invité. Je les remercie pour les discussions et les échanges particulièrement intéressants et percutants qu'ils ont pu tenir à ce moment là.

Voilà, ces quelques mots sont les derniers que je rédige pour ce mémoire, dont je vous souhaite une bonne lecture, en espérant que la quantité ne vous découragera pas. Sans jeu de mot, une page se tourne pour moi et d'autres horizons s'ouvrent…au soleil.

Merci à toutes et à tous pour ces trois années.

QUENTIN BLOCHET

DOCTEUR EN SCIENCES & GÉNIE DES MATÉRIAUX

TABLE DES MATIÈRES

INTRODUCTION GENERALE 11

CHAPITRE 1 : ELEMENTS BIBLIOGRAPHIQUES 17

INTRODUCTION 21

1. ADHESION DES REVETEMENTS SUR SUBSTRAT RUGUEUX 21

1.1. INTRODUCTION A LA THEORIE DE L'ADHESION 21
1.2. PREPARATION DE SURFACE, RUGOSITE ET ADHESION 22
1.3. QUANTIFICATION DE L'ADHERENCE DES REVETEMENTS 23

2. PROCEDE COLD SPRAY 25

2.1. CONTEXTE SCIENTIFIQUE 25
2.2. PRINCIPE DU COLD SPRAY 26
2.3. TYPES DE LIAISONS GENEREES PAR COLD SPRAY 30

3. REALISATION DE REVETEMENT D'ALUMINIUM SUR MATERIAUX METALLIQUES 33

3.1. CARACTERISTIQUES D'UN SUBSTRAT D'ALUMINIUM 2024-T3 33
3.2. ELABORATION DE REVETEMENTS SUR MATERIAUX METALLIQUES PAR COLD SPRAY 34

4. INFLUENCE DES PARAMETRES ET DES CONDITIONS DE PROJECTION SUR LA MICROSTRUCTURE ET L'ADHERENCE D'UN REVETEMENT 36

4.1. PREPARATION DE SURFACE DU SUBSTRAT 36
4.2. EFFET DE LA DURETE DU SUBSTRAT 37
4.3. ANGLE DE PROJECTION DES PARTICULES 37

5. SIMULATION NUMERIQUE DU REVETEMENT ELABORE PAR COLD SPRAY 39

5.1. SIMULATION D'IMPACT D'UNE PARTICULE ELEMENTAIRE 39
5.2. MODELISATION DE LA CONSTRUCTION D'UN REVETEMENT 42

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 44

CHAPITRE 2 : MATERIAUX, PROCEDES ET TECHNIQUES DE CARACTERISATION 51

INTRODUCTION 55

1. MATERIAUX 55

1.1. POUDRES METALLIQUES ET COMPOSITES 55
1.2. SUBSTRATS METALLIQUES 60
1.3. BUSE DE PROJECTION 62

2. PROCEDE D'ELABORATION COLD SPRAY 63

2.1. INSTALLATION COLD SPRAY 63
2.2. PROJECTION DE PARTICULES ELEMENTAIRES « SPLATS » 64
2.3. PROJECTION INCLINEE D'UN FLUX DE POUDRE 65

2.4. MESURE DE TEMPERATURE DU SUBSTRAT PAR THERMOCOUPLE 66
2.5. CARACTERISATION DES PARTICULES EN VOL 67

3. TECHNIQUES DE PREPARATION DE SURFACE DU SUBSTRAT 69

3.1. PROJECTION DE PARTICULES D'ALUMINE 69
3.2. PROJECTION DE CARBOGLACE 75
3.3. MODIFICATION MAITRISEE DE LA SURFACE PAR USINAGE 77

4. CARACTERISATION DU REVETEMENT ET DU SUBSTRAT 78

4.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS 78
4.2. ANALYSE ET OBSERVATION MICROSTRUCTURALE 78
4.3. ANALYSE TOPOGRAPHIQUE DE SURFACE 81
4.4. DETERMINATION DE LA DURETE DES MATERIAUX 82
4.5. ETUDE DES CONTRAINTES RESIDUELLES 83

CONCLUSION SUR LES MATERIAUX ET LA PREPARATION DES SURFACES 84

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 85

CHAPITRE 3 : ELABORATION DE REVETEMENTS D'ALUMINIUM PUR SUR SUBSTRAT D'ALUMINIUM 2024-T3 87

INTRODUCTION 91

1. REALISATION DE REVETEMENTS D'ALUMINIUM SUR SUBSTRAT RUGUEUX 91

1.1. MODIFICATION MORPHOLOGIQUE DE SURFACE PAR SABLAGE 92
1.2. MODIFICATION TOPOGRAPHIQUE PAR PROJECTION DE CO_2 SOLIDE 96
1.3. STRUCTURATION SUPERFICIELLE DE SURFACE PAR USINAGE 97
1.4. CONCLUSION SUR L'EFFET DE LA RUGOSITE DES SUBSTRATS 99

2. ELABORATION DE REVETEMENTS D'ALUMINIUM SUR SUBSTRAT PLAN 100

2.1. INFLUENCE DES PARAMETRES DE PROCEDE 100
2.2. INFLUENCE DE LA MORPHOLOGIE ET DE LA DURETE DE LA POUDRE 104
2.3. INFLUENCE DE L'ANGLE DE PROJECTION 105
2.4. CONCLUSION SUR L'INFLUENCE DES CONDITIONS D'ELABORATION DU REVETEMENT 111

3. ETUDE MORPHOLOGIQUE DES SPLATS D'ALUMINIUM 112

3.1. REBOND DES PARTICULES 112
3.2. EFFET DE LA MORPHOLOGIE DU SUBSTRAT 113
3.3. INFLUENCE DE L'ANGLE DE PROJECTION 115

4. PARAMETRES PHYSIQUES DE L'IMPACT 118

4.1. DETERMINATION DE LA VITESSE D'IMPACT 118
4.2. DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DE LA PARTICULE A L'IMPACT 122
4.3. DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DU SUBSTRAT A L'IMPACT 123

CONCLUSION SUR L'ELABORATION DES REVETEMENTS D'ALUMINIUM 126

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 127

CHAPITRE 4 : APPROCHE GLOBALE DE LA MORPHOLOGIE DE L'INTERFACE 129

PARTIE 1 : ETUDE TOPOGRAPHIQUE DE LA SURFACE AVANT PROJECTION.....133

INTRODUCTION 135

1. DEFINITION DE LA SURFACE.....135

1.1. MECANISMES DE DEFORMATION DE LA SURFACE.....135
1.2. CARACTERISATION DE LA SURFACE DU SUBSTRAT.....136

2. ANALYSE PROFILOMETRIQUE DE LA SURFACE.....139

2.1. TOPOGRAPHIE DE SURFACE PAR UNE ANALYSE 1D.....139
2.2. TOPOGRAPHIE DE SURFACE PAR UNE ANALYSE 2D.....140

3. ANALYSE STATISTIQUE ET MORPHOLOGIQUE DE SURFACE.....143

3.1. FILTRAGE MORPHOLOGIQUE DE LA SURFACE 143
3.2. DETERMINATION DE LA LONGUEUR CARACTERISTIQUE 144
3.3. PROPORTION DES VALLEES REMPLIES PAR LES PARTICULES.....145

4. CARACTERISATION DIMENSIONNELLE DES VALLEES DE SURFACE.....148

4.1. METHODE D'ANALYSE DES VALLEES DE SURFACE 148
4.2. DIMENSIONS GEOMETRIQUES DES VALLEES 151
4.3. BILAN SUR LA MORPHOLOGIE DES VALLEES.....153

CONCLUSION SUR L'ANALYSE TOPOGRAPHIQUE DE LA SURFACE.....155

PARTIE 2 : ETUDE MORPHOLOGIQUE DE L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT APRES PROJECTION.....157

1. DEFINITION DE L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT.....159

1.1. IDENTIFICATION DU PROFIL DE L'INTERFACE PARTICULE-SUBSTRAT 159
1.2. DETERMINATION DE LA ZONE DE CONTACT A L'INTERFACE.....159
1.3. DEFORMATIONS INDUITES PAR LE PROCEDE COLD SPRAY.....161
1.4. ETUDE DES PARAMETRES DE RUGOSITE DE L'INTERFACE 163

2. DEFORMATION DE L'INTERFACE PARTICULES-SUBSTRAT 164

2.1. INFLUENCE DE LA RUGOSITE DU SUBSTRAT 164
2.2. INFLUENCE DE L'ANGLE DE PROJECTION.....165
2.3. EFFET SUR LA CONSTRUCTION DU REVETEMENT 167
2.4. CONCLUSION SUR LES DEFORMATIONS DE L'INTERFACE 168

3. CARACTERISATION DIMENSIONNELLE DES VALLEES D'INTERFACE 169

3.1. DETERMINATION DE L'AMPLITUDE DES VALLEES 169
3.2. DETERMINATION DE LA LARGEUR DES VALLEES.....170
3.3. BILAN SUR LA MORPHOLOGIE DES VALLEES.....171

4. CORRELATION MORPHOLOGIQUE ENTRE LA SURFACE DU SUBSTRAT ET L'INTERFACE.....173

CONCLUSION SUR LA MORPHOLOGIE DE L'INTERFACE 174

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 175

CHAPITRE 5 : APPROCHE LOCALE DE LA MORPHOLOGIE DE L'INTERFACE PARTICULE-SUBSTRAT PAR LA SIMULATION D'IMPACT 179

INTRODUCTION 183

1. PRESENTATION DU MODELE NUMERIQUE 183
1.1. METHODE DE CALCUL 183
1.2. LOIS DE COMPORTEMENT ET PROPRIETES DES MATERIAUX 186
2. VALIDATION DU MODELE D'IMPACT 189
2.1. VALIDATION QUALITATIVE DU MODELE 189
2.2. VALIDATION QUANTITATIVE DU MODELE 190
2.3. CONCLUSION SUR LE MODELE NUMERIQUE 192
3. IMPACT D'UNE PARTICULE SUR SUBSTRAT PLAN 193
3.1. INFLUENCE DES PARAMETRES D'IMPACT DE LA PARTICULE 193
3.2. TEMPERATURE MAXIMALE ATTEINTE A L'INTERFACE PARTICULE-SUBSTRAT 197
3.3. CONCLUSION SUR L'INFLUENCE DES PARAMETRES D'IMPACT 198
4. IMPACT D'UNE PARTICULE SUR SUBSTRAT RUGUEUX 199
4.1. REALISATION DU MAILLAGE DES SUBSTRATS RUGUEUX 199
4.2. DEFORMATION PLASTIQUE DE LA PARTICULE ET DU SUBSTRAT 202
4.3. ANCRAGE D'UNE PARTICULE DANS UN SUBSTRAT RUGUEUX 204
4.4. DISCUSSION AUTOUR DU MODELE NUMERIQUE 207

CONCLUSION SUR LA SIMULATION D'IMPACT D'UNE PARTICULE 209

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 210

CHAPITRE 6 : ADHERENCE DES REVETEMENTS D'ALUMINIUM PUR SUR SUBSTRATS D'ALUMINIUM 2024-T3 213

INTRODUCTION 217

1. ESSAI D'ADHERENCE PAR CHOC LASER 217
1.1. PRINCIPE ET MECANISMES PHYSIQUES 217
1.2. PRESENTATION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL 220
1.3. EXPLOITATION DE L'ESSAI 220
2. PARAMETRES INFLUENÇANT LA MESURE D'ADHERENCE 223
2.1. INFLUENCE DE L'EPAISSEUR DU REVETEMENT ET DU SUBSTRAT 223
2.2. EFFET DE LA RUGOSITE DE SURFACE DU REVETEMENT 225
2.3. CONDITIONS DE L'ESSAI PAR CHOC LASER 226
2.4. CONCLUSION SUR LES PARAMETRES DE L'ESSAI LASAT® 227
3. FISSURATION INTERFACIALE DES REVETEMENTS D'ALUMINIUM PUR 228
3.1. INFLUENCE DES PARAMETRES DE PROJECTION 228
3.2. INFLUENCE DE LA MORPHOLOGIE DE SURFACE DU SUBSTRAT 231

3.3. Discussion sur l'adherence des revetements metalliques 233

4. Approche numerique des contraintes de traction a l'interface revetement-substrat 234

4.1. Modele de propagation de l'onde 234
4.2. Contraintes de traction subies a l'interface revetement-substrat 237
4.3. Decohesion de l'interface revetement-substrat 239
4.4. Discussion sur le modele numerique 241

5. Correlation entre les resultats d'adherence et la morphologie de l'interface 242

5.1. Influence des parametres cold spray sur les deformations de l'interface revetement-substrat 242
5.2. Influence de la modification topographique de surface du substrat sur la morphologie de l'interface revetement-substrat 244

Conclusion sur l'adherence des revetements 246

References bibliographiques 247

CHAPITRE 7 : EXTENSION DE L'ETUDE A D'AUTRES MATERIAUX : APPLICATION INDUSTRIELLE A LA REPARATION DE PIECES EN ALLIAGES LEGERS 249

Introduction 253

1. Extension de l'etude a d'autres systemes de materiaux 253

1.1. Etude de systemes revetement-substrat homogenes metal-metal 253
1.2. Etude de systemes revetement-substrat heterogenes metal-ceramique 262

2. Rechargement des composants et ses applications 274

2.1. Reparation par le procede cold spray 274
2.2. Projet C-SAR (« Cold-Spray for Advanced Repair ») 279
2.3. Processus de rechargement d'un defaut 284

Conclusion de l'influence des materiaux sur l'adherence des revetements 288

Références bibliographiques 289

CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES 291

ANNEXES DE L'ETUDE 299

PUBLICATIONS SCIENTIFIQUES 333

Nomenclature des grandeurs physiques

Sauf mention contraire dans le texte, les unités données dans cette nomenclature sont celles utilisées dans ce mémoire de thèse.

Grandeurs physiques des matériaux

E, module d'Young (GPa)
ν, coefficient de Poisson
ρ, masse volumique ($kg.m^{-3}$)
λ_L, longueur d'onde (nm)
x, position (mm)
m, masse (kg)
e, L, épaisseur (µm ou mm)
λ, conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)
R_e, limite d'élasticité (MPa)
σ_r, contrainte de rupture (MPa)

Grandeurs liées au procédé cold spray

P_g, pression de gaz (MPa)
d_p, distance de projection (mm)
V_p, vitesse des particules ($m.s^{-1}$)
V_i, vitesse d'impact de la particule ($m.s^{-1}$)
V_{cr}, vitesse critique de la particule ($m.s^{-1}$)
V_g, vitesse du gaz ($m.s^{-1}$)
θ, angle de projection (°)
T_s, température du substrat (°C)
T_p, température de la particule (°C)
T_g, température du gaz (°C)
D_p, diamètre de la particule (µm)
D_{p0}, diamètre initial de la particule (µm)

Grandeurs liées aux déformations des matériaux

E, énergie (J)
σ, contrainte (MPa)
S_c, surface de contact ($µm^2$)
h_d, hauteur de la particule déformée (µm)
h_p, profondeur de pénétration (µm)
ε, taux d'écrasement de la particule

Grandeurs liées aux équations d'états

A, limite d'élasticité (MPa)
B, coefficient d'écrouissage linéaire (MPa)
C, coefficient lié à la vitesse de déformation
m, coefficient d'adoucissement thermique
n, coefficient d'écrouissage non-linéaire
T_f, température de fusion (K)
ε_0, taux de déformation de référence (s^{-1})
c_p, chaleur spécifique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)
G, module de cisaillement (GPa)
C_0, vitesse du son ($m.s^{-1}$)
s, coefficient de pente linéaire de Hugoniot
Γ_0, coefficient de Grüneisen

Grandeurs liées à la topographie des surfaces

Ra, moyenne quadratique des hauteurs (µm)
Rz, moyenne des hauteurs (µm)
P_v, proportion de rugosité remplie (%)
A_v, aire d'une rugosité ($µm^2$)

Glossaire

Dans la suite du manuscrit, les acronymes référencés dans ce glossaire y sont mentionnés.

AFM : Atomic Force Microscope

CMM : Composite à Matrice Métallique

CS : Cold Spray

DRX : Diffraction des Rayons X

EDX : Energy Dispersive X-ray

LASAT : LAser Shock Adhesion Test

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

MO : Microscopie Optique

MEF : Méthode des Eléments Finis

MET : Microscopie Electronique à Transmission

WDS : Wave Dispersion Spectroscopy

Introduction générale

Qu'ils soient épais ou fins, les revêtements sont destinés à protéger ou restaurer des pièces soumises à des sollicitations extérieures (mécanique, chimique, thermique, etc.). Les propriétés recherchées étant multiples, leur domaine d'application est très large dans un grand nombre de secteurs industriels comme l'aéronautique, l'automobile, le biomédical, l'énergie ou encore l'environnement.

Ces revêtements peuvent être élaborés par la projection dynamique par gaz froid (« cold spray ») qui est un procédé d'élaboration en plein essor industriel depuis une dizaine d'années. Leurs propriétés dépendent de nombreux paramètres et phénomènes d'interface entre les particules projetées et la surface du substrat. Ils se caractérisent par des épaisseurs variables, allant de quelques microns au centimètre. Le matériau constituant le revêtement est projeté sous forme de poudre à des vitesses très élevées (comprises entre 400 et 1200 $m.s^{-1}$). Propulsées via un flux de gaz chaud, les particules restent à l'état solide jusqu'au moment de l'impact avec le substrat où elles subissent une déformation plastique. Les deux corps en contact se déforment à des niveaux relatifs suivant les propriétés mécaniques de chacun d'entre eux. L'accumulation des particules à la surface du substrat conduit au revêtement qui se caractérise par sa microstructure et son adhérence.

La tenue mécanique du revêtement peut s'expliquer par deux mécanismes majeurs dont les parts respectives dépendent du couple de matériaux revêtement-substrat en jeu. Grâce à sa déformation à haute vitesse, la particule s'ancre dans le substrat et y est retenue : il s'agit du premier mécanisme, l'ancrage mécanique. Le second est d'ordre physico-chimique et est fondé sur les liaisons fortes qui existent entre les deux matériaux après le choc : on parle alors de liaisons métallurgiques. Ces mécanismes d'adhérence, objets de quantité d'études, se produisent à l'interface entre le revêtement et le substrat. Même si ces mécanismes sont bien définis, des questions demeurent quant à l'effet de la rugosité du substrat. De nombreux paramètres influent sur la topographie de ce dernier et jouent un rôle déterminant dans la modification de la morphologie de surface du substrat :

- le procédé lui-même avec la vitesse et l'orientation des particules projetées à la surface ;
- la granulométrie et la morphologie de la poudre utilisée ;
- la préparation de surface : grenaillage, sablage, nettoyage ;
- les duretés respectives de la poudre (revêtement) et du substrat.

La thèse porte sur l'influence de la topographie du substrat sur l'adhérence des revêtements élaborés par cold spray via l'étude de la modification morphologique du substrat au cours du procédé. Un système de matériaux mettant en jeu un substrat et un revêtement de natures chimiques proches, mais de duretés sensiblement différentes, est choisi. Si l'ancrage mécanique est favorisé quand le substrat est plus mou que la particule, une surface présentant des rugosités permet l'enchâssement des particules et crée des points d'ancrage entre le substrat et les particules déposées, améliorant considérablement l'accrochage mécanique. Le procédé de préparation de surface par sablage a été choisi pour générer ces rugosités à la surface du substrat. Son caractère aléatoire confère à l'étude son originalité puisqu'aucun travail n'a encore traité cet effet topographique à travers une caractérisation approfondie de la surface rugueuse. La sélection des matériaux se porte donc sur la projection de poudre métallique d'aluminium pur sur un matériau, associé au substrat, lui aussi métallique en aluminium 2024-T3, plus dur. Comme énoncé précédemment, deux mécanismes d'adhérence ont lieu en cold spray. L'ancrage mécanique, qui est favorisé lorsque la dureté de la

poudre est plus faible que celle du substrat, est étudié malgré des liaisons métallurgiques valorisées lorsque l'affinité chimique est forte, ce qui est le cas ici.

Le choc solide à haute vitesse se produisant en cold spray traduit une déformation plastique des matériaux (substrat et particule), à l'origine de l'ancrage mécanique. La caractérisation de l'interface revêtement-substrat, passe par l'élaboration de revêtements. Une analyse approfondie de la topographie du substrat avant et après projection permet de mettre en avant son caractère déterminant dans l'adhérence particule-substrat. Deux approches sont envisagées pour caractériser cette interface.

La première, à l'échelle globale, consiste à analyser le profil du substrat avant et après le dépôt des particules formant le revêtement. Les macro-rugosités sont étudiées et les déformations plastiques du substrat et des particules sont analysées. Ainsi, la cohésion du système revêtement-substrat sera étudiée. Les résultats obtenus devront permettre de corréler la morphologie de l'interface revêtement-substrat et le niveau d'adhérence du revêtement. Néanmoins, les mécanismes d'adhésion à une échelle plus locale ne seront pas identifiés et devront faire l'objet d'une étude supplémentaire.

La seconde approche, à l'échelle locale de la particule, est déterminante pour comprendre le rôle des rugosités de l'interface à l'échelle micrométrique. Les dimensions géométriques de la rugosité de la surface rugueuse sont déterminées et corrélées à celle de la particule. Expérimentalement, la projection de particules dans différentes conditions de projection permet d'étudier la déformation plastique de la particule et sa capacité à adhérer au substrat. Cependant, elle ne permet pas une caractérisation aisée de l'interface. La simulation numérique permet d'avoir accès à cette interface après projection en fonction des paramètres de projection. Cette analyse numérique nécessite, au préalable, l'acquisition des conditions initiales de l'impact par la voie expérimentale ou simulée.

Cette étude est découpée en sept chapitres :

Un premier chapitre, bibliographique, porte sur les notions de rugosité de surface d'un matériau (cas général) et ses influences sur les propriétés mécaniques, particulièrement l'adhérence du revêtement. Il y est question également de l'élaboration de revêtements métalliques denses sur métaux par cold spray.

Le deuxième chapitre est ciblé sur les matériaux utilisés pour l'étude, c'est-à-dire la poudre d'aluminium ainsi que les substrats métalliques en alliages d'aluminium 2024-T3 sous forme de plaques. Les différentes techniques de préparation de surface, d'élaboration et de caractérisation des revêtements sont également abordées.

Le troisième chapitre porte sur l'élaboration et l'optimisation des revêtements d'aluminium sur substrat d'aluminium 2024-T3. Une étude de variation de paramètres est présentée avec notamment une influence de la pression et de la température du gaz cold spray. La préparation de surface des substrats est étudiée plus particulièrement et les microstructures des revêtements obtenues sont analysées.

Le quatrième chapitre consiste en une étude de la topographie de surface du substrat et de la morphologie de l'interface revêtement-substrat. Des outils d'analyse morphologique sont présentés et donnent des caractérisations approfondies des surfaces. Les résultats morphologiques issus de la préparation de surface des substrats d'aluminium 2024-T3 ainsi que la déformation plastique due au procédé cold spray sont analysés. L'étude de la rugosité de surface du substrat y est menée afin de déterminer son influence sur la déformation des particules projetées et leur adhérence.

Le cinquième chapitre a pour objectif de simuler l'impact d'une particule (échelle locale) en caractérisant la morphologie de l'interface particule-substrat. Corrélée aux résultats expérimentaux de l'élaboration des revêtements, la simulation numérique de la déformation plastique d'une particule est

étudiée pour remonter aux mécanismes de déformation. Une étude de l'effet de la rugosité de surface et de l'influence des paramètres de projection est effectuée.

Le chapitre six porte sur la caractérisation de l'adhésion des revêtements d'aluminium pur. L'utilisation de l'essai par choc laser LASAT® (« LAser Shock Adhesion Test ») pour déterminer l'adhérence des revêtements métalliques est revendiquée comme constituant un point original de l'étude. Une relation entre la morphologie de surface et les mécanismes de liaison est établie. Enfin, la détermination des contraintes à l'interface revêtement-substrat ajoutée à la comparaison des résultats par essai de traction constitue l'approche industrielle de l'étude.

Le chapitre sept enfin, a pour objet de proposer une méthode pour recharger par cold spray un composant endommagé. En vue des nombreuses applications industrielles, d'autres systèmes de matériaux, notamment composites à matrice métallique, sont étudiés. Les propriétés mécaniques ainsi que l'homogénéité des revêtements sont étudiées.

Ces travaux de recherche scientifique s'inscrivent dans un cadre industriel et s'intègrent au sein d'un projet multipartenaire mêlant industriels et laboratoires de recherche. Ce projet a pour objectif la mise au point de l'élaboration de revêtements denses et adhérents pour la réparation de pièces endommagées. Il bénéficie d'un financement public de type FUI (Fonds Unique Interministériel) baptisé C-SAR (« Cold-Spray for Advanced Repair »), il se concentre sur des questions posées par l'industrie aéronautique (Airbus Helicopter, Dassault Aviation, Airbus IW, Turboméca) relativement à la réparation de composants métalliques endommagés ou usés. Les industriels sont accompagnés de deux centres de recherche : le LERMPS et le Centre des Matériaux de MINES ParisTech. Des spécialistes de l'élaboration des poudres (LIFCO) et des PME souhaitant acquérir le procédé cold spray pour accroître leurs compétences dans le domaine des revêtements (APS) participent également au projet. Si des procédés, souvent coûteux car plus gourmands en énergie, sont aujourd'hui utilisés pour la réparation, la technologie cold spray se justifie par son intérêt économique et est considérée comme propre au regard des autres types de traitements de surface existants.

Chapitre 1 : Eléments bibliographiques

SOMMAIRE

CHAPITRE 1 : ELEMENTS BIBLIOGRAPHIQUES 17

INTRODUCTION 21

1. ADHESION DES REVETEMENTS SUR SUBSTRAT RUGUEUX 21

1.1. INTRODUCTION A LA THEORIE DE L'ADHESION 21
1.1.1. Ancrage mécanique 21
1.1.2. Théorie de la diffusion 22
1.1.3. Liaisons atomiques ou moléculaires 22
1.2. PREPARATION DE SURFACE, RUGOSITE ET ADHESION 22
1.2.1. Modification morphologique de la surface par abrasion 23
1.2.2. Structuration de surface par laser 23
1.3. QUANTIFICATION DE L'ADHERENCE DES REVETEMENTS 23
1.3.1. Essai par choc laser LASAT® (« LAser Shock Adhesion Testing ») 24
1.3.2. Essai par plots collés 24

2. PROCEDE COLD SPRAY 25

2.1. CONTEXTE SCIENTIFIQUE 25
2.2. PRINCIPE DU COLD SPRAY 26
2.2.1. Principe 26
2.2.2. Caractéristiques du procédé 27
2.2.3. Paramètres de projection 28
2.2.4. Avantages du procédé cold spray 29
2.3. TYPES DE LIAISONS GENEREES PAR COLD SPRAY 30
2.3.1. Phénoménologie de l'impact 30
2.3.2. Ancrage mécanique 31

3. REALISATION DE REVETEMENT D'ALUMINIUM SUR MATERIAUX METALLIQUES 33

3.1. CARACTERISTIQUES D'UN SUBSTRAT D'ALUMINIUM 2024-T3 33
3.1.1. Familles d'alliages d'aluminium 33
3.1.2. Alliage d'aluminium 2024 33
3.1.3. Traitement thermique de l'aluminium 34
3.1.4. Ecrouissage de l'aluminium 34
3.2. ELABORATION DE REVETEMENTS SUR MATERIAUX METALLIQUES PAR COLD SPRAY 34

4. INFLUENCE DES PARAMETRES ET DES CONDITIONS DE PROJECTION SUR LA MICROSTRUCTURE ET L'ADHERENCE D'UN REVETEMENT 36

4.1. PREPARATION DE SURFACE DU SUBSTRAT 36
4.1.1. Influence sur le substrat 36
4.1.2. Effet sur l'adhérence des revêtements 36
4.2. EFFET DE LA DURETE DU SUBSTRAT 37
4.3. ANGLE DE PROJECTION DES PARTICULES 37

5. SIMULATION NUMERIQUE DU REVETEMENT ELABORE PAR COLD SPRAY 39

5.1. SIMULATION D'IMPACT D'UNE PARTICULE ELEMENTAIRE 39
5.1.1. Etapes de l'impact d'une particule 39
5.1.2. Effet de l'angle de projection sur substrat plan 39
5.1.3. Influence de la rugosité du substrat 41

5.2. MODELISATION DE LA CONSTRUCTION D'UN REVETEMENT 42
5.2.1. Modèles morphologiques 42
5.2.2. Modèles numériques 42

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 44

Introduction

Ce chapitre apporte les éléments bibliographiques nécessaires pour aborder cette étude sur l'adhérence de revêtements métalliques élaborés par « cold spray ».

La première partie se concentre sur les mécanismes d'adhésion rencontrés en projection dynamique par gaz froid et les théories associées. Puis, le procédé cold spray est présenté de manière succincte avec l'éventail des matériaux pouvant être utilisés et les types de liaisons générées. Ensuite, les revêtements d'aluminium déposés sur substrats métalliques sont décrits. La quatrième partie s'attarde à mettre en évidence les influences de certains paramètres de projection sur la microstructure et les propriétés mécaniques des revêtements. Enfin, la dernière partie se focalise sur les études des particules projetées par cold spray, en vol et à l'impact, via la simulation numérique.

1. Adhésion des revêtements sur substrat rugueux

1.1. Introduction à la théorie de l'adhésion

L'adhésion est une notion difficile à définir mais Wu [WU82] en propose tout de même une définition : « *L'adhésion se réfère à l'état dans lequel deux organismes distincts sont maintenus ensemble par un contact interfacial intime comme des forces mécaniques ou un travail transféré jusqu'à l'interface* ». Les forces interfaciales peuvent résulter des liaisons de Van Der Waals, des liaisons chimiques ou électrostatiques. Historiquement, l'ancrage mécanique, la diffusion et les théories de réaction d'adsorption à la surface ont fait l'objet de postulats durant de nombreuses années. Ces théories ont récemment été établies pour les mécanismes de liaisons adhésives. Toujours selon Wu [WU82], il est faux d'attribuer l'adhésion d'un système à un seul mécanisme. En réalité, une combinaison de plusieurs mécanismes a lieu à des échelles parfois différentes. Par exemple, si l'ancrage mécanique agit au niveau microscopique, la diffusion se produit à l'échelle atomique. Le paramètre microscopique déterminant dans l'ancrage mécanique est la surface de contact à l'interface entre les deux parties du système. On parle alors de surface spécifique, c'est-à-dire de surface apparente. La rugosité de la surface est le moyen par lequel l'ancrage mécanique est favorisé [EBN11].

Les mécanismes d'adhésion particule-particule ou particule-substrat font l'objet d'un certain engouement [JEA15] et suscitent encore de multiples interrogations. Les principales hypothèses avancées pour expliquer l'adhésion relèvent des mécanismes mécaniques [HU11] ou de diffusion à l'état solide ou liquide [GUE10].

1.1.1. Ancrage mécanique

Développée par Mac Bain en 1926, la théorie de l'ancrage mécanique s'explique par la pénétration de la matière dans les cavités ou les porosités de la surface d'un substrat. La matière en contact pénètre dans les rugosités de la surface et forme des liaisons dites mécaniques. Cette contribution, issue de l'ancrage mécanique, est bénéfique pour l'adhérence. En fonction de la morphologie et des dimensions des rugosités, l'ancrage mécanique est différent [WEI95]. Une région de transition plus ou moins épaisse, aussi appelée interface, peut alors se créer. Les liaisons sont généralement plus fortes sur des surfaces rugueuses que sur des surfaces lisses sans aucune rugosité. L'augmentation de l'adhérence de la surface est due à plusieurs facteurs : (1) l'ancrage mécanique, (2) la formation d'une surface propre, (3) la formation d'une surface activée et (4) l'augmentation de la surface de contact. Les changements physiques et les propriétés chimiques de la surface sont responsables de l'augmentation de la force d'adhésion [PET02]. Cependant, il reste

complexe d'attribuer à l'ancrage mécanique la seule responsabilité des liaisons plus élevées qui pourraient s'expliquer par d'autres mécanismes lors de l'augmentation de la surface de contact (Figure 1-1). D'ailleurs, une étude liant intensité et durabilité des liaisons par l'augmentation de la rugosité de surface, menée par Allen [ALL83], a montré que la rugosité pouvait abaisser l'adhérence mécanique.

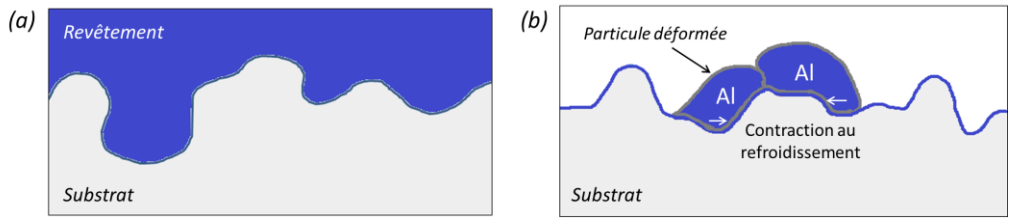


Figure 1-1 : Illustration de l'accrochage mécanique du fait (a) de la morphologie du substrat et (b) des déformations plastiques de la particule et du substrat.

1.1.2. Théorie de la diffusion

La théorie de la diffusion relie linéairement le flux de diffusion au gradient de concentration. Elle fait intervenir un coefficient de diffusion qui évolue suivant la température, la pression isostatique et la mise en contrainte à l'interface. La diffusion sous contrainte par déformation plastique, pour le cas du cold spray, conduit à l'élévation de la vitesse de diffusion [SOM94].

Les travaux de Serge Guetta [GUE10], notamment, ont mis en évidence les phénomènes de diffusion dans le procédé cold spray. En effet, lorsque la particule est en contact avec le substrat, outre l'accrochage mécanique annoncé, une diffusion atomique a lieu. Dans le processus de projection dynamique par gaz froid, les particules arrivent à la surface de la cible à l'état solide. Néanmoins, l'énergie libérée due aux vitesses élevées atteintes par les particules, permet éventuellement une fusion locale à l'impact. Une élévation de la température est alors mesurée [LI07-1] et conduit à considérer une diffusion en phase liquide. La présence d'une zone de transition ou d'interface plus ou moins épaisse entre les deux matériaux à assembler est synonyme de diffusion dans le matériau. Fondée sur la loi de Fick, la diffusion peut s'effectuer à l'état solide comme à l'état liquide. Dans les deux cas, le facteur temps joue un rôle et la diffusion est thermodynamiquement activée.

1.1.3. Liaisons atomiques ou moléculaires

Ce type de liaison se produit lorsque le contact entre deux surfaces est suffisamment intime (< 0,5 nm) [GRU04-1]. On parle alors de liaisons physiques ou chimiques. La nature physique des liaisons implique des liaisons intermoléculaires caractérisées par une faible énergie (< 50 kJ.mol^{-1}) [WEI95]. Quant à la nature chimique des liaisons, il s'agit d'une liaison interatomique – à l'échelle de l'atome. Considérées comme des liaisons fortes, elles se présentent sous trois types : ionique, covalente ou métallurgique. Les deux premières ont des énergies bien plus élevées (de l'ordre de 1000 kJ.mol^{-1}) alors que la dernière présente une énergie plus faible (entre 110 et 260 kJ.mol^{-1}).

1.2. Préparation de surface, rugosité et adhésion

La préparation ou le traitement de surface consiste à modifier cette dernière par un simple nettoyage ou par voie chimique et/ou physique. Dans le cas de surfaces métalliques, on retrouve typiquement des couches d'oxydes rendant la surface polaire, c'est-à-dire chargée électriquement. La préparation de surface

des métaux est destinée à améliorer leurs liaisons mécaniques, par exemple lorsqu'elles sont exposées à l'humidité [EBN11]. Les raisons principales amenant à préparer la surface sont : (1) prévenir la formation d'une couche fragile superficielle, (2) créer une topographie particulière à la surface du substrat et (3) optimiser les forces d'adhésion à l'interface.

1.2.1. Modification morphologique de la surface par abrasion

Si des traitements par voie chimique permettent d'accroître l'énergie de surface du substrat, un traitement mécanique par abrasion est meilleur car il fournit une surface dépourvue de sa couche d'oxyde et confère une certaine rugosité qui augmente la surface de contact du substrat. Généralement, les surfaces rugueuses abrasées forment des liaisons plus fortes que les surfaces polies en raison de leur plus grande surface de contact [EBN11]. La modification morphologique de la surface du substrat par sablage illustre parfaitement ce phénomène. Cette préparation du substrat permet de créer des rugosités qui favorisent l'adhésion des particules projetées à sa surface [KUM09] [PAU15].

1.2.2. Structuration de surface par laser

Contrairement à la préparation de surface par sablage, la surface texturée par laser permet la formation de rugosités dont les dimensions et l'espacement peuvent être maîtrisées. De plus, cette technique limite la génération de contraintes résiduelles dans le matériau en restreignant ce phénomène à la périphérie des rugosités. L'ancrage mécanique, régissant pour partie l'adhésion, a été particulièrement mis en évidence et a permis de justifier son intérêt pour l'élaboration de revêtements par projection plasma [KRO15] et cold spray [GOJ15-1].

1.3. Quantification de l'adhérence des revêtements

Une centaine d'essais existent et permettent de déterminer l'adhérence d'un revêtement sur son substrat. On peut classer les différents dispositifs suivant quatre catégories [BER93] [WEI95] [SIL03] :

- Les essais de rupture interfaciale : ils mesurent l'énergie nécessaire à la propagation d'une fissure interfaciale. Par exemple le pelage [SEX94] et l'indentation interfaciale [HAN15] ;
- Les méthodes directes : la contrainte d'adhérence appliquée permet la décohésion du revêtement. On y retrouve les essais de traction [JOH07] ou de cisaillement [AMA92] ;
- Les méthodes indirectes : ils induisent un champ de contraintes complexes dans les matériaux et nécessitent la simulation numérique des phénomènes de l'essai pour l'obtention d'une valeur d'adhérence (contrainte ou énergie). Les essais de rayure [RIC88] et de choc laser [FAB13] font partie de ces méthodes ;
- Les méthodes non mécaniques : elles utilisent les ultrasons ou encore les émissions thermo-acoustiques [COS01] [ROS01].

Choisir le bon essai pour déterminer l'adhérence du revêtement s'avère donc complexe et relève surtout du comportement du matériau à révéler. En effet, certains essais sont quasi-statiques quand d'autres sont dynamiques. Il est évident que la réponse du matériau sera différente. Quelques uns de ces essais sont détaillés par la suite.

1.3.1. Essai par choc laser LASAT® (« LAser Shock Adhesion Testing »)

Son principe de sollicitation mécanique sur un temps extrêmement court est l'objet de nombreuses d'études entreprises depuis plusieurs années [BOL02] [ARR04] [BAR04] [GUE10] [FAB13]. Un laser de puissance est focalisé à la surface de l'échantillon et fournit une énergie durant un temps très court. Un plasma est généré sur une faible épaisseur du matériau. La détente de ce plasma engendre une pression qui provoque des ondes de compression dans le matériau pouvant atteindre la dizaine de GPa pour des flux de plusieurs $GW.cm^{-2}$. L'impact laser s'effectue sur la face non revêtue du substrat et engendre des effets mécaniques dans le matériau. En se réfléchissant sur la face arrière de l'échantillon (surface libre), l'onde de choc se détend et donne naissance à une traction dans le matériau. En fonction des conditions de choc et de la géométrie de l'échantillon, cette traction se localise à l'interface revêtement-substrat et y provoque une éventuelle fissuration. En mesurant la fissure générée et en lui associant la puissance laser, on caractérise le comportement sous sollicitation dynamique du système. Remonter à une valeur d'adhérence s'effectue grâce à une simulation numérique de propagation d'onde où la contrainte à l'interface est déterminée. De plus amples détails sur cette technique de caractérisation et de mesure d'adhérence de revêtements sont donnés dans le Chapitre 6.

1.3.2. Essai par plots collés

Deux plots sont utilisés pour cet essai, un plot fixé sur le revêtement, l'autre (contre-plot) sur le substrat par un adhésif, généralement à l'aide d'une colle polymère. Une force de traction croissante de même module est appliquée sur chacun des plots jusqu'à obtenir une décohésion du revêtement (Figure 1-2).

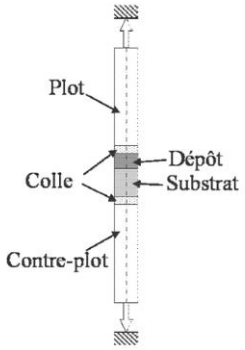


Figure 1-2 : Principe de l'essai d'adhérence par plot-collé [BAR04].

Selon le niveau d'adhérence du revêtement, une décohésion peut se produire dans le revêtement ou à l'interface revêtement-substrat. La contrainte appliquée conduit à évaluer l'adhérence du revêtement. Cet essai est normalisé (NF EN 582 – ASTM C633) et est industriellement très utilisé mais présente des inconvénients non négligeables [RIC88] [GAS01] :

- L'alignement entre les deux plots doit être parfait afin d'obtenir un chargement uniforme le long de l'interface ;
- La pénétration de la colle dans les porosités du revêtement peut affecter les caractéristiques de l'interface ;
- La colle limite l'essai car, lorsque le seuil d'adhérence de celle-ci est atteint, la rupture se produit et la valeur d'adhérence du revêtement n'est alors pas mesurable ;
- La dispersion de l'essai est élevée et nécessite un grand nombre d'éprouvettes ;
- La mise en œuvre de l'essai est lourde et non automatisable.

2. Procédé cold spray

2.1. Contexte scientifique

Développé à la fin des années 80 par Papyrin [ALK90], le procédé de projection dynamique par gaz froid (CGDS : Cold-Gas Dynamic Spraying) est né suite à des études sur les écoulements supersoniques diphasiques (composé gazeux associé à des particules solides) sur des maquettes. Avec l'utilisation de particules comme traceur dans ces flux gazeux, il a été montré que ces dernières pouvaient adhérer sur les maquettes au-delà d'une certaine vitesse. La large gamme de matériaux pouvant ainsi être projetés (métaux, alliages ou encore composites) sur une grande variété de substrat a mis en évidence le potentiel de la projection à froid pour de multiples applications. Après avoir été breveté aux Etats-Unis et en Europe, le procédé cold spray a vu le jour en 1994 grâce au professeur Papyrin qui le définit de la manière suivante : « *La projection dynamique par gaz froid plus communément appelée cold spray est un procédé permettant de réaliser des dépôts en exposant un substrat métallique ou diélectrique à un jet à haute vitesse (de 300 à 1200 m.s^{-1}) de petites particules (1 à 50 µm) accélérées au moyen d'un écoulement supersonique d'un gaz comprimé* ». Aujourd'hui, plusieurs entreprises dans le monde commercialisent l'installation cold spray :

<u>Cold Spray basse pression (inférieure à 1,5 MPa)</u>

- *CenterLine (Canada)*
- *Dymet-Dycomet (Pays-Bas)*

<u>Cold Spray haute pression (de 2 à 5 MPa)</u>

- *Impact Innovations (Allemagne)*
- *Oerlikon (Suisse)*
- *Plasma Giken (Japon)*

La projection thermique regroupe l'ensemble des procédés utilisant un flux gazeux pour projeter à vitesse élevée, sur une surface à revêtir, un matériau d'apport fondu ou porté à l'état plastique. Les procédés les plus utilisés sont les projections par plasma d'arc, flamme, HVOF (High Velocity Oxy-Fuel) et cold spray.

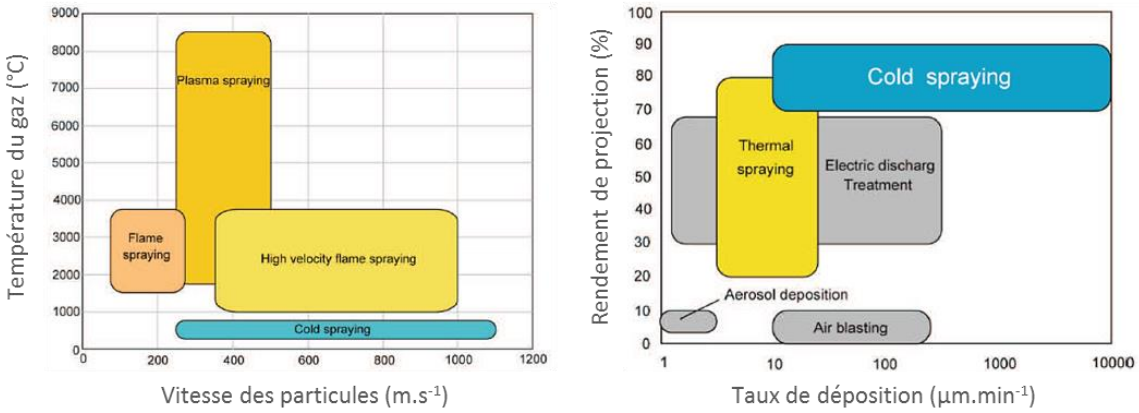


Figure 1-3 : Situation du procédé cold spray dans la famille des procédés de projection thermique [ICH07].

Ces procédés se distinguent entre eux notamment par leur rendement et la température de gaz en fonctionnement, respectivement en fonction de la vitesse des particules (Figure 1-3a) et du taux de dépôt du revêtement (Figure 1-3b). Sur de nombreux aspects, l'utilisation d'un pistolet cold spray semble très similaire aux appareils de projection thermique classiques énoncés précédemment. Le gaz pressurisé est chauffé par énergie électrique jusqu'à des températures comprises entre 100 et 800°C. Cependant, contrairement aux procédés de projection thermique, chauffer le gaz permet uniquement de conférer au flux de particules

injectées une vitesse supérieure (vitesse supersonique) par l'énergie cinétique et non d'utiliser cette chaleur pour fondre les particules (Figure 1-4). C'est la différence majeure du procédé cold spray par rapport à la projection thermique classique où l'énergie thermique joue un rôle sur l'état physique d'impact des particules. L'utilisation d'un gaz chauffé par induction réduit considérablement sa consommation énergétique. La circulation du gaz dans la partie divergente de la buse entraîne un refroidissement rapide de ce dernier, ce qui lui permet d'atteindre une température de sortie parfois inférieure à celle de la chambre de projection. L'appellation "cold" spray prend alors toute sa signification.

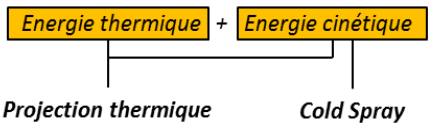


Figure 1-4 : Comparaison énergétique entre la projection thermique classique et le procédé cold spray.

2.2. Principe du cold spray

2.2.1. Principe

Représenté de manière schématique sur la Figure 1-5, le procédé cold spray utilise l'azote (N_2), l'hélium (He) ou l'air comme gaz servant à la propulsion de particules. En fonction de l'installation cold spray, ce gaz peut être comprimé jusqu'à 5 MPa et chauffé jusqu'à 800°C par un système de chauffage par bobine. Le gaz est ainsi envoyé à travers une buse pour atteindre des vitesses d'éjection allant de 600 à 1200 $m.s^{-1}$ environ [FAU14].

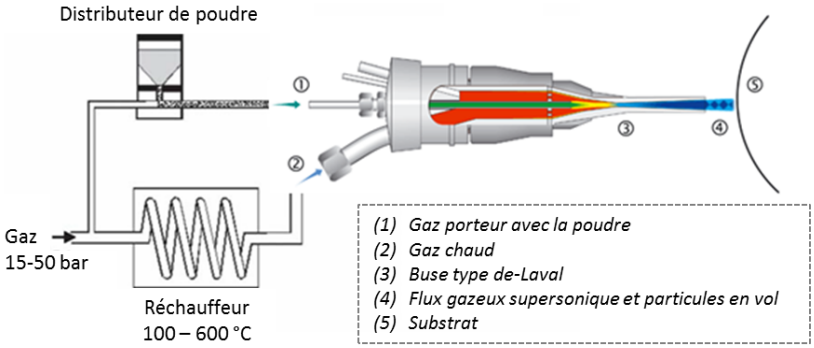


Figure 1-5 : Schéma de principe du procédé de projection dynamique par gaz froid, cold spray [CHA05].

La poudre à projeter est alors introduite dans la chambre de compression grâce à un gaz porteur, pouvant être identique à celui chauffé, avant d'être propulsée à des vitesses très élevées tout en subissant une montée en température. Les particules sont chauffées mais demeurent en deçà de leur point de fusion. C'est une des autres différences majeures entre le cold spray et les procédés de projection thermique classiques telle que la projection plasma. Les particules, propulsées à très fortes vitesses, entrent en collision avec le substrat pour former un revêtement, par empilements de particules se déformant plastiquement, communément nommées après impact, splats (Figure 1-6).

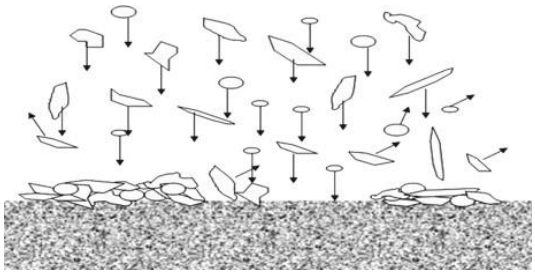


Figure 1-6 : Schéma de la construction d'un revêtement élaboré par cold spray : rebonds et adhésion des particules après impact (splats) avec le substrat [BOR06].

2.2.2. Caractéristiques du procédé

2.2.2.1. Gaz principal de projection

La composition chimique du gaz cold spray est classiquement l'air, l'hélium, l'azote et leurs mélanges. L'utilisation de l'azote réduit l'oxydation du matériau projeté par rapport à l'air. Mais c'est la vitesse du gaz V_g qui distingue l'azote de l'hélium. Déterminée à partir du nombre de Mach et du coefficient isentropique du gaz, la vitesse de l'hélium est bien plus élevée [SUO15]. Il est un meilleur propulseur (par rapport à l'azote) du fait de sa plus petite masse moléculaire et de son plus grand coefficient isentropique (1,66 contre 1,4). Même s'il est très onéreux par rapport aux autres gaz, il peut être retenu, dans certains cas, pour une utilisation industrielle. Une vitesse des particules projetées plus élevée est favorable à la densification de la microstructure des revêtements. Le débit de gaz est généralement de l'ordre de 20 $g.s^{-1}$. Une installation de type CGT K4000 (Figure 1-7) permet le chauffage de 90 m^3 de gaz en moins d'une minute. La pression d'entrée des gaz peut aller de 0,5 à 4,0 MPa et les températures peuvent atteindre les 1073 K en sortie (cas des matériaux à plus haut point de fusion). La vitesse du gaz V_g est toujours supérieure à celle de la particule.

2.2.2.2. Buse de projection

Les buses utilisées dans le procédé de projection dynamique à froid sont de type de-Laval, c'est-à-dire convergente-divergente, avec des vitesses soniques atteintes dans le convergent et supersoniques dans le divergent. Généralement, les buses sont cylindriques, mais il en existe aussi avec des sections rectangulaires dont l'intérêt est de limiter le colmatage par l'agglomération de particules.

2.2.2.3. Poudre projetée

Le choix des poudres utilisées en cold spray s'effectue par leur capacité à se déformer plastiquement à l'impact. C'est pourquoi des matériaux comme les céramiques sont proscrits même si d'autres tentatives ont été réalisées mais, mettant en jeu d'autres mécanismes de construction de revêtement [YAM10]. Les matériaux utilisables en projection dynamique par gaz froid sont les métaux et les alliages ductiles. Il est possible de les classer suivant leur structure cristalline respective [PAW08] :

- métaux de type structure cubique face centrée (c.f.c.) : Al, Cu, Ag, Pt, Ni, Au et γ-Fe;
- métaux de type structure cubique centrée (c.c.) : W, Ta, Mo, Nb, V, Cr et α-Fe;
- métaux de type structure hexagonale compact (h.c.) : Cd, Zn, Co, Mg et Ti.

La structure cubique face centrée (c.f.c.) possède un grand nombre de plans de glissement, ce qui permet une forte déformabilité du matériau. Un autre paramètre concernant la projection de la poudre est déterminant : sa température de fusion. Plus elle est basse, meilleure sera sa capacité à être projetée. A l'inverse, des matériaux comme l'acier inoxydable (317L) ou les alliages de titane qui ont pour propriétés de durcir après une contrainte mécanique, ne sont pas aisés à projeter. Le matériau le plus couramment projeté

par cold spray est le cuivre mais d'autres comme le NiCrAlY ou encore le tantale sont aussi utilisés. La granulométrie des poudres, au début du cold spray, était similaire à celle utilisée dans le procédé VPS (Vacuum Plasma Spraying), c'est-à-dire comprise entre 5 et 20 µm.

La température T_p des particules, sensiblement plus faible, et la vitesse V_p des particules, significativement plus élevée qu'en projection thermique classique, peuvent être mesurées. Une étude menée par Stoltenhoff [STO02] révèle une température de particules de 500 K et une vitesse de particules de l'ordre de 600 $m.s^{-1}$ dans le cas d'une projection de cuivre sous pression d'azote et de températures optimisées. L'Injection de poudres s'effectue axialement dans la plupart des installations, c'est-à-dire dans l'axe de projection.

Figure 1-7 : Eléments constituants une installation cold spray : (1) système de chauffage des gaz, (2) console informatique (3) compresseur (4) distributeur de poudre, (5) pistolet cold spray [PAW08].

2.2.2.4. Substrat

Les matériaux servant de substrats pour la projection dynamique par gaz froid sont des métaux, des céramiques ou plus récemment des polymères. Les deux premières familles de matériaux ont fait leur preuve en ce qui concerne la tenue mécanique des revêtements élaborés. A travers le procédé cold spray, la rugosité de surface du substrat n'est, a priori, pas nécessaire comme cela peut être le cas en projection plasma. Le substrat peut donc se trouver dans un état poli [GRI15]. Néanmoins, plusieurs études ont démontré l'intérêt de la préparation de surface [RIC06] [ZIE14]. Les revêtements ainsi élaborés sont connus pour leur très bonne adhérence. Les principaux paramètres ajustables qui modifient les propriétés des revêtements dans ce procédé sont : la température de gaz [MEN11], la pression de gaz [YIN14], la nature du gaz [SUO15], la distance de projection [RAL11], la répartition granulométrique de la poudre [HEL08], la morphologie de la poudre [CIN13] et le type de buse [ALK01].

2.2.3. Paramètres de projection

2.2.3.1. Vitesse de la particule

En cold spray, la vitesse de la particule juste avant l'impact influe sur sa capacité à adhérer au substrat. En fonction du substrat, une vitesse critique V_{cr} est déterminée. Seules les particules atteignant ou dépassant cette vitesse sont susceptibles d'adhérer à la surface du substrat. La forte concentration de dislocations générées par les impacts violents de particules solides, agissent comme des centres d'amorçage d'interactions chimiques entre la particule et le substrat. Dans le cas contraire, en-dessous de cette vitesse critique, les particules érodent la surface par rebonds [PAP05]. L'adhésion ne se produit pas et la particule rebondit. Le passage entre le domaine de rebond et la formation d'un revêtement est donc délimité par cette vitesse critique de la particule dont la détermination a été étudiée par Schmidt [SCH06] à travers l'équation Eq. 1.1.

$$V_{cr} = 667 - 0{,}014\rho + 0{,}08 \cdot (T_f - T_r) + 10^{-7} \cdot R_e - 0{,}4 \cdot (T_i - T_r) \quad \textit{(Eq. 1.1)}$$

Où ρ est la densité de la particule projetée, T_f sa température de fusion, T_r la température de référence (20°C), T_i la température d'impact et R_e la limite d'élasticité du matériau de la particule.

2.2.3.2. Distance de projection

La particule acquiert sa plus grande vitesse dans le flux gazeux et, plus particulièrement, en sortie de la partie divergente de la buse [CHA11]. La géométrie de la buse et les paramètres du procédé (pression et température) déterminent l'énergie cinétique atteinte. Le chemin qu'elle parcourt avant de parvenir au substrat influe sur sa vitesse en vol. Si elle n'a pas l'énergie suffisante pour adhérer, la particule rebondit et la formation du revêtement est sensiblement ralentie. Le rendement de projection est alors directement fonction de la vitesse de la particule et, a fortiori, de la distance entre la sortie de la buse et la surface du substrat. Cette distance de projection est un paramètre dont la variation influe sur la vitesse d'impact V_i de la particule (Figure 1-8) [PAT08].

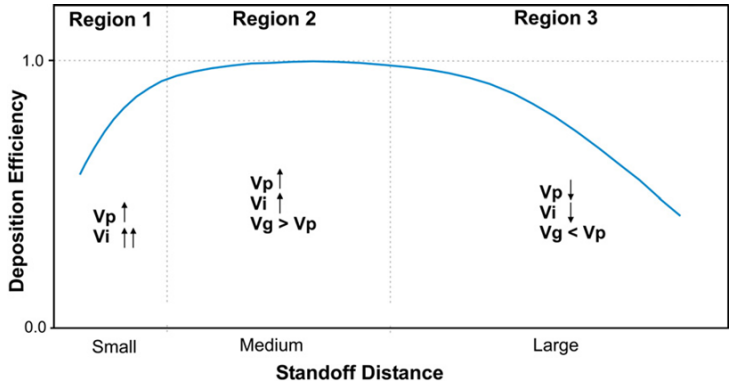


Figure 1-8 : Influence de la distance de projection d_p sur le rendement de projection, où V_i est la vitesse d'impact, V_p la vitesse de la particule et V_g la vitesse du gaz [PAT08].

2.2.4. Avantages du procédé cold spray

Comme les autres procédés de projection, le cold spray a de nombreux avantages, tant techniques que scientifiques. Tout d'abord, il se caractérise par un rendement très élevé avec des valeurs supérieures à 95% pour des matériaux tels que l'aluminium, le cuivre et leurs alliages. Ce fort rendement est dû notamment à l'optimisation des paramètres de projection et au faible pourcentage d'oxygène contenu dans les poudres. En effet, une faible quantité d'oxygène se retrouve dans les revêtements puisqu'un gaz neutre (N_2) est utilisé pour propulser les particules vers le substrat. L'oxydation du revêtement est ainsi évitée.

Une autre caractéristique majeure du procédé cold spray est sa capacité à réaliser des revêtements très épais (jusqu'à plusieurs centimètres). Cette particularité s'avère potentiellement déterminante pour de multiples applications telles que la fabrication additive (Annexe B). Les revêtements sont épais mais également très denses (taux de porosité généralement inférieur à 1%). L'impact violent des particules à la surface du substrat permet un empilement des particules optimal conférant une forte densité. La valeur des vitesses atteintes par les particules engendre des liaisons fortes entre le revêtement et le substrat. Les propriétés mécaniques et l'adhésion sont des critères déterminants lorsqu'il s'agit d'obtenir des revêtements résistants à des sollicitations mécaniques extérieures ou internes.

2.3. Types de liaisons générées par cold spray

Entre le substrat et le revêtement, des liaisons sont créées lors de l'impact. Une déformation est alors engendrée. Les matériaux se déforment et les différents phénomènes physiques et chimiques se produisant sont décrits dans cette partie.

2.3.1. Phénoménologie de l'impact

Au cours du procédé cold spray, des déformations extrêmes se produisent dans des temps très courts, de l'ordre de 10^7 à 10^9 s^{-1}. Deux phénomènes majeurs sont identifiables pendant l'impact : le cisaillement adiabatique et la recristallisation dynamique. Deux mécanismes rentrent alors en compétition :

- *L'écrouissage du matériau* : le nombre de dislocations croît et augmente ainsi la résistance mécanique du matériau ;
- *L'adoucissement thermique* : les déformations intenses provoquent une élévation de température, ce qui favorise le déplacement et l'annihilation des dislocations du matériau.

2.3.1.1. Cisaillement adiabatique

Pour que le cisaillement adiabatique localisé ait lieu, une certaine taille de particule minimale est nécessaire. Une étude menée par Schmidt [SCH06] a mis en évidence l'influence de la granulométrie de la poudre sur l'élévation localisée de la température. La taille minimale de la particule dépend de plusieurs facteurs propres aux matériaux considérés, notamment la conductivité thermique de ce dernier. Une instabilité adiabatique n'est possible que si la diffusion de chaleur (diffusivité thermique) au sein du matériau ne se produit pas trop rapidement. La même étude a mis en avant une formulation semi-empirique donnant la taille minimale de la particule à projeter (d_{crit}) en fonction du matériau (capacité thermique massique C_p et masse volumique ρ) et de la vitesse d'impact (v_i) afin d'obtenir un cisaillement adiabatique (Eq. 1.2).

$$d_{crit} = 36 \cdot \frac{\lambda}{C_p \cdot \rho \cdot v_i} \qquad \textit{(Eq. 1.2)}$$

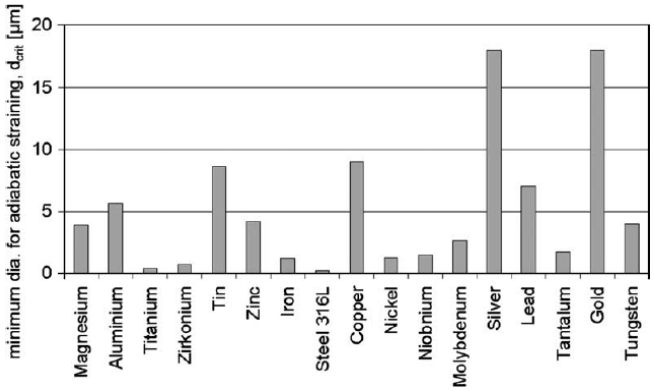


Figure 1-9 : Diamètre minimal de particules pour un cisaillement adiabatique en fonction du matériau projeté [SCH06].

Des essais ont été réalisés sur des particules de cuivre pour établir l'évolution de la température localisée au niveau de la zone d'impact en fonction de la taille de particule [SCH06]. Pour un matériau donné, plus la conductivité thermique est élevée, plus la taille minimale de la particule est élevée. C'est le cas, notamment, de l'argent et de l'or où la taille minimale des particules, pour satisfaire au phénomène de cisaillement adiabatique, est de l'ordre de 18 µm (Figure 1-9).

2.3.1.2. Recristallisation dynamique

Du fait du choc très violent entre la particule et le substrat à des vitesses d'impact élevées dans le flux gazeux, la déformation plastique (vitesse de déformation de l'ordre de 10^9 s^{-1}) et l'élévation en température aux interfaces (10^9 $K.s^{-1}$) de la particule à l'impact sont élevées [ASS03]. Cela engendre des transformations microstructurales majeures. L'étude des interfaces par microscopie électronique en transmission (MET) a mis en exergue des interfaces perturbées par la déformation plastique. Les travaux de Borchers [BOR03] concernant des interfaces Cu/Cu ont permis d'identifier différentes zones sur un cliché MET (Figure 1-10) :

- Zone A : Forte densité de dislocations s'arrangeant sous forme d'empilement (taille de grains > 500 nm).
- Zone B : Grains allongés très fortement déformés avec une très haute densité de dislocations au voisinage du joint de grain.
- Zone C : Grains fins équiaxes (100 nm), zones très déformées au voisinage des joints de grains mais le centre des grains ne présente pas de dislocations.
- Zone D : Grains recristallisés (1 µm) exempts de dislocation mais maclés.

Ces quatre zones résument l'ensemble du processus de recristallisation dynamique se produisant au cours de l'impact d'une particule par cold spray. Une caractérisation par EBSD d'un revêtement élaboré par cold spray de nickel conclut aussi à une recristallisation dynamique interfaciale et propose un mécanisme fondé sur une recristallisation dynamique selon le mécanisme proposé par Mishra [MIS07] mais localisé à l'interface entre particules [ZOU09].

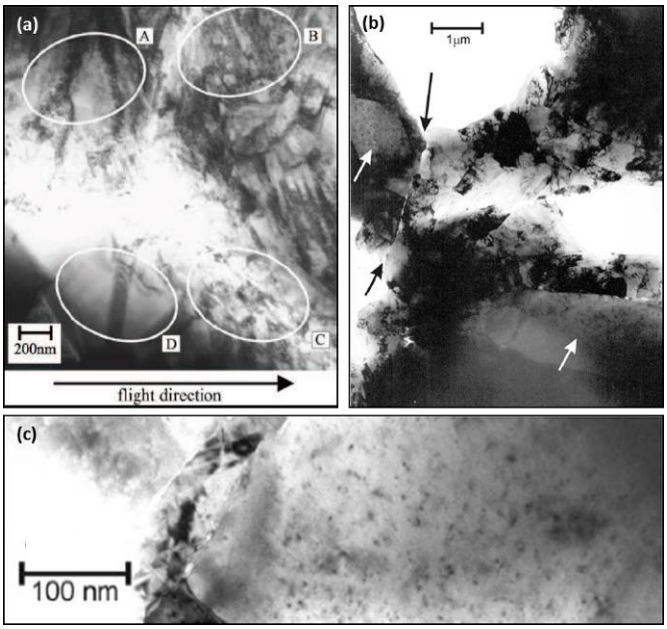


Figure 1-10 : Images MET (a) d'une interface Cu/Cu [BOR03], (b) d'un revêtement Cu (la flèche noire indiquant l'interface particule/particule et les flèches blanches indiquant des grains mouchetés) et (c) grossissement des grains mouchetés [BOR05].

2.3.2. Ancrage mécanique

2.3.2.1. Echelle globale

Pendant la projection dynamique par gaz froid, la particule projetée à la surface du substrat pénètre plus ou moins profondément. Cette pénétration est directement liée à plusieurs paramètres d'impact : la dureté respective des matériaux et la topographie du substrat (Figure 1-11a). On parle alors d'ancrage mécanique de la particule dans le substrat, donnant lieu à une liaison de type mécanique. En fonction de la dureté de la particule et de celle substrat, les déformations plastiques évoluent et l'ancrage de la particule est modifié. Une particule dure, en comparaison du substrat, entraîne une profondeur de pénétration élevée où la

particule est partiellement voire entièrement enrobée par le substrat (Figure 1-11b, Figure 1-11c et Figure 1-11d) [ASS03] [CHR11] [BLO14]. La topographie du substrat engendre une déformation de la particule où la surface entre cette dernière et le substrat est augmentée [FUK04].

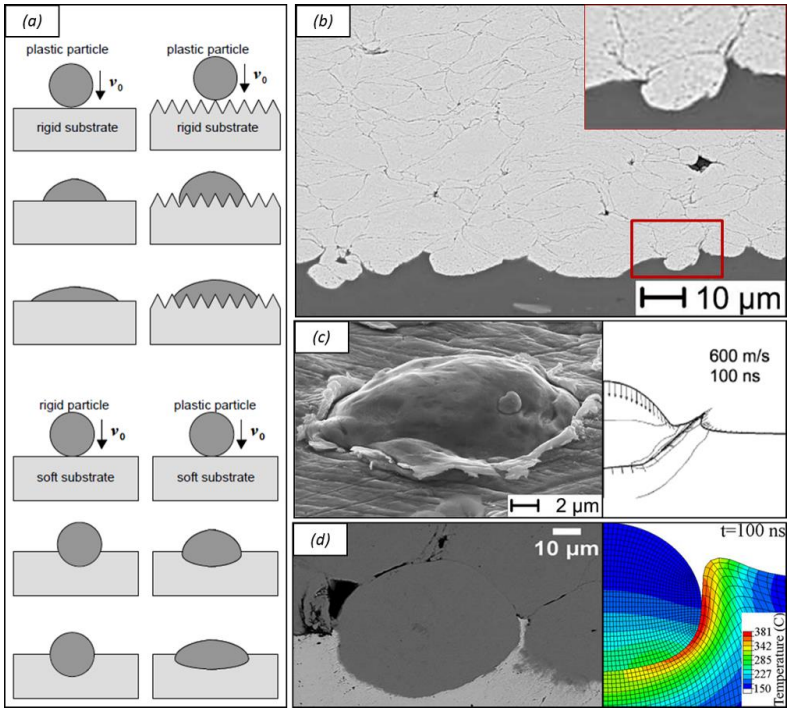


Figure 1-11 : Ancrage mécanique d'une particule dans un substrat (a) différentes configurations suivant la dureté et la rugosité de surface des matériaux [FUK04], (b) Cu/Al [ASS03], (c) Cu/Cu, par voie expérimentale et numérique [ASS03] et (d) Ti/Al 2017 par voie expérimentale et numérique [CHR11].

2.3.2.2. Echelle locale

Une adhésion par alliage mécanique peut être observée à l'interface particule-substrat. Ce mécanisme s'explique par le passage de la matière dans le domaine visqueux. La création de l'instabilité de cisaillement adiabatique entraîne cette transition [ASS03] [GRU04-1]. La formation d'un jet de matière lors de l'impact et leur évolution sous forme de vortex [GRU03] est une hypothèse à même d'étayer certaines interfaces observées expérimentalement pour des projections du cuivre sur de l'aluminium (Figure 1-12a) [CHA05] ou de nickel sur de l'aluminium (Figure 1-12b) [ADJ05].

La tenue mécanique du revêtement avec le substrat est favorisée par les fortes vitesses d'impact des particules. La déformation de la particule permet une modification de la géométrie de surface du substrat et contribue ainsi à lier fortement les deux matériaux. Il y a pénétration du matériau constituant le revêtement au sein du substrat. D'autres approches de l'adhésion des particules projetées sont envisageables, comme la diffusion qui a été étudiée dans le cas du couple Cu/Al. Ce phénomène n'est pas plus amplement développé, ici, car seules les liaisons de type mécanique à l'échelle globale sont étudiées.

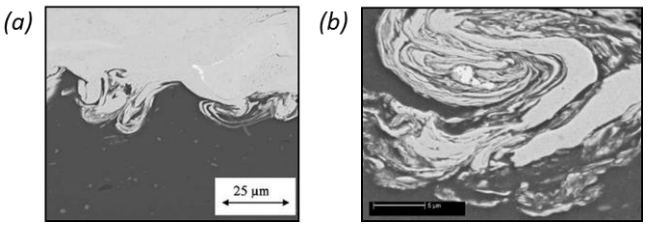


Figure 1-12 : Images EDS en coupe représentant les accrochages mécaniques sous forme de vortex (a) interface Cu/Al [CHA05] et (b) interface Ni/Al [AJD05], le revêtement respectivement Cu et Ni sur Al apparaissent en clair.

3. Réalisation de revêtement d'aluminium sur matériaux métalliques

3.1. Caractéristiques d'un substrat d'aluminium 2024-T3

Majoritairement utilisé sous forme d'alliages, l'aluminium est capable de se marier avec un grand nombre d'autres éléments et permet de satisfaire de nombreuses applications. L'aluminium génère naturellement une couche d'oxyde qui le protège de la corrosion. Différents types de traitement de surface peuvent encore améliorer cette résistance (anodisation, laquage, etc.). C'est aussi un excellent conducteur thermique et électrique. Il peut ainsi être facilement travaillé à basse température et déformé sans se rompre. Cela permet de lui donner des formes très variées comme des pièces à géométrie complexe pour le domaine aéronautique ou automobile.

3.1.1. Familles d'alliages d'aluminium

Les alliages d'aluminium sont classés en sept familles selon l'élément principal d'addition. Les alliages sont communément désignés par un numéro à quatre chiffres dont le premier désigne la famille d'appartenance. Le Tableau 1-1 résume ces familles d'alliages d'aluminium. Celle constituant le cœur de l'étude est la série 2000.

Tableau 1-1 : Familles d'alliages d'aluminium, éléments d'addition et résistance mécanique [CAL09].

Famille	***Eléments d'alliage***	***Etendue de la teneur (en % masse)***	***Résistance mécanique Rm (en MPa)***
Durcissement par écrouissage			
1000	*Aucun*	*-*	*50 - 150*
3000	*Manganèse (Mn)*	*0,5 – 1,5*	*100 - 260*
5000	*Magnésium (Mg)*	*0,5 - 5*	*100 - 340*
Durcissement structural			
2000	*Cuivre (Cu)*	*2 - 6*	*300 - 450*
4000	*Silicium (Si)*	*0,8 – 1,7*	*150 - 400*
6000	*Magnésium et silicium (Mg-Si)*	*Mg : 0,5 – 1,5* *Si : 0,5 – 1,5*	*150 - 310*
7000	*Zinc et magnésium (Zn-Mg)*	*Zn : 5 – 7* *Mg : 1 - 2*	*Sans cuivre : 320 - 350* *Avec cuivre : 430 - 600*

3.1.2. Alliage d'aluminium 2024

L'alliage 2024 fait partie de la plus ancienne famille d'alliages d'aluminium à durcissement structural (famille 2000) dont le « Duralumin » à 4 % de cuivre, est une marque déposée par l'allemand Wilm en 1909. Étant le premier alliage d'aluminium présentant des propriétés mécaniques comparables à celles de l'acier ordinaire, le « Duralumin » est un alliage léger qui contribua largement au développement de la construction aéronautique dès le début des années 1920. Cela explique l'intérêt particulier des métallurgistes de l'aluminium pour cet alliage avec de très nombreuses recherches depuis plus de 90 ans. Le diagramme de phase binaire des alliages aluminium-cuivre renseigne sur l'état physique et chimique de l'alliage en fonction de sa température. En se plaçant entre 0 et 6% de cuivre, la phase α-Al + θ(Al_2Cu) est présente jusqu'à 300°C. A partir de 500°C, cette phase passe par la phase α de l'aluminium avant de changer d'état physique vers les 550°C et devenir une phase Al + Liquide. Les alliages de cette famille sont caractérisés par : (1) des

performances mécaniques élevées à l'état trempé revenu T6, (2) une bonne tenue à chaud jusqu'à 85°C et (3) une bonne usinabilité.

En revanche, ces alliages, en dessous de 6 % de cuivre, ne sont pas soudables à l'arc. Leur résistance à la corrosion est médiocre du fait de la présence du cuivre. Ils ne peuvent donc être utilisés sans protection s'ils doivent être exposés à un milieu corrosif ou, tout simplement, aux intempéries. L'alliage d'aluminium 2024 présente des caractéristiques mécaniques plus élevées du fait de sa teneur en magnésium. Cet alliage est disponible sous forme de tôles minces et épaisses, de barres ou de profilés. Les applications sont, surtout, associées à la construction aéronautique et à la mécanique.

3.1.3. Traitement thermique de l'aluminium

Une amélioration des propriétés mécaniques ou thermiques des matériaux est également possible par un traitement thermique. Il s'agit le plus souvent d'une montée en température du matériau et d'une mise en forme réalisée à une certaine température. Une multitude de traitements thermiques existent et se distinguent par la température et la durée des paliers de maintien, les températures de mise en forme et enfin le procédé de mise en forme lui-même. Sous forme de tôle fine pour son application industrielle, l'alliage 2024 subit un traitement thermique de type T3 une fois sa mise en forme effectuée. Ce traitement correspond à une mise en solution suivi d'un écrouissage à froid puis d'une maturation de l'alliage. L'objectif étant d'améliorer la résistance mécanique de ce dernier par un durcissement structural.

3.1.4. Ecrouissage de l'aluminium

Le procédé de mise en forme consiste à donner au matériau ses dimensions et son aspect. Les cas classiques sont les plaques, les profilés ou les barres. Le procédé de laminage engendre un écrouissage du matériau. Il peut être exécuté à froid ou à chaud. Le principe consiste à déformer plastiquement le matériau par compression continue lors de son passage entre deux cylindres contrarotatifs en laminoir. Il s'agit de réduire l'épaisseur du matériau par écrouissage de la matière. Des stries rectilignes, qui résultent de l'étape de laminage, sont observées sur la surface finale. Dans un matériau métallique non soumis à une quelconque déformation, la densité de ces défauts métallurgiques est déjà élevée ($\rho >> 10^{10}$ à 10^{11} dislocations.m^{-2} à température ambiante). Néanmoins, leur nombre va rapidement croître avec la déformation plastique conduisant au durcissement de la matière ; c'est le phénomène d'écrouissage. À la création de nouvelles dislocations, différents mécanismes, conduisant à leur élimination donc à l'adoucissement du matériau, se produisent : la restauration et la recristallisation. De ces deux phénomènes, seule la recristallisation va générer une modification marquée de la structure métallurgique.

3.2. Elaboration de revêtements sur matériaux métalliques par cold spray

La caractéristique des revêtements élaborés par cold spray est la déformation dynamique du matériau à l'impact. Les particules épousent la forme de la particule précédemment déposée. Cette superposition de déformation plastique confère une microstructure dense où les contraintes et le taux de déformation sont très élevés [WAN11]. L'utilisation d'une solution chimique permettant de révéler les joints inter-particulaires et intra-particulaires, est souvent préconisée même si l'accentuation de certains d'entre eux laisserait penser que le revêtement est poreux. Des porosités sont présentes dans le revêtement mais en très faible quantité (généralement < 1%) pour les revêtements élaborés dans des conditions de projection optimisées. La déformation plastique modifie la géométrie des particules qui s'allongent avec une orientation

perpendiculaire à l'axe de projection (Figure 1-13a) [MOR04] [KAN12]. A l'interface particule-particule, les frottements, provoqués par le choc dynamique, favorisent les liaisons métallurgiques entre les particules. Une subdivision en sous-grains se produit (Figure 1-13b et Figure 1-13c). La zone A (Figure 1-13b) révèle une faible déformation de la particule à cœur. A l'inverse, en se rapprochant de la périphérie, la présence de grains de très petites dimensions démontre l'intensité des déformations localisées à l'interface particule-particule du fait de la recristallisation dynamique.

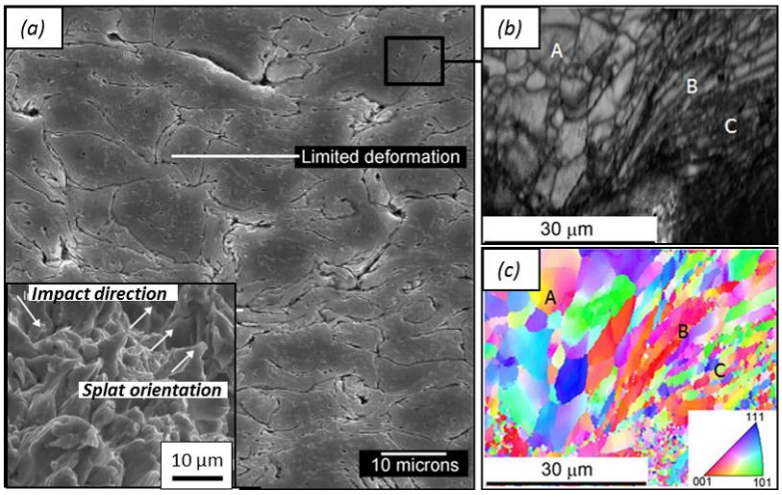


Figure 1-13 : (a) Microstructure d'un revêtement d'aluminium pur [MOR04], (b) microstructure localisée à l'interface particule-particule en microscopie en transmission (MET) et (c) son cliché EBSD [KAN12].

4. Influence des paramètres et des conditions de projection sur la microstructure et l'adhérence d'un revêtement

Cette partie présente les facteurs pouvant affecter la microstructure et l'adhérence des revêtements élaborés par cold spray. Tous les résultats, notamment quantitatifs, présentés dans cette partie ne sont valables que dans les cas d'études citées, c'est-à-dire pour certains couples de matériaux, et pourront être généralisés le cas échéant.

4.1. Préparation de surface du substrat

Le choix d'un traitement de surface est à attribuer au fait qu'en cold spray les premières particules projetées sur le substrat peuvent ne pas adhérer et donc rebondir. Le délai consacré au nettoyage et à la déformation plastique de la surface est de l'ordre de quelques secondes à quelques dizaines de secondes et dépend du couple de matériau particule-substrat [KLI06].

4.1.1. Influence sur le substrat

Les préparations mécaniques de surface, comme le sablage ou le grenaillage, consistent à multiplier les impacts de particules dures en modifiant la topographie de surface du substrat. Cependant, un affinement de la microstructure en surface du substrat et à son voisinage se produit (subdivisions des grains) et peut endommager le matériau en créant des dislocations et des microfissures. Des contraintes résiduelles en compression peuvent alors être induites. Les résultats, par ailleurs très contrastés, sont liés à l'intensité des procédés de sablage et de grenaillage influencés par les paramètres du procédé [EVA05]. L'endommagement trop sévère de la surface et l'amorçage de fissures sont préjudiciables à la tenue mécanique du revêtement. Les paramètres de préparation de surface par sablage et par grenaillage doivent donc être définis en prenant en considération le champ de contraintes résiduelles et les caractéristiques de rugosité de surface [TUR10].

4.1.2. Effet sur l'adhérence des revêtements

Les études menées se contredisent sur l'effet de la rugosité de surface du substrat puisque des travaux concluent tantôt sur une influence positive de la préparation de surface [ZIE14], tantôt sur un effet négatif [EVA05]. Bien que sensible aux effets d'entailles, l'alliage de titane s'est révélé être un mauvais candidat une fois sablé. En effet, l'étude conduite par Price [PRI06] a montré ce matériau sablé et revêtu de titane pur par cold spray affectait négativement la durée de vie en fatigue du matériau. Néanmoins, le procédé de sablage a su se révéler bénéfique lorsque l'élaboration de revêtements d'aluminium 2024-T3 par projection thermique était réalisée [SHA02]. La préparation de surface d'un substrat est souvent préconisée dans le cas de revêtements élaborés par projection plasma où une augmentation de l'adhérence du revêtement est généralement mesurée [COS10]. L'influence de la modification mécanique de la surface sur la cohésion et l'adhésion de revêtements élaborés par cold spray n'a, à ce jour, que très peu d'échos et s'avère complexe à expliquer. Les déformations engendrées par les particules à l'état solide et percutant à haute vitesse le substrat, modifient sa morphologie en effaçant une fraction plus ou moins grande de cette rugosité de surface.

Pour modifier l'état de surface du substrat, des techniques plus récentes permettent la création de motifs réguliers : le procédé de structuration par laser par exemple. Il permet une augmentation de la surface de contact entre le substrat et le revêtement, ce qui est un facteur d'amélioration significatif de l'adhésion du revêtement réalisé par cold spray [GIR14] [GOJ15-2].

4.2. Effet de la dureté du substrat

La déformation des premières couches de particules heurtant le substrat est déterminante dans la liaison revêtement-substrat [ASS03] [SCH06] [BAE08] [BAE09] [YIN09]. Les contraintes occasionnées par l'impact sont fonction de l'énergie cinétique des particules ainsi que des propriétés mécaniques des matériaux, notamment celle du substrat. Des travaux sur l'influence de la dureté du substrat et la déformation du système particule-substrat par voie numérique ont été menés [YIN11-1]. L'effet du nombre de couches déposées a également été étudié. L'utilisation de matériaux mécaniquement différents a permis d'évaluer la déformation plastique du substrat et de la particule après l'impact. Une influence directe du comportement plastique des particules de cuivre sur des substrats mécaniquement très différents a été révélée. Les mesures ont été réalisées au sein du substrat et dans l'épaisseur de cuivre déposé. Les résultats, illustrés en Figure 1-14a, montrent que la profondeur des cratères induits par l'impact des particules (600 $m.s^{-1}$) est directement proportionnelle à la dureté du substrat. Au contact d'un matériau dur, la particule se déforme fortement, d'autant plus que son module d'élasticité est faible. Ainsi, le taux de compression des particules de cuivre sur un substrat en acier inoxydable est plus élevé que sur un substrat plus malléable comme l'aluminium (Figure 1-14b). A partir d'une certaine épaisseur déposée, l'influence du substrat ne s'exerce plus. Les particules s'écrasent sur les premières particules déposées, plus molles que le substrat. La déformation est alors influencée par l'état mécanique des premières couches de particules déjà déposées.

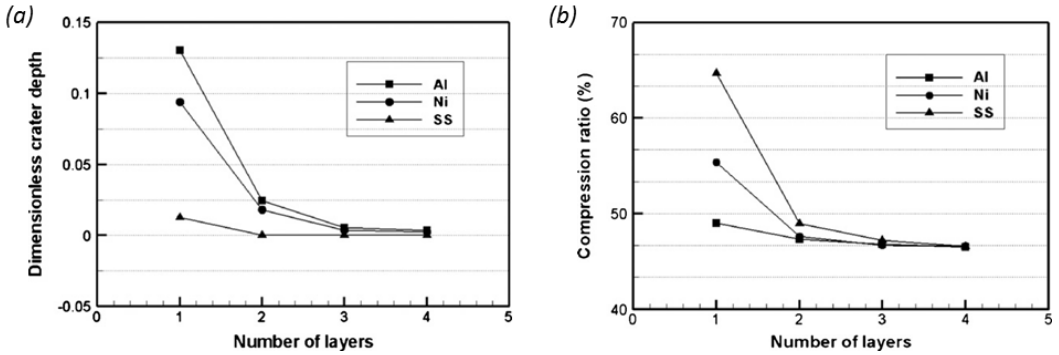


Figure 1-14 : Evolution (a) de la profondeur du cratère du substrat en fonction du nombre de couches déposées et de la nature du substrat et (b) du taux de compression de la particule [YIN11-1].

4.3. Angle de projection des particules

Lors du processus de projection, les particules percutent généralement le substrat perpendiculairement. Dans le cas où la surface du substrat possède une certaine rugosité, les particules rencontrent un substrat avec un angle par rapport à l'axe du pistolet cold spray. L'impact perpendiculaire de la particule n'est plus vérifié. Plusieurs études se sont penchées sur l'influence de l'angle d'incidence entre la particule et son substrat [LI03] [LI07-2] [LI10] [YIN10-1]. L'étude a consisté à revêtir plusieurs substrats inclinés d'un certain angle θ pour analyser les éventuelles évolutions microstructurales et morphologiques du revêtement (Figure 1-15).

Plusieurs essais ont été réalisés avec une projection de cuivre [LI03], de titane [LI10] [YIN10-1] [YIN13] et d'aluminium [BLO14] pour évaluer l'influence sur le rendement de projection. Des travaux ont mis en exergue des courbes similaires (Figure 1-16a) concernant les trois matériaux avec une évolution positive du rendement vers les angles d'incidence perpendiculaires au substrat (90°) [LI03] [FUK06]. Si l'influence est significative sur le rendement, l'étude a aussi révélé l'effet de l'angle de projection sur la microstructure du

revêtement élaboré (Figure 1-16b). La vitesse tangentielle V_t que subit la particule, engendre un étalement de cette dernière d'autant plus prononcé que l'angle d'incidence est éloigné de la normale.

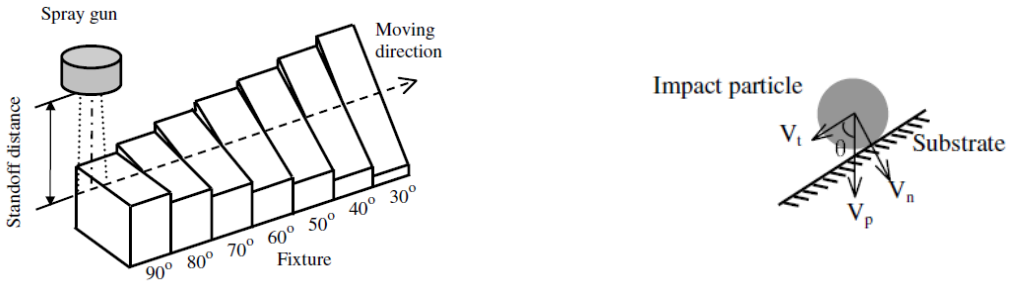


Figure 1-15 : Schéma de l'installation de projection pour différents angles d'incidence de la particule avec le substrat [LI03].

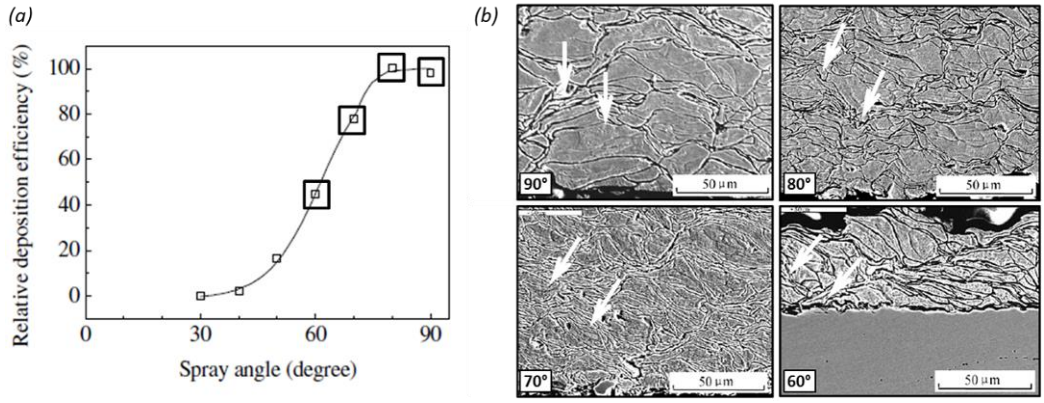


Figure 1-16 : Evolution (a) du rendement de projection et (b) de la microstructure des revêtements de cuivre en fonction de l'angle de projection, les flèches blanches représentent la direction de projection des particules [LI03].

En conclusion, l'angle d'incidence des particules fait évoluer le domaine dans lequel les particules adhèrent. En faisant varier cet angle, une chute du rendement de projection est observée, passant de 100% à 0% en deçà de 30°. En dessous de cette valeur, les rebonds y sont donc majoritaires car les particules projetées n'atteignent pas une vitesse suffisante. La pénétration et la déformation plastique ne sont pas assez élevées. La fenêtre de déposition se situe donc entre 45° et 90°. Un domaine dit de transition est observé dans lequel le rendement varie fortement. L'angle critique et minimum pour qu'il y ait adhésion de la particule est estimé à 45°. Le schéma représenté en Figure 1-17 résume les différents domaines observés lors d'une projection sous un angle d'incidence θ.

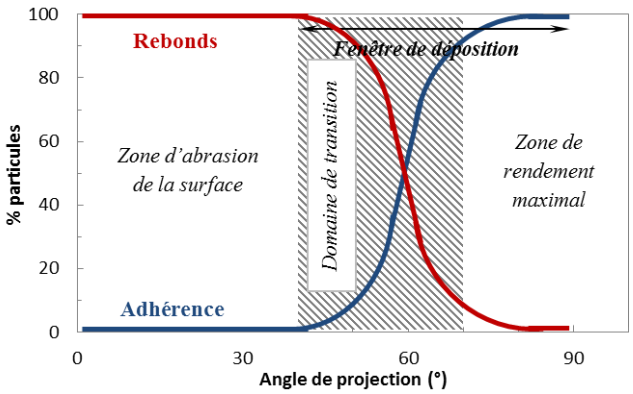


Figure 1-17 : Présentation des différents domaines pour une variation de l'angle de projection des particules.

5. Simulation numérique du revêtement élaboré par cold spray

5.1. Simulation d'impact d'une particule élémentaire

Pour appréhender les phénomènes physiques ayant lieu entre la particule et le substrat lors de l'impact, l'utilisation d'une méthode numérique visant à modéliser cette collision est envisagée [ASS03] [GRU04-1]. Lorsque la vitesse critique est atteinte, la modélisation de la déformation plastique de la particule est possible tout comme les phénomènes thermomécaniques suivant le modèle de Johnson-Cook.

5.1.1. Etapes de l'impact d'une particule

Une instabilité par cisaillement adiabatique, se matérialisant par des jets de matière en périphérie de la zone d'impact (Figure 1-18), est observée [GRU04-1]. Ce phénomène concomitant est le résultat des transformations à l'interface particule-substrat. Les déformations de cette dernière et la morphologie du système particule-substrat sont les facteurs principaux expliquant l'adhésion des particules. Une élévation de la température à l'interface particule-substrat est également mesurée au moment de l'impact.

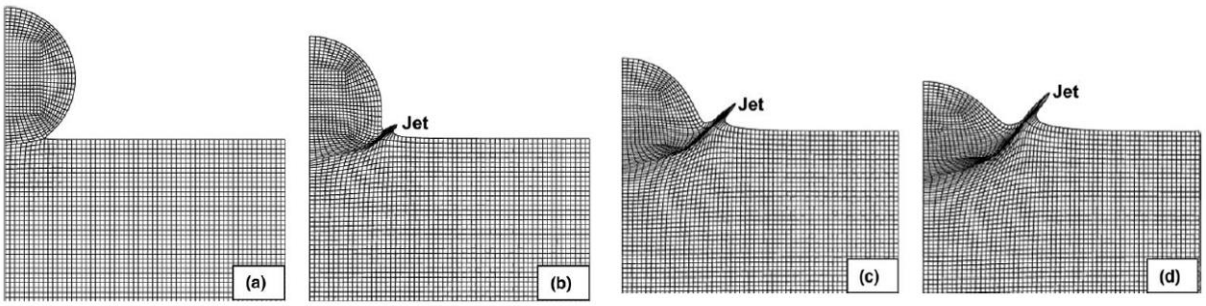


Figure 1-18 : Evolution temporelle d'une particule percutant un substrat à (a) 4,4 ns (b) 13,2 ns (c) 22 ns et (d) 30,8 ns, mise en évidence des jets de matière et des déformations plastiques du système particule-substrat [GRU04-1].

5.1.2. Effet de l'angle de projection sur substrat plan

Comparer les résultats obtenus par l'expérience en utilisant des modèles numériques peut aider à comprendre les phénomènes physiques se produisant lors de l'impact. Plusieurs études ont mené leurs travaux dans ce sens (Figure 1-19) et ont permis de remonter à des pressions d'impact ou encore à des vitesses de particules. La méthode lagrangienne utilisée dans la simulation a mis en évidence l'asymétrie des particules après déformation plastique [LI10] [YIN10-1] [XIE14]. Un phénomène de rejet de matière en dehors du cratère a lieu. Cette singularité grandit avec la baisse de l'angle d'incidence, de même que la pression à l'interface qui atteint son maximum pour 80° d'incidence. La composante normale de la vitesse d'impact est modifiée suivant l'angle de projection et décroît avec la diminution de l'inclinaison particule-substrat [YIN10-1].

Le fait de propulser un flux de particules à la surface d'un corps immobile modifie de manière significative sa propriété de surface. Ainsi, la rugosité du substrat est modifiée puisque des cratères se forment à l'impact avec une profondeur fonction de la vitesse des particules et de l'angle d'incidence des particules [LI07-2] [LI10] (Figure 1-19).

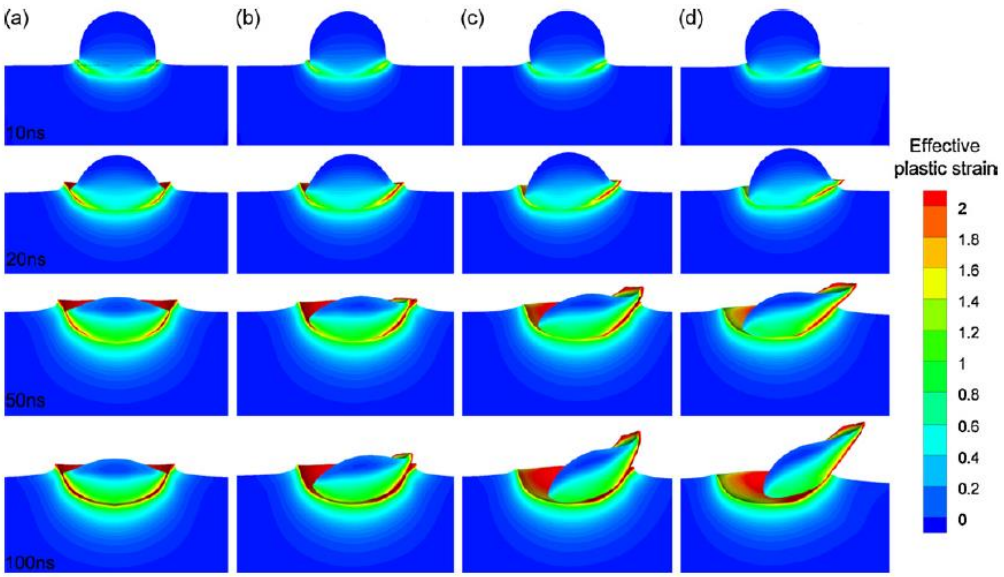


Figure 1-19 : Simulation par la méthode lagrangienne de la déformation plastique d'une particule de cuivre heurtant un substrat de cuivre à 500 m.s^{-1} avec un angle d'incidence de (a) 90°, (b) 80°, (c) 70°, et (d) 60° [LI10].

La vitesse normale V_n permet à la particule de pénétrer davantage dans le substrat et de créer un cratère plus profond. Des observations sur l'influence de l'angle d'impact de la particule sur les déformations du substrat amènent à conclure sur le comportement de la particule à l'impact [LI03] [LI07-2] [LI09-1] [LI09-2] [LI10] [YIN10-1] :

- Le glissement de la particule (vitesse tangentielle) laisse un vide de matière derrière elle qui détériore la liaison avec le substrat : une décohésion est observée ;
- La pression à l'interface apparaît meilleure dans le cas d'un système particule-substrat en cuivre pour une incidence à 80° (Figure 1-20) ;
- Le rendement n'est pas nécessairement maximum pour une incidence normale et dépend de la pression à l'interface particule-substrat ;
- L'ancrage mécanique de la particule est moindre pour des angles de projection éloignés de la normale ;
- La profondeur du cratère en surface du substrat après projection croît avec la vitesse normale de l'impact.

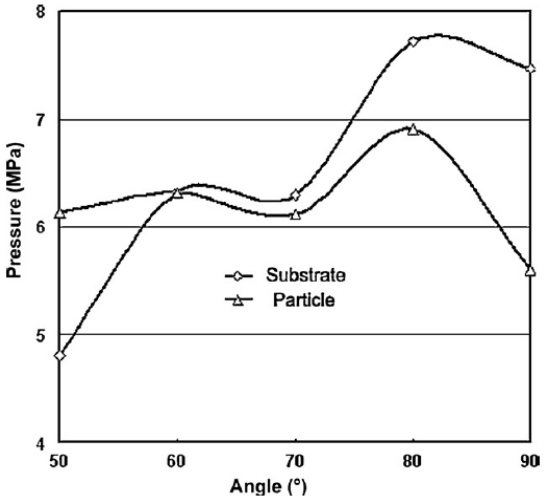


Figure 1-20 : Evolution de la pression à l'interface revêtement-substrat pour une particule de cuivre sur un substrat de cuivre et pour une vitesse d'impact de 500 m.s^{-1} [LI10].

5.1.3. Influence de la rugosité du substrat

L'interface revêtement-substrat générée par cold spray est conditionnée par la morphologie de la particule et du substrat mais également par les conditions d'impact. L'étude de la rugosité du substrat permet d'étudier la déformation des particules sur des rugosités de surface dont les dimensions sont figées.

Des travaux ont été menés dans le domaine du placage par explosifs en mettant en évidence le rôle de la rugosité de surface des substrats recouverts [GER00] [RAG03], mais se limitent à l'impact de tôles planes. A ce jour, aucune étude ne s'est penchée sur la simulation d'impact d'une particule à haute vitesse (c'est-à-dire comparable à celle obtenue par cold spray) sur des surfaces rugueuses, exceptée celle de Delloro [DEL15] mais restreint à des rugosités simplifiées. Toutefois, l'impact d'une particule sur un substrat rugueux a été entrepris par Yildirim [YIL12] afin d'analyser les phénomènes se produisant pour des vitesses relativement faibles. Ces dernières sont bien plus faibles qu'en cold spray puisqu'elles sont comprises entre 50 et 150 $m.s^{-1}$ et associées à des procédés de traitement de surface tels que le grenaillage ou l'usinage par abrasion. Malgré une gamme de vitesse d'impact très éloignée de celle par cold spray, l'approche et les résultats obtenus renseignent sur l'influence de la rugosité de surface d'un substrat et sur son comportement plastique en déformation après impact. Le modèle numérique repose sur des comportements visco-plastiques de type Johnson-Cook et utilise la méthode des éléments finis. En faisant varier le diamètre de la particule proportionnellement aux dimensions des rugosités de surface, la morphologie du substrat résultant du choc solide-solide est étudiée. La Figure 1-21 donne les contraintes de plasticité de Von Mises pour des tailles et des vitesses de particules différentes.

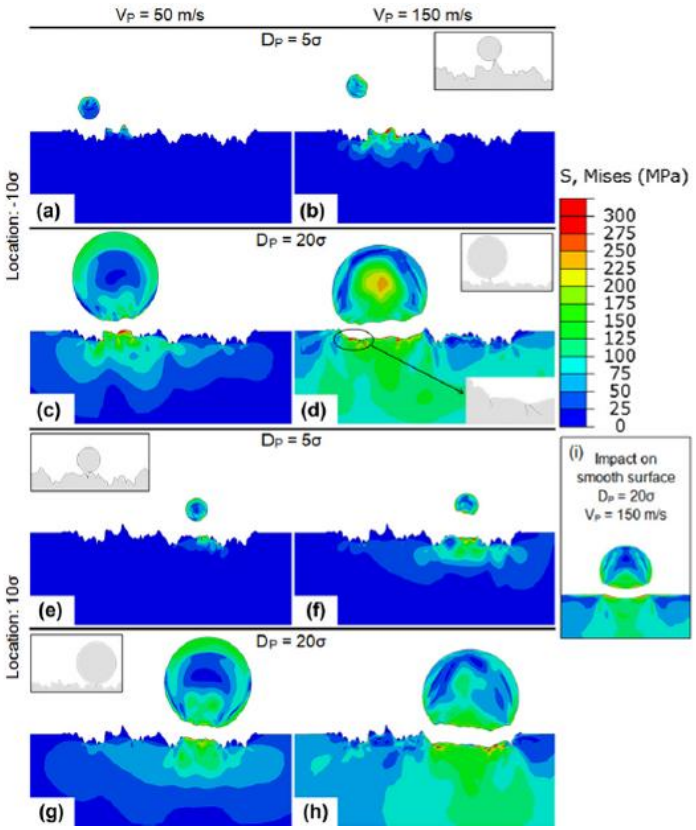


Figure 1-21 : Champ des contraintes de plasticité Von Mises d'une particule de cuivre sur un substrat rugueux de cuivre en fonction du diamètre de la particule et de la vitesse d'impact [YIL12].

Une plus grande déformation du substrat et de la particule est mesurée pour des vitesses plus élevées. Le rapport entre le diamètre de la particule et la dimension des rugosités de surface (représenté par

l'écart-type σ) est déterminant puisqu'un rapport de 5 permet de conserver en partie les variations géométriques de la surface. A l'inverse, un rapport D_p/σ de 20 écrase les pics et les vallées du profil. La morphologie du substrat qui résulte de l'impact est donc très différente et dépend des dimensions de la particule et des rugosités de surface.

5.2. Modélisation de la construction d'un revêtement

La construction d'un revêtement élaboré cold spray peut s'assimiler à un empilement de splats répartis aléatoirement à la surface d'un substrat. Quelques travaux ont été menés sur la simulation d'impact de particules : tout d'abord, en projetant une particule déjà déformée et en ne considérant aucune déformation de la particule et du substrat au moment de l'impact [BEA03]. Ce cas faisait référence à une projection de particules par plasma et non par cold spray.

5.2.1. Modèles morphologiques

Des modèles d'empilement se fondant sur la morphologie mathématique ont été mis en place et permettent, désormais, la construction d'un revêtement multicouche. Les particules s'empilent à l'état déjà déformé sur le substrat avec un déplacement des volumes en contact avec les splats voisins et/ou le substrat sur les surfaces libres (Figure 1-22a) [ROL10]. Les travaux de Descurninges [DES13] sont venus poursuivre les précédentes études par l'établissement d'un modèle morphologique qui inclut les phénomènes de rebonds des particules (Figure 1-22b).

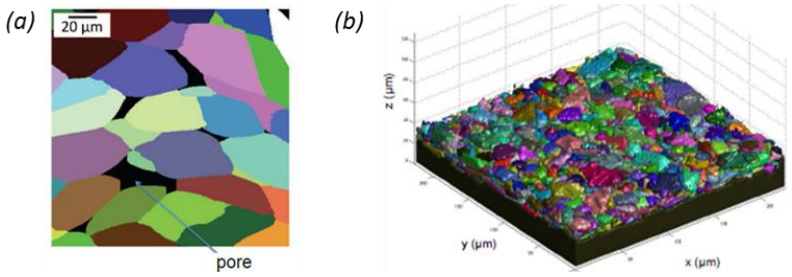


Figure 1-22 : Empilement de splats utilisant les modèles morphologiques avec un report des volumes déformés (a) 2D [ROL10] et (b) 3D avec un taux de rebond de 33% [DES13].

5.2.2. Modèles numériques

La méthode des éléments finis permet de simuler l'impact de particules sur une surface quelconque en utilisant des lois de comportement plastique, visqueux et élastique. Seul le cas d'impact multiples sur un substrat plan est étudié à l'exception des travaux de Delloro [DEL15] qui abordent l'influence des rugosités de la surface percutée sur la morphologie du système. Deux voies ont été envisagées pour la construction d'un système multicouche par cold spray : la méthode lagrangienne [YIN10-2] [YIN13-2] et la méthode eulérienne [YIN10-2] [XIE14]. La morphologie de la particule et du substrat présente des différences d'une méthode à l'autre par l'accentuation de certaines déformations. Par exemple, les jets de matière en périphérie de la zone de contact sont sous-estimés dans le cas d'une simulation d'impact réalisée par la méthode lagrangienne. Les résultats présentés par la suite sont obtenus par la méthode eulérienne dont les déformations du système particule-substrat sont plus proches des observations expérimentales [YIN10-2].

Comme pour l'impact d'une seule particule, la simulation multi-impacts permet de déterminer les champs de contraintes de plasticité illustrés en Figure 1-23. L'accumulation des particules permet d'analyser le comportement plastique et thermique du matériau. Les contraintes les plus élevées se concentrent en périphérie des particules déformées. Les particules des couches supérieures modifient la morphologie des

particules inférieures avec des déformations extrêmes (jet de matière). Quant à la diffusion thermique, elle n'est que très peu présente puisqu'on mesure une faible élévation de température dans le substrat. L'empilement des particules de cuivre échauffe localement les interfaces particule-particule, sans toutefois se propager dans le substrat pourtant conducteur. Ce phénomène est peut-être dû à l'absence de transmission de chaleur entre la particule et le substrat, critère qui n'est pas précisé dans l'étude de Yin [YIN10-2].

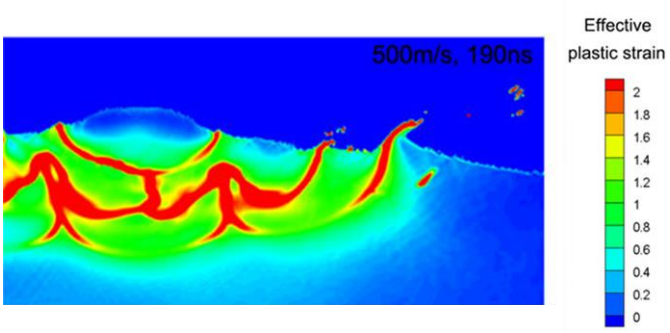


Figure 1-23 : Champs de contraintes de plasticité suite à la simulation numérique par la méthode eulérienne d'empilement de particules de cuivre sur substrat plan de cuivre [YIN10-2].

Références bibliographiques

[AJD05] AJDELSZTAJN L., JODOIN B., KIM G.E., SCHOENUNG J.M., *Cold spray deposition of nanocrystalline aluminum alloys*, Metallurgical and Materials Transactions A, 36A, 2005, p. 657-666

[ALK90] ALKHIMOV A.P., KOSAREV V.F., PAPYRIN A.N., *A method of cold-gas dynamic deposition*, Soviet Physics Doklady, 35(12), 1990, p. 1047-1049

[ALK01] ALKHIMOV A.P., KOSAREV V.F., KLINKOV S.V., *The features of cold spray nozzle design*, Journal of Thermal Spray Technology, 10(2), 2001, p. 375-381

[AMA92] AMADA S., YAMADA H., YEMATSU S. et al., *Modelling and measurements of adhesive strength of thermal sprayed coatings*, in: International Thermal Spray Conference, Orlando, 28 May-5 June 1992, p. 915-920

[ARR04] ARRIGONI M., *Etude de l'influence des rugosités d'interface, de porosités et de l'épaisseur d'échantillon sur la propagation des chocs laser dans les systèmes revêtus : application au procédé LASAT (LASer Adhérence Test)*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, Décembre 2004

[ASS03] ASSADI H., GARTNER F., STOLTENHOFF T., KREYE H., *Bonding mechanism in cold gas spraying*, Acta Materialia, 51, 2003, p. 4379-4394

[BAE08] BAE G., XIONG Y., KUMAR S., KANG K., LEE C., *General aspects of interface bonding in kinetic sprayed coatings*, Acta Materialia, 54, 2008, p. 4858-4868

[BAE09] BAE G., KUMAR S., YOON S., KANG K., NA H., KIM H., LEE C., *Bonding features and associated mechanisms in kinetic sprayed titanium coatings*, Acta Materialia, 57, 2009, p. 5654-5666

[BAR04] BARRADAS S., JEANDIN M., BOLIS C., BERTHE L., ARRIGONI M., BOUSTIE M.,BARBEZAT G., *Study of adhesion of PROTAL® copper coating of Al2017 using the laser shock adhesion Test (LASAT)*, Journal of Materials Science, 39(8), 2004, p. 2707-2716

[BEA03] BEAUVAIS S., *Etude de l'influence de la porosité sur les propriétés électriques de dépôts réalisés par projection plasma*, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2003

[BER93] BERNDT C.C., LIN C.K., *Measurement of adhesion for thermally sprayed materials*, Journal of Adhesion Science and Technology, 1993, 7, p. 1235-1264

[BLO14] BLOCHET Q., DELLORO F., N'GUYEN F., BORIT F., JEANDIN M., *Influence of spray angle on cold spray with Al for the repair of aircraft components*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2014, 21-23 May, Barcelona, DVS, 2014, p. 69-74

[BOL02] BOLIS C., BOUSTIE M., BERTHE L. et al., *Développement du test d'adhésion par choc laser (LASAT)*, in: Matériaux 2002, Tours 2002, UTBM

[BOR03] BORCHERS C., GARTNER F., STOLTENHOFF T., ASSADI H., KREYE H., *Microstructural and macroscopic properties of cold sprayed copper coatings*, Journal of Applied Physics, 93, 2003, p. 10064-10070

[BOR05] BORCHERS C., GARTNER F., STOLTENHOFF T., KREYE H., *Formation of persistent dislocation loops by ultra-high strain-rate deformation during cold spraying*, Acta Materialia, 53, 2005, p. 2991–3000

[BOR06] BORO D.B., MAEV RG., SIMAT application for aerospace corrosion protection and structural repair, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2006, ed. B. Marple, 15-18 May, Seattle, 2006, p. 185-189

[CAL09] CALLISTER Jr W.D., RETHWISCH D.G., Materials Science and Engineering: An Introduction, 8th ed, Wiley, 2009

[CHA05] CHAMPAGNE V.K., HELFRITCH D., LEYMAN P., GRENDAHL S., KLOTZ B., *Interface material mixing formed by the deposition of copper on aluminum by means of the cold spray process*, Journal of Thermal Spray Technology, 14, 2005, p. 330-334

[CHA11] CHAMPAGNE V.K., DINAVAHI S.P.G., LEYMAN F., *Prediction of particle velocity for the cold spray process*, Rapport ARL-TR-5683, sept. 2011, 24 p.

[CHR11] CHRISTOULIS D.K., GUETTA S., GUIPONT V., JEANDIN M., *The influence of the substrate on the deposition of cold-sprayed titanium: an experimental and numerical study*, Journal of Thermal Spray Technology, 20(3), 2011, p. 523-533

[CIN13] CINCA N., REBLED J.M., ESTRADE S., PEIRO F., FERNANDEZ J., GUILEMANY J.M., *Influence of the particle morphology on the cold gas spray deposition behavior of titanium on aluminum light alloys*, Journal of Alloys and Compounds, 554, 2013, p. 89-96

[COS01] COSTIL S., CODDET C., ROSA G. et al., *Non destructive testing for the estimation of the adhesion of plasma sprayed coatings*, in: Thermal Spray 2001 : New Surfaces for a New Millennium, ed. C.C. Berndt, K.A. Khor, E.F. Lugscheider, ASM, 2001, p. 1229-1234

[COS10] COSTIL S., LUKAT S., VERDY C., CODDET C., *Influence of the surface state on the adherence of the coating : case of an alumina coating plasma sprayed on SiC composites*, Journal of Thermal Spray Technology, 20(1-2), 2011, p. 68-75

[DEL15] DELLORO F., *Méthodes morphologiques et par éléments finis combinées pour une nouvelle approche de la modélisation 3D du dépôt par projection dynamique par gaz froid (« cold spray »)*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Juillet 2015

[DES13] DESCURNINGES L.-L., *Influence de l'oxydation des particules de poudres de tantale sur les propriétés des dépôts cold spray*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Décembre 2013

[EBN11] EBNESAJJAD S., Handbook of adhesives and surface preparation, technology, applications and manufacturing, Elsevier, 2011

[EVA05] EVANS A., KIM S.B., SHACKLETON J., BRUNO G., et al., *Relaxation of residual stress in shot peened Udimet 720Li under high temperature isothermal fatigue*, International Journal of Fatigue, 27, 2005, p. 1530–1534

[FAB13] FABRE G., *Influence des propriétés optiques et de l'endommagement de barrières thermiques EB-PVD pour la mesure d'adhérence par choc laser LASAT-2D*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Décembre 2010

[FAU14] FAUCHAIS P.L. HEBERLEIN J.V.R., BOULOS M.I., Thermal Spray Fundamentals – From Powder to Part, Springer, 2014

[FUK04] FUKANUMA H., OHNO N., *A study of adhesive strength of cold spray coatings*, in: Thermal Spray 2004 : Advances in Technology and Applications, 2004, p. 329-334

[GIR14] GIRAUD D., *Etude des composantes mécanique et métallurgique dans la liaison revêtement-substrat obtenue par projection dynamique par gaz froid pour les systèmes « aluminium/polyamide 6,6 » et « titane/TA6V »*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Juin 2014

[GOJ15-1] GOJON S., *Etude sur l'élaboration et la caractérisation de revêtements en alliages d'aluminium et de magnésium par projection dynamique à froid pour la réparation de pièces aéronautiques*, Thèse de doctorat, (mémoire provisoire), Université de Technologie Belfort-Montbéliard, Octobre 2015

[GOJ15-2] GOJON S., KROMER R., COSTIL S., DOUCHY G., VERDY C., LIAO H., *Effect of substrate roughness on the cratering phenomenon on the surface cold sprayed coating*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2015, 11-14 May, Long Beach, California, 2015, p. 339-344

[FUK06] FUKANUMA H., OHNO N., SUN B., HUANG R., *In-flight particle velocity measurements with DPV-2000 in cold spray*, Surface and Coatings Technology, 201, 2006, p. 1935-1941

[GAS01] GASSOT H., *Etudes de la stabilité mécanique des cavités supraconductrices et de la méthode de rigidification par projection thermique de cuivre*, Thèse de doctorat, Institut de Physique Nucléaire, Orsay, 2001

[GER00] GERLAND M., PRESLED H.N., GUIN J.P., BERTHEAU D., *Explosive cladding of a thin Ni-film to an aluminium alloy*, Materials Science and Engineering A, 280, 2000, p. 311-319

[GRU03] GRUJICIC M., SAYLOR J.R., BEASLEY D.E., DEROSSET W.S., HELFRITCH D., *Computational analysis of the interfacial bonding between feed-powder particles and the substrate in the cold gas dynamic-spray process*, Applied Surface Science, 219, 2003, p. 211-227

[GRU04-1] GRUJICIC M., ZHAO C.L., DEROSSET W.S., HELFRITCH D., *Adiabatic shear instability based mechanism for particles/substrate bonding in the cold-gas dynamic-spray process*, Materials and Design, 25, 2004, p. 681-688

[GUE10] GUETTA S., *Influence des conditions d'impact sur l'adhérence de cuivre projeté dynamiquement sur de l'aluminium*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Février 2010

[HAN15] HANG Y., LIU G., HUANG K., JIN W., *Mechanical properties ad interfacial adhesion of composite membranes probed by in-situ nano-indentation/scratch technique*, Journal of Membrane Science, 494, 2015, p. 205-215

[HEL08] HELFRITCH D., CHAMPAGNE V.K., *A model study of powder particle size effects in cold spray deposition*, in: Proceedings of the Army Science Conference (26th), ADA504175, 1-4 December 2008, Orlando, Florida, 2008

[HU11] HU H.X., JIANG S.L., TAO Y.S., XIONG T.Y., ZHENG Y.G., *Cavitation erosion and jet impingement erosion mechanism of cold sprayed Ni–Al_2O_3 coating*, Nuclear Engineering Design, 241, 2011, p. 4929-4937

[ICH07] ICHIMURA K., *Mechanical properties of aluminum deposition produced by low pressure type cold spray technique*, PhD thesis, University of Sendai (Japan), 2007

[JEA15] JEANDIN M., KOIVULUOTO H., VEZZU S., *Coating Properties*, in: Modern Cold Spray, ed. J. Villafuerte, Springer, 2015, p. 107-224

[JOH07] JOHNSTON R.E., EVANS W.J., *Freestanding abradable coating manufacture and tensile test development*, Surface & Coatings Technology, 202(4-7), 2007, p. 725-729

[KAN12] KANG K., PARK H., BAE G., LEE C., *Microstructure and texture of Al coating during kinetic spraying and heat treatment*, Journal of Materials Science, 47(9), 2012, p. 4053-4061

[KLI06] KLINKOV S.V., KOSAREV V.F., *Measurements of cold spray deposition efficiency*, Journal of Thermal Spray Technology, 15(3), 2006, p. 364-371

[KRO15] KROMER R., COSTIL S., CORMIER J., BERTHE L., PEYRE P., COURAPIED D., *Laser surface patterning pre-treatment before thermal spraying – a way to adapt and control the surface topography to the considered materials and the stresses imposed*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2015, 11-14 May, Long Beach, California, 2015, p. 120-128

[KUM09] KUMAR S., BAE G., LEE C., *Deposition characteristics of copper particles on roughened substrates through kinetic spraying*, Applied Surface Science, 255(6), 2009, p. 3472-3479

[LI03] LI C.-J., LI W.-Y., WANG Y.-Y., FUKANUMA H., *Effect of spray angle on deposition characteristics in cold spraying*, in: Thermal Spray 2003: Advancing the Science & Applying the Technology, ed. C. Moreau and B. Marple, ASM International, 2003, p. 91-96

[LI07-1] LI W.Y., ZHANG C., GUO X.P., DEMBINSKI L., LIAO H., CODDET C., *Impact Fusion of Particle Interfaces in Cold Spraying and Its Effects on Coating Microstructure*, in: Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions, ed. B.R. Marple, M.M. Hyland, Y.C. Lau, C.J. Li et al., ASM, 2007, p. 60-65

[LI07-2] LI G., WANG X.-F., LI W.-Y., *Effect of different incidence angles on bonding performance in cold spraying*, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 17, 2007, p. 116-121

[LI09-1] LI W.-Y., ZHANG C., CHANG-JIU L., LIAO H., *Modeling aspects of high velocity impact of particles in cold spraying by explicit finite element analysis*, Journal of thermal spray technology, 18(5-6), 2009, p. 921-933

[LI09-2] LI W.-Y., GAO W., *Some aspects on 3D numerical modeling of high velocity impact of particles in cold spraying by explicit finite element analysis*, Applied Surface Science, 255, 2009, p. 7878-7892

[LI10] LI W.-Y., YIN S., WANG X.-F., *Numerical investigations of the effect of oblique impact on particle deformation in cold spraying by the SPH method*, Applied Surface Science, 256 (2010), p. 3725-3734

[MEN11] MENG X., ZHANG J., ZHAO J., LIANG Y., ZHANG Y., *Influence of gas temperature on microstructure and properties of cold spray 304SS coating*, Journal of Materials Science and Technology, 27(9), 2011, p. 809-815

[MIS07] MISHRA A., KAD B.K., GREGORI F., MEYERS M.A., *Microstructural evolution in copper subjected to severe plastic deformation: experiments and analysis*, Acta Materialia, 55, 2007, p. 13-28.

[MOR04] MORGAN R., FOX P., PATTISON J., SUTCLIFFE C., O'NEILL W., *Analysis of cold gas dynamically sprayed aluminium deposits*, Materials Letters, 58, 2004, p. 1317-1320

[PAP05] PAPYRIN A.N., KLINKOV S.V., KOSAREV V.F., *Effect of the substrate surface activation on the process of cold spray coating formation*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2005, 2-4 May, Basel, Switzerland, 2005, p. 145-150

[PAT08] PATTISON J., CELOTTO S., KHAN A., O'NEILL W., *Standoff distance and bow shock phenomena in the cold spray process*, Surface & Coatings Technology, 202, 2008, p. 1443-1454

[PAU15] PAUL S., ALDHOUS P.J., DE VILLIERS LOVELOCK H.L., *Effect of blasting and spraying parameters on the adhesion of arc wire sprayed aluminum coatings*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2015, 11-14 May, Long Beach, California, 2015, p. 321-328

[PAW08] PAWLOWSKI L., The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings, 2nd ed, Wiley, 2008

[PET02] PETRIE E.M., *Plastics and elastomers in adhesives*, in: Handbook of Plastics, Elastomers and Composites, ed. C.A Harper, 4th éd., McGraw-Hill, 2002, p. 397-505

[PRI06] PRICE T., SHIPWAY P., McCARTNEY D., *Effect of cold spray deposition of a titanium coating on fatigue behavior of a titanium alloy*, Journal of Thermal Spray Technology, 15(4), 2006, p. 507–512

[RAG03] RAGHUKANDAN K., *Analysis of the explosive cladding of Cu-low carbon steel plates*, Journal of Materials Processing Technology, 139, 2003, p. 573-577

[RAL11] RALETZ F., EZO'O G., GERMAIN S., VARDELLE M., MARIAUX G., *Optimisation de la distance de tir en projection cold spray*, Mécanique & Industries, 12, 2011, p. 533-537

[RIC88] RICKERBY D.S., *A review of the methods for the measurement of coating-substrate adhesion*, Surface and Coatings Technology, 1988, 36, p. 541-557

[RIC06] RICHER P., JODOIN B., AJDELSZTAJN L., LAVERNIA E.J., *Substrate roughness and thickness effects on cold spray nanocrystalline Al-Mg coatings*, Journal of Thermal Spray Technology, 15(2), 2006, p. 246-254

[ROL10] ROLLAND G., *Elaboration et étude de l'endommagement de dépôts composites obtenus par projection dynamique par gaz froid (« cold spray ») - Application aux contacts électriques*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Juin 2010

[ROS01] ROSA G., OLTRA R., CODDET C., COSTIL S., *Quantification of plasma sprayed coating adhesion using pulsed laser induced decohesion technique*, Surface Engineering, 17(6), 2001, p. 472-476

[SCH06] SCHMIDT T., GARTNER F., ASSADI H., KREYE H., *Development of a generalized parameter window for cold spray deposition*, Acta Materialia, 54(3), 2006, p. 729-742

[SEX94] SEXSMITH M., TROCZYNSKI T., *Peel adhesion test for thermal spray coatings*, Journal of Thermal Spray Technology, 1994, 3, p. 404-411

[SHA02] SHARP P.K., LIU Q., BARTER S.A., BABURAMANI P., CLARK G., *Fatigue life recovery in aluminium alloy aircraft structure*, Fatigue & Fracture Engineering Materials & Structures, 25(2), 2002, p. 99–110

[SIL03] SILVER E., CHASSAING E., GORYACHEV S.B., *Problèmes de mesure d'adhérence de revêtement métallique sur substrat métallique*, Journal de Physique IV, 2003, 106, p. 131-140

[STO02] STOLTENHOFF T. KREYE H., RICHTER H.J., *An analysis of the cold spray process and its coatings*, Journal of Thermal Spray Technology, 11(4), 2002, p. 542-550

[SUO15] SUO X., YIN S., PLANCHE M.-P., LIU T., LIAO H., *Strong effect of carrier gas species on particle velocity during cold spray processes*, Surface & Coatings Technology, 268, 2015, p. 90-93

[TUR10] TURSKI M., CLITHEROE S., EVANS A.D., RODOPOULOS C., HUGHES D.J., WITHERS P.J., *Engineering the residual stress state and microstructure of stainless steel with mechanical surface treatments,* Applied Physics A, 99, 2010, p.549–556

[WAN11] WANG Q., BIRBILIS N., ZHANG M.-X., *Interfacial structure between particles in an aluminum deposit produced by cold spray*, Materials Letters, 65, 2011, p. 1576-1578

[WEI95] WEISS H., *Adhesion of advanced overlay coatings: mechanisms and quantitative assessment*, Surface and Coatings Technology, 1995, 71, p. 201-207

[WU82] WU S., Polymer Interface and Adhesion, 1st ed., Marcel Dekker, 1982

[XIE14] XIE J., *Simulation of cold spray particle deposition process*, Thèse de doctorat, INSA Lyon, Mai 2014

[YAM10] YAMADA M., ISAGO., NAKANO H., FUKUMOTO M., *Cold spraying of TiO_2 photocatalyst coating with nitrogen process gas*, Journal of Thermal Spray Technology, 19(6), 2010, p. 1218-1223

[YIL12] YILDIRIM B., MUFTU S., *Simulation and analysis of the impact of micron-scale particles onto a rough surface*, International Journal of Solids and Structures, 49, 2012, p. 1375-1386

[YIN09] YIN S., WANG X.-F., LI W.-Y., XU B.-P., *Numerical investigation on effects of interactions between particles on coating formation in cold spraying*, Journal of Thermal Spray Technology, 18, 2009, p. 686-693

[YIN10-1] YIN S., WANG X.-F., LI W.-Y and XU B.-P., *Numerical study on the effect of substrate angle on particle impact velocity and normal velocity component in cold gas dynamic spraying based on CFD*, Journal of Thermal Spray Technology, 19, 2010, p. 1155-1162

[YIN10-2] YIN S., WANG X.-F., XU B.-P., et al., *Examination on the calculation method for modeling the multi-particle impact process in cold spraying*, Journal of Thermal Spray Technology, 19(5), 2010, p. 1032-1041

[YIN11-1] YIN S., WANG X.-F., LI W.Y., JIE H.-E., *Effect of substrate hardness on the deformation behavior of subsequently incident particles in cold spraying*, Applied Surface Science, 257, 2011, p. 7560-7565

[YIN13-2] YIN S., WANG X.-F., SUO X., LIAO H., GUO Z., LI W., CODDET C., *Deposition behavior of thermally softened copper particles in cold spraying*, Acta Materialia, 61, 2013, p. 5105-5118

[YIN14] YIN S., SUO X.K., SU J., GUO Z., et al., *Effect of substrate hardness and spray angle on the deposition behavior of cold sprayed Ti particles*, Journal of Thermal Spray Technology, 23(1-2), 2014, p. 76-83

[ZIE14] ZIEMIAN C.W., SHARMA M.M., BOUFFARD B.D., NISSLEY T., EDEN T.J., *Effect of substrate surface roughening and cold spray coating on the fatigue life of AA2024 specimens*, Materials and Design, 54, 2014, p. 212-221

[ZOU09] ZOU Y., QIN W., IRISSOU E., LEGOUX J.G., YUE S., SZPUNAR J.A., *Dynamic recrystallization in the particle/particle interfacial region of cold-sprayed nickel coating: Electron backscatter diffraction characterization*, Scripta Materialia, 61, 2009, p. 899-902

Chapitre 2 : Matériaux, Procédés et Techniques de caractérisation

SOMMAIRE

CHAPITRE 2 : MATERIAUX, PROCEDES ET TECHNIQUES DE CARACTERISATION 51

INTRODUCTION 55

1. MATERIAUX 55

1.1. POUDRES METALLIQUES ET COMPOSITES 55
1.1.1. Morphologie et microstructure des poudres 55
1.1.2. Granulométrie des poudres 58
1.1.3. Dureté des poudres 59
1.1.4. Conclusion sur les poudres 60
1.2. SUBSTRATS METALLIQUES 60
1.2.1. Aluminium 2024 61
1.2.2. Aluminium 7040 et magnésium G-Z4TR 61
1.2.3. Composites à matrice métallique d'aluminium 2009 + SiC 62
1.3. BUSE DE PROJECTION 62

2. PROCEDE D'ELABORATION COLD SPRAY 63

2.1. INSTALLATION COLD SPRAY 63
2.1.1. CGT Kinetics 3000 63
2.1.2. Enceintes de projection 63
2.1.3. Buses de projection 63
2.2. PROJECTION DE PARTICULES ELEMENTAIRES « SPLATS » 64
2.3. PROJECTION INCLINEE D'UN FLUX DE POUDRE 65
2.3.1. Cordon de projection 65
2.3.2. Surfaçage du substrat 65
2.4. MESURE DE TEMPERATURE DU SUBSTRAT PAR THERMOCOUPLE 66
2.4.1. Principe et montage expérimental 66
2.4.2. Diffusion et conduction thermique des métaux 66
2.5. CARACTERISATION DES PARTICULES EN VOL 67
2.5.1. Mesure de vitesse des particules 67
2.5.2. Détermination de la température des particules 68

3. TECHNIQUES DE PREPARATION DE SURFACE DU SUBSTRAT 69

3.1. PROJECTION DE PARTICULES D'ALUMINE 69
3.1.1. Procédé de sablage de surface 69
3.1.2. Caractéristiques des particules abrasives 70
3.1.3. Dureté des substrats sablés 71
3.1.4. Contraintes résiduelles dans les substrats 72
3.1.5. Analyse chimique des surfaces sablées 73
3.2. PROJECTION DE CARBOGLACE 75
3.2.1. Contexte de l'étude 75
3.2.2. Description du procédé 75
3.2.3. Stratégie et méthodes de préparation de surface 76
3.3. MODIFICATION MAITRISEE DE LA SURFACE PAR USINAGE 77
3.3.1. Réalisation de motifs réguliers de surface par usinage 77
3.3.2. Définition des motifs de surface 77

4. CARACTERISATION DU REVETEMENT ET DU SUBSTRAT 78

4.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS 78
4.1.1. Observation des échantillons en coupe 78
4.1.2. Observation des poudres enrobées 78
4.2. ANALYSE ET OBSERVATION MICROSTRUCTURALE 78
4.2.1. Moyens d'observation 79
4.2.2. Analyse de la microstructure du revêtement 79
4.3. ANALYSE TOPOGRAPHIQUE DE SURFACE 81
4.4. DETERMINATION DE LA DURETE DES MATERIAUX 82
4.5. ETUDE DES CONTRAINTES RESIDUELLES 83

CONCLUSION SUR LES MATERIAUX ET LA PREPARATION DES SURFACES 84

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 85

Introduction

Ce chapitre a pour but de présenter les matériaux utilisés dans cette étude. Différentes poudres et substrats servant à l'élaboration de revêtements denses et adhérents y sont décrits. Le comportement de la poudre et du substrat au moment de l'impact est régi par les propriétés physiques et chimiques des matériaux. La déformation après le choc engendré par le cold spray, dépend du procédé d'élaboration de la poudre ou encore de celui de la mise en forme des substrats.

Une caractérisation précise des matériaux permet de connaître les conditions d'impact entre la particule et le substrat et d'étudier l'influence de certains paramètres comme la morphologie et la granulométrie de la poudre ainsi que la composition chimique des substrats.

Plusieurs matériaux sont retenus pour l'étude. L'essentiel des résultats présentés traite de la poudre d'aluminium pur associée au substrat d'aluminium 2024-T3. Les autres couples poudres / substrats sont étudiées dans le chapitre 7 et constituent une extension de l'étude à d'autres matériaux.

1. Matériaux

Dans cette partie, sont présentés les poudres et les substrats utilisés pour l'étude de l'influence de la rugosité de surface sur l'adhérence des revêtements obtenus par cold spray. Les caractéristiques morphologiques, métallurgiques et mécaniques y sont résumées afin de mieux appréhender les mécanismes de déformation occasionnés au cours de la projection à haute vitesse.

1.1. Poudres métalliques et composites

Le matériau, à l'état de poudre, est projeté à la surface de l'échantillon pour former un revêtement dense et adhérent. Les poudres de cette étude sont principalement métalliques. La morphologie et la granulométrie des particules projetées influencent la microstructure des revêtements élaborés par cold spray.

1.1.1. Morphologie et microstructure des poudres

1.1.1.1. Poudres d'aluminium pur

Les différentes poudres d'aluminium pur de l'étude sont élaborées par le principe d'atomisation (Annexe A, §1.1.1). Quatre poudres d'aluminium pur sont employées : trois poudres d'aluminium 1050 de morphologie différente et la poudre d'aluminium 1070. Les paramètres du procédé d'atomisation influent sur la morphologie et la granulométrie des poudres dans leur état final.

La Figure 2-1 montre les observations MEB et optiques de ces différentes poudres d'aluminium pur, généralement sensible à de l'oxydation superficielle (Annexe A, §1.4), de morphologie et de granulométrie différentes utilisées dans cette étude :

- Une poudre d'aluminium pur à 99,5% (1050) est atomisée sous azote par ECKA Granules[1]. Cette poudre a une morphologie irrégulière et se présente sous une forme très aléatoire avec une multitude de petits satellites à sa périphérie ;
- Deux poudres d'aluminium pur à 99,5% (1050) sont atomisées sous argon par le LERMPS[2]. La première est composée de particules parfaitement sphériques alors que la deuxième, sphéroïdale, n'est que

[1] Fournisseur de poudres métalliques basé en Allemagne.
[2] Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces basé à Belfort (France).

partiellement sphérique et possède de nombreux petits satellites irréguliers en périphérie. Une distinction entre les deux poudres concerne la teneur en oxygène. La première est stockée sous argon avec la réalisation des opérations de tamisage sous atmosphère inerte (azote) tandis que la seconde l'est sous air ;

- Une poudre d'aluminium pur à 99,7% (1070) est atomisée sous azote par ECKA Granules et dont le tamisage a réduit sensiblement sa granulométrie : environ 10 µm. La poudre présente des particules dont la morphologie est très allongée (Figure 2-1, à droite). Les joints de grains intra-particules sont révélés par une attaque chimique qui met en évidence la microstructure de ces poudres d'aluminium.

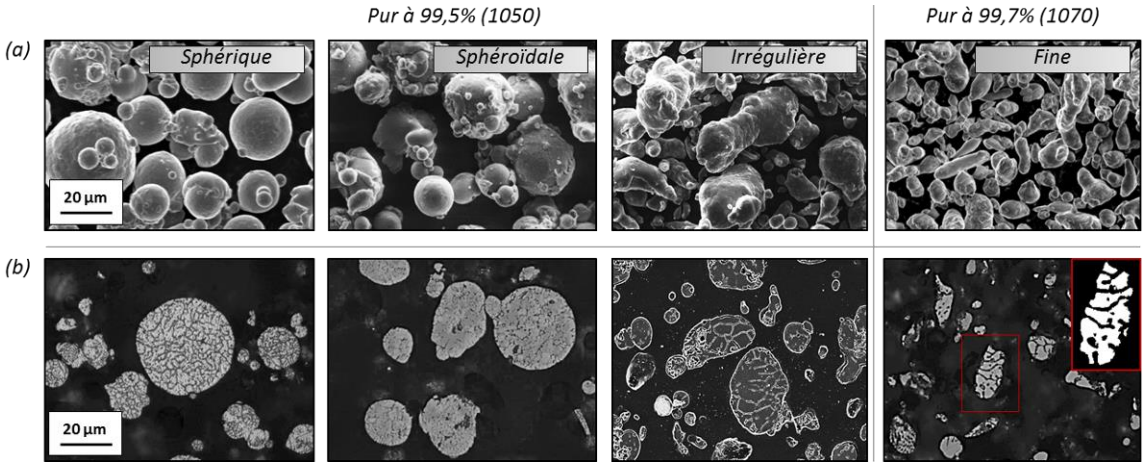


Figure 2-1 : Poudres d'aluminium pur 1050 et 1070 observées (a) en MEB, poudre libre et (b) en MO en coupe avec attaque chimique « Keller ».

1.1.1.2. Poudre d'alliage d'aluminium

Une poudre d'aluminium 2024, composée principalement d'aluminium (94%) et de cuivre (6%) (cf. Chapitre 1, §3.1.1), également utilisée dans l'étude, est atomisée sous azote et fourni par TLS-Germany[3]. Les particules sont considérées comme sphériques étant donné la circularité et la convexité mesurées par granulométrie laser (Annexe A, §1.2).

1.1.1.3. Poudres composites

Les différentes poudres composites de l'étude sont élaborées par voie de mécano-synthèse, de mécano-fusion et de mélange, (Annexe A, §1.1.2). Trois poudres composites sont employées au cours de l'étude et sont chacune issues d'un type d'élaboration. Elles sont toutes constituées d'alliage d'aluminium 2009 et de particules de SiC. L'alliage 2009 se compose essentiellement d'aluminium et de cuivre, respectivement 94% et 6% en masse (cf. Chapitre 1, §3.1.1). Les microstructures de ces poudres sont présentées en Annexe A (§1.3). La poudre composite, étudiée ici, est formée à partir de :

- La poudre d'alliage d'aluminium 2009 (Al-Cu) est atomisée sous azote, fourni par ECKA Granules, et de morphologie sphéroïdale ;
- La poudre de carbure de silicium (SiC) est fabriquée par le pôle Matériaux Céramique de Saint-Gobain[4], avec une excellente résistance à l'oxydation, une très grande dureté et une morphologie anguleuse.

[3] Fabriquant de poudre métallique basé en Allemagne.
[4] Activité au sein du groupe Saint-Gobain qui fournit notamment des grains et des poudres céramique.

Morphologie des poudres élaborées par mécano-synthèse

La mécano-synthèse d'une poudre composite donne lieu à une microstructure où l'aluminium et le SiC sont mélangés intimement. De nombreuses inclusions de SiC (régions sombres) sont présentes au sein des particules d'aluminium (régions claires), ce qui a pour effet d'assurer une très bonne homogénéité des composés formés (Figure 2-2).

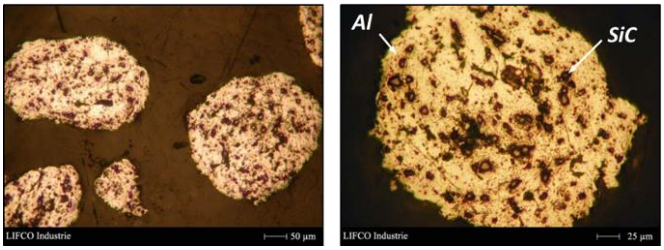


Figure 2-2 : Microscopie optique en coupe des poudres composites Al-SiC élaborées par mécano-synthèse chez LIFCO Industries[5].

Morphologie des poudres élaborées par mécano-fusion

Les poudres élaborées par mécano-fusion donnent naissance à des particules composites où le SiC se retrouve en périphérie de la particule d'aluminium sur une épaisseur plutôt homogène (Figure 2-3). Les particules d'aluminium se retrouvent enrobées de carbure de silicium.

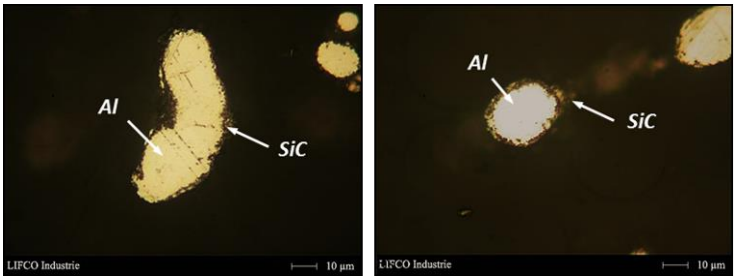


Figure 2-3 : Microscopie optique en coupe des poudres composites Al-SiC élaborées par mécano-fusion chez LIFCO.

La différence entre les trois poudres composites ne se fait pas sur la morphologie de la poudre obtenue, mais sur la microstructure des particules. En effet, les particules de SiC sont, dans un cas, juxtaposées aux particules d'aluminium et, dans l'autre cas, mélangées intimement aux particules d'aluminium : en surface ou à cœur.

Morphologie des poudres élaborées par mélange

L'obtention d'une poudre composite par un mélange de deux poudres est illustrée à travers les observations MEB présentées en Figure 2-4, qui montrent les mélanges d'aluminium (85% en volume) et de SiC (15% en volume) obtenus avec les différents grades de SiC (Annexe A, §1.3). La répartition des particules d'aluminium et de SiC semble homogène après le mélange des deux poudres.

[5] Entreprise réalisant des poudres et des traitements thermiques et de surface, Saint-Etienne (France).

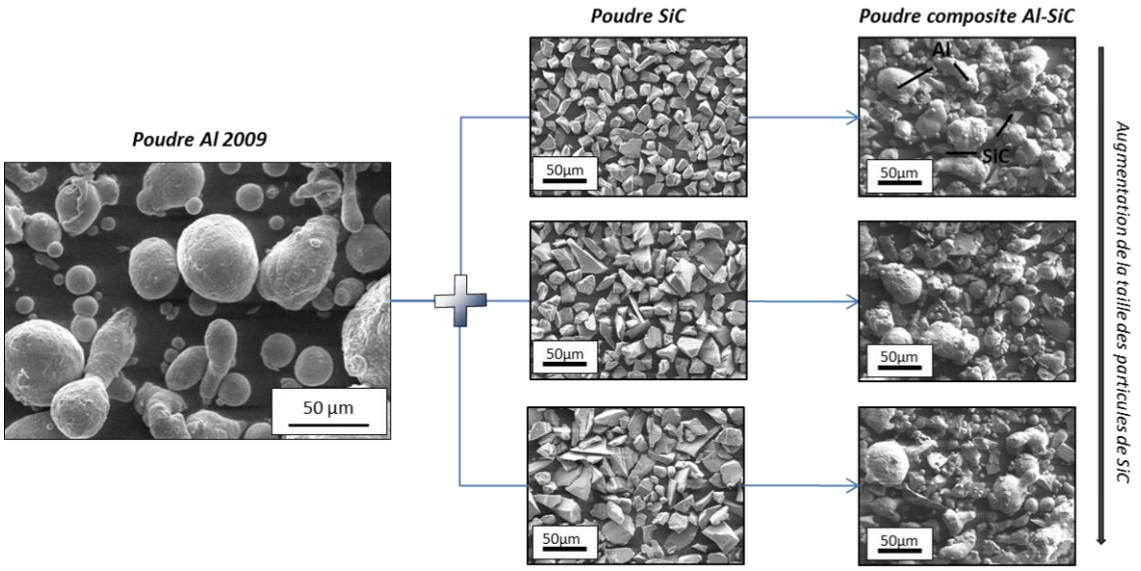


Figure 2-4 : Microscopie optique des poudres composites d'aluminium + 15% de SiC en volume élaborées par mélange au Turbula®, pendant 12 heures et par voie sèche.

Des analyses DRX sont effectuées sur les différentes poudres composites mais ne révèlent pas de différence entre les poudres et le matériau massif (substrat) composites d'aluminium-SiC. Une parfaite correspondance des phases en présence sont illustrées par les diffractogrammes de la Figure 2-5.

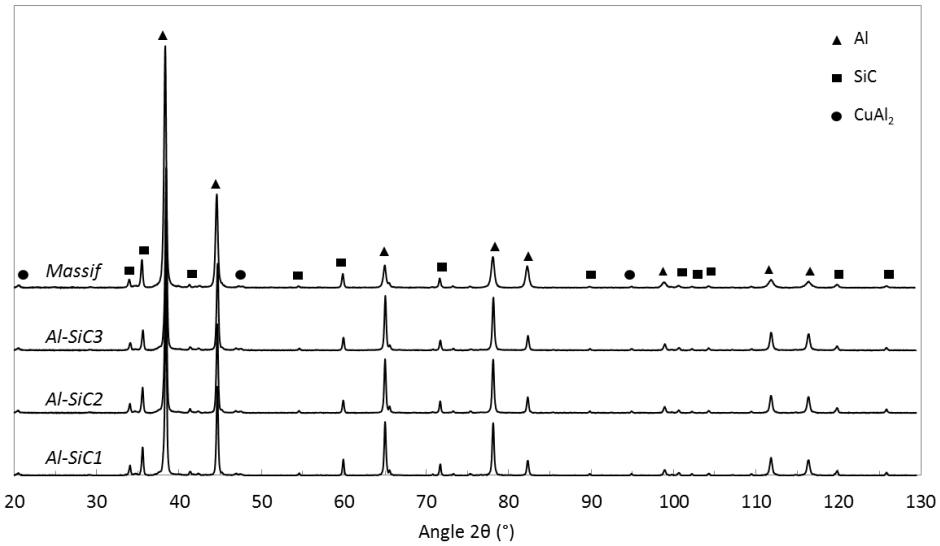


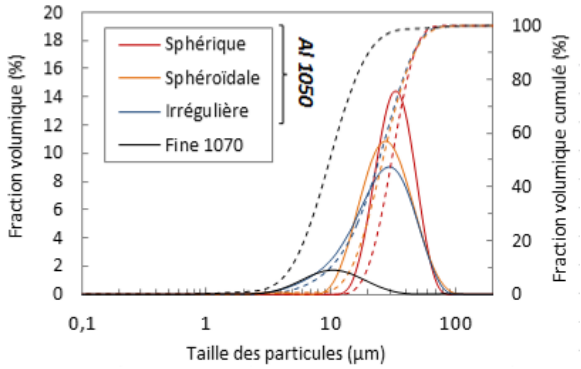
Figure 2-5 : Diffractogrammes X des poudres composites et du matériau massif d'aluminium-SiC.

1.1.2. Granulométrie des poudres

Parce que des travaux ont conclu qu'il pouvait y avoir une influence de la taille des particules sur la qualité d'un revêtement [HEL08] [KIN10], l'étude de l'effet de la granulométrie des particules de SiC est envisagée. Cette analyse des poudres est réalisée par voie sèche à l'aide du granulomètre laser Mastersizer 3000© de MALVERN. La technique, fondée sur la diffraction de la lumière [STO12], permet de déterminer la granulométrie des poudres de l'étude. Les résultats présentés correspondent à la moyenne de dix analyses réalisées successivement. Les valeurs granulométriques des poudres sont données sur la Figure 2-6 et la Figure

2-7. Les courbes de répartition granulométrique en volume des poudres y sont illustrées. Les valeurs caractéristiques de la granulométrie des poudres y sont données : il s'agit du d(0,1), d(0,5) et d(0,9).

(a)



(b)

Poudre		d(0,1) (µm)	d(0,5) (µm)	d(0,9) (µm)
Al 1050	Sphérique	22,4	35,1	54,0
	Sphéroïdale	16,7	29,7	53,6
	Irrégulière	11,3	27,6	52,3
Al 1070	Fine	5,4	11,2	22,9

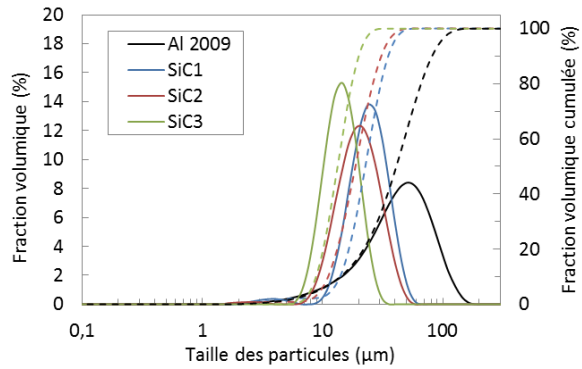
Figure 2-6 : (a) Répartition granulométrique en volume et (b) diamètres caractéristiques des poudres d'aluminium pur 1050 et d'aluminium pur 1070.

Les trois morphologies des poudres d'aluminium pur 1050 possèdent à peu près la même granulométrie : comprise entre 10 et 55 µm avec un d(0,5) aux alentours de 30 µm. La poudre d'aluminium pur 1070 est très fine et sa granulométrie s'étend de 5 à 23 µm avec un d(0,5) égale à 11,2 µm.

La mesure de la répartition granulométrique de la poudre de l'alliage d'aluminium 2024, dont les courbes sont données en Annexe A (§1.2), donne les valeurs suivantes : d(0,1) = 30 µm, d(0,5) = 62 µm et d(0,9) = 105 µm. En comparaison avec les autres poudres d'aluminium, celle-ci est particulièrement grossière avec des diamètres de particules très élevés.

Les poudres nécessaires à l'obtention d'une poudre composite sont analysées par granulométrie de manière indépendante. Les particules de l'alliage d'aluminium 2009 ont une granulométrie très étendue avec un d(0,1) égal à 15 µm et un d(0,9) égale à 91 µm. Les différentes poudres de SiC donnent trois granulométries distinctes : une poudre relativement fine dont la taille est comprise entre 10 et 23 µm, et une plus grossière qui s'étend de 16 à 40 µm. La granulométrie intermédiaire est, quant à elle, comprise entre 12 et 35 µm.

(a)



(b)

Poudre	d(0,1) (µm)	d(0,5) (µm)	d(0,9) (µm)
Al 2009	15,3	45,7	91,5
SiC1 (grossier)	15,7	25,8	40,0
SiC2 (intermédiaire)	12,6	21,3	35,0
SiC3 (fin)	10,0	15,2	22,9

Figure 2-7 : (a) Répartition granulométrique en volume et (b) diamètres caractéristiques des poudres d'aluminium 2009 et de la poudre céramique SiC.

1.1.3. Dureté des poudres

Les caractéristiques mécaniques des poudres d'aluminium pur sont également étudiées car elles permettent d'expliquer la déformation plastique des particules au moment de l'impact solide-solide. En effet, des particules plus dures se déformeront plus difficilement sur un substrat de faible dureté. Leur pénétration

dans le substrat sera favorisée. Pour cela, une mesure de la dureté initiale de la poudre est effectuée par micro-dureté et nano-indentation (§4.4).

Le choix de deux techniques de caractérisation de la dureté est entrepris afin de déterminer au plus juste la dureté des matériaux. En effet, la faible dimension géométrique des particules peut facilement perturber la mesure par micro-indentation et provoquer un déplacement de la particule dans la résine d'enrobage. Les valeurs de micro-dureté et celles de nano-dureté des poudres d'aluminium sont résumées dans le Tableau 2-1. La vitesse de refroidissement, la pression et la température de gaz utilisées lors du procédé d'atomisation des poudres influent directement sur la dureté des grains et donc des particules [FRA02]. Les deux poudres élaborées par atomisation sous argon ont des duretés très proches. Les résultats de nano-dureté donnent les mêmes tendances et confortent les mesures de micro-dureté classiques.

Tableau 2-1 : Mesures de micro-dureté $HV_{0,001}$ et de nano-dureté H des poudres d'aluminium.

Poudres	***Morphologie***	***Gaz d'atomisation***	***Micro-dureté (HV)***	***Nano-dureté H (GPa)***
Poudre d'aluminium 2009	*Sphéroïdale*	*N_2*	*97,8 ± 2,1*	*1,85 ± 0,20*
Poudres d'aluminium pur 1050	*Sphérique*	*Ar*	*37,3 ± 2,1*	*0,92 ± 0,14*
	Sphéroïdale	*Ar*	*39,8 ± 1,6*	*0,90 ± 0,08*
	Irrégulière	*N_2*	*25,8 ± 1,8*	*0,67 ± 0,09*
Poudres d'aluminium pur 1070	*Colloïdale*	*N_2*	*30,8 ± 1,3*	*0,84 ± 0,18*

1.1.4. Conclusion sur les poudres

Si les revêtements élaborés à partir de la poudre d'aluminium pur sont, notamment, destinés à protéger des composants de la corrosion, ils ne peuvent apporter les propriétés tribologiques nécessaires au fonctionnement de la pièce. En effet, s'agissant de la résistance à l'usure par frottements, l'endommagement peut être sévère. Des revêtements élaborés par cold spray doivent donc permettre de protéger efficacement le matériau contre une usure prématurée. Les céramiques sont connues pour résister particulièrement bien aux phénomènes de frottements car elles sont très dures et très peu ductiles. La déformation plastique ainsi que l'arrachement de matière sont donc fortement limités.

1.2. Substrats métalliques

Dans le secteur aéronautique, les alliages légers sont privilégiés. De type aluminium ou magnésium, ils constituent un bon compromis entre leurs propriétés mécaniques et leur masse (Annexe A, §2.2). Dans notre étude, l'aluminium 2024-T3, est examiné. Mais, des alliages de magnésium et des composites à matrice métallique le sont également et seront traités dans le chapitre 7 (§1.1 et §1.2). A l'état pur, ces différents substrats métalliques possèdent des propriétés mécaniques, thermiques et physiques variées, responsables de leur comportement plastique lors d'un choc. La caractérisation des substrats métalliques est possible grâce à :

- L'identification des composés chimiques par la diffraction des rayons X ;
- L'analyse de leur microstructure révélée par une attaque chimique, qui met en évidence les joints de grains et les phases en présence ;
- La micro-dureté des différentes phases de la microstructure à l'état brut.

1.2.1. Aluminium 2024

Cet alliage est particulièrement utilisé dans le secteur aéronautique pour ses propriétés mécaniques élevées et sa grande légèreté. Composé en grande majorité d'aluminium, l'ajout de cuivre permet d'accroître sensiblement sa dureté et sa résistance mécanique. La composition chimique de l'alliage est résumée dans le Tableau 2-2. A partir des observations et de l'analyse chimique de sa microstructure (Annexe A, §2.1.1 et §2.1.2), les deux phases en présence possèdent des duretés différentes : la dureté de la phase Al vaut 135 $HV_{0,001}$ tandis que celle de la phase $CuAl_2$ est de 150 $HV_{0,001}$. Traités thermiquement avant utilisation, les substrats de l'étude ont subi différents traitements thermiques qui sont présentés en Annexe A (§2.1).

Tableau 2-2 : Composition chimique de l'aluminium 2024-T3.

(%)	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr	Autres	Al
Min	-	-	3,8	0,3	1,2	-	-	-	0,08	-	Base
Max	0,5	0,5	4,9	0,9	1,8	0,1	0,25	0,15	0,15	0,15	

1.2.2. Aluminium 7040 et magnésium G-Z4TR

Corréler le comportement plastique du substrat et des particules projetées avec la dureté des matériaux passe par l'étude d'autres couples métalliques. Les substrats d'aluminium, de magnésium et les composites revêtus sont caractérisés dans l'Annexe A (§2). L'effet de la dureté du substrat et des particules sur l'adhésion du revêtement sera alors étudié.

1.2.2.1. Aluminium 7040-T6

L'addition de cuivre au système aluminium-zinc-magnésium produit les alliages d'aluminium les plus résistants sur le plan mécanique, à l'état T6. La composition chimique de l'aluminium 7040-T6 est résumée dans le Tableau 2-3 et les différents éléments sont identifiés sur la microstructure présentée en Annexe A (§2.1.3). La micro-dureté de l'aluminium 7040 est de 145 ± 4 $HV_{0,001}$.

Tableau 2-3 : Composition chimique de l'aluminium 7040-T6.

(%)	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Zr	Autres	Al
Min	-	-	2,0	-	1,9	-	5,7	-	0,08	-	Base
Max	0,12	0,15	2,6	0,1	2,6	0,04	6,7	0,06	0,15	0,15	

1.2.2.2. Magnésium G-Z4TR

Le magnésium est rarement utilisé à l'état pur et nécessite, comme l'aluminium, de l'addition d'éléments d'alliage pour accroître ses propriétés mécaniques. Ici, l'ajout de quelques pourcents de zinc entraîne une augmentation significative de sa résistance mécanique à température ambiante. Cet alliage est, notamment, utilisé pour les carters de boîtes de transmission. Le magnésium G-Z4TR présente une composition chimique où deux phases coexistent : Mg et MgZn (Tableau 2-4). La dureté du substrat magnésium est mesurée à 55 ± 3 $HV_{0,001}$. Sa microstructure est présentée en Annexe A (§2.1.4).

Tableau 2-4 : Composition chimique du magnésium G-Z4TR.

(%)	Al	Mn	Terres-rares	Zn	Zr	Cu	Fe	Si	Ni	Autres	Mg
Min	-	-	0,75	3,5	0,4	-	-	-	-	-	Base
Max	0,02	0,15	1,75	5,0	1,0	0,03	0,01	0,01	0,005	0,15	

1.2.3. Composites à matrice métallique d'aluminium 2009 + SiC

Ce matériau, élaboré par métallurgie des poudres, est constitué d'une base aluminium renforcée par des particules de carbure de silicium. Un mélange de poudre d'aluminium 2009 et de poudre de SiC est réalisé puis compressé à froid. Pour éliminer l'oxygène contenu dans le mélange, un dégazage est effectué suivi d'un pressage à chaud. Un traitement thermique de type T4 est ensuite entrepris pour augmenter ses propriétés mécaniques (Annexe A, §2.1). Dans la matrice aluminium, la dureté est de 185 ± 5 $HV_{0,001}$. Les particules de renfort céramiques, trop dures pour être déformées plastiquement, ne sont pas caractérisées en micro-dureté. La dureté théorique du carbure de silicium est de l'ordre de 2000 HV. La microstructure du composite est présentée en Annexe A (§2.1.5) et montre un substrat où de nombreux renforts sont incorporés à la matrice d'alliage d'aluminium 2009.

1.3. Buse de projection

Le matériau constituant la buse cold spray est déterminant pour la coulabilité et la stabilité du jet de poudre. Les caractéristiques des buses sont présentées dans le §2.2.3. Comme cela est décrit précédemment, deux types de poudres sont projetés dans cette étude : métallique (aluminium pur) et CMM (aluminium-SiC).

Les poudres métalliques se prêtent plutôt bien à l'utilisation d'une buse polymère de type PBI. Malgré son point de fusion relativement bas, cette buse possède une très bonne résistance à la température. Sa forte rigidité lui permet de bien résister au passage d'un flux gazeux chaud avec des particules « molles » comme l'aluminium. Les températures d'utilisation peuvent atteindre les 400°C, température très élevée pour un matériau de ce type. De formule $(C_{20}H_{12}N_4)_n$, le polybenzimidazole est excellent pour des applications en conditions sévères, c'est-à-dire à haute température ou exposé à des produits chimiques.

Les poudres CMM sont conduites à travers une buse en céramique (SiC) de type 24 TC (§2.1.3) utilisée pour la projection de matériaux plus durs comme les composites (métal + céramique) ou l'acier. La buse ayant une plus grande ténacité, son abrasion interne est beaucoup plus lente que celle d'une buse en polymère. Toutefois, les phénomènes d'usure par passages répétés des particules métalliques sont susceptibles de modifier la géométrie de la buse et particulièrement celle du diamètre d'étranglement. L'usure des parois internes réduit sensiblement les pressions atteintes. Une chute de la vitesse des particules est alors observée. Contrôler régulièrement les dimensions de cette zone critique de la buse est déterminant dans la reproductibilité du processus de projection.

2. Procédé d'élaboration cold spray

2.1. Installation cold spray

2.1.1. CGT Kinetics 3000

Le Centre des Matériaux est équipé d'une installation cold spray haute pression pouvant monter jusqu'à 3 MPa dont les paramètres de projection sont donnés dans le tableau de la Figure 2-8. Les températures de projection atteignent les 600°C et l'élaboration des revêtements est réalisée dans une enceinte fermée.

2.1.2. Enceintes de projection

La cabine utilisée pour les projections se présente sous la forme d'une enceinte de dimensions 120 x 110 x 95 cm^3, avec une aspiration permettant l'extraction des poussières et de la chaleur produite par la propulsion de gaz chaud. Les projections sont réalisées sur des échantillons (450 x 225 mm^2 pour les dimensions maximales) mis en mouvement par un robot 2 axes dont la vitesse de déplacement peut atteindre 300 $mm.s^{-1}$. Enfin, il est possible de projeter à une distance de 250 mm de l'échantillon à revêtir. Une seconde enceinte de projection de 18 m^3, possédant également une aspiration, est disponible (CAPS : « Control Atmopheric Plasma Spraying ») et permet de réaliser des projections cold spray sous atmosphère contrôlée. La mise en mouvement de l'échantillon s'effectue alors à l'aide d'un robot 6 axes.

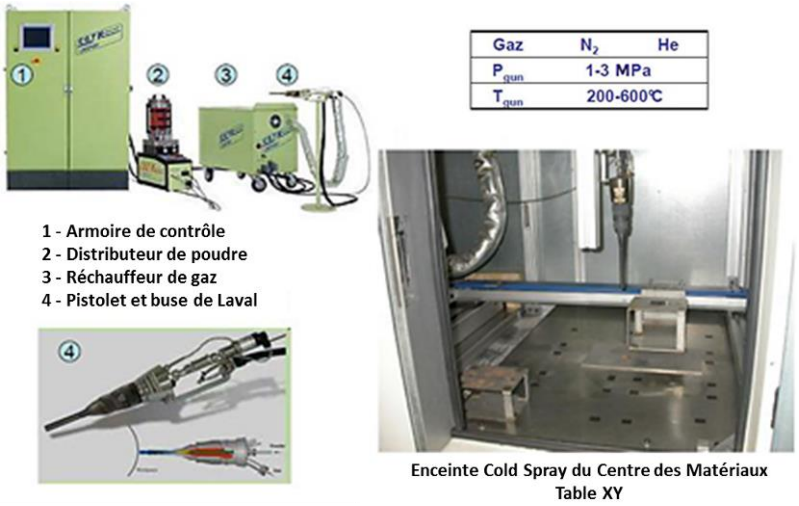


Figure 2-8 : Equipement de projection dynamique par gaz froid (cold spray) CGT Kinetics 3000.

2.1.3. Buses de projection

Pour réaliser les projections cold spray, plusieurs buses sont à disposition. Il s'agit de choisir celle appropriée à la poudre et aux paramètres de projection que l'on souhaite utiliser. La géométrie des buses cold spray, de type convergent / divergent, dite aussi de Laval, est présentée sur la Figure 2-9.

Dans notre étude, la réalisation de revêtements d'aluminium pur s'effectue grâce à une buse polymère. Ce matériau est privilégié car, contrairement à des matériaux plus durs et réfractaires (type céramique), le colmatage y est fortement limité. En effet, dans le cas d'une buse en céramique, les particules

d'aluminium pur ont tendance à adhérer à la surface interne de la buse, d'autant plus que la température des particules est élevée. Un bouchon est ainsi créé et on parle de colmatage de la buse.

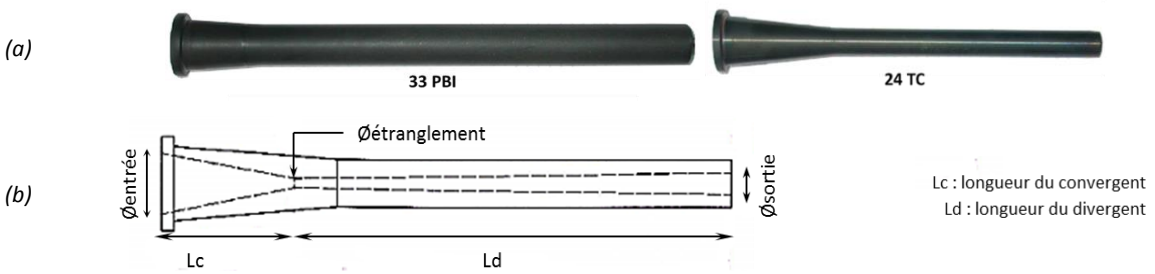


Figure 2-9 : Schéma d'une buse cold spray (a) vue extérieur (b) vue en coupe, voir les dimensions dans le Tableau 2-5.

Quand la poudre projetée n'est pas purement métallique mais associée à des poudres dont les particules sont dures et abrasives (cas du composite Al-SiC), il est nécessaire d'utiliser une buse plus résistante, comme celle en 24 TC. La buse polymère est à bannir. En effet, les particules de SiC, anguleuses et très dures, érodent le matériau lorsqu'elles circulent dans la buse, d'autant plus que leur vitesse est élevée. Comme décrit précédemment, les particules d'aluminium adhèrent à la surface de la buse en céramique mais sont éliminées, ici, par le carbure de silicium. Les particules de SiC jouent le rôle de « nettoyeur » de la surface interne de la buse.

Deux types de buses sont classiquement élaborés à partir de matériau polymère comme le 33 PBI et céramique comme le carbure de tungstène (24 TC) par exemple. Les dimensions géométriques des différentes buses de l'étude sont résumées dans le Tableau 2-5. Les caractéristiques géométriques ainsi que le ratio d'expansion de la buse, qui se définit par le rapport entre la surface de sortie et la surface au col (étranglement) sont précisées et justifient l'utilisation de numéros désignant les buses.

Tableau 2-5 : Dimensions caractéristiques des buses cold spray.

	33 PBI	***24 TC***
Longueur du convergent Lc (mm)	*40,0*	*40,0*
Longueur du divergent Ld (mm)	*182,4*	*132,4*
Diamètre d'entrée (mm)	*16,0*	*17,5*
Diamètre d'étranglement (mm)	*2,7*	*2,7*
Diamètre de sortie (mm)	*10,1*	*6,4*
Ratio d'expansion	*14*	*5,62*

2.2. Projection de particules élémentaires « splats »

Généralement, le procédé cold spray est utilisé pour l'élaboration de revêtements. On se place alors dans une configuration d'étude globale, c'est-à-dire de l'empilement des particules projetées formant le revêtement. Dans le cas où une analyse des mécanismes de déformation à l'impact souhaite être réalisée, il est envisageable de ne déposer qu'une petite quantité de particules à la surface du substrat. Pour cela, l'utilisation d'un faible débit de gaz porteur permet de n'acheminer qu'un débit massique très réduit de poudre jusque dans la buse. Le système cold spray à disposition permet de faire varier le débit de poudre au travers de deux paramètres :

- La proportion de gaz porteur : le débit est proportionnel à la pression de gaz principal fixée ;
- La vitesse de rotation du plateau du distributeur de poudre (en tours par minute, $tr.min^{-1}$)

2.3. Projection inclinée d'un flux de poudre

L'objectif de cette partie est présenter le dispositif expérimental utilisé pour projeter la poudre par cold spray avec un angle d'incidence quelconque par rapport à la surface du substrat. Par voie numérique [LI07-2] [YIN13-1] et/ou expérimentale [LI03] [LI05], plusieurs études se sont concentrées sur l'influence de l'angle de projection sur la qualité des revêtements par projection par gaz froid. En se fondant sur des travaux déjà menés [LI03], notre étude utilise un dispositif expérimental permettant la réalisation de projection sous différents angles, de 30° à 90° par rapport à la normale au substrat. Deux cas sont étudiés : la réalisation d'un cordon de projection et le surfaçage du substrat.

2.3.1. Cordon de projection

Une première étude consiste à réaliser une série de revêtements sur des substrats inclinés. La Figure 2-10 illustre le montage élaboré. Des substrats sous forme de plaque viennent se fixer sur des blocs juxtaposés dont l'inclinaison varie. L'ensemble du montage se déplace suivant un seul axe (Y). La position de la buse cold spray étant figée, le support effectue des allers-retours. La distance de projection entre la sortie de la buse et la surface du substrat est maintenue constante. On obtient ainsi la formation d'un revêtement dont la géométrie et la microstructure dépendent de l'angle d'inclinaison.

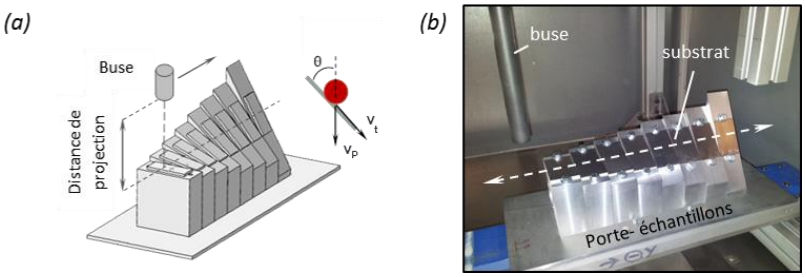


Figure 2-10 : Dispositif expérimental : (a) schéma et (b) montage réel réalisé par usinage-fraisage.

2.3.2. Surfaçage du substrat

Une seconde expérimentation consiste à recouvrir l'intégralité du substrat afin d'obtenir une surface plus grande et multiplier les essais de caractérisation. L'amélioration du système de fixation du pistolet cold spray permet d'orienter la buse avec un angle θ par rapport à la surface du substrat. Sur la Figure 2-11, l'inclinaison de la torche cold spray est observée. Le porte-échantillons effectue des allers-retours suivant l'axe Y avec un décalage d'un pas de 1 mm suivant l'axe X. L'opération est répétée jusqu'à obtenir un recouvrement du substrat.

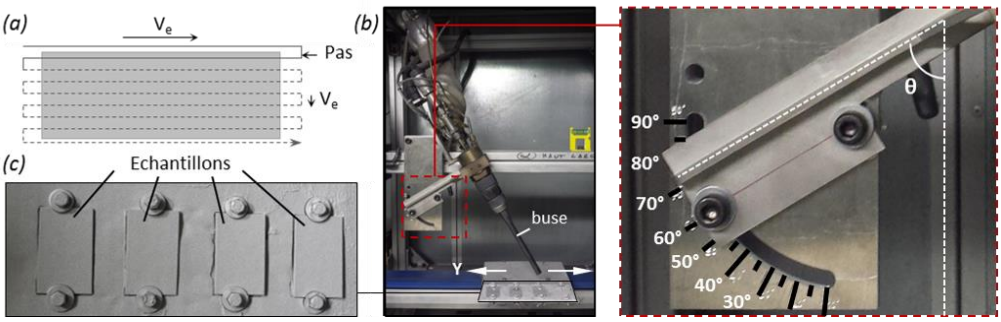


Figure 2-11 : Dispositif expérimental pour une projection inclinée, cas d'un surfaçage : (a) mouvement programmé du porte-échantillons, (b) montage avec variation de l'angle ϑ et (c) substrats revêtus.

2.4. Mesure de température du substrat par thermocouple

2.4.1. Principe et montage expérimental

L'analyse thermique du substrat est réalisée à l'aide de thermocouples disposés sous la surface du substrat (référencés t1 à t4) et espacés de 5 mm chacun. La Figure 2-12 donne le montage expérimental pour la détermination des températures atteintes lorsqu'un flux gazeux chaud est projeté à haute pression à la surface du substrat métallique. Les mesures sont réalisées en point fixe (position de la buse figée) et radialement à l'axe de projection, ce qui permet de distinguer les variations de température sur différentes zones du substrat. Le logiciel d'acquisition et de traitement WINATS© permet de récupérer et de traiter les données reçues. La mesure étant réalisée sur la face arrière, une diffusion se produit depuis la face avant du substrat d'aluminium. Néanmoins, l'écart de température demeure très faible étant donné la faible épaisseur de substrat (2 mm dans notre cas). Si une analyse par caméra thermique permettrait de déterminer la température en face avant du substrat [GIR14], une hypothèse simplificatrice sera, ici, faite et considèrera la température en face arrière similaire à celle de la face arrière.

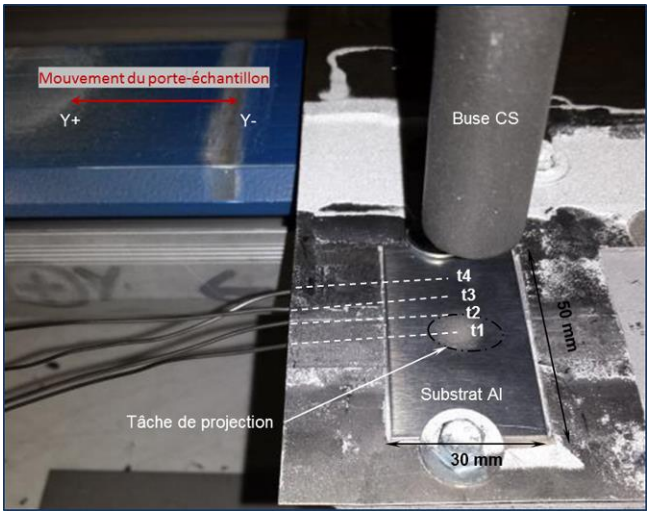


Figure 2-12 : Montage expérimental de mesure de température du substrat par thermocouples, depuis le centre du jet de projection jusqu'à sa périphérie et au-delà.

2.4.2. Diffusion et conduction thermique des métaux

La température en face avant du substrat peut être approchée par l'application des lois de transfert thermique. Notée D, la diffusivité thermique illustre le comportement dynamique du matériau (diffusion) et son inertie thermique (Tableau 2-6). Cette grandeur dépend à la fois de la conductivité thermique (λ) du matériau ainsi que de sa capacité à accumuler la chaleur (capacité thermique, c_p). Avec une épaisseur relativement fine (2 mm), le substrat métallique conduit suffisamment la chaleur pour conclure à la similarité des températures en face avant et arrière.

Tableau 2-6 : Propriétés physiques et thermiques de l'aluminium et du magnésium pur.

	ρ ($kg.m^{-3}$)	cp ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	D (10^{-6} $m^2.s^{-1}$)
Aluminium	*2700*	*888*	*237*	*98,8*
Magnésium	*1740*	*1020*	*156*	*87,9*

2.5. Caractérisation des particules en vol

La détermination des propriétés des particules avant l'impact permet de mieux appréhender les mécanismes de déformation lors du choc avec le substrat. Ainsi, cette partie est, à présent, consacrée à la caractérisation des vitesses, des diamètres et des températures des particules atteintes une fois projetées.

2.5.1. Mesure de vitesse des particules

2.5.1.1. Principe de fonctionnement

En cold spray, les particules sont propulsées à des vitesses très élevées atteignant plusieurs centaines de mètres par seconde. Identifier ces vitesses d'impact permet de mesurer la déformation subie par la particule au moment du choc. Des appareils de mesure existent pour caractériser le flux de particules en vol. Un capteur optique prend en compte et analyse les particules qui se retrouvent devant lui : on mesure alors un signal correspondant à chaque particule. Un système de fente très rapprochée, 210 µm dans le cas du cold spray, permet de remonter à la vitesse de la particule : le temps Δt entre le passage d'une particule par la première fente et celui de la seconde fente est mesuré. Le dispositif classique, utilisé en projection plasma (DPV 2000), détecte des particules chaudes (matériau en fusion). Cependant, en projection par gaz froid, les particules demeurent relativement froides et n'émettent aucun rayonnement leur permettant d'être détectées. Pour pallier cet effet, un pointeur laser, positionné perpendiculairement à l'axe de projection, éclaire les particules qui vont pouvoir ainsi être captées. Le principe du système de mesure est présenté en Figure 2-13.

D'autres mesures peuvent être réalisées sur les particules détectées. En effet, la quantification ainsi que la taille (diamètre moyen) des particules sont autant de renseignements permettant de caractériser le flux de poudre. La détermination du diamètre des particules s'effectue via un programme qui les considère comme sphériques. Dans le cas où une particule n'est pas projetée parfaitement perpendiculairement, un critère de dissymétrie sera appliqué. En outre, deux particules qui renverraient des mauvais signaux seront filtrées et éliminées de la mesure.

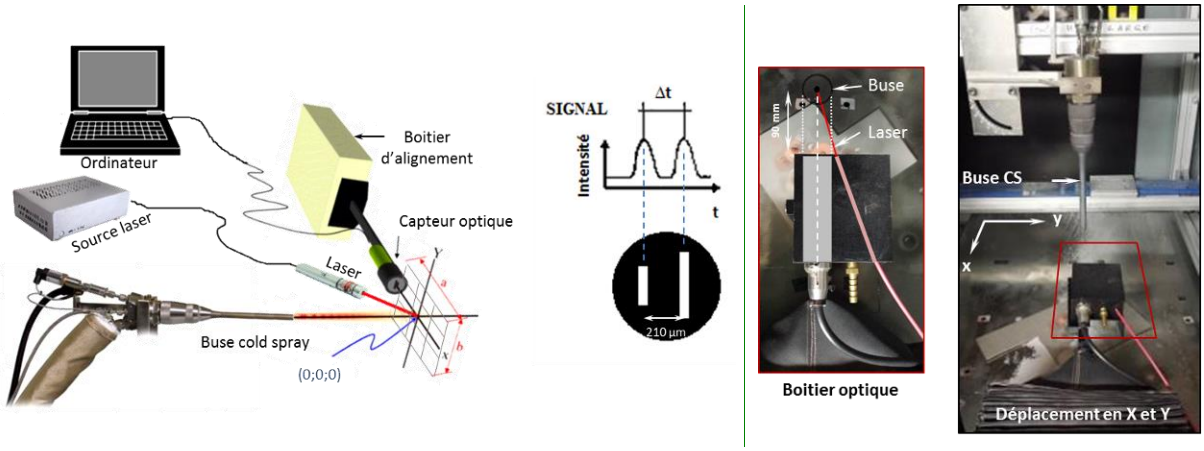


Figure 2-13 : Dispositif expérimental DPV 2000 associé à un système d'éclairage laser pour la détection des particules projetées par cold spray.

2.5.1.2. Paramètres d'acquisition du DPV 2000

Lors de leur détection, les particules renvoient un signal d'une certaine intensité proportionnelle à leur diamètre. Plus la particule est petite, plus le signal renvoyé sera faible et peut alors se retrouver mêlé au bruit de fond. Un seuillage de l'intensité du signal est appliqué et fixé à 120 mV afin de faire abstraction de ce bruit de fond mesuré. Seuls les signaux dont l'intensité est supérieure à cette valeur sont pris en compte pour les mesures.

L'endroit du jet où la plus grande vitesse des particules est atteinte, peut être déterminé par un auto-centrage du capteur. Celui-ci permet une recherche automatique du centre du jet de poudre. Néanmoins, il n'est pas rare que le centre réel du flux de particules soit, en réalité, décalé du fait de l'irrégularité du débit de poudre. Deux types d'acquisitions sont alors réalisés :

- La configuration en point fixe, c'est-à-dire en réalisant une mesure au centre de la tache de projection sur un nombre de particules statistiquement représentatif, soit 30 000 particules détectées ;
- Une cartographie du jet de poudre permet de déterminer les répartitions en vitesse, en nombre et en diamètre des particules suivant les axes X et Y. Dans l'étude, 64 points de mesure, pour une durée d'acquisition de 15 secondes par point et une résolution spatiale de 2 mm, sont effectués.

2.5.2. Détermination de la température des particules

Pour accéder aux températures des particules au moment de l'impact avec le substrat, un modèle analytique, développé par Helfritch [HEL06], est utilisé. Se fondant sur l'écoulement d'un fluide gazeux à travers une buse convergente-divergente, l'interaction gaz-particule est simulée et donne l'évolution des paramètres de vitesse et de température depuis l'entrée de la particule dans la buse jusqu'à son impact sur le substrat. Dans une buse de Laval, les particules sont accélérées dans la partie divergente et sont chauffées dans la partie convergente (Figure 2-14) [KAI07]. L'onde de choc sur le substrat provoque une variation de ces deux paramètres. Ce modèle tient compte de plusieurs approximations : les particules dans le jet n'influencent pas le flux gazeux et les effets de frottement gazeux sur la paroi interne de la buse sont négligés.

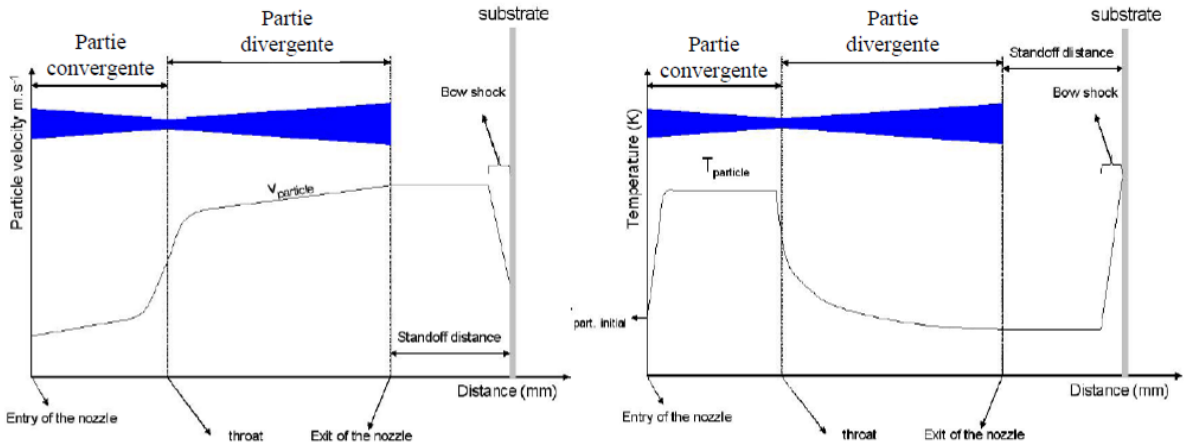


Figure 2-14 : Evolution de la vitesse (à gauche) et de la température (à droite) d'une particule et du gaz depuis son entrée dans la buse de projection jusqu'à son impact à la surface du substrat [KAI07].

3. Techniques de préparation de surface du substrat

Initialement, les substrats sur lesquels les projections sont réalisées sont à l'état brut, de laminage ou d'usinage, sans préparation de surface. L'état de surface peut être associé à une surface quasiment plane. Pour favoriser l'adhésion du revêtement, la préparation de surface est visée. Classiquement, un dégraissage à l'alcool et un séchage à l'air comprimé sont réalisés préalablement au procédé cold spray [GRI15]. Des procédés par abrasion mécanique de surface existent pour préparer les surfaces avant que le revêtement ne soit déposé. Deux cas sont possibles : (1) l'amélioration de la topographie de surface et (2) le nettoyage de surface (Figure 2-15). L'étude envisage de modifier la surface des substrats d'aluminium par différents moyens : le sablage avec des particules abrasives de corindon (Al_2O_3), la projection de carboglace et la réalisation de motifs réguliers, aux dimensions maîtrisées, par usinage.

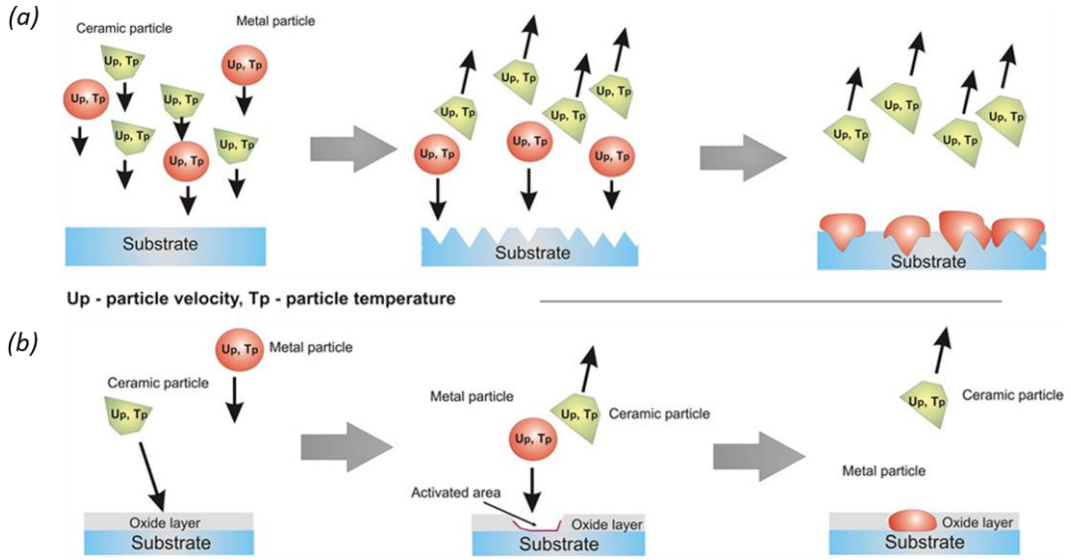


Figure 2-15 : Chemins possibles des mécanismes d'activation de surface par abrasion mécanique : (a) amélioration du profil de surface et (b) nettoyage de surface [GRI15].

3.1. Projection de particules d'alumine

3.1.1. Procédé de sablage de surface

Le sablage consiste à projeter des particules d'alumine (Al_2O_3) sous pression afin que ces dernières rencontrent la surface de l'échantillon et créent des rugosités. L'alumine, qui est une céramique, joue le rôle d'abrasif. Le substrat en aluminium, ductile, subit, quant à lui, des déformations plastiques. La Figure 2-16 montre le schéma de principe du sablage d'une pièce. Les paramètres liés au procédé et utilisés dans l'étude sont résumés dans le Tableau 2-7. Ce type de préparation de surface, ici réalisé manuellement à l'aide de la sableuse ARENA© POS 100, est couramment utilisé pour augmenter la surface de contact avant projection et modifier ainsi la topographie de surface apparente du substrat. Une conséquence indirecte de cette modification topographique est l'écrouissage du matériau qui devient précontraint sur une certaine épaisseur. Les procédés traditionnels de projection thermique (projection plasma, HVOF, etc.) emploient classiquement ce type de préparation de surface. Des études sur le procédé cold spray ont montré que les premières particules projetées sur le substrat s'apparentaient à un sablage de surface [KLI06]. Néanmoins, de récents travaux mettent en évidence l'intérêt d'une préparation de l'échantillon en amont de la projection [ZIE14] [RIC06].

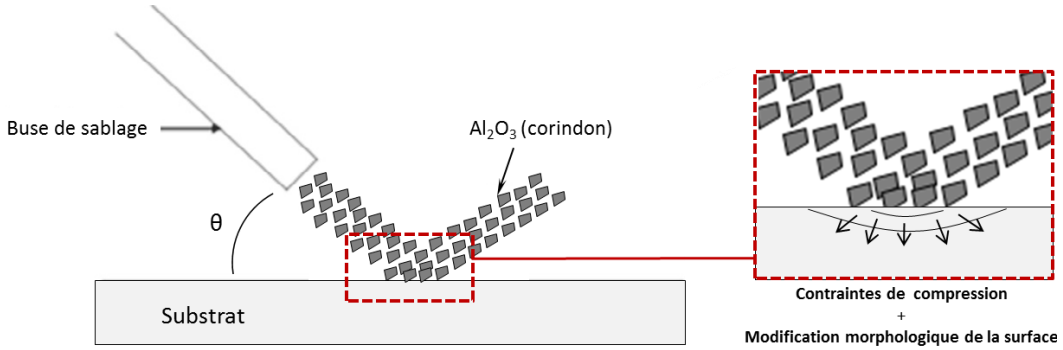


Figure 2-16 : Schéma de principe du procédé de sablage d'un substrat.

Tableau 2-7 : Paramètres du procédé de sablage pour la modification de surface des substrats.

Type de corindon	Granulométrie théorique (µm)	Pression du sablage (MPa)	Distance de projection (mm)	Angle de projection de la buse (°)	Durée effective du sablage (s)
F220	62	0,4	20	45	10
F40	300	0,4	20	45	10
F22	700	0,4	20	45	10

3.1.2. Caractéristiques des particules abrasives

Les particules abrasives d'alumine possèdent une morphologie quelconque et anguleuse (cas général des céramiques), leur taille varie suivant le type de corindon utilisé. Trois granulométries sont choisies pour cette étude (cf. Tableau 2-7 précédent). Les images obtenues en microscopie électronique à balayage (MEB) sont présentées sur la Figure 2-17 et révèlent des morphologies de poudre très anguleuses. Le sable céramique est fragile, notamment pendant le choc avec le substrat, et s'use au fur et à mesure du sablage, devant ainsi être changé périodiquement.

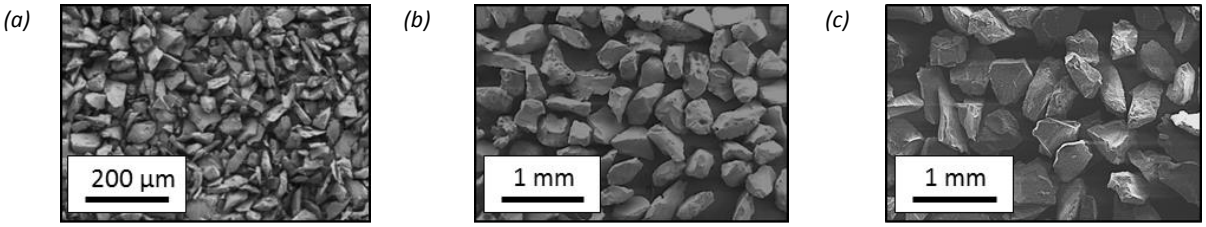


Figure 2-17 : Images MEB, en électrons secondaires, des poudres de corindon (Al_2O_3) de diamètre moyen (a) 62 µm, (b) 300 µm et (c) 700 µm.

Une analyse chimique EDX est également réalisée sur chacune des poudres afin d'en valider la composition exacte. Le Tableau 2-8 donne les valeurs de fractions massiques pour chacun des éléments identifiés. Comme attendu, une forte proportion d'alumine Al_2O_3 (99,6%) est mesurée ainsi que des infimes fractions de silice, d'oxyde de fer (FeO_3), d'oxyde de titane (TiO_2) et d'autres sont présents (CaO, MgO, etc.).

Tableau 2-8 : Composition chimique du corindon utilisé pour le sablage des échantillons.

Phase	Al_2O_3	SiO_2	Fe_2O_3	TiO_2	CaO	Na_2O	K_2O	MgO
Composition (%massique)	99,9	0,02	0,03	0,1	0,01	0,20	0,01	Traces

La fraction volumique en fonction de la taille des particules est mesurée à l'aide d'un granulomètre laser (Figure 2-18). La répartition granulométrique des diamètres de corindon est relativement étendue,

notamment pour le plus grossier. Les diamètres caractéristiques des différents sables sont référencés dans le Tableau 2-9.

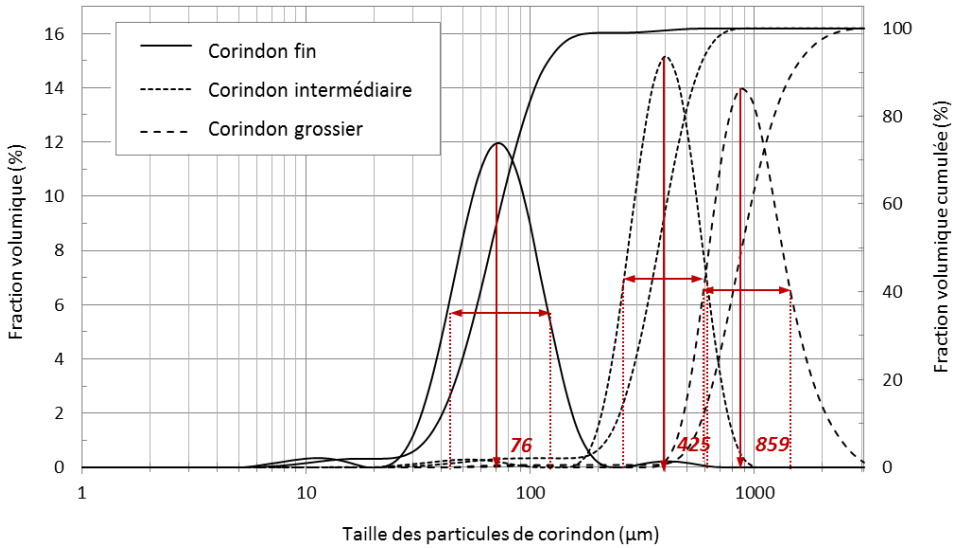


Figure 2-18 : Répartitions granulométriques des différents types de corindon (fin, intermédiaire et grossier) utilisés pour le sablage des substrats métalliques.

La taille de l'abrasif influence la morphologie du substrat après sablage mais les déformations plastiques occasionnées par les impacts du corindon sur la surface s'accompagne de contraintes mécaniques. Le chapitre 4 revient sur la caractérisation des échantillons traités par sablage.

Tableau 2-9 : Diamètres caractéristiques des différentes granulométries de corindon utilisées pour le sablage.

Diamètre caractéristique (µm)	***d(0,1)***	***d(0,5)***	***d(0,9)***
Type de corindon			
F220	*43,8*	*76,2*	*126,9*
F40	*282,1*	*400,4*	*651,2*
F22	*668,7*	*858,8*	*1660,3*

3.1.3. Dureté des substrats sablés

En modifiant la morphologie de surface, un écrouissage sévère se produit et modifie les propriétés mécaniques de manière superficielle. L'objectif est, ici, d'évaluer l'épaisseur dans laquelle la variation de dureté a lieu. En effet, pour améliorer le modèle numérique d'impact de particules sur substrats rugueux (Chapitre 5, §4), il est intéressant de considérer le gradient de dureté (module d'Young, E), dans l'épaisseur du matériau. Une loi d'évolution serait alors à appliquée pour reproduire les effets du sablage sur le comportement en déformation du substrat et de la particule.

Les résultats de microdureté des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés révèlent un fort écrouissage en extrême surface qui s'atténue en s'éloignant de cette surface (Figure 2-19). La dureté y est plus élevée (185-200 $HV_{0,001}$) qu'à l'état brut. Les déformations plastiques induites par le sablage sont prononcées. La taille du corindon utilisée ne semble pas avoir d'effet significatif sur la valeur de dureté ni même sur l'épaisseur concernée. Une décroissance de la dureté est mesurée jusqu'à 70 µm environ de la surface où l'effet du sablage ne semble plus déterminant. Un domaine, dit mécaniquement modifié, est donc identifié. En-dessous de cette zone, la dureté est celle du substrat dans son état brut où elle atteint 155 $HV_{0,001}$, et ce jusqu'à cœur

du substrat. Les conditions d'impact des particules ductiles projetées par cold spray sur un substrat d'aluminium changent lorsque ce dernier est sablé. En effet, sa dureté est augmentée par le sablage. Les particules projetées par cold spray impactent alors un matériau plus écroui donc plus dur.

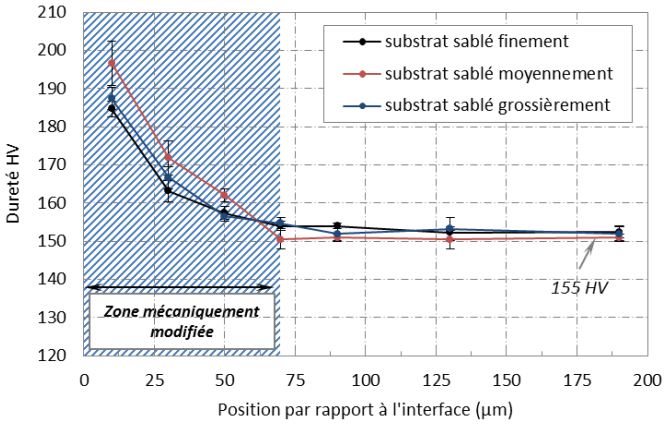


Figure 2-19 : Profils de dureté $HV_{0,001}$ des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés depuis la surface jusqu'à cœur du matériau.

3.1.4. Contraintes résiduelles dans les substrats

La préparation mécanique du substrat par sablage engendre une modification géométrique de la surface et induit des contraintes dans le matériau en modifiant ses propriétés mécaniques [MEL97] (Annexe A, §3). Des études ont montré l'influence de la granulométrie du corindon sur les contraintes mécaniques engendrées [RIC92]. Des mesures sont, ici, effectuées en surface des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés avec différentes tailles de corindon. L'objectif est de déterminer les conditions d'impact des particules d'aluminium projetées par cold spray, en l'occurrence de l'écrouissage superficiel du substrat. Une étude plus approfondie des contraintes résiduelles en profondeur du substrat sablé apporterait une meilleure représentation de l'effet du sablage sur les propriétés mécaniques du matériau, mais n'est pas développée ici. Les mesures sont réalisées dans le sens longitudinal et dans le sens transverse afin de conforter les résultats obtenus. Le Tableau 2-10 donne la valeur de contrainte résiduelle mesurée par un Diffractomètre Bruker D8© en fonction de l'état de surface : brut, poli, sablé et grenaillé. Cet état grenaillé, est analysé et sert d'étalon (valeur de référence) pour les autres mesures. Sa valeur mesurée est très proche de celle obtenue par le Cetim[1].

Tableau 2-10 : Contraintes résiduelles dans les échantillons d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'état de surface.

Etat de surface	***Sens long. L en 10-2***	***Sens travers L en 10-2***	***FWHM(Co)***
Poudre libre	*-5 ± 2 MPa L0.282*	-	-
Brut	*-49 ± 26 MPa L0.399*	*-40 ± 29 MPa L0.393*	*0.648*
Poli miroir	*+2 ± 18 MPa L0.399*	*+9 ± 18 MPa L0.409*	*0.699*
Sablé fin	*-191 ± 20 MPa L0.587*	*-179 ± 24 MPa L0.583*	*1.066*
	-196 ± 30 MPa L0.596	-	-
Sablé moyennement	*-209 ± 11 MPa L0.604*	*-205 ± 20 MPa L0.611*	*1.085*
Sablé grossier	*-194 ± 18 MPa L0.636*	*-172 ± 23 MPa L0.616*	*1.128*
Grenaillé	*-319 ± 17 MPa L0.692*	*Réf. Cetim -315 ± 10*	-

Sur les échantillons sablés, les contraintes de compression mesurées avoisinent 200 MPa (Figure 2-20). L'effet de la taille du corindon ne semble pas avoir d'influence sur les contraintes induites puisque, malgré une augmentation de la granulométrie du corindon, les valeurs de contraintes mesurées sont

[1] Centre Technique des Industries Mécanique, basé à Senlis (France).

similaires. Le substrat reçu à l'état brut, présente également des contraintes de compression dues à sa mise en forme par laminage. Seul l'état de surface après polissage, c'est-à-dire poli miroir, ne présente que peu de contraintes résiduelles. Cette préparation de surface a libéré les contraintes contenues dans le matériau.

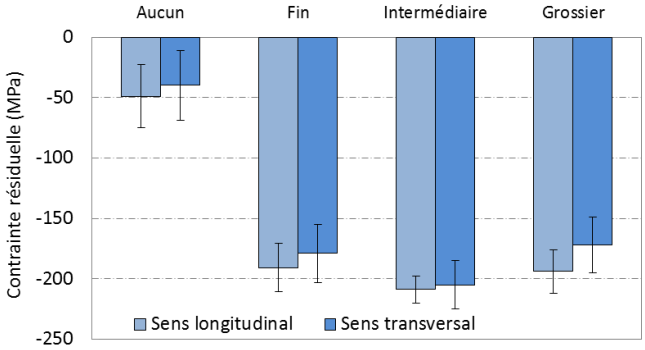


Figure 2-20 : Contraintes résiduelles dans les substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'intensité du sablage.

3.1.5. Analyse chimique des surfaces sablées

3.1.5.1. Analyse globale par DRX

Une analyse par DRX des substrats d'aluminium après modification mécanique de la surface (polissage et sablage), est entreprise pour caractériser les phases en présence. En effet, les résidus d'alumine de sablage tout comme des incrustations de carbure de silicium, dues au polissage, peuvent s'être logés dans le substrat d'aluminium 2024-T3. La caractérisation porte sur une zone réduite de la surface (quelques dizaines de µm²), mais représentative au vu de la taille des rugosités de surface occasionnées. L'interaction des rayons X se produit sur une centaine de microns de profondeur. La Figure 2-21 présente les diffractogrammes obtenus pour les différentes préparations de surface.

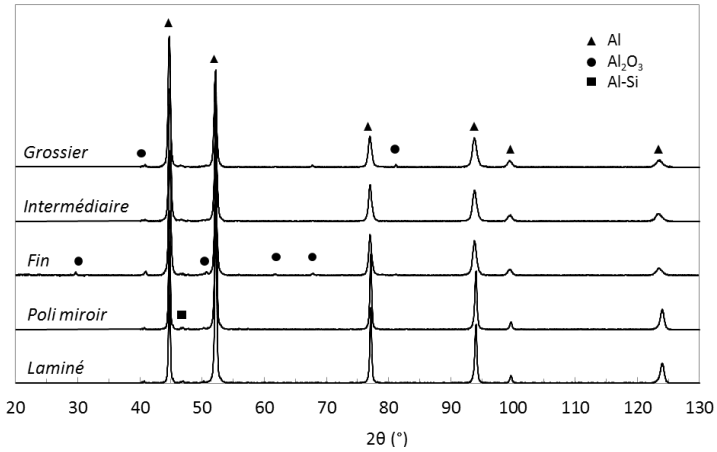


Figure 2-21 : Diffractogrammes X des substrats d'aluminium 2024-T3 laminés et modifiés par sablage et par polissage.

La largeur mesurée à mi-hauteur des pics de diffraction de l'aluminium est augmentée pour des substrats sablés. Selon la relation de Laue-Scherrer, la taille des cristallites[2] est plus élevée lorsque l'on effectue un sablage de surface du substrat. La structure cristallographique du matériau change en fonction de la préparation du substrat. Le polissage mécanique ne modifie pas cette structure. On retrouve aussi la présence de particules d'alumine dans le substrat sablé finement. Il s'agit d'inclusions en surface, favorisées par la faible taille du corindon projeté et la ductilité relativement élevée du substrat.

[2] Domaine de matière ayant la même structure qu'un monocristal.

3.1.5.2. Analyse locale en WDS

Une caractérisation chimique de la surface est réalisée sur les substrats sablés afin d'évaluer la présence potentielle d'une couche d'oxyde superficielle après sablage. Cette analyse est faite à l'aide d'une microsonde de Castaing WDS (Wave Dispersion Spectroscopy), de type CAMECA SX100©. La tension d'accélération est de 10 kV, le faisceau pénètre de 10 µm sous la surface de l'échantillon et son intensité est de 10 nA. Il s'agit d'effectuer différents points de mesure sur l'échantillon et de moyenner les valeurs obtenues. Les paramètres utilisés pour les analyses chimiques des substrats sont résumés dans le Tableau 2-11.

Tableau 2-11 Paramètres d'analyse chimique WDS de la microsonde de Castaing.

	Point	**Profil en ligne**	**Cartographie**
Tension de mesure (kV)	*10*	*15*	*15*
Intensité de mesure (nA)	*10*	*4*	*4*
Nombre de points par ligne	*-*	*301*	*301*
Temps de comptage (s)	*15*	*10*	*10*
Pas de mesure (µm)	*-*	*1*	*0,1*
Profondeur d'analyse (µm)	*10*	*30*	*30*

Une première analyse de l'échantillon d'aluminium 2024-T3 révèle la présence de plusieurs composés chimiques autres que l'aluminium et l'oxygène. Le sodium, le magnésium et le cuivre qui composent le substrat, sont pris en compte dans la mesure. Une étude de l'oxydation de surface est réalisée sur des échantillons fraichement sablés et sur des échantillons avec un sablage datant de plusieurs semaines (environ 1000 heures). L'objectif n'est pas de quantifier avec précision la teneur en oxygène des échantillons mais de comparer différents états de surface dans le temps. La Figure 2-22 donne les pourcentages massiques en oxygène en fonction de l'intensité du sablage des substrats d'aluminium 2024-T3.

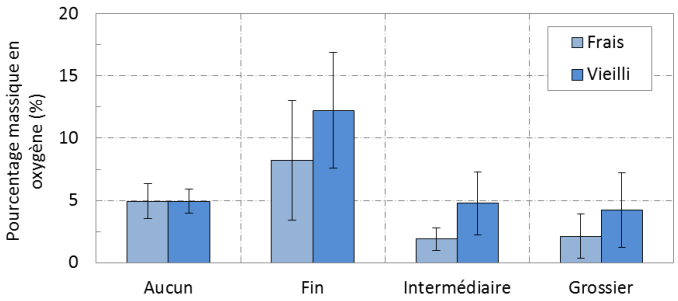


Figure 2-22 : Influence de la préparation de surface et du vieillissement de l'échantillon d'aluminium 2024-T3 sur le taux d'oxygène en surface du substrat, suite à une préparation de surface fraîchement réalisée (frais) et après 1000 heures environ (vieilli).

Une couche d'oxyde superficielle est mesurée pour chacune des surfaces analysées. L'état sans préparation de surface révèle un taux massique d'oxygène de 5%. La formation de cette couche protectrice d'alumine se retrouve dans les mêmes proportions sur les échantillons sablés grossièrement après un certain temps (un millier d'heures). De plus, l'oxydation de surface est favorisée par l'augmentation de la surface spécifique pour les sablages grossiers. Seul le sablage fin donne un taux d'oxygène plus élevé. Malgré l'élimination de la couche d'oxyde par abrasion mécanique de la surface, une fraction d'oxyde est présente en surface du substrat. Ce pourcentage élevé peut s'expliquer par la présence de particules de corindon, logées dans l'épaisseur du substrat. En effet, le sablage par projection de fines particules abrasives (60 µm) sur un matériau relativement mou, favorise l'inclusion de ces particules dans le substrat. Ce phénomène pourra, d'ailleurs, être mis en évidence par l'observation en coupe des échantillons sablés (Chapitre 3).

L'effet du sablage est mis en avant à travers les taux d'oxygène réduits mesurés sur les substrats fraîchement sablés (quelques heures après). L'épaisseur de la couche d'oxyde en surface des substrats sablés moyennement et grossièrement est fortement atténuée. Cette épaisseur de la couche d'oxyde demeure difficile à quantifier car la morphologie chaotique de la surface rend complexe la mesure. Même si l'épaisseur est, a priori, extrêmement faible, seule une analyse fine en coupe pourrait révéler les dimensions de cette couche d'oxyde principalement sous la forme d'alumine Al_2O_3. Une cartographie pourrait alors être envisagée pour donner la répartition spatiale d'oxyde sur l'échantillon. Si l'abrasion par le corindon élimine les oxydes présents en surface du substrat, la formation d'une couche protectrice évolue rapidement avec le temps. Les industriels préconisent d'ailleurs que le revêtement du substrat s'effectue peu de temps après la préparation de surface des échantillons : souvent quelques heures. Ceci afin de limiter le dépôt de polluants sur la surface activée.

3.2. Projection de carboglace

La préparation de surface par projection de carboglace (CO_2 sous forme solide) est actuellement et exclusivement utilisée pour la projection plasma [DON13-1]. Cette technique de pré-traitement du substrat est réalisée pour améliorer la densité et l'adhérence des revêtements [DON11] [DON13-2]. L'adhésion du revêtement est augmentée par la formation de cratères en surface du substrat, favorisant ainsi l'ancrage mécanique des particules projetées par plasma [DON12-1] [DON12-2].

3.2.1. Contexte de l'étude

L'expérimentation consistant à utiliser la projection de particules solides de CO_2 combinée au procédé cold spray, est réalisée dans le cadre du Club Cold Spray (www.mat.ensmp.fr/clubcoldspray) impliquant un partenariat entre différents laboratoires de recherche : le Centre des Matériaux de MINES ParisTech, l'IRTES-LERMPS et l'Université de Technologie de Tampere (Finlande). L'objectif est d'utiliser un procédé de nettoyage de surface, développé par HMR Expert©, et d'en étudier l'influence sur la morphologie des substrats d'aluminium 2024-T3 et la microstructure des revêtements d'aluminium pur.

3.2.2. Description du procédé

L'équipement consiste à propulser des particules de CO_2 solides à la surface d'un substrat afin d'en éliminer les oxydes présents (Figure 2-23). Les particules de CO_2 sont fournies par Subligel[3] et se présentent sous forme de pastilles allongées, d'environ 10 mm, conservées dans une chambre froide et propulsées au moyen d'une buse. Les propriétés de la carboglace sont décrites dans le Tableau 2-12. Un distributeur régule le débit des particules qui sont acheminées via un tuyau sous air comprimé avant de parvenir à une buse de forme rectangulaire. La pression de projection recommandée est de 1 MPa avec un débit de l'ordre de 300 $m^3.h^{-1}$. Cette buse est placée dans l'enceinte cold spray de sorte que l'axe des deux buses se croise à la surface du substrat (Figure 2-24). Plusieurs paramètres de projection sont caractéristiques du procédé :

- La distance de projection entre la sortie de la buse rectangulaire et le substrat ;
- La distance à la surface du substrat entre les axes des buses, nommée distance inter-axes ;
- L'angle entre les deux buses de projection.

[3] Spécialiste de la mise en forme de la glace carbonique basé à Voujeaucourt (France).

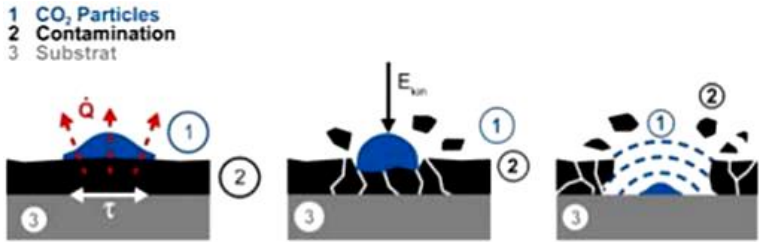


Figure 2-23 : Mécanismes d'activation de la surface du substrat par projection de carboglace [DON12-2].

Tableau 2-12 : Propriétés physiques et thermiques de la carboglace utilisée dans l'étude.

Température (°C)	*-78,5*	*Chaleur spécifique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)*	*519,16*
Masse volumique ($kg.m^{-3}$)	*1560*	*Conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)*	*0,0107*

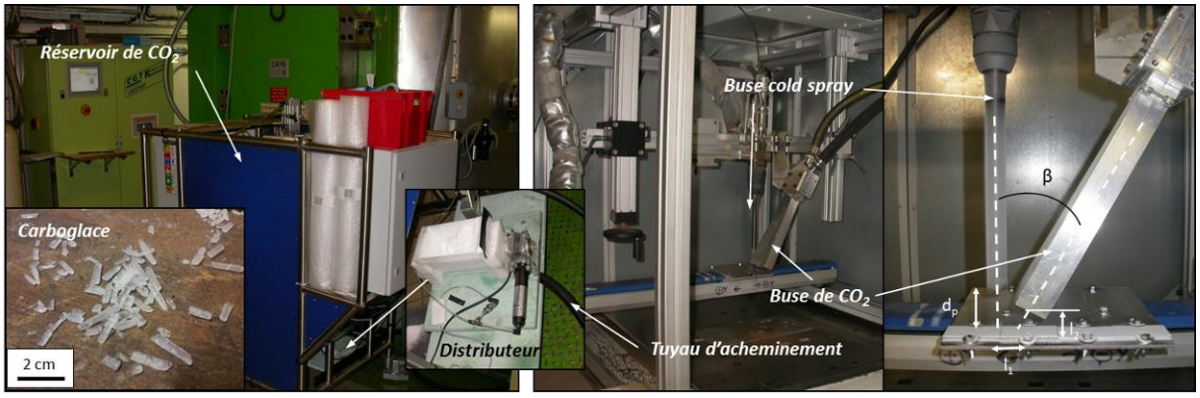


Figure 2-24 : Installation de l'équipement de projection de carboglace, combinée au procédé cold spray.

3.2.3. Stratégie et méthodes de préparation de surface

Différentes expériences sont envisagées afin d'évaluer le rôle des particules de CO_2 solides vis-à-vis du nettoyage de surface, de la rugosité de surface ainsi que de l'atmosphère et de la température de projection (Chapitre 3, §1.2). Trois configurations sont étudiées (Figure 2-25).

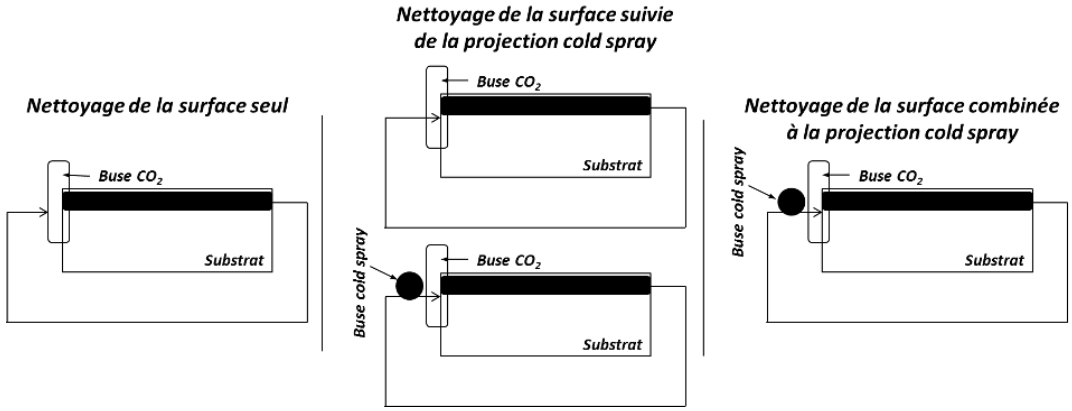


Figure 2-25 : Stratégies cinématiques envisagées pour la projection de carboglace combinée au procédé cold spray.

3.3. Modification maîtrisée de la surface par usinage

Certains procédés permettent la création de rugosités à la surface du substrat, dont les dimensions sont maîtrisées. C'est le cas notamment de la structuration par laser, technique en plein essor depuis quelques années, où les motifs géométriques conférés au substrat ont des dimensions et des formes fixées par les paramètres du procédé [COS14] [GIR14] [IBA15]. Des technologies moins onéreuses existent cependant, comme l'usinage. La géométrie des motifs y est limitée mais s'avère être satisfaisante pour notre étude.

3.3.1. Réalisation de motifs réguliers de surface par usinage

La méthode de modification de surface d'un substrat par usinage utilise les outils classiques de mise aux dimensions de pièces. Utilisant une fraise pour la réalisation des motifs, les caractéristiques de cette dernière résident, notamment, dans l'angle formé par la dent, aussi nommé angle de coupe. La réalisation d'un motif régulier à la surface du substrat s'effectue par un passage incliné de la fraise par rapport à la surface du substrat (Figure 2-26). En effectuant un décalage de l'outil de manière répétée (pas), des saignées sont créées à la surface. Ces dernières sont définies par leur profondeur, leur largeur et un angle d'ouverture qui correspond à l'angle de coupe de la fraise.

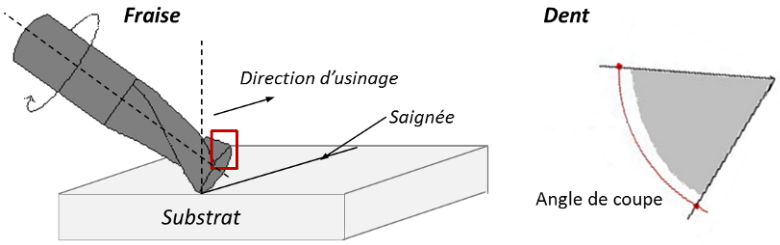


Figure 2-26 : Procédé d'usinage de saignées par fraisage et caractéristique de l'outil de coupe.

3.3.2. Définition des motifs de surface

Plusieurs morphologies de saignées sont réalisées. La profondeur des saignées est limitée à 100 µm et la distance inter-saignée, autrement dit le pas, est fixée à 500 µm (Figure 2-27). Le fraisage du substrat s'effectue seulement sur une partie de sa surface. L'objectif est de créer des motifs réguliers sur lesquels les particules projetées par cold spray viennent se déposer. Le remplissage des saignées est étudié (Chapitre 3, §1.3). Des fraises avec des angles de coupe différents sont utilisées pour la réalisation des saignées avec un angle d'ouverture variant : 30, 45, 60 et 90°.

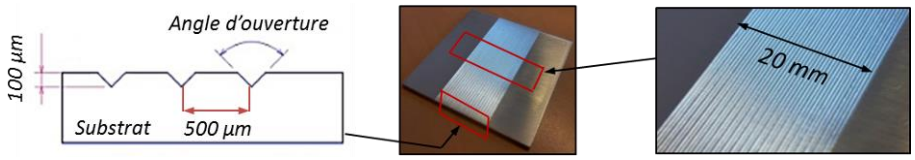


Figure 2-27 : Caractéristiques morphologiques des saignées réalisées par fraisage sur une plaque d'aluminium 2024-T3 brut de laminage de dimensions 50 x 50 x 2 mm^3.

4. Caractérisation du revêtement et du substrat

Dans cette partie, les outils et les moyens d'observation et de caractérisation de la surface des substrats avant projection, des interfaces revêtement-substrat et des revêtements sont présentés.

4.1. Préparation des échantillons

4.1.1. Observation des échantillons en coupe

Les échantillons sont observés en coupe, c'est-à-dire après les avoir enrobés, tronçonnés et enfin polis. L'enrobage est réalisé à l'aide d'une résine polymère et d'un durcisseur (EpoFix, Struers©), sous forme de pions cylindriques de 25 mm de diamètre. Après 8 à 12 heures de polymérisation à l'ambiante, le tronçonnage est réalisé grâce à une meuleuse, de marque Struers© (Discotom-5). L'échantillon demeure fixe et la vitesse d'avance du porte échantillon est réglée. Cette vitesse est choisie suffisamment faible pour ne pas endommager l'échantillon et est fixée à 0,4 $mm.s^{-1}$. Cette technique de découpe est utilisée dans le cas des revêtements. Pour observer des splats, une découpe plus légère (Well©, réf. 3242), au fil d'acier très fin, de diamètre 300 µm sur lequel des grains de diamant de 60 µm de diamètre sont présents, est employée. En effet, les contraintes provoquées par la découpe ne doivent pas endommager les splats métalliques déposés. Vient ensuite le polissage, l'étape la plus critique car elle doit se faire de façon progressive. Afin d'obtenir un échantillon sans rayures, des papiers abrasifs en carbure de silicium (SiC) du grade 600 au grade 4000, et des draps durs enduits de pâte diamantée de granulométrie 7, 3 puis 1 µm, sont nécessaires. Suivant le matériau poli, un phénomène de beurrage de la surface peut avoir lieu. Pour pallier ces effets, une solution de silice colloïdale (SiO_2) est préconisée.

Pour observer la structure des grains des particules de poudre déformées, une attaque chimique est conseillée. Les joints de grains et les différentes phases dans les échantillons à base d'aluminium sont sensibles à une attaque de type « Keller ». Il s'agit d'une solution acide composé de 2,5 ml d'acide nitrique (HNO_3), 1,5 ml d'acide chlorhydrique (HCO_3), 1 ml d'acide fluorhydrique (HF) et 95 ml d'eau. L'échantillon y est plongé une quinzaine de secondes puis rincé à l'eau distillée.

4.1.2. Observation des poudres enrobées

Les observations de poudres métalliques et composites nécessitent un polissage particulier devant tenir compte de la grande ductilité du matériau. Bien moins écrouies qu'à l'état déformé, les particules d'aluminium de poudre libre avant projection sont particulièrement sensibles au contact avec des particules plus dures. En effet, l'utilisation de draps de polissage de grade 4000 facilite l'inclusion de particules de SiC très fines. Cette étape est donc éliminée. Le drap enduit de pâte diamantée 1 µm est utilisé avant d'éliminer définitivement toutes les rayures par la solution de silice colloïdale. Dans le cas d'une mesure de dureté des poudres par nanoindentation, cette préparation est déterminante car les impuretés induites par le polissage peuvent fausser les résultats de mesures.

4.2. Analyse et observation microstructurale

Afin d'analyser la microstructure d'un revêtement et de mieux comprendre les mécanismes ayant lieu au moment de l'impact d'une particule à haute vitesse, différentes techniques d'observation existent. Ici,

plusieurs types d'outils sont utilisés apportant chacun des renseignements sur le revêtement et sur les particules observés.

4.2.1. Moyens d'observation

4.2.1.1. Microscopie optique

La microscopie optique permet d'observer grâce à un objectif grossissant, la surface d'un revêtement ou une coupe transversale de ce dernier. Les échantillons sont observés optiquement à l'aide du microscope ZEISS© Axiovert 450M.

4.2.1.2. Microscopie électronique à balayage

Utilisant une source d'électrons focalisés pour analyser les échantillons, les Microscopes Electroniques à Balayage (MEB) FEG HR ZEISS© Gemini DSM982 et W LEO© 1450VP, présents au Centre des Matériaux, sont utilisés. Dans les deux cas, il s'agit de MEB de haute résolution (1nm), équipé d'un canon à émission de champ de 30 kV. Sauf mention contraire, toutes les images MEB sont réalisées avec la détection des électrons secondaires, résultant de l'interaction de la matière avec le faisceau incident. Ainsi, la topographie de surface de l'échantillon est mise en évidence. Pour des questions de lisibilité et de compréhension, certaines images sont réalisées en contraste chimique, avec la détection des électrons rétrodiffusés. Ce mode d'observation, qui résulte de l'interaction entre le faisceau incident et le noyau des atomes de la cible, permet d'obtenir des nuances liées à la composition chimique de l'échantillon.

4.2.2. Analyse de la microstructure du revêtement

4.2.2.1. Mesure d'épaisseur

Déterminer l'épaisseur du revêtement déposé par cold spray passe par une procédure bien définie. En effet, les revêtements élaborés par cold spray se caractérisent par une certaine rugosité de surface et la mesure de l'épaisseur peut s'avérer difficile. De même, l'interface revêtement-substrat est rugueuse puisque modifiée par les impacts cold spray et également par l'éventuelle préparation mécanique de surface du substrat.

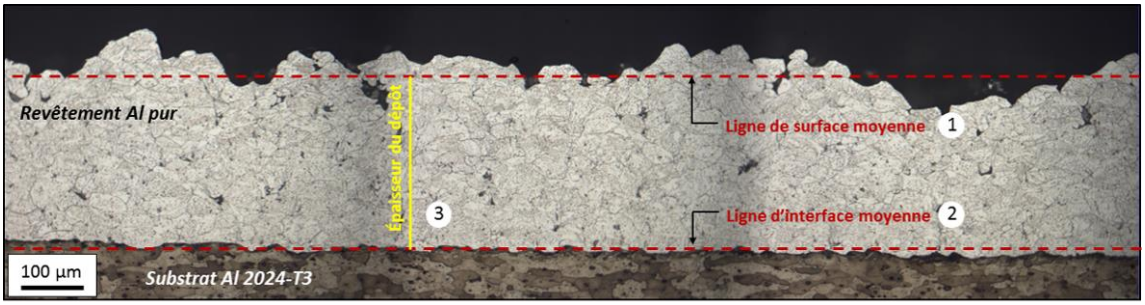


Figure 2-28 : Détermination de l'épaisseur d'un revêtement élaboré par cold spray suivant différentes étapes : (1) ligne de surface déterminée à partir du calcul du Ra, (2) ligne d'interface déterminée à partir du calcul du Ra par extraction de l'interface et (3) épaisseur du revêtement.

Les instrumentations classiques, comme le pied à coulisse ou le micromètre, donnent une estimation de l'épaisseur mais cette dernière reste imprécise car elle omet la rugosité de surface et de l'interface. Pour

pallier les effets de la rugosité de surface des revêtements et des interfaces, le calcul de la ligne moyenne de ces surfaces / interfaces est un élément de repère pour la détermination de l'épaisseur du revêtement. Comme de nombreuses caractérisations, la répétition des mesures est nécessaire pour l'obtention d'une valeur moyennée représentative. La Figure 2-28 représente les différentes étapes entreprises pour l'identification de l'épaisseur d'un revêtement obtenu par cold spray.

4.2.2.2. Rendement de projection

Si les particules sont projetées à des vitesses élevées dans des conditions optimales, elles ne peuvent pas adhérer en totalité. Une certaine quantité rebondit à la surface du substrat et est perdue dans l'enceinte de projection. Classiquement, les rendements de projection optimaux obtenus sont de l'ordre de 80 à 90%. Le rendement de projection d'un revêtement se calcule par le rapport de la masse des particules propulsées dans le flux gazeux et la masse de particules déposées à la surface du substrat. Plusieurs paramètres sont identifiés :

- La *masse du substrat avant projection* ;
- La *masse du substrat après projection* ;
- Le *débit de poudre théorique* : des fluctuations dans le flux de poudre se produisent et perturbent légèrement le débit massique ;
- Le *temps de projection efficace*, c'est-à-dire la durée passée à recouvrir le substrat. Il se calcule en connaissant la surface réellement recouverte, autrement dit celle du substrat.

Les résultats de rendement sont présentés sous deux formes : le rendement vrai et le rendement relatif. Le rendement vrai se calcule par l'expression Eq. 2.1. Le rendement relatif permet, notamment, d'évaluer l'influence d'un paramètre de projection en considérant le meilleur rendement comme le plus élevé, c'est-à-dire 1.

$$\frac{masse \cdot du \cdot revêtement \cdot \exp érimentale}{débit \cdot massique * temps \cdot de \cdot projection} \qquad \textit{(Eq. 2.1)}$$

4.2.2.3. Taux de porosité

Caractériser un revêtement s'effectue également par une estimation de son taux de porosité qui, la plupart du temps, est gage d'adhérence et de forte cohésion interparticulaire. Plusieurs techniques pour mesurer la porosité des dépôts CVD ou PVD [KON96] et des revêtements plasma ou cold spray [DES04] [BEH13] existent. Certaines plus précises que d'autres donnent une valeur de porosité dans l'intégralité du revêtement. Les porosités peuvent être identifiées suivant deux catégories : les pores intraparticulaires et les pores interparticulaires. Si la porosimétrie par intrusion de mercure et la poussée d'Archimède (ou hydrostatique) ne voient que les porosités ouvertes, la pycnométrie à hélium mesure celles fermées. La détermination du taux de porosité par analyse d'image reste un moyen fiable et reproductible à condition que la résolution spatiale et le contraste de l'image soient suffisants. L'utilisation d'images MEB est alors préférée [DES04] (Figure 2-29).

En effectuant un traitement de l'image, la mise en évidence des porosités contenues dans le revêtement est possible par un seuillage en niveaux de gris. Le taux de porosité est déterminé par la fraction de la zone identifiée comme la porosité par rapport à l'ensemble du revêtement. Ce taux est de l'ordre de quelques pourcents pour des revêtements élaborés par cold spray dans des conditions de projection optimisées.

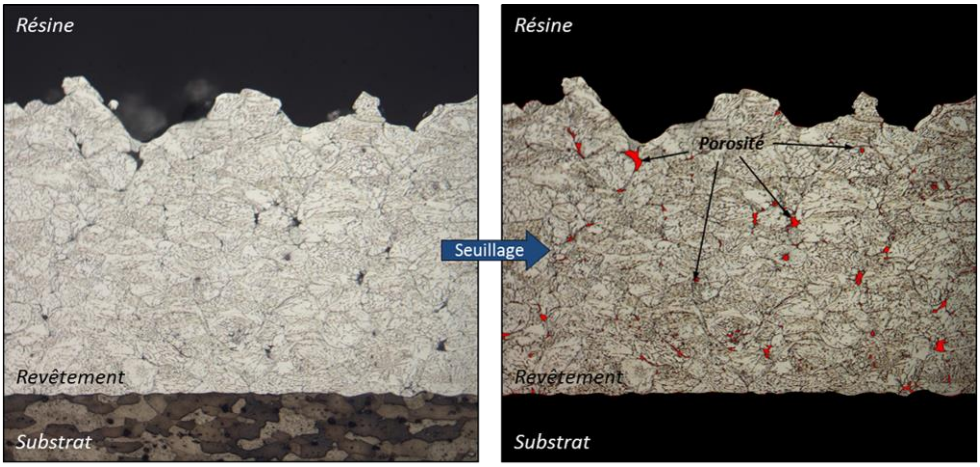


Figure 2-29 : Détermination du taux de porosité d'un revêtement d'aluminium pur, élaboré par cold spray, par une analyse d'image et un seuillage en niveaux de gris.

4.3. Analyse topographique de surface

La mesure des rugosités de surface et leur étude sont effectuées par une analyse de la surface. Le profilomètre Altisurf© 500 à disposition au laboratoire permet d'étudier la rugosité de surface d'un échantillon en réalisant des profils ou par un balayage superficiel. Il est également employé pour obtenir une représentation visuelle de la surface analysée à l'aide du logiciel AltiMap©. L'appareil utilisé fonctionne en microscopie confocale, c'est-à-dire en se servant d'une source laser focalisée à la surface de l'échantillon. Le signal renvoyé par la surface analysée est interprété avec un système de codage chromatique. Une analyse spectrale de la lumière permet de connaître la position de l'objet dans l'étendue de mesure du capteur. Elle est aussi utilisée pour mesurer la rugosité d'un échantillon sans contact, pour réaliser l'acquisition de profils et de topographies. Si le matériau est transparent, l'épaisseur avec une précision de quelques microns est mesurée grâce à cette analyse. La Figure 2-30 met en évidence le principe même d'une analyse de surface en microscopie confocale spectrale. La résolution du profilomètre est relativement fine pouvant aller jusqu'à 1 µm. De plus, la taille des éprouvettes varie jusqu'à 100 x 100 x 100 mm^3.

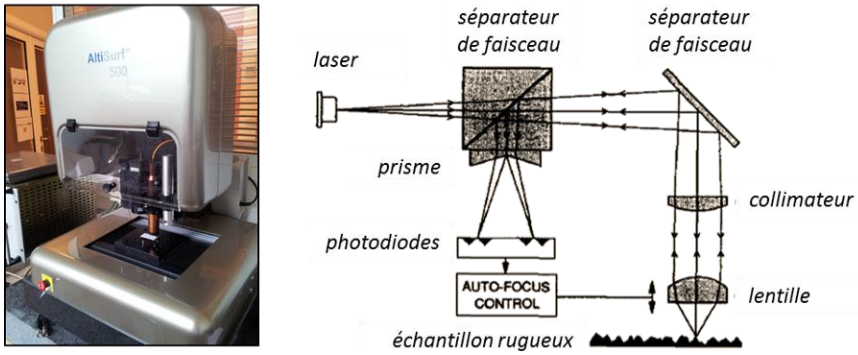


Figure 2-30 : Equipement de profilométrie du Centre des Matériaux (à gauche) et principe de la profilométrie laser en microscopie confocale avec codage chromatique [MAT93] (à droite).

Dans notre étude, il s'agit de caractériser l'état de surface du substrat avant que les particules projetées ne viennent le déformer mais également après la projection cold spray. Les valeurs de rugosité reflètent la morphologie de surface des échantillons analysés. La préparation de surface engendre des

modifications, parfois marquées, de la micro-géométrie. C'est pourquoi, le procédé de traitement de surface utilisé ainsi que la nature du matériau sont déterminants dans l'altération de la géométrie de surface des échantillons.

4.4. Détermination de la dureté des matériaux

Les mesures de micro-dureté sont réalisées à l'aide du microduromètre MicroMet 5124© Vickers de marque Buehler©. Le principe consiste à indenter la surface d'un matériau grâce à une pointe diamant de forme pyramidale. La diagonale de l'empreinte définit la valeur de dureté du matériau (Figure 2-31). La charge nécessaire à la pénétration de l'indenteur doit être choisie en fonction de la nature du substrat. En effet, l'aluminium et l'acier, aux modules d'Young très éloignés (respectivement 69 et 203 GPa), ont des comportements en déformation plastique différents pour une charge donnée.

La micro-indentation sur une particule de poudre métallique se réalise pour une charge très faible, de l'ordre de quelques grammes. Les particules enrobées dans la résine sont polies et leur diamètre doit être très grand devant la diagonale de l'empreinte de l'indenteur. La mesure de dureté est réalisée sur plusieurs particules.

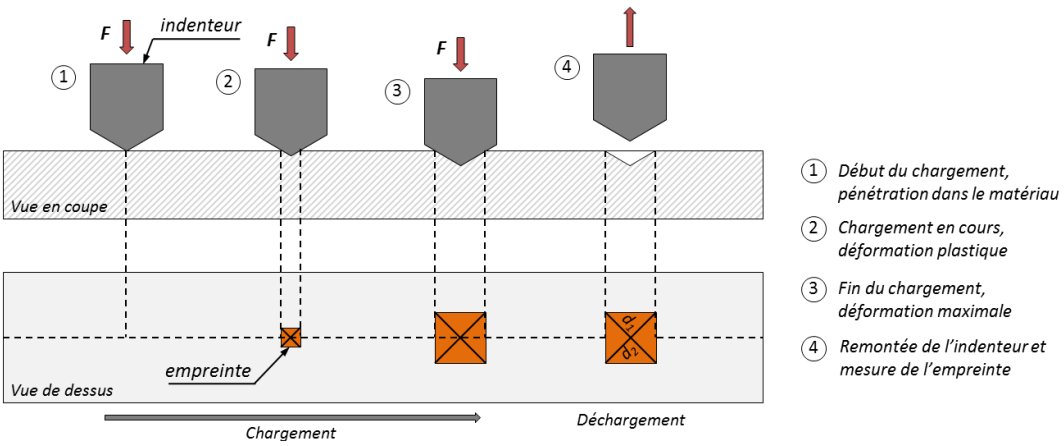


Figure 2-31 : Schéma de principe de la mesure de microdureté Vickers sur un matériau ductile.

La nano-indentation est fondée sur le même principe que la micro-dureté (Figure 2-32). Seules la charge, la taille et la géométrie de la pointe d'analyse changent. Cette technique, combinée à la technologie AFM[1] (Digital Instrument 3100©), permet d'obtenir le module d'élasticité réduit E_r et la nano-dureté H de la poudre. Les mesures sont réalisées en partenariat avec le laboratoire LAMBE[2] de l'Université d'Evry - Val d'Essonne grâce à l'appareil Triboscope® (Hysitron SA). Des analyses de nano-dureté sont effectuées à l'aide du logiciel OMNIMET HMS©. Une série de cinq mesures est entreprise par nano-indentation.

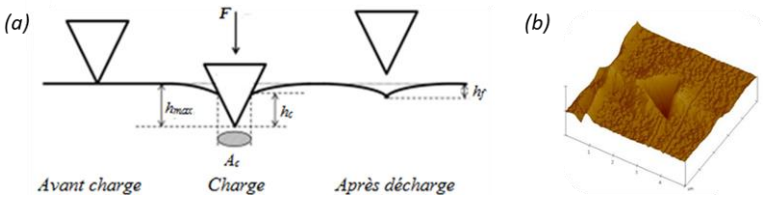


Figure 2-32 : (a) Schéma de principe de la nano-indentation (b) image AFM 3D d'une empreinte.

[1] Microscopie à force atomique (Atomic Force Microscope).
[2] Laboratoire Analyse et Modélisation pour la Biologie et l'Environnement, Evry (France).

4.5. Etude des contraintes résiduelles

Analyser la surface d'un matériau par l'emploi de rayons X permet d'en extraire des renseignements sur une couche de quelques microns. La technique repose sur le fait que, dans leur état usuel, les métaux et leurs alliages constituent des agrégats polycristallins. En effet, chaque cristal constitutif jouit de la propriété de diffracter les rayons X, c'est-à-dire de donner lieu, par interférence, à une réflexion partielle et sélective de ces rayons dès lors que leur longueur d'onde λ et leur incidence θ sur une famille de plans réticulaires du cristal, d'équidistance d, satisfont à la loi de Bragg (Eq. 2.2). La déformation Δd/d dans la direction orthogonale à la famille de plans réticulaires considérée est attendue. En différentiant la relation de Bragg, la déformation est déterminée (Eq. 2.3).

(Eq. 2.2) $$2 * d * \sin(\theta) = \lambda$$

$$\varepsilon = \frac{\Delta d}{d} = -\frac{\Delta \theta}{\tan(\theta)}$$ *(Eq. 2.3)*

Autrement dit, la base de mesure, correspond, ici, au paramètre d du réseau cristallin. Les déformations de la maille cristalline (déformation élastique) font varier les distances interréticulaires d et donc décaler la position des pics. En mesurant le décalage des pics, l'état de contrainte de l'échantillon est déduit. La Figure 2-33 montre les différents états de contrainte mesurables suivant la position des pics. A cette échelle atomique, l'exploitation des mesures s'effectue sous l'hypothèse que les déformations des réseaux cristallins élémentaires sont réparties dans un milieu continu, homogène et isotrope.

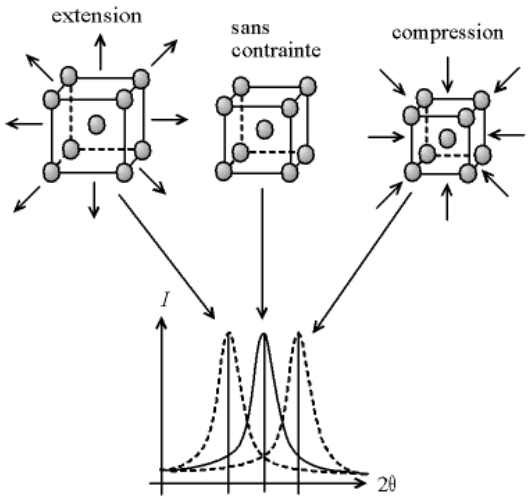


Figure 2-33 : Ecart sur la position du pic, dû à une contrainte interne ou externe [MAR98].

La relation de Bragg impose que la longueur d'onde des rayons X soit du même ordre de grandeur que le paramètre cristallin. Le pouvoir pénétrant des rayons X est faible. Seul le rayonnement diffracté en provenance d'une couche superficielle (quelques dizaines de micromètres) du matériau est observable. En diffraction des rayons X, l'application de la relation de Bragg, ne peut pas s'effectuer en calculant les coefficients à partir des valeurs macroscopiques de E et de v. Pour obtenir une mesure correcte de la contrainte, il est indispensable de procéder à un étalonnage de la méthode sur un échantillon soumis à une contrainte connue et de même nature que la pièce sur laquelle porte la mesure, afin de connaître les coefficients à faire intervenir dans la relation (cas de l'étalon utilisé dans le §3.1.4).

Conclusion sur les matériaux et la préparation des surfaces

La caractérisation des poudres et des substrats métalliques et composites de l'étude permet d'établir leurs différences morphologiques et microstructurales. La mise en place d'une technique d'identification de la répartition cinétique, granulométrique et numérique des particules en vol a été présentée dans le but de caractériser le flux de poudre projeté dynamiquement. Des mesures thermiques du substrat pendant la construction du revêtement sont prévues afin d'évaluer l'influence des paramètres du procédé. Les montages servant à l'élaboration de revêtements obtenus par cold spray, dans des conditions de projection particulières, ont été décrits. La présentation des procédés de projection et de préparation de surface permettent d'appréhender les mécanismes physiques se produisant lors de l'impact. Les contraintes résiduelles induites par le sablage des substrats d'aluminium 2024-T3 ont été évaluées tout comme leur dureté superficielle. Les techniques d'analyses et d'observations microscopiques des revêtements élaborés par cold spray, des surfaces et des interfaces ont été définies. Enfin, les outils d'analyse morphologique et topographique ont été identifiés et permettent de caractériser l'état avant et après projection, avec ou sans préparation de surface du substrat.

Références bibliographiques

[BEH13] BEHERA A., MISHRA S.C., BEHERA A., DHAL J.P., *Porosity analysis of plasma sprayed coating by application of soft computing*, Journal of Materials, 2013, Article ID 150671, 6 p.

[COS14] COSTIL S., LAMRAOUI A., LANGLADE C., HEINTZ O., OLTRA R., *Surface modifications induced by pulsed-laser texturing – influence of laser impact on the surface properties*, Applied Surface Science, 288, 2014, p. 542-549

[DES04] DESHPANDE S., KULKARNI A., SAMPATH S., HERMAN H., *Application of image analysis for characterization of porosity in thermal spray coatings and correlation with small angle neutron scattering*, Surface & Coatings Technology, 187, 2004, p. 6-16

[DON11] DONG S.J., SONG B., HANSZ B., LIAO H., CODDET C., *Improvement in the properties of plasma-sprayed metallic, alloy and ceramic coatings using dry-ice blasting*, Applied Surface Science, 257, 2001, p. 10828-10833

[DON12-1] DONG S.J., SONG B., HANSZ B., LIAO H., CODDET C., *Improvement of adhesion of plasma-sprayed Al_2O_3 coatings by using dry-ice blasting*, Materials Letters, 66, 2012, p. 289-291

[DON12-2] DONG S.J., SONG B., HANSZ B., LIAO H.L., CODDET C., *Modelling of dry-ice blasting and its application in thermal spray*, Materials Research Innovations, 16(1), 2012, p. 61-66

[DON13-1] DONG S.J., SONG B., HANSZ B., LIAO H., CODDET C., *Combination effect of dry-ice blasting and substrate preheating on plasma-sprayed CoNiCrAlY splats*, Journal of Thermal Spray Technology, 22(1), 2013, p. 61-68

[DON13-2] DONG S.J., SONG B., HANSZ B., LIAO H., CODDET C., *Improvement in the microstructure and property of plasma sprayed metallic, alloy and ceramic coatings by pre-/during-treatment of dry-ice blasting*, Surface & Coatings Technology, 220, 2013, p. 199-203

[FRA02] FRACHON A., *Modélisation et simulation numérique de la compression en matrice de poudres métalliques*, Thèse de doctorat, Institut National polytechnique de Grenoble (INP), Septembre 2002

[GIR14] GIRAUD D., *Etude des composantes mécanique et métallurgique dans la liaison revêtement-substrat obtenue par projection dynamique par gaz froid pour les systèmes « aluminium/polyamide 6,6 » et « titane/TA6V »*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Juin 2014

[GRI15] GRIGORIEV S., OKUNKOVA A., SOVA A., BERTRAND P., SMUROV I., *Cold spraying: from process fundamentals towards advanced applications*, Surface & Coatings Technology, 268, 2015, p. 77-84

[HEL06] HELFRITCH D., CHAMPAGNE V.K., *Optimal particle size for the cold spray process*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2006, 15-18 May, Seattle, Washington, 2006, p. 103-107

[HEL08] HELFRITCH D., CHAMPAGNE V.K., *A model study of powder particle size effects in cold spray deposition*, in: Proceedings of the Army Science Conference (26th), ADA504175, 1-4 December 2008, Orlando, Florida, 2008

[IBA15] IBATAN T., UDDIN M.S., CHOWDHURY M.A.K., *Recent development on surface texturing in enhancing tribological performance of bearing sliders*, Surface & Coatings Technology, 272, 2015, p. 102-120

[KAI07] KAIRET T., *A contribution the study of cold gas dynamic spraying of copper: influence of the powder characteristics on the mechanical properties of the coating*, PhD Thesis, Université Libre de Bruxelles, 2007

[KIN10] KING P.C., JAHEDI M., *Relationship between particle size and deformation in the cold spray process*, Applied Surface Science, 256, 2010, p. 1735-1738

[KLI06] KLINKOV S.V., KOSAREV V.F., *Measurements of cold spray deposition efficiency*, Journal of Thermal Spray Technology, 15(3), 2006, p. 364-371

[LEL10] CUQ-LELANDAIS J.P., *Étude du comportement dynamique de matériaux sous choc laser sub-picoseconde*, Thèse de doctorat, ENSMA-Poitiers, 2010

[LI03] LI C.-J., LI W.-Y., WANG Y.-Y., FUKANUMA H., *Effect of spray angle on deposition characteristics in cold spraying*, in: Thermal Spray 2003: Advancing the Science & Applying the Technology, ed. C. Moreau and B. Marple, ASM International, 2003, p. 91-96

[LI05] LI C.-J., LI W.-Y., WANG Y.-Y., YANG G.-J., FUKANUMA H., *A theoretical model for prediction of deposition efficiency in cold spraying*, Thin Solid Films, 489, 2005, p. 79-85

[LI07-2] LI G., WANG X.-F., LI W.-Y., *Effect of different incidence angles on bonding performance in cold spraying*, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 17, 2007, p. 116-121

[MAR98] MARTIN J.-L., GEORGE A., Caractérisation expérimentale des Matériaux – II, vol. 3 de Traité des matériaux, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1998

[MAT93] MATTSSON L., WAGBERG P., *Assessment of surface finish on bulk scattering materials: a comparison between optical laser stylus and mechanical stylus profilometers*, Precision Engineering, 15(3), 1993, p. 141-149

[RIC92] RICHARD C., *Study of mechanical characteristics of thermal spray coatings*, Thèse de doctorat, Université Technologique de Compiègne, 1992

[RIC06] RICHER P., JODOIN B., AJDELSZTAJN L., LAVERNIA E.J., *Substrate roughness and thickness effects on cold spray nanocrystalline Al-Mg coatings*, Journal of Thermal Spray Technology, 15(2), 2006, p. 246-254

[STO12] STOJANOVIC Z., MARKOVIC S., *Determination of particle size distributions by laser diffraction*, Technics-New Materials, 21, 2012, p. 11-20

[YIN13-1] YIN S., SUN Y., WANG X.-F., GUO Z., LIAO H., *Effect of spray angle on temperature distribution within the metallic substrate in cold spraying*, Journal of Thermal Spray Technology, 22(6), August 2013, p. 983-991

[ZIE14] ZIEMIAN C.W., SHARMA M.M., BOUFFARD B.D., NISSLEY T., EDEN T.J., *Effect of substrate surface roughening and cold spray coating on the fatigue life of AA2024 specimens*, Materials and Design, 54, 2014, p. 212-221

Chapitre 3 : Elaboration de revêtements d'aluminium pur sur substrat d'aluminium 2024-T3

SOMMAIRE

CHAPITRE 3 : ELABORATION DE REVETEMENTS D'ALUMINIUM PUR SUR SUBSTRAT D'ALUMINIUM 2024-T3 87

INTRODUCTION 91

1. REALISATION DE REVETEMENTS D'ALUMINIUM SUR SUBSTRAT RUGUEUX 91

1.1. MODIFICATION MORPHOLOGIQUE DE SURFACE PAR SABLAGE 92
1.1.1. Morphologie de surface des substrats sablés 92
1.1.2. Influence de la granulométrie du corindon et de la poudre 94
1.1.3. Influence de l'angle de projection 95

1.2. MODIFICATION TOPOGRAPHIQUE PAR PROJECTION DE CO_2 SOLIDE 96
1.2.1. Morphologie de surface du substrat 96
1.2.2. Microstructure des revêtements 96

1.3. STRUCTURATION SUPERFICIELLE DE SURFACE PAR USINAGE 97
1.3.1. Morphologies des saignées 97
1.3.2. Remplissage des saignées 97
1.3.3. Effet de l'angle d'ouverture des saignées sur la construction du revêtement 98

1.4. CONCLUSION SUR L'EFFET DE LA RUGOSITE DES SUBSTRATS 99

2. ELABORATION DE REVETEMENTS D'ALUMINIUM SUR SUBSTRAT PLAN 100

2.1. INFLUENCE DES PARAMETRES DE PROCEDE 100
2.1.1. Effets des paramètres de projection 100
2.1.2. Etude microstructurale et morphologique des revêtements 101
2.1.3. Dureté du système revêtement-substrat 103
2.1.4. Conclusion sur l'influence des paramètres de projection 104

2.2. INFLUENCE DE LA MORPHOLOGIE ET DE LA DURETE DE LA POUDRE 104

2.3. INFLUENCE DE L'ANGLE DE PROJECTION 105
2.3.1. Réalisation d'un cordon 105
2.3.2. Recouvrement du substrat 108

2.4. CONCLUSION SUR L'INFLUENCE DES CONDITIONS D'ELABORATION DU REVETEMENT 111

3. ETUDE MORPHOLOGIQUE DES SPLATS D'ALUMINIUM 112

3.1. REBOND DES PARTICULES 112

3.2. EFFET DE LA MORPHOLOGIE DU SUBSTRAT 113
3.2.1. Projection de particules grossières 113
3.2.2. Projection de particules fines 114

3.3. INFLUENCE DE L'ANGLE DE PROJECTION 115
3.3.1. Incidence normale à la surface 115
3.3.2. Angle de projection quelconque 116

4. PARAMETRES PHYSIQUES DE L'IMPACT 118

4.1. DETERMINATION DE LA VITESSE D'IMPACT 118
4.1.1. Répartition des particules dans le jet 119
4.1.2. Répartition de la vitesse des particules 119
4.1.3. Dispersion granulométrique des particules 120
4.1.4. Corrélation entre la vitesse, la taille et la morphologie des particules 121

4.2. DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DE LA PARTICULE A L'IMPACT 122
4.2.1. Influence des paramètres cold spray 122
4.2.2. Influence de la distance de projection 122

4.2.3. Influence du diamètre des particules 123
4.3. DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DU SUBSTRAT A L'IMPACT 123
4.3.1. Influence de l'épaisseur du revêtement 124
4.3.2. Influence de la température de gaz 124
4.3.3. Influence du nombre de passages de buse 125

CONCLUSION SUR L'ELABORATION DES REVETEMENTS D'ALUMINIUM 126

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 127

Introduction

Le procédé cold spray est connu pour permettre d'éliminer la couche d'oxyde présente en surface du substrat pendant les premières secondes de la projection [KLI06]. La surface est alors activée. Ainsi, la préparation de surface est souvent considérée comme non nécessaire car incluse dans le procédé lui-même [GRI15]. L'adhésion des particules constituant le revêtement s'effectue par accrochages mécaniques au sommet des rugosités de surface. Ces dernières peuvent être, notamment, créées par sablage ou par usinage : la surface est désormais rugueuse et est étudiée dans la première partie de ce chapitre. L'influence des rugosités du substrat sur la microstructure du revêtement et sur la déformation plastique des particules est étudiée.

Les revêtements minces ou épais d'aluminium pur sur substrat métallique d'aluminium 2024-T3 sont réalisés à partir de l'empilement de splats. Une multitude de paramètres sont à considérer pour caractériser le revêtement. Si les paramètres d'élaboration, comme la pression du gaz cold spray [LEE08], la température de gaz [ASS11] ou encore la distance [RAL11] et l'angle de projection influent sur l'obtention d'un revêtement dense, les conditions de projection comme la morphologie de la poudre [CIN13] et sa dureté, jouent également leur rôle. Tous ces facteurs sont déterminants dans la construction du revêtement et dans ses propriétés finales. Ils sont étudiés à travers la deuxième partie du chapitre.

L'étude, à l'échelle locale, des déformations engendrées par l'impact de particules élémentaires (splats), est menée dans la troisième partie. La morphologie du substrat et la granulométrie des particules sont corrélées dans le but d'établir une relation entre le diamètre des particules projetées et les dimensions des rugosités de surface. De plus, les conditions d'impact, comme l'angle de projection des particules, sont également étudiées afin de mettre en évidence les mécanismes locaux de déformation.

La projection dynamique par gaz froid est réalisée avec des paramètres, notamment la vitesse et la température de particules, qui régissent majoritairement leur déformation à l'impact ainsi que celle du substrat. La détermination de ces paramètres physiques est entreprise dans la quatrième partie de ce chapitre et apporte des renseignements sur les conditions d'impact de la particule. Sauf mention contraire, la poudre d'aluminium pur projetée dans l'intégralité de ce chapitre, possède une morphologie sphérique grossière de 30 µm de diamètre moyen (Chapitre 2, §1.1). De même, le substrat revêtu est en aluminium 2024-T3 et présenté dans le §1.1.2 du Chapitre 2.

1. Réalisation de revêtements d'aluminium sur substrat rugueux

La modification de la morphologie de surface change la rugosité des substrats d'aluminium 2024-T3. Cela se traduit par une déformation plastique de la surface sous l'effet de la pression des particules solides : corindon ou carboglace (CO_2 sous forme solide) suivant la technique choisie. De plus, la modification de la morphologie du substrat par usinage permet la création de motifs périodiques en surface. L'influence de rugosités géométriques, présentes en surface du substrat d'aluminium, est ainsi évaluée. Les paramètres et les conditions de projection de l'étude sont résumés dans le Tableau 3-1. Deux poudres d'aluminium pur, de granulométries différentes, sont étudiées. En raison de la difficulté de transport par le gaz, la poudre d'aluminium pur fine nécessite une proportion de gaz porteur supérieure de 15% contre 4,5% pour la plus grossière.

Tableau 3-1 : Paramètres et conditions de projection pour l'élaboration de revêtements d'aluminium pur à partir de particules de poudre dont la granulométrie diffère : grossière (30 µm) / fine (10 µm).

Pression du gaz cold spray (MPa)	*3,0*	*Vitesse de rotation plateau ($tr.min^{-1}$)*	*8*
Température du gaz cold spray (°C)	*300*	*Pas (mm)*	*1*
Nature du gaz cold spray / porteur	*N_2 / N_2*	*Vitesse d'éclairement horizontale ($mm.s^{-1}$)*	*200*
Débit du gaz cold spray ($m^3.h^{-1}$)	*75,5 / 89,2*	*Vitesse d'éclairement verticale ($mm.s^{-1}$)*	*50*
Débit du gaz porteur ($m^3.h^{-1}$)	*3,8 / 14,4*	*Angle de projection (°)*	*90*
Distance de projection (mm)	*30*	*Nombre de passages de la buse*	*2*
Débit massique de poudre ($g.min^{-1}$)	*26 / 11,8*	*Type de buse cold spray*	*33 PBI*

1.1. Modification morphologique de surface par sablage

1.1.1. Morphologie de surface des substrats sablés

La rugosité des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés dépendent de plusieurs paramètres comme la taille du corindon, la distance de projection, la pression ou encore le temps du sablage [MEL97]. L'étude a montré que le paramètre de rugosité Ra croissait linéairement avec la taille des particules de corindon utilisées. En effet, pour des granulométries de corindon de 500, 1000 et 1500 µm, le paramètre Ra mesuré est respectivement égal à 8, 15 et 22 µm. Cette évolution est également influencée par les paramètres mécaniques du substrat tel que le module d'Young. Le paramètre de rugosité Ra, diminue linéairement de 4,5 µm à 2,5 µm avec un module d'Young croissant de 40 GPa à 240 GPa [WIG87]. Cette variation de rugosité est directement liée à la déformation plastique du substrat qui induit de fortes contraintes de compression mesurées dans le Chapitre 2 (§3.1.4), Figure 2-20. Cette déformation est d'autant plus forte que le substrat est de faible épaisseur. Un traitement thermique du substrat sablé peut atténuer ces contraintes de compression présentes.

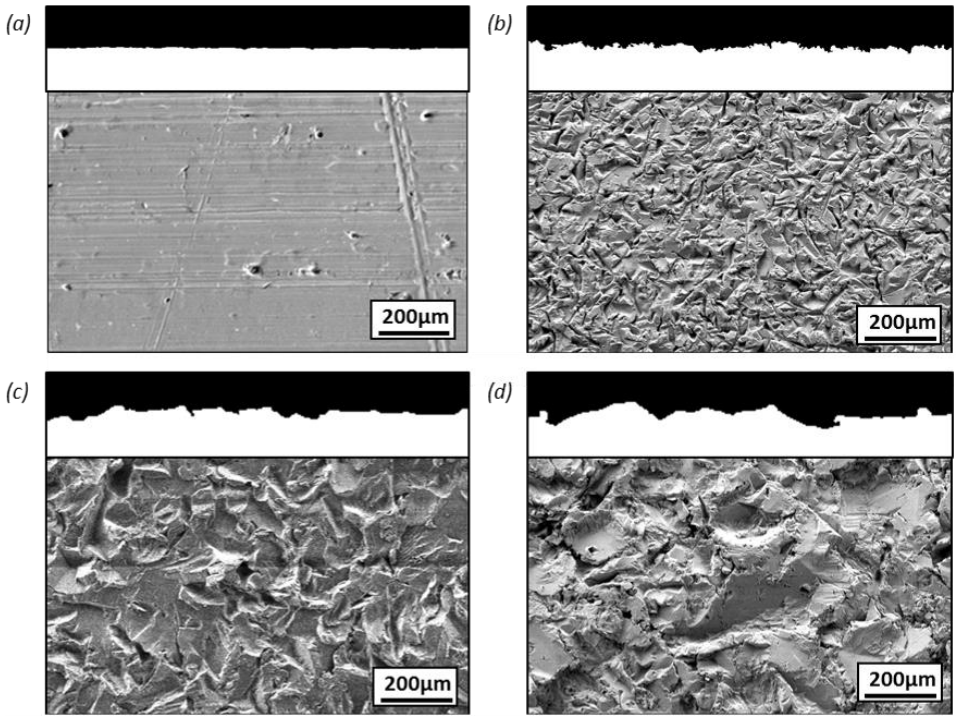


Figure 3-1 : Images MO et MEB en électrons secondaires des substrats d'aluminium 2024-T3 respectivement en vue de coupe (haut) et de dessus (bas) dans l'état (a) brut, (b) sablé finement, (c) sablé moyennement et (d) sablé grossièrement.

L'état brut qualifie le substrat sorti de laminage. La surface y est relativement plane et ne présente aucune rugosité significative. A l'inverse, plus la granulométrie du corindon augmente, plus la taille des rugosités de surface croît. La morphologie du substrat sablé devient chaotique et donne lieu à des cratères aux formes et aux tailles très différentes. Ces cratères, associés à des pics et des vallées, sont identifiables sur les observations MEB des surfaces sablées (Figure 3-1). Leurs dimensions sont proportionnelles à la taille des particules de corindon. Les paramètres de rugosité (Ra et Rz notamment) sont ainsi modifiés et donnent naissance à des profils très différents.

La préparation de surface du substrat par sablage induit de l'écrouissage, comme présenté dans le Chapitre 2. Des déformations plastiques du substrat, par rebonds de particules abrasives, sont observées sur l'intégralité de la surface sablée. Les observations en coupe des substrats sablés finement montrent qu'une partie du corindon, de 62 µm de diamètre moyen, se loge dans le substrat sans jamais rebondir. Les particules plus fines acquièrent une vitesse plus élevée que les plus grossières et sont susceptibles de s'enfoncer plus profondément dans la matière donc d'y rester ancrées. Ainsi, dans le cas d'un sablage fin du substrat d'aluminium 2024-T3, la présence de corindon en extrême surface peut être observée (Figure 3-2a). Les mesures élevées du taux d'oxygène sur le substrat sablé finement et réalisées dans le Chapitre 2 (§3.1.5.2, Figure 2-22), sont confortées par ces observations montrant l'inclusion de corindon (alumine). Ce phénomène a, notamment, été mis en avant par les travaux de Grigoriev [GRI15]. Cet encastrement des particules de corindon crée une nouvelle surface sur laquelle les particules d'aluminium projetées par cold spray se déposent. Ce phénomène n'est pas présent pour des granulométries de corindon plus élevées où les particules abrasives rebondissent en intégralité (Figure 3-2b et Figure 3-2c). Par la suite, ces inclusions de corindon dans le substrat ne sont pas considérées. La surface d'accueil des particules projetées par cold spray est celle obtenue après sablage quelle que soit la granulométrie du corindon utilisée. Les effets de ces inclusions de corindon ne sont pas étudiés.

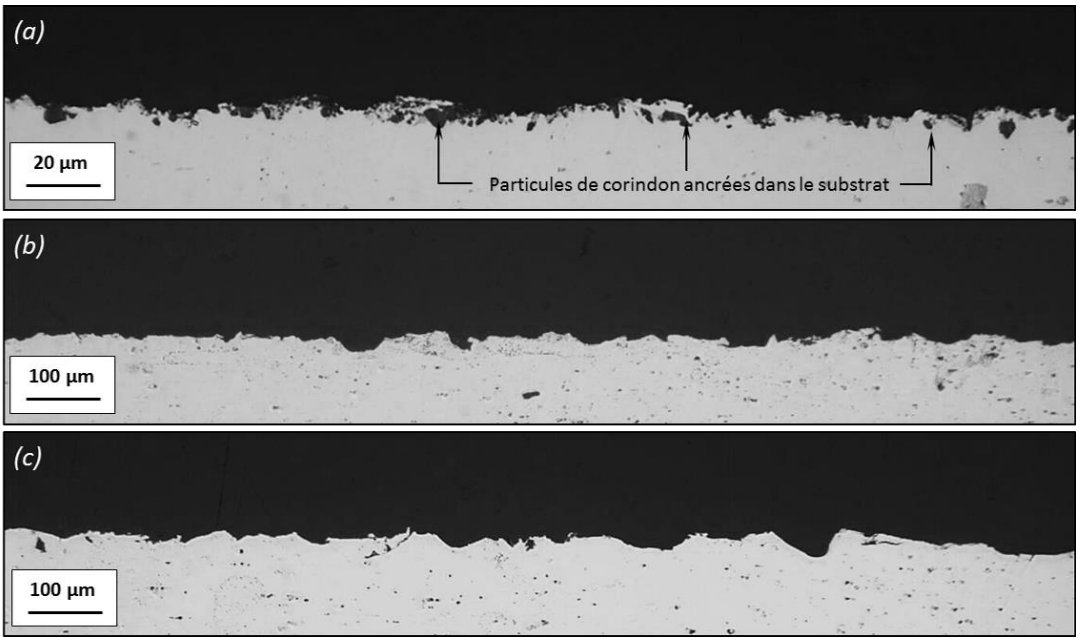


Figure 3-2 : Images optiques en coupe des profils des substrats d'aluminium 2024-T3 après un sablage (a) fin, (b) intermédiaire et (c) grossier.

1.1.2. Influence de la granulométrie du corindon et de la poudre

Différentes préparations de surface par sablage sont réalisées et confèrent une surface accidentée aux substrats d'aluminium 2024-T3. Dans le Chapitre 2, une hausse de la dureté superficielle des substrats a été mise en évidence après sablage (§3.1.3, Figure 2-19). Les substrats sablés sont plus durs en extrême surface. Les paramètres de projection utilisés pour cette étude sont décrits dans le Tableau 3-1 précédemment présenté. La construction du revêtement et la pénétration des particules dans le substrat sont notamment influencées par la morphologie du substrat [ROS06] [ZIE14]. De même, la pénétration des particules dans le substrat dépend de la granulométrie des particules de poudre [KIN10]. Des revêtements d'aluminium pur sont élaborés à partir de poudres de granulométries différentes : grossière (30 µm) et fine (10 µm).

Sur la Figure 3-3, la morphologie des substrats après sablage est préservée puisque l'interface revêtement-substrat demeure relativement rugueuse en comparaison de l'état brut, c'est-à-dire sans sablage. La longueur réelle de l'interface est augmentée, ce qui modifie la géométrie de l'interface revêtement-substrat. Cette observation est d'autant plus vraie que la granulométrie des particules est faible. En effet, les particules de petits diamètres se logent plus facilement dans les cratères de la surface sablée. Par conséquent, la déformation de ces cratères est réduite. Le profil de l'interface est très chaotique. Pour des particules plus grossières, les rugosités de surface sont petites comparées à la taille des particules et se déforment à l'impact. L'interface est moins rugueuse que pour une projection de particules plus fines.

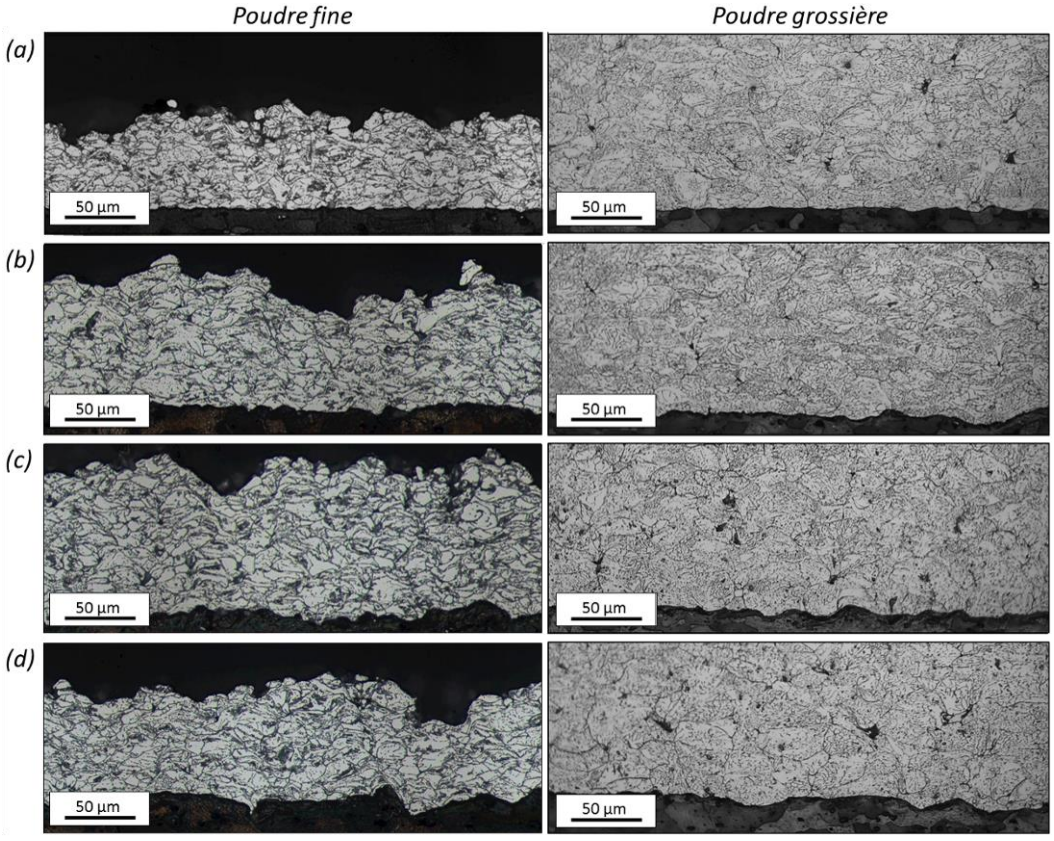


Figure 3-3 : Images optiques en coupe des revêtements d'aluminium pur élaborés à partir de particules, fines à gauche (10 µm) et grossières à droite (30 µm), sur substrats d'aluminium 2024-T3 : (a) à l'état brut, (b) sablé finement, (c) sablé moyennement et (d) sablé grossièrement, obtenues après une attaque chimique « Keller ».

Si un sablage fin n'a pas d'influence significative sur la topographie de l'interface, dans le cas d'une projection de particules grossières, l'utilisation d'un corindon de granulométrie plus élevée apporte une évolution sensible de l'interface. L'ancrage des particules dans le substrat y est favorisé. La densité du revêtement est équivalente, quel que soit l'état de surface initial du substrat, et les particules d'aluminium de la première couche déposée épouse parfaitement la topographie du substrat. Le taux de porosité reste très faible puisque de l'ordre de 1,5%. La rugosité de surface du revêtement semble être accentuée par la rugosité initiale du substrat. Ce phénomène est caractéristique des revêtements obtenus par projection thermique, notamment par cold spray [KON07].

1.1.3. Influence de l'angle de projection

Sur la Figure 3-4, les microscopies optiques en coupe des revêtements d'aluminium pur montrent les effets de la rugosité du substrat lorsque l'élaboration des revêtements est réalisée sous un certain angle de projection, c'est-à-dire lorsque les composantes normale et tangentielle de la vitesse varient (Annexe D, §1).

Le rendement évolue de manière significative entre une projection effectuée à 90° et une autre réalisée à 50° d'inclinaison par rapport à la surface du substrat. Quand le substrat est sablé, le taux de rebonds augmente pour de faibles angles de projection. Ce phénomène est considérablement accentué lorsque le substrat est brut (Figure 3-4c). En effet, le nombre de particules déposées y est très faible. Dans le cas de substrats sablés, les particules sont piégées dans les rugosités de surface, ce qui permet de limiter sensiblement leur rebond. Les effets de la rugosité du substrat sont ainsi mis en évidence et le seuil d'adhésion est décalé, amenant de meilleurs rendement à faibles angles (Annexe D, §2). Ce mécanisme est étudié plus précisément dans le Chapitre 4 (Partie 2, §2.2.2).

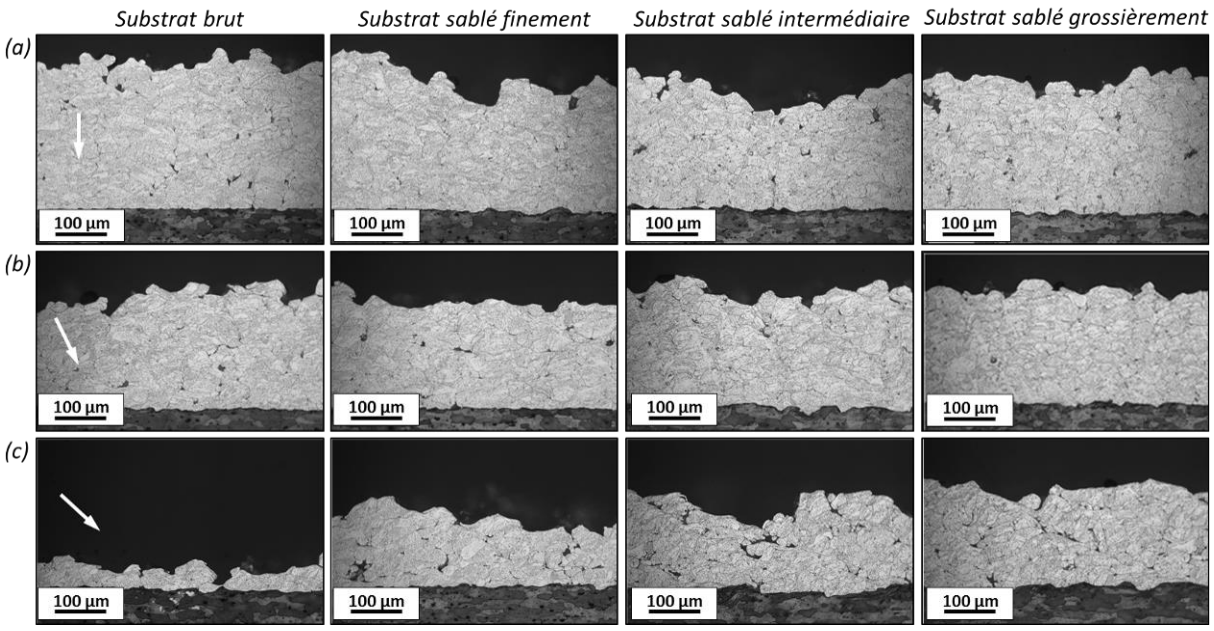


Figure 3-4 : Images optiques en coupe, obtenues après une attaque chimique « Keller », des revêtements d'aluminium pur élaborés à partir de poudre de 30 µm de diamètre moyen, sous différents angles de projection : (a) 90°, (b) 70° et (c) 50°, la direction de projection, sur substrats d'aluminium 2024-T3 brut et sablés, est représentée par les flèches blanches.

1.2. Modification topographique par projection de CO_2 solide

L'étude mettant en évidence l'effet de la modification et du nettoyage de surface par projection de carboglace est réalisée sur substrats d'aluminium 2024-T3. Les revêtements sont élaborés à partir de la poudre d'aluminium pur 1050 de morphologie irrégulière et selon les paramètres de projection résumés dans le Tableau 3-2.

Tableau 3-2 : Paramètres et conditions de projection pour la projection de carboglace sur substrats d'aluminium 2024-T3.

Pression du gaz d'acheminement du CO_2 (MPa)	*0,7*	*Angle de projection de la buse (°)*	*30*
Débit volumique du gaz (air) d'acheminement ($m^3.h^{-1}$)	*170*	*Distance de projection (mm)*	*25*
Débit massique ($kg.h^{-1}$) / volumique de CO_2 ($m^3.h^{-1}$)	*42 / 27*	*Distance inter-axes (mm)*	*20*

1.2.1. Morphologie de surface du substrat

La projection de carboglace induit des impacts violents avec le substrat et provoque des déformations plastiques de ce dernier. Ces déformations se traduisent par la formation de cratères plus ou moins grossiers (Figure 3-5). Pour les plus prononcés d'entre eux, les dimensions avoisinent 200 µm de diamètre et 5 µm de profondeur. La surface n'est pas modifiée de manière homogène. Quant aux paramètres de rugosité, ils évoluent significativement : le paramètre de rugosité Sa, défini comme le paramètre Ra (Chapitre 4, §2.1.2) étendu à une surface, passe de 0,1 à presque 1,4 µm.

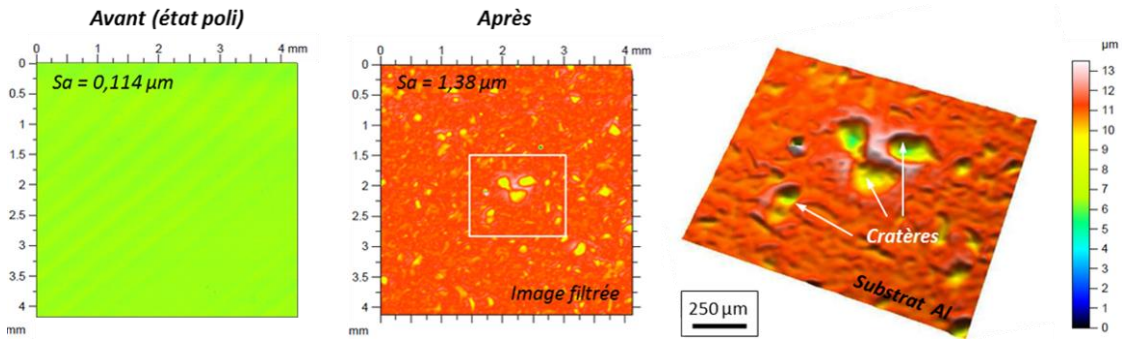


Figure 3-5 : Images profilométriques de la morphologie du substrat d'aluminium 2024-T3 avant et après projection de carboglace, vues de dessus (à gauche et au centre) et en perspective (à droite).

1.2.2. Microstructure des revêtements

La construction du revêtement d'aluminium pur 1050 est très différente en fonction de la cinématique de préparation de surface, expliquée au Chapitre 2 (§3.2.3, Figure 2-25). L'intérêt de la préparation de surface des substrats par projection de carboglace est mis en évidence sur les microstructures des revêtements d'aluminium pur et des substrats d'aluminium 2024-T3 (Figure 3-6).

La projection dynamique par gaz froid sans préparation de surface montre un revêtement avec un taux de porosité relativement élevé, de l'ordre de 4%. Ce taux est considérablement abaissé lorsque la projection de CO_2 est réalisée. Le nettoyage de surface du substrat permet une meilleure construction du revêtement. Cette construction est altérée lorsqu'il s'agit d'une projection combinée (aluminium pur et CO_2). Les particules d'aluminium sont déviées par celles de carboglace. Le rendement de projection, donc son épaisseur, sont sensiblement réduits. Enfin, la carboglace a pour effet de lisser la couche de particules d'aluminium pur déposée.

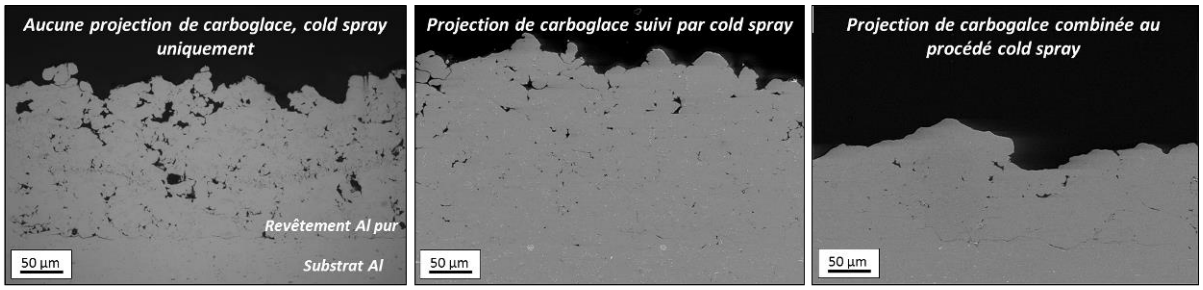


Figure 3-6 : Images MEB en coupe, obtenues en électrons secondaires, des revêtements d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de la cinématique de préparation de surface par projection de carboglace.

1.3. Structuration superficielle de surface par usinage

Les défauts géométriques, induits par usinage, comme décrits dans le Chapitre 2 (§3.3.1), nécessitent d'être comblés. Cette étude a pour but l'évaluation de la capacité de recouvrement du procédé cold spray et l'évolution de la microstructure au fur et à mesure de la construction du revêtement.

1.3.1. Morphologies des saignées

L'usinage est réalisé par passage successif de la fraise à la surface du substrat. Les différents angles de coupe de la fraise confèrent des angles d'ouverture de saignées plus ou moins grands. Des observations optiques sont effectuées sur les surfaces usinées (Figure 3-7). Le profil prend la forme d'un « V » et est caractérisé par deux pentes. Ces dernières sont définies par un angle θ correspondant à l'angle d'incidence des particules avec la surface du substrat.

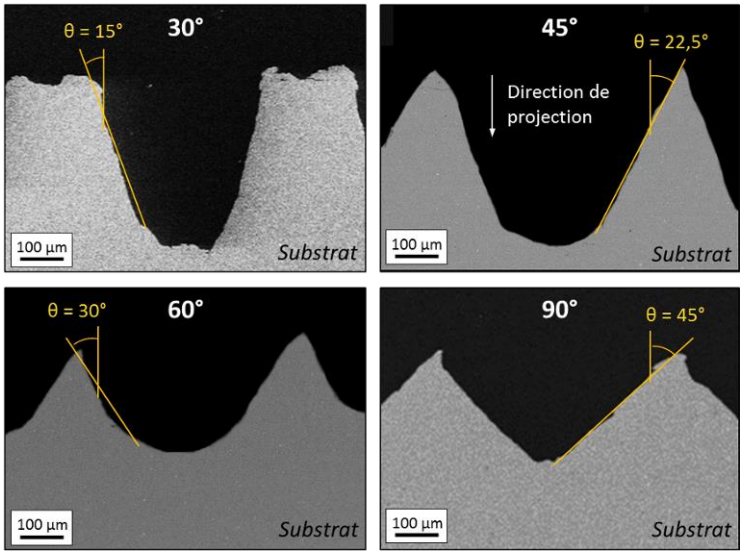


Figure 3-7 : Images optiques en coupe des profils de la morphologie des substrats d'aluminium 2024-T3 usinés avec différents angles de coupe : 30, 45, 60 et 90°.

1.3.2. Remplissage des saignées

En effectuant un passage de la buse sur une zone de la surface, les particules d'aluminium projetées par cold spray comblent les saignées. La réalisation d'un cordon de projection, c'est-à-dire un passage de la buse, permet d'obtenir un remplissage différent des saignées en fonction du centre du jet de particules (Figure 3-8). Au centre, la vitesse plus élevée des particules apporte un meilleur rendement et un plus grand nombre

de particules adhère [FUK06]. A l'inverse, en périphérie du jet de particules, le rendement est plus faible et seules quelques particules se déposent : le remplissage est partiel. Cette configuration de projection met en évidence la déformation cumulée des premières couches de particules déposées lors de la construction du revêtement.

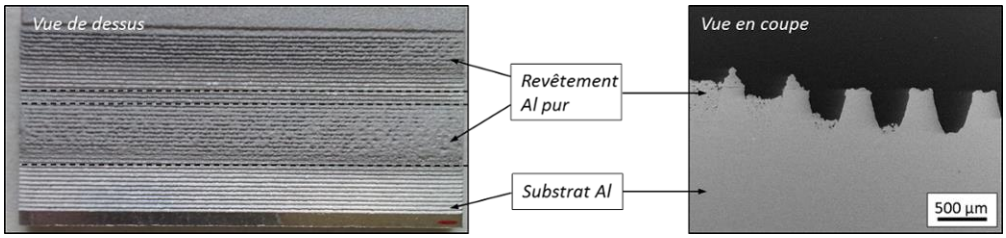


Figure 3-8 : Processus de remplissage des saignées par une projection d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 usiné avec un angle de coupe de 30°.

Un gradient de porosité est mesuré dans l'épaisseur du revêtement, depuis le fond de la saignée jusqu'en surface du revêtement (Figure 3-9). La première couche déposée est déterminante pour l'adhésion du revêtement avec son substrat. Les couches supérieures viennent, quant à elles, écrouir les particules déjà déposées. La compacité du revêtement est alors modifiée au fur et à mesure que l'empilement des particules se produit. Seule la couche d'extrême surface n'est pas soumise aux effets de l'écrouissage et est, par définition, plus poreuse.

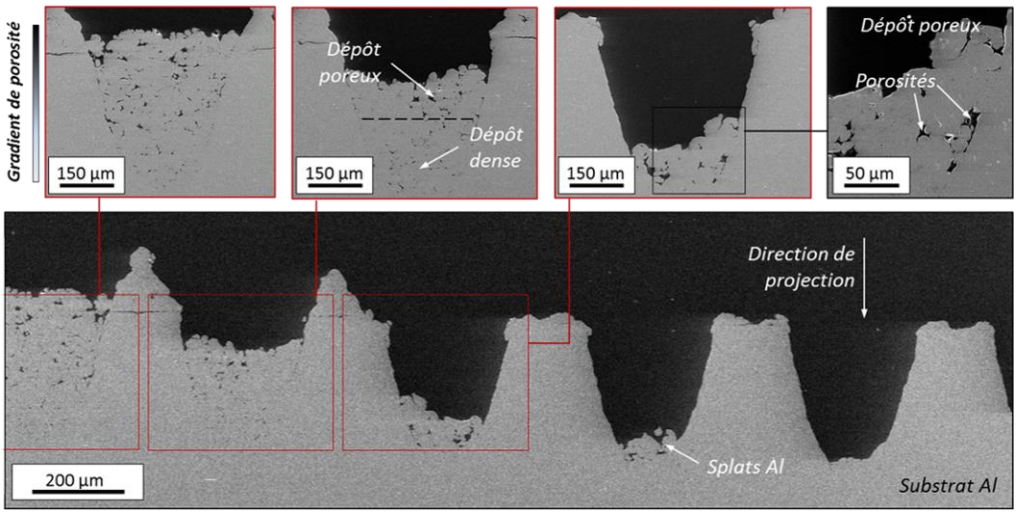


Figure 3-9 : Images MEB en coupe, obtenues par électrons secondaires, du remplissage des saignées du substrat d'aluminium 2024-T3 et du phénomène de densification du revêtement d'aluminium pur 1050 en fonction de l'épaisseur déposée.

1.3.3. Effet de l'angle d'ouverture des saignées sur la construction du revêtement

Les particules d'aluminium projetées avec une certaine direction, atteignent la surface du substrat avec un angle dépendant de l'inclinaison de la surface à revêtir (Figure 3-10). Lorsque la particule arrive perpendiculairement à la surface, son étalement est favorisé.

L'empilement successif des splats permet d'obtenir un revêtement dense, sans porosité. L'observation focalisée à l'interface revêtement-substrat fortement inclinée, montre une déformation des particules moindre qui s'effectue de manière limitée (Figure 3-10b). En effet, les particules n'épousent pas complètement celles déjà déposées et engendrent des porosités dans le revêtement. La déformation de

l'interface est réduite comparativement à une incidence normale des particules. En effet, le substrat se déforme davantage du fait de la composante normale de la vitesse de la particule plus élevée (Figure 3-10c). En outre, plus l'angle entre la surface du substrat et la direction de projection des particules est proche de la normale (90°), plus la déformation des particules est élevée et la porosité réduite.

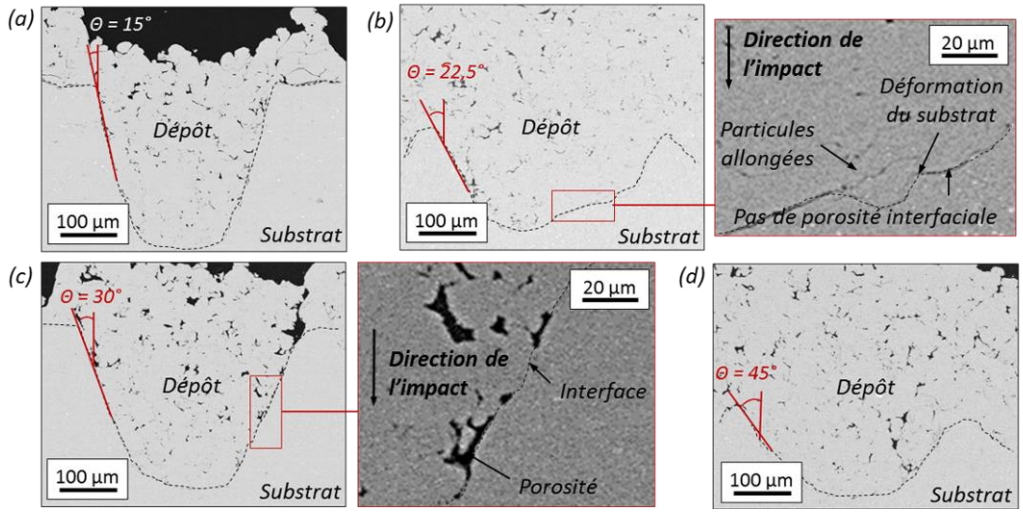


Figure 3-10 : Images optiques en coupe des revêtements d'aluminium pur 1050 sur substrats d'aluminium 2024-T3 usinés avec un angle de coupe de (a) 30°, (b) 45°, (c) 60° et (d) 90°.

1.4. Conclusion sur l'effet de la rugosité des substrats

Dans cette partie, l'influence de la rugosité de surface du substrat pour des revêtements élaborés par cold spray a été étudiée à travers différentes techniques de préparation de surface. L'influence de la préparation de surface a été démontrée, même si la contribution est différente suivant la technique utilisée. Pour un sablage du substrat, la morphologie et les dimensions des rugosités sont aléatoires, alors que l'ablation par laser engendre une topographie de surface contrôlée. Dans les deux cas, les rugosités créées jouent un rôle bénéfique pour l'adhésion du revêtement [GRI15]. Dans cette partie, la modification de la topographie du substrat par projection de corindon et de carboglace a été étudiée.

La configuration particulière d'une projection avec un angle d'incidence des particules est l'élément démontrant l'intérêt de la modification de surface du substrat. Cette combinaison d'un substrat rugueux et d'une projection inclinée, modifie considérablement la déformation et la pénétration des particules à l'impact. Le rendement plus élevé, pour des projections inclinées d'aluminium réalisées sur une surface sablée, a mis en exergue des mécanismes d'ancrage de particules. L'influence de la granulométrie des particules projetées a révélé le rôle majeur du diamètre des particules. En comparaison des particules grossières, les poudres fines pénètrent davantage dans les cratères formés après sablage du substrat, ceci d'autant plus que la dimension des cratères est de taille comparable à celle de la particule.

La rugosité et l'élimination des oxydes du substrat, engendrées par les impacts de carboglace, contribuent à une meilleure déformation des particules. La densité du revêtement est sensiblement améliorée et l'interface revêtement-substrat parfaitement continue, sans porosité.

Grâce à une étude du remplissage de gros défauts de surface, les effets de l'incidence des particules avec la surface du substrat ont été révélés. Le comportement en déformation des particules et du substrat s'est montré fortement dépendant des composantes de la vitesse d'impact.

2. Elaboration de revêtements d'aluminium sur substrat plan

Les paramètres du procédé cold spray [MEN11] [YIN14] et les conditions de projection [BIN11] [CIN13] influent fortement sur la microstructure des revêtements. Les particules acquièrent une vitesse sensible aux paramètres du procédé cold spray. La vitesse critique, à partir de laquelle les particules d'aluminium peuvent se déposer, se situe aux alentours de 600 $m.s^{-1}$ (Chapitre 1, §2.2.3.1). Elle dépend du diamètre de la particule [SCH06]. Les paramètres et les conditions de projection de l'étude sont résumés dans le Tableau 3-3.

Tableau 3-3 : Paramètres et conditions de projection pour l'élaboration de revêtements d'aluminium pur 1050 à partir de particules de poudre grossière (30 µm) dont la morphologie diffère : irrégulière / sphéroïdale ou sphérique.

Pression du gaz cold spray (MPa)	*1,5 à 3,0*	*Vitesse de rotation plateau ($tr.min^{-1}$)*	*6*
Température du gaz cold spray (°C)	*150 à 300*	*Pas (mm)*	*1*
Nature du gaz cold spray / porteur	*N_2 / N_2*	*Vitesse d'éclairement horizontale ($mm.s^{-1}$)*	*200*
Débit du gaz cold spray ($m^3.h^{-1}$)	*75,5*	*Vitesse d'éclairement verticale ($mm.s^{-1}$)*	*50*
Débit du gaz porteur ($m^3.h^{-1}$)	*3,8*	*Angle de projection (°)*	*90 à 30*
Distance de projection (mm)	*30*	*Nombre de passages de la buse*	*2*
Débit massique de poudre ($g.min^{-1}$)	*10 / 26*	*Type de buse cold spray*	*33 PBI*

2.1. Influence des paramètres de procédé

Une étude de la variation des paramètres cold spray est menée pour évaluer l'influence de la pression et de la température du gaz de projection. L'objectif est d'analyser la microstructure des revêtements obtenus et d'en extraire des paramètres optimaux pour l'élaboration de revêtements denses et adhérents.

2.1.1. Effets des paramètres de projection

La microstructure et la morphologie des revêtements dépendent des paramètres du procédé cold spray : pression et température de gaz. Les vitesses et les températures atteintes par les particules, dans le flux gazeux, influent sur leur comportement à l'impact.

Par exemple, l'influence de la température de gaz a été directement établie [MEN11]. Une élévation de la température favorise la formation de revêtements plus denses avec un taux de porosité inférieur. Le niveau d'adhérence est lui aussi influencé, augmenté de 30%, grâce à une température de projection plus élevée.

Une étude expérimentale sur les effets de la pression de gaz a montré que le degré de déformation plastique des particules d'aluminium variait sensiblement [LEE08]. Pour de faibles pressions (0,7 MPa), les rebonds sont plus nombreux et les particules se déforment davantage qu'à des pressions plus élevées (1,5 et 2,5 MPa). Le phénomène d'écrouissage est également plus marqué et la déformabilité des particules est augmentée. La morphologie de surface du substrat est fortement modifiée : la surface devient active. Cet écrouissage des particules à faible pression entraîne la formation de revêtements plus durs.

Par voie numérique, les effets de la température et de la pression de gaz ont été démontrées [YIN14]. L'élévation des turbulences dans le flux gazeux favorise la dispersion spatiale des particules. Par conséquent, le revêtement élaboré possède une plus grande largeur. Parallèlement, le rapport entre la vitesse d'impact de la particule et la vitesse critique V_{cr} diminue. Une corrélation entre ce rapport des vitesses et le rendement de projection a été établi [ASS11]. Les forces de liaison entre le substrat et le revêtement sont ainsi fortement dépendantes des paramètres de projection.

2.1.2. Etude microstructurale et morphologique des revêtements

Les variations de pression et de température de projection influent sur la vitesse acquise par les particules en vol. Le taux de rebonds des particules est ainsi étudié, par le calcul du rendement de projection (Figure 3-11). Lorsque l'effet de la pression de gaz est analysé, la température est fixée à 250°. A l'inverse, pour l'étude de l'influence de la température de gaz, la pression est fixée à 2,5 MPa.

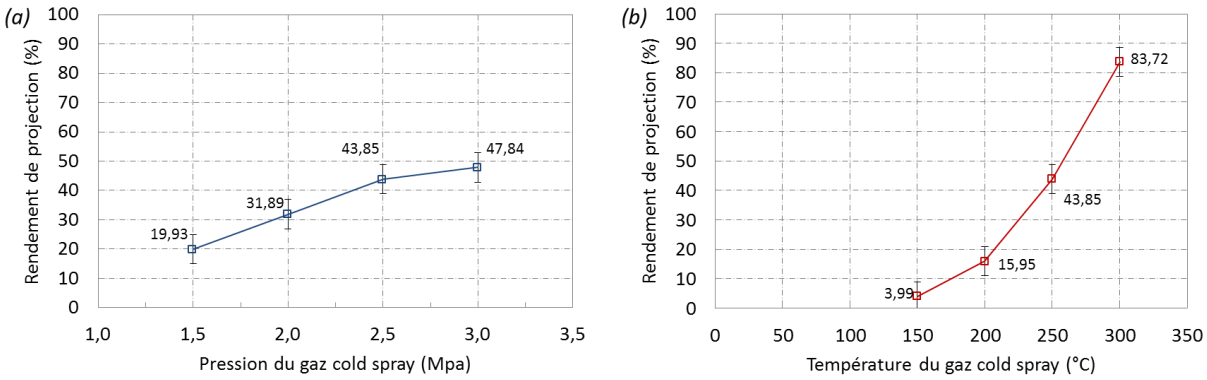


Figure 3-11 : Influence des paramètres de projection (a) pression et (b) température de gaz sur le rendement de d'aluminium pur 1050 déposé par cold spray sur substrat d'aluminium 2024-T3.

S'agissant de l'influence de la pression de gaz, les observations décrivent une évolution de l'épaisseur avec l'augmentation de la pression. Le rendement de projection est ainsi amélioré à forte pression. Concernant les variations de température de gaz, la projection, pour des températures élevées de gaz dans la tuyère, permet l'obtention d'un revêtement de très forte épaisseur. A l'inverse, à faible température, le rendement de projection est très faible. La Figure 3-12 montre les variations d'épaisseur des revêtements du fait des rebonds de particules pour différentes pressions et températures du gaz cold spray.

En augmentant ces deux paramètres de projection, la vitesse des particules s'élève significativement. Les rebonds de particules sont plus élevés pour des températures basses (150°C) et des pressions faibles (1,5 MPa), correspondant à 4 et 20% de rendement. Les particules n'acquièrent pas une vitesse suffisante pour adhérer au substrat. La projection à haute température (300°C) confère un très bon rendement, proche de 85%. En conclusion, cumuler une pression élevée et une température relativement haute permet d'obtenir un revêtement où les rebonds sont fortement limités et le rendement élevé.

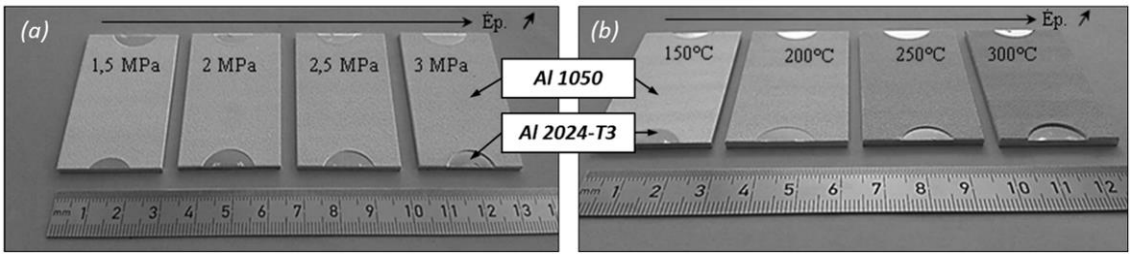


Figure 3-12 : Photographies des substrats d'aluminium 2024-T3 revêtus par de l'aluminium pur 1050 : (a) variation de la pression du gaz cold spray et (b) variation de la température du gaz cold spray.

La microstructure des revêtements d'aluminium évolue avec les paramètres de projection. La variation de la température (Figure 3-13) et de la pression (Figure 3-14) du gaz cold spray montre une

différence notable dans la microstructure des revêtements. Le taux de porosité du revêtement et le rendement de projection sont étudiés.

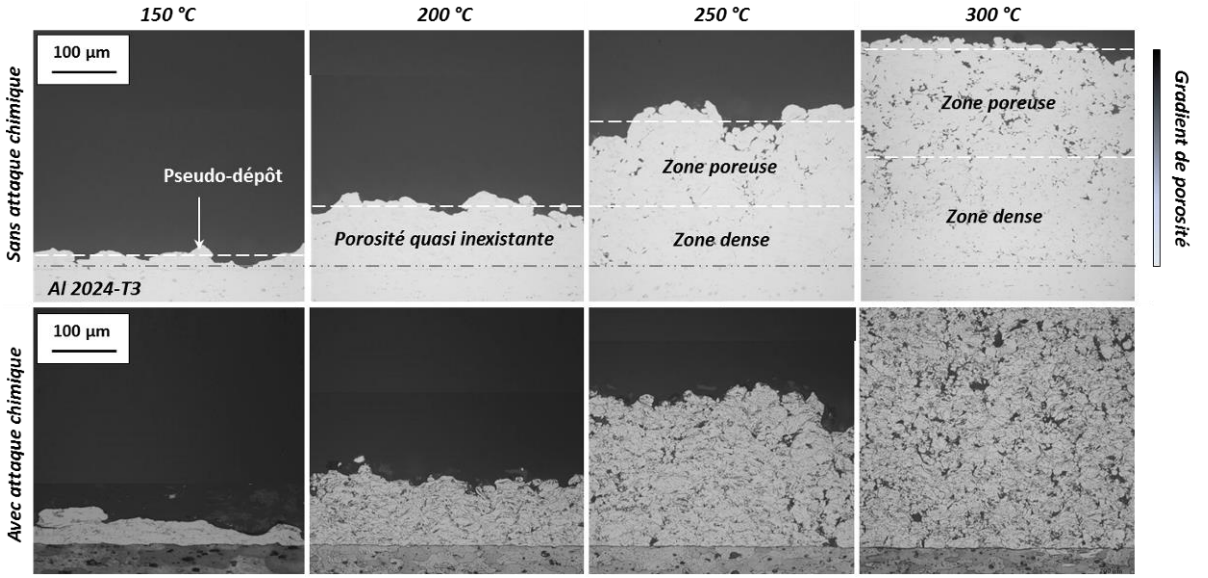


Figure 3-13 : Images optiques en coupe des revêtements élaborés par cold spray d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 avec une variation de la température du gaz cold spray et une pression de gaz fixée à 2,5 MPa, obtenues avec et sans attaque chimique « Keller ».

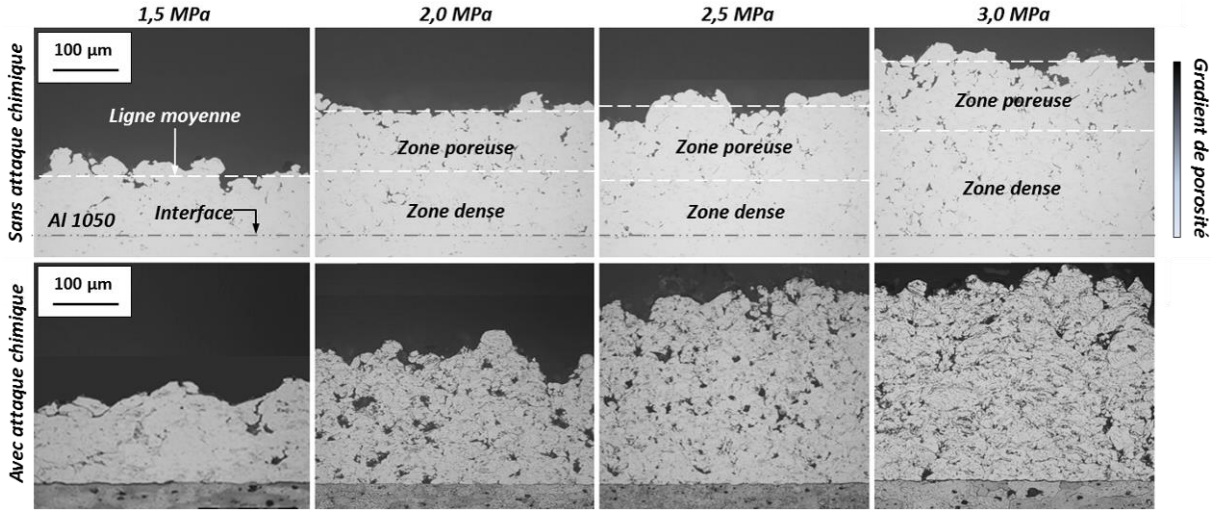


Figure 3-14 : Images optiques en coupe des revêtements élaborés par cold spray d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 avec une variation de la pression du gaz cold spray et une température de gaz fixée à 250°C, obtenues avec et sans attaque chimique « Keller ».

L'élévation de la température de gaz se traduit par une énergie cinétique des particules plus élevée et génère des revêtements plus denses. De plus, les particules sont plus chaudes et s'étalent davantage à l'impact. Sur la Figure 3-13 et la Figure 3-14, une zone plus dense dans les couches inférieures du revêtement est observée. A l'inverse, les couches supérieures n'ont pas subi d'écrouissage équivalent. Dans une moindre mesure, la pression contribue également à l'augmentation de la vitesse de la particule. Une pression élevée permet une déformation de la particule accentuée. Mettre en évidence la déformation des particules permet de caractériser la densité du revêtement en fonction des paramètres de projection. Une attaque chimique de

type Keller, réalisée sur les revêtements d'aluminium, permet de révéler les frontières entre les particules déposées. Un gradient de porosité, dans l'épaisseur du revêtement, est mis en évidence depuis l'interface jusqu'à la surface du revêtement.

Outre la densité du revêtement, la variation de la température et de la pression de gaz influe sur le rendement de projection. Lorsque les particules n'atteignent pas une vitesse supérieure à la vitesse critique, des rebonds se produisent. Pour de faibles températures (150°C) et de faibles pressions (1,5 MPa), le taux de rebonds est très élevé et l'épaisseur du revêtement très faible.

2.1.3. Dureté du système revêtement-substrat

Une analyse parallèle est menée afin de caractériser la dureté des revêtements d'aluminium pur projetés (Figure 3-15). En effet, l'empilement des particules déposées et donc leur taux de déformation sont directement liés aux paramètres du procédé cold spray. C'est pourquoi, il convient d'évaluer la valeur de la dureté de ces revêtements afin d'estimer l'écrouissage engendré par les variations de pression et de température, et justifier ainsi le choix des paramètres de projection. Les mesures de micro-dureté sont réalisées par des filiations verticales traversant le substrat et le revêtement où la distance entre chaque empreinte est de 30 µm. Une moyenne de cinq filiations de dureté est effectuée afin d'extraire un résultat statistique.

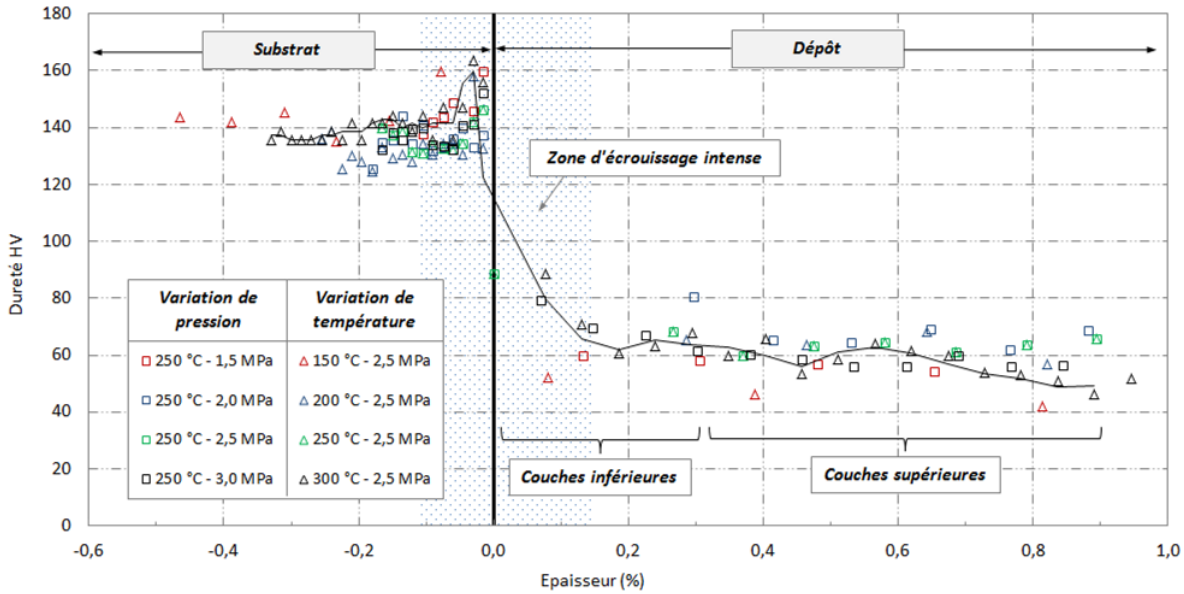


Figure 3-15 : Profil de dureté dans l'épaisseur du revêtement d'aluminium pur 1050 et du substrat pour des substrats d'aluminium 2024-T3 revêtus d'aluminium pur élaborés avec des paramètres de projection différents : pression et température du gaz cold spray allant respectivement de 1,5 à 3,0 MPa et de 150 à 300°C.

L'épaisseur caractérisée est exprimée en pourcentage de l'épaisseur totale respectivement du revêtement et du substrat, du fait de l'écart des rendements de projection obtenus. Dans l'épaisseur du revêtement analysé, une zone, dite d'écrouissage intense, est observée près de l'interface revêtement-substrat. En effet, les premières couches déposées sont plus « dures » du fait de l'empilement et de l'écrouissage par les couches supérieures. La dureté mesurée dans le revêtement, environ 60 $HV_{0,001}$, augmente progressivement à l'approche de l'interface pour atteindre 80-100 $HV_{0,001}$. Quant au substrat, il est,

lui aussi, influencé par le processus de projection à haute vitesse et sa dureté augmente : elle passe de 135 à 160 $HV_{0,001}$. Plus la température et la pression de gaz sont basses, plus la vitesse des particules est faible. Leur déformation est ainsi réduite. La zone d'écrouissage, ainsi générée, est identifiée comme un mécanisme évoluant suivant les conditions de projection. L'évaluation de l'adhérence des revêtements par choc laser doit permettre de déterminer les influences de la pression et de la température de gaz sur l'adhérence revêtement-substrat (Chapitre 6, §4.1.1).

2.1.4. Conclusion sur l'influence des paramètres de projection

La projection à forte pression et à température élevée de gaz est favorable du point de vue de la microstructure des revêtements puisque la densité de ces derniers augmente. L'utilisation de paramètres de projection élevés favorise l'obtention de revêtements d'aluminium très denses. La projection pour une température de gaz élevée engendre un impact très violent avec le substrat et favorise les phénomènes d'ancrage mécanique et de diffusion locale à l'interface [AJD05] (Chapitre 1, §2.3.2.1) ainsi que la restructuration fine du matériau [ASS03] (Chapitre 1, §2.3.1.2). Des liaisons plus fortes à l'interface sont attendues [CHA05]. D'autres paramètres, cependant, influent sur la qualité du revêtement.

2.2. Influence de la morphologie et de la dureté de la poudre

Etudier l'effet de la morphologie des particules de poudre constitue un intérêt majeur dans la construction des premières couches du revêtement dont dépend l'adhésion revêtement-substrat. Tout se passe aux interfaces revêtement-substrat et particule-particule où les liaisons doivent être les plus fortes possibles. Une morphologie trop irrégulière des particules conduit à des contacts non continus à l'interface [CIN13]. Un contact sans porosité permet d'accroître l'adhésion et la cohésion du revêtement. L'étude consiste à projeter des particules à la morphologie variée et à mesurer l'influence de cette morphologie sur la microstructure du revêtement. Les conditions et les paramètres de projection sont les mêmes pour les différentes poudres étudiées (Tableau 3-3). Les poudres d'aluminium pur 1050, présentées précédemment au Chapitre 2 (§1.1.3.1), permettent d'évaluer l'influence de la morphologie des particules projetées puisqu'elles se présentent sous différentes formes: irrégulière, sphéroïdale et sphérique. La Figure 3-16 montre des substrats d'aluminium 2024-T3 revêtus par de l'aluminium pur dont la morphologie des poudres varie.

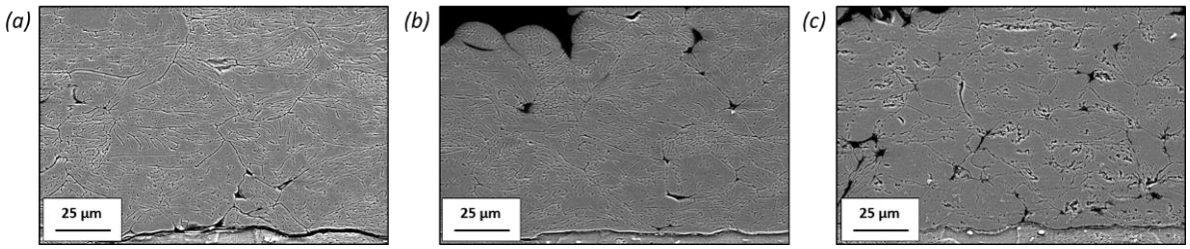


Figure 3-16 : Images MEB par électrons secondaires, en coupe et obtenues avec et sans attaque chimique « Keller » des substrats d'aluminium 2024-T3 brut revêtus par un revêtement d'aluminium pur 1050 élaboré à partir d'une poudre de morphologie (a) sphérique, (b) sphéroïdale et (c) irrégulière.

Les observations microstructurales des revêtements permettent d'observer la construction du revêtement et d'en mesurer les caractéristiques : le taux de porosité (donc la densité), la dureté, le rendement et la rugosité de surface. La Figure 3-17 expose les résultats de l'analyse microstructurale des revêtements d'aluminium pur 1050 pour chacune des morphologies de poudre.

Sur la Figure 3-17a, les mesures du taux de porosité montrent que la morphologie irrégulière des particules est défavorable à l'obtention d'un revêtement très dense. Lorsque les particules de poudre sont parfaitement sphériques, leur déformation est telle que les porosités sont fortement limitées.

La déformation se traduit par un écrouissage de la matière, et ce durcissement de la particule est illustré à travers la détermination de la dureté du revêtement, sur la Figure 3-17b. Depuis l'interface revêtement-substrat jusqu'à la surface du revêtement, la dureté est mesurée. La dureté initiale des particules de poudre d'aluminium (Chapitre 2, §1.1.5) a un effet direct sur la dureté finale du revêtement, c'est-à-dire une fois celles-ci déformées. La poudre irrégulière conserve une plus faible dureté après sa déformation plastique. A l'inverse, les splats initialement sphéroïdaux et sphériques possèdent une dureté supérieure, à l'image de leur dureté initiale respective. Si les particules se déforment à l'impact, une partie d'entre elles n'adhèrent pas et rebondissent.

Le rendement de projection est calculé pour chacune des poudres (Figure 3-17c). La morphologie des particules semble avoir un effet sur la construction du revêtement puisque la projection de particules sphériques possède un rendement plus élevé. La sphéricité des particules est donc un paramètre favorable à l'adhésion des particules sur le substrat et sur les particules déjà déposées.

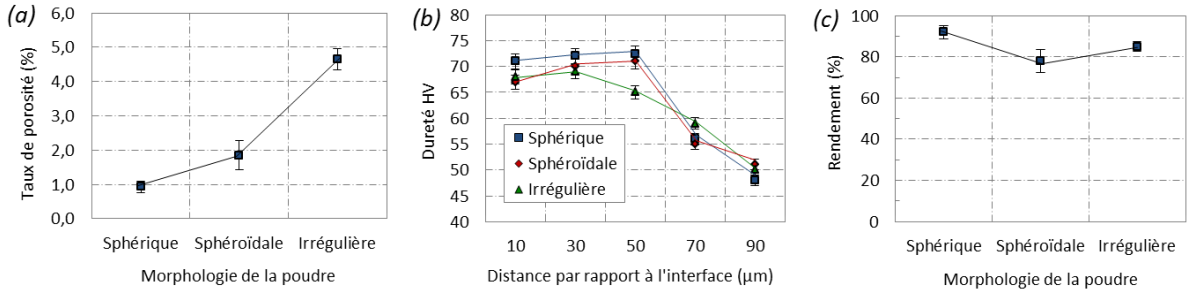


Figure 3-17 : (a) Taux de porosité, (b) dureté et (c) rendement des revêtements d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de la morphologie des particules projetées.

2.3. Influence de l'angle de projection

L'objectif de cette étude est d'évaluer les effets de l'angle de projection des particules sur les propriétés microstructurales des revêtements. La déformation et l'enfoncement mécanique des particules à l'impact sont étudiés. L'analyse morphologique des revêtements est influencée par le processus d'élaboration. En effet, la densification des premières couches déposées n'a lieu que si la vitesse des particules est suffisamment élevée. En réalisant un cordon de projection, la microstructure du revêtement varie suivant la position par rapport au centre du jet de poudre. En effectuant un recouvrement de la surface du substrat, les splats en périphéries du cordon sont écrouis par les nouvelles particules les percutant. La microstructure du revêtement déposé est alors modifiée et est étudiée par la suite.

2.3.1. Réalisation d'un cordon

Le cordon de projection est élaboré en utilisant un montage adapté, présenté dans le Chapitre 2 (§2.3.1). Le bras mobile effectue une série de trois passages, avec un débit de poudre d'aluminium constant. La projection s'effectue suivant un seul axe, la vitesse d'éclairement verticale est donc nulle. Le but est d'obtenir une épaisseur de revêtement suffisante pour réaliser les essais d'adhérence par choc laser (Chapitre 6, §3.1.2). Le revêtement présent à la surface du substrat ne possède pas une épaisseur homogène sur toute sa largeur. Il se présente sous forme de gaussienne, où la vitesse de projection des particules est la plus forte

au centre du spot de projection (Chapitre 3, §4.1.2). De plus, lors d'une projection inclinée, la géométrie de la surface du substrat intercepté varie, passant de circulaire à ellipsoïdale. Les dimensions de la tache de projection sont déterminées dans l'Annexe C (§1) et mettent en avant, notamment, les variations spatiales de la distance projection au sein du jet de poudre. En effet, plus l'angle de projection est faible, plus l'écart entre l'extrémité gauche et droite de la tache de projection est élevé (Annexe C, §2). Les conditions d'impact des particules sont ainsi changées et la déformation plastique du système particule-substrat évolue.

2.3.1.1. Analyse macroscopique des revêtements

Une diminution significative du rendement de projection est observée pour des angles éloignés de la normale (Figure 3-18). Dans le cas d'une projection inclinée, la vitesse tangentielle augmente et devient prédominante sur la vitesse normale. Une grande partie des particules projetées est perdue et n'adhère pas à la surface du substrat. L'épaisseur du revêtement est donc diminuée car la vitesse normale, qui favorise l'ancrage mécanique des particules, est très faible relativement aux projections proches de l'incidence normale. Deux zones sont bien distinctes : l'adhésion des particules, même faible, et le rebond des particules. Pour un angle de projection de 90° à 60°, un revêtement est déposé à la surface du substrat alors qu'en-dessous de 50° et jusqu'à 30°, aucune particule n'adhère au substrat. A la surface du substrat, les traces laissées par les rebonds des particules, assimilable à de l'érosion, sont observées. Cela se traduit par des cratères créés à partir des enfoncements et des déplacements de matière par déformation plastique à l'impact. Ce phénomène s'assimile à du grenaillage. Ce cas se présente lorsque la particule n'atteint pas une vitesse suffisante pour s'ancrer dans le substrat, les rebonds sont ainsi favorisés. Pour quantifier le taux de rebonds des particules, la Figure 3-19 illustre le rendement relatif issu de l'élaboration des cordons d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3.

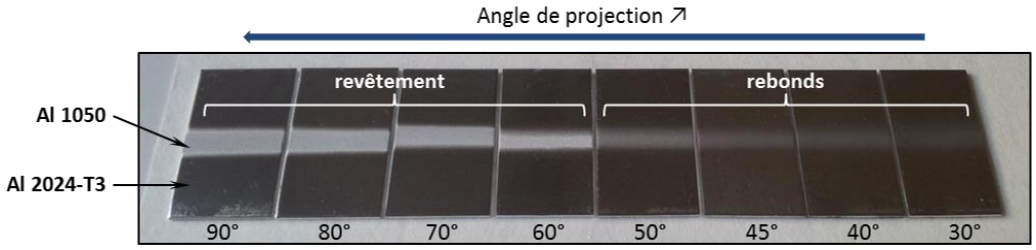


Figure 3-18 : Photographies des cordons d'aluminium pur 1050 sur substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle de projection variant de 30 à 90°.

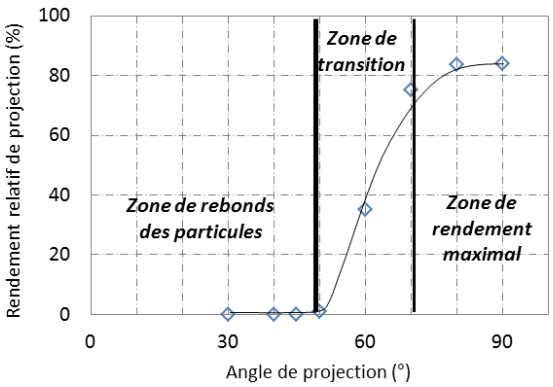


Figure 3-19 : Evolution du rendement relatif d'un revêtement d'aluminium 1050 déposé sur substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle de projection, cas d'un cordon de projection.

Une chute progressive du rendement en-dessous de 70° est mesurée. Les particules n'adhèrent que très peu lorsque l'angle de projection est inférieur à 60°. De 30° à 45°, on distingue une zone où aucune particule n'adhère : il n'y a donc pas de revêtement. La zone dite de transition, de 45 à 70°, est un domaine où le revêtement se construit progressivement sans pour autant qu'un maximum de particules n'acquièrent l'énergie nécessaire pour adhérer au substrat. La zone de rendement maximal illustre le domaine où l'épaisseur du revêtement est la plus forte et le taux de rebonds le plus faible. Le rendement est donc modifié en fonction de l'angle de projection. La microstructure des revêtements doit l'être également.

2.3.1.2. Analyse microstructurale des revêtements

En réalisant des coupes transverses, la microstructure du revêtement d'aluminium pur 1050 est étudiée. L'oxydation des particules en vol par le procédé cold spray est limitée voire inexistante [DES13] [MAL13], mais d'autres défauts comme les porosités peuvent être des facteurs déterminants pour l'adhésion du revêtement. Dans cette partie, les effets de l'angle de projection sur la microstructure des revêtements sont étudiés.

Sur la Figure 3-20, sont présentées les observations réalisées au centre du cordon de projection, où l'épaisseur du revêtement est maximale. L'influence de la position des particules dans le jet sur leur déformation est mesurée par l'analyse de la microstructure en périphérie du cordon de projection (Figure 3-21).

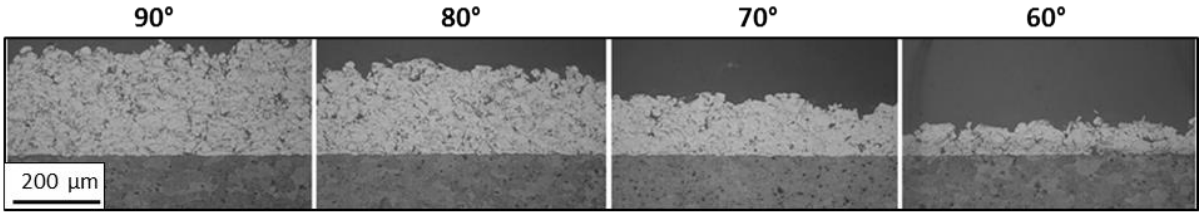


Figure 3-20 : Images optiques en coupe, obtenues avec une attaque chimique « Keller », au centre des cordons de projection d'aluminium pur 1050 élaborés sur substrat d'aluminium 2024-T3 avec différents angles de projection allant de 90 à 60°.

La Figure 3-21 montre l'intégralité du profil en coupe du cordon en fonction de l'angle de projection. Elle met en évidence les zones périphériques et centrales du revêtement. L'épaisseur du revêtement est réduite lorsque l'angle d'incidence des particules diminue. Les observations du revêtement en périphérie montrent des particules moins nombreuses et moins déformées. L'étalement des particules est moindre. Les vitesses atteintes par les particules ne semblent donc pas identiques quelle que soit la position dans le jet : les rebonds sont plus nombreux aux extrémités du jet.

La baisse de l'angle de projection entraîne l'élaboration de revêtements plus poreux. Les porosités sont davantage présentes à l'interface et dans le revêtement, pour de faibles angles de projection (Figure 3-21b et Figure 3-21c).

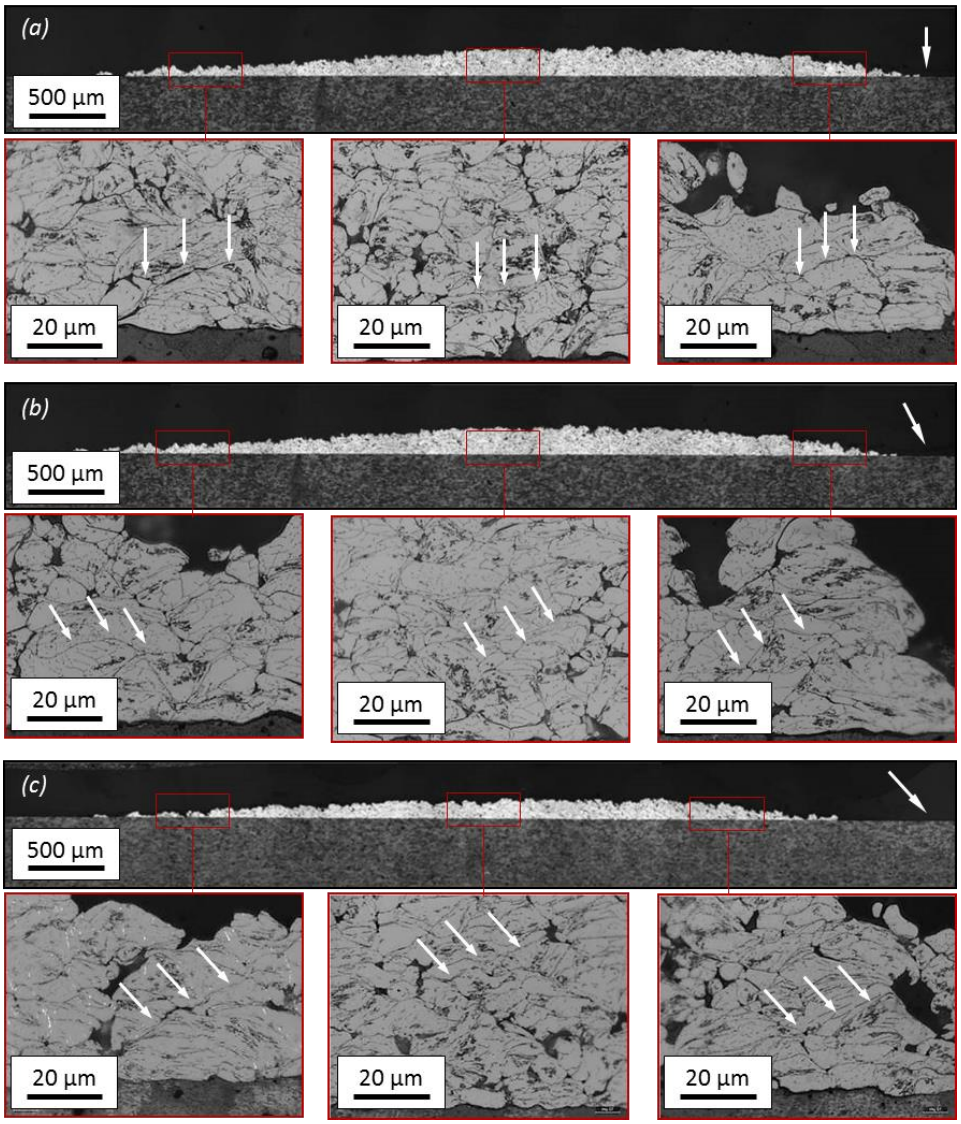


Figure 3-21 : Microscopies optiques en coupe, obtenues avec une attaque chimique « Keller », des cordons de projection d'aluminium pur 1050 élaborés sur substrat d'aluminium 2024-T3 et sous un angle de : (a) 90°, (b) 80° et (c) 70°, les flèches blanches représentent les directions de projection des particules.

2.3.2. Recouvrement du substrat

L'objectif, ici, est de réaliser un revêtement sur l'ensemble de la surface du substrat et non plus sur une partie seulement. Une plus grande quantité de poudre déformée sur une épaisseur relativement constante est obtenue. Par rapport à l'élaboration d'un cordon, les particules en périphérie du jet sont déformées et écrouies par les particules successivement déposées par décalage de la buse. Un revêtement de plusieurs centaines de micromètres est visé. Les paramètres et les conditions de projection de cette étude sont résumés dans le Tableau 3-3 (§2).

2.3.2.1. Analyse macroscopique des revêtements

Comme dans l'étude précédente, le rendement de projection est déterminé pour chacune des configurations de projection, c'est-à-dire pour chaque angle de projection. Illustrée sur la Figure 3-22, la quantité de poudre déposée à la surface des substrats varie sensiblement avec l'angle de projection. A

l'inverse du cordon, des particules adhèrent au substrat pour de faibles angles de projection. Le passage répété de la buse permet de modifier suffisamment la morphologie de surface du substrat et favorise ainsi l'ancrage des particules. Un revêtement, pour une projection sous 50° d'inclinaison, est obtenu, ce qui n'était pas le cas pour un cordon (§2.3.1.1). Le domaine de rebonds de particules est donc décalé. En dessous d'un angle de 50°, aucune particule n'adhère : il s'agit de l'angle critique.

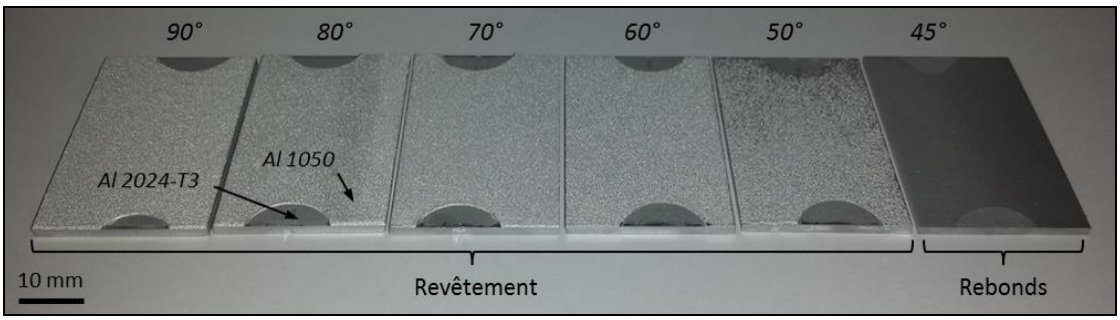


Figure 3-22 : Photographies des revêtements d'aluminium pur 1050 sur substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle de projection allant de 90 à 45°.

Bien qu'un revêtement soit obtenu pour de plus faibles angles de projection, le rendement demeure sensiblement réduit. La Figure 3-23 donne l'évolution du rendement relatif en fonction de l'angle d'incidence des particules. D'une part, la valeur maximale mesurée pour un angle de 80° peut s'expliquer par le piégeage des particules projetées accru et, à fortiori, la diminution du nombre de rebond. Ce phénomène n'est, d'ailleurs, plus observé pour des valeurs d'angles plus faibles. Ce résultat est, d'ailleurs, exposé dans les travaux de Li [LI03]. D'autre part, comme pour le cas du cordon, une chute brutale du rendement lorsque l'angle de projection diminue, est observée. Trois zones distinctes sont, à nouveau, identifiées. La première est celle où aucune particule ne parvient à adhérer au substrat c'est-à-dire en-dessous de 50°. Les rebonds y sont largement majoritaires. Les composantes des vitesses jouent un rôle majeur dans l'adhésion des particules. Lorsque la composante tangentielle est supérieure à la composante normale, le revêtement ne se forme pas. A l'inverse, quand la composante normale prédomine, la formation du revêtement se produit et les rebonds deviennent moins nombreux. La seconde zone, aussi appelée domaine de transition, s'étend de 40° jusqu'à 70° avec un rendement relatif de projection de 75% environ. Enfin, la construction du revêtement est favorisée pour des angles compris entre 70° et 90°, c'est-à-dire où le rendement est maximal.

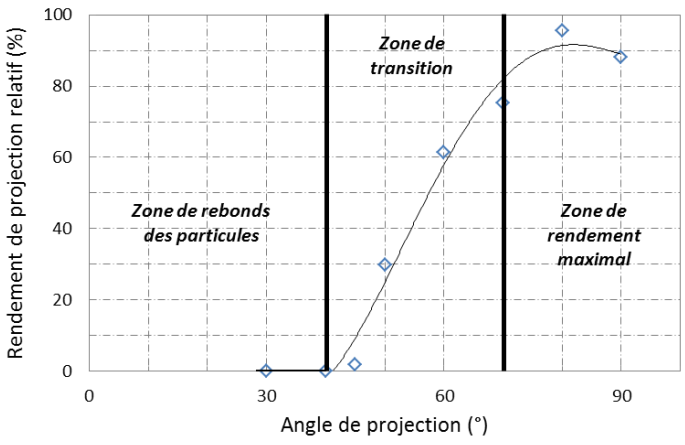


Figure 3-23 : Evolution du rendement relatif de revêtements d'aluminium pur 1050 déposés sur substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle de projection, cas d'un recouvrement de la surface du substrat.

La détermination du rendement permet de calculer le nombre de passages de la buse nécessaire pour atteindre une épaisseur équivalente pour chaque revêtement quel que soit l'angle de projection. En ne considérant qu'un seul passage de la buse pour une projection à 90°, le nombre de passages que la buse doit effectuer pour de plus faibles angles peut être déterminé. Par exemple, pour une projection à 50°, la buse doit effectuer trois recouvrements du substrat tandis que deux, seulement, sont nécessaires pour une projection à 70°.

2.3.2.2. Analyse microstructurale des revêtements

La formation d'un revêtement par empilement de particules d'aluminium est illustrée sur la Figure 3-24 où l'angle de projection influe sur les propriétés microstructurales des revêtements. Le taux de porosité reste très faible pour une projection perpendiculaire (≈ 1,5%). Ce taux augmente avec la baisse de l'angle d'incidence des particules. Entre 90° et 70°, la variation de microstructure n'est pas significative et le rendement de projection demeure équivalent (Figure 3-24a et Figure 3-24b). La différence a lieu lorsque l'angle de projection devient faible (<50°). Le taux de rebonds est alors très élevé. La déformation des particules évolue significativement : une plus petite surface de la particule est en contact avec le substrat (Figure 3-24c). Par construction du revêtement, l'empilement des particules privilégie l'adhésion entre particules par rapport à l'adhésion particule-substrat. Ce cas est particulièrement observé pour une projection à 50°.

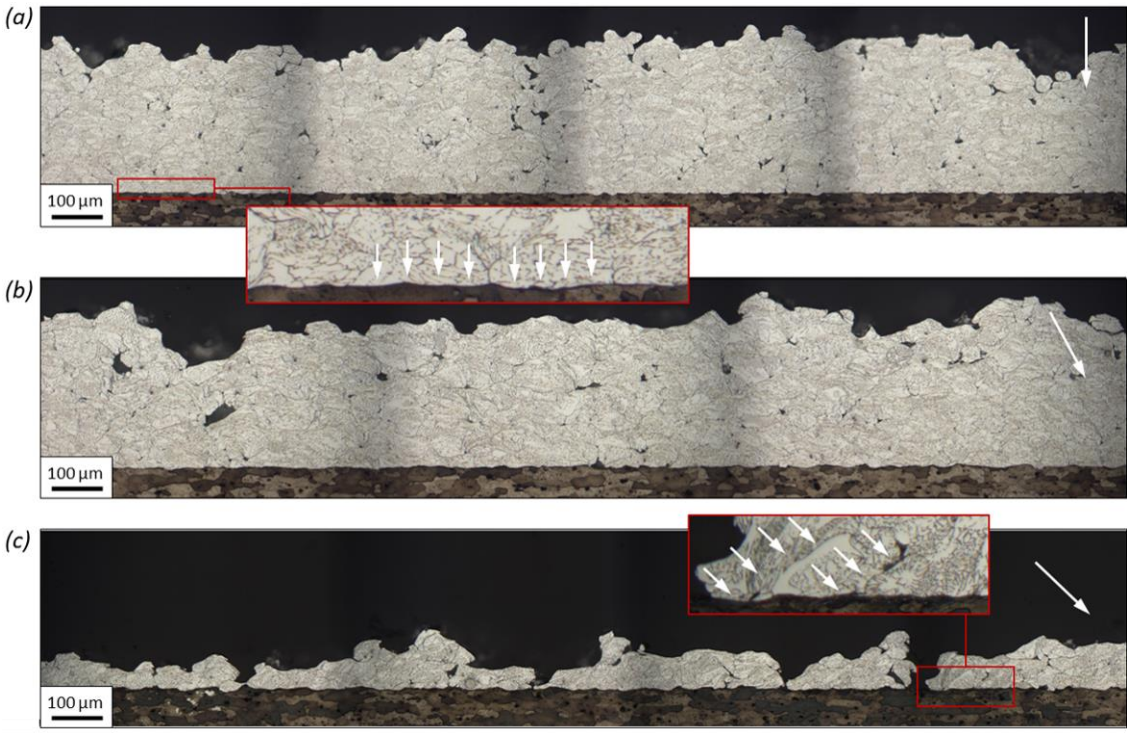


Figure 3-24 : Microscopies optique en coupe, obtenues avec une attaque chimique « Keller » des revêtements d'aluminium pur 1050 élaborés sur substrats d'aluminium 2024-T3 avec un angle de projection de : (a) 90°, (b) 70° et (c) 50°, les flèches blanches représentent les directions de projection des particules.

Quel que soit l'angle de projection, les premières particules adhérentes déforment le substrat. Toutefois, l'interface revêtement-substrat est davantage déformée lorsque les particules sont projetées sous

un angle de projection faible : les particules rebondissent, martelant la surface et multipliant les cratères formés à l'impact.

Comparés aux cordons de projection (§2.3.1), les effets périphériques du jet de particules, aussi appelés effets de bords, sont effacés par le recouvrement successif de la zone moins dense. Les particules y sont, à nouveau, déformées. Ces effets de bords se retrouvent aux extrémités de la surface du substrat. Le décalage de la buse permet d'obtenir une microstructure homogène du revêtement sur l'intégralité de la surface revêtue.

2.4. Conclusion sur l'influence des conditions d'élaboration du revêtement

Dans cette partie, une série d'études a été menée pour évaluer l'influence de plusieurs paramètres et conditions de projection. Le couple revêtement d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 a été étudié. Les conclusions suivantes sont mises en évidence :

- L'influence de la morphologie des particules de poudre sur la microstructure du revêtement a été montrée. En comparaison avec les particules de morphologie irrégulière, les particules sphériques se déforment de manière symétrique et limitent les porosités dans le revêtement. La microstructure du revêtement est donc plus dense. Cette différence significative conduit à l'utilisation exclusive d'une poudre sphérique dans toute la suite de l'étude.
- Les effets de l'angle de projection sur les propriétés microstructurales des revêtements ont été démontrés. Une analyse de la déformation des particules et de la microstructure engendrée a ainsi été réalisée. Si les essais sur le cuivre [LI07-2] et le titane [LI03] ont révélé des résultats déterminants concernant l'architecture du revêtement pour de faibles angles de projection, une caractérisation plus poussée, associant des substrats rugueux, n'a encore jamais été réalisée. L'étude qui a été menée ici, apporte des éléments de réponse sur les mécanismes d'adhésion de revêtements d'aluminium dans le cas d'une projection inclinée sur substrats lisse et rugueux.

Les paramètres d'élaboration des revêtements par cold spray sont nombreux et permettent de faire varier leur morphologie ainsi que leur microstructure. En augmentant, par exemple, le nombre de passages de la buse, la construction du revêtement est favorisée et permet l'obtention de très fortes épaisseurs. L'influence de certains paramètres de projection, comme l'angle d'inclinaison de la buse avec le substrat (Annexe B, §1), est alors accrue de manière significative. Les variations microstructurales et morphologiques des revêtements peuvent ainsi être étudiées (Annexe B, §2).

3. Etude morphologique des splats d'aluminium

Pour étudier à l'échelle locale la déformation et l'adhérence des particules, des projections de poudre à très faible débit sont réalisées. L'objectif est de récupérer une petite quantité de particules à la surface du substrat. Les paramètres et les conditions de projection sont résumés dans le Tableau 3-4. Ils seront identiques dans toute cette partie de l'étude. Par projection de particules de morphologie initialement sphérique, l'étude de leur morphologie finale, après impact, est favorisée. La sphéricité de la poudre est, d'ailleurs, utilisée dans l'étude de la déformation plastique d'une particule par simulation numérique, développée dans le Chapitre 5.

Tableau 3-4 : Paramètres et conditions de projection pour une projection de splats d'aluminium pur 1050 élaborés à partir de poudres grossières (30 µm) / fines (10 µm) sur substrat d'aluminium 2024-T3.

Pression du gaz cold spray (MPa)	*3,0*	*Vitesse de rotation plateau (tr.min^{-1})*	*0,3*
Température du gaz cold spray (°C)	*300*	*Pas (mm)*	*1*
Nature du gaz cold spray / porteur	*N_2 / N_2*	*Vitesse d'éclairement horizontale (mm.s^{-1})*	*200*
Débit du gaz cold spray (m^3.h^{-1})	*75,5 / 87,9*	*Vitesse d'éclairement verticale (mm.s^{-1})*	*50*
Débit du gaz porteur (m3.h^{-1})	*3,8 / 4,5*	*Angle de projection (°)*	*90 à 45*
Distance de projection (mm)	*30*	*Nombre de passages de la buse*	*1*
Débit massique de poudre (g.min^{-1})	*0,5 / 1,4*	*Type de buse cold spray*	*33 PBI*

3.1. Rebond des particules

Pendant la projection, les particules n'ayant pas atteint la vitesse suffisante pour adhérer au substrat (inférieure à V_{cr}), rebondissent en déformant la matière qu'elle rencontre : le substrat ou les particules déposées. Le taux de rebonds définit un rendement de projection qui est un paramètre permettant de valider les paramètres et les conditions de projection. Etudier localement la déformation plastique des particules projetées et celle du substrat permet de comprendre les étapes de construction du revêtement à l'échelle globale.

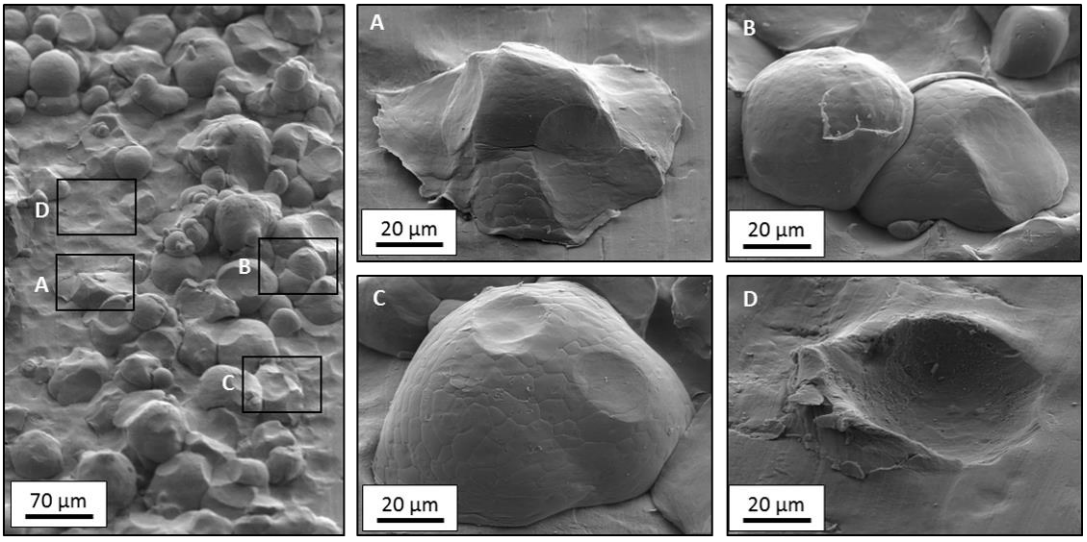


Figure 3-25 : Images MEB en électrons secondaires d'un empilement de splats d'aluminium pur 1050 ayant subi des impacts de particules en cours de projection sur substrat d'aluminium 2024-T3 : adhésion et rebonds (A et C), adhésion (B) et rebonds (D).

Lors de la projection, deux configurations se produisent : la particule adhère ou rebondit. Quand l'adhésion se produit, la particule se déforme plastiquement et écrouit le substrat : ce phénomène est associé à un durcissement de la surface. La particule déformée subit un écrouissage chaque fois que des particules du flux de poudre la percutent. La partie supérieure de la particule, nettement moins contrainte après le choc [WIN15], est susceptible d'être déformée plus intensément par les impacts de nouvelles particules. La surface rencontrée par les particules projetées n'est plus celle du substrat mais celle du substrat et des splats adhérents. En plus de l'affinité chimique des matériaux, la vitesse d'arrivée de la particule et la morphologie de la surface d'impact déterminent le pouvoir adhérent de la particule. Ainsi, les particules peuvent rebondir (Figure 3-25A et Figure 3-25C) ou bien adhérer (Figure 3-25B) sur cette nouvelle surface. Les traces laissées par les particules ayant rebondi sont visibles sur les zones du substrat laissées vierges (Figure 3-25D) mais également sur les splats. Un écrouissage des particules déposées a lieu et une modification morphologique de ces splats se produit.

3.2. Effet de la morphologie du substrat

Une démarche similaire est réalisée sur substrats d'aluminium 2024-T3 à la surface sablée. L'état morphologique de l'impact des particules est alors différent. L'étude consiste à évaluer l'influence de la rugosité de surface et, a fortiori, de la morphologie de surface sur la déformation et l'ancrage mécanique des splats d'aluminium. Pour cela, différentes tailles de particules d'aluminium sont projetées : une poudre grossière (30 µm) et une poudre fine (10 µm). L'objectif est d'établir une corrélation entre la granulométrie des particules et leur ancrage dans le substrat rugueux.

3.2.1. Projection de particules grossières

Le comportement en déformation des particules d'aluminium pur 1050 grossières (30 µm de diamètre), est analysé en fonction de la topographie du substrat. Plus particulièrement des substrats sablés finement et grossièrement sont étudiés. Sur la Figure 3-26a, le splat se déforme en épousant la morphologie de surface du substrat. Son grand diamètre, comparé à la dimension des cratères, engendre un recouvrement de la zone d'impact. De nombreuses petites rugosités du substrat sont recouvertes par la particule. Ce comportement à l'impact est différent lorsque le substrat est sablé plus grossièrement. Les cratères présents en surface sont de plus grande taille. La particule parvient à s'ancrer dans une seule vallée du substrat (Figure 3-26b). Les dimensions du cratère et de la particule sont comparables. La pénétration du splat dans le substrat est donc plus élevée. Le mécanisme d'ancrage d'une particule sur substrat rugueux est étudié plus précisément dans le Chapitre 4 (Partie 2, §2.2.2).

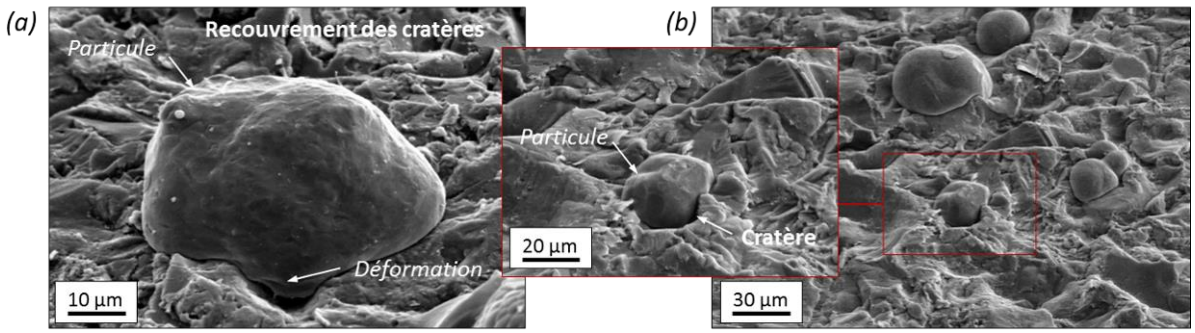


Figure 3-26 : Images MEB en électrons secondaires de particules d'aluminium pur 1050 (30 µm de diamètre moyen) déposées sur substrat d'aluminium 2024-T3 sablé : (a) finement et (b) grossièrement.

3.2.2. Projection de particules fines

La déformation plastique et la pénétration des particules fines dans le substrat sont étudiées par observation au MEB des splats d'aluminium pur 1070 de faible diamètre (10 µm) (Figure 3-27). L'influence de la morphologie du substrat est ainsi évaluée. Comparativement aux particules plus grossières, les cratères de la surface peuvent être remplis par une seule particule. Pour un sablage fin, où les cratères sont de petites dimensions comparés à ceux des surfaces sablés grossièrement, une particule de faible diamètre parvient à s'ancrer dans la rugosité (Figure 3-27a). Cette dernière s'ancre dans le substrat par déformation plastique et se retrouve piégée. Lorsque le sablage est plus grossier, des ancrages sont également identifiables, mais les cratères, de grande taille par rapport au diamètre des particules sont remplis par plusieurs d'entre elles (Figure 3-27b). La profondeur des rugosités de surface favorise ainsi la pénétration de la particule.

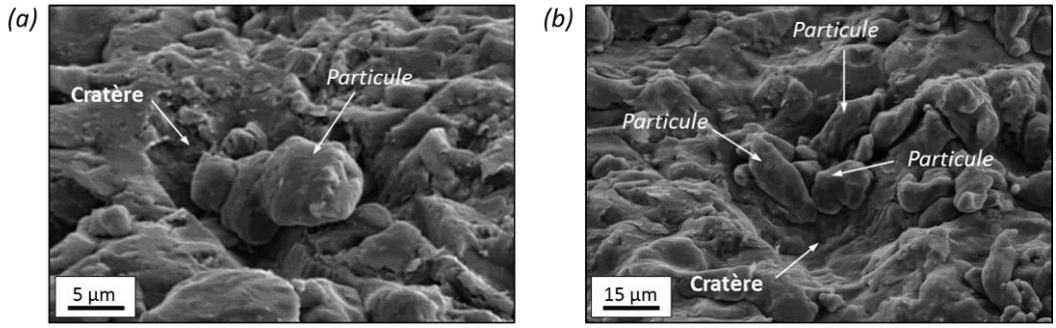


Figure 3-27 : Images MEB en électrons secondaires de particules d'aluminium pur 1070 (10 µm de diamètre moyen) déposées sur substrat d'aluminium 2024-T3 sablé : (a) finement et (b) grossièrement.

L'ancrage mécanique de la particule est un mécanisme déterminant pour l'adhésion particule-substrat. Ce phénomène s'observe particulièrement lorsque la taille de la particule est comparable à celle du cratère, dans lequel la particule vient se loger. Les observations en coupe des splats déposés sur substrats rugueux sont illustrées sur la Figure 3-28. Dans le cas du substrat sablé finement, la petite particule s'ancre parfaitement dans la vallée : on parle alors d'ancrage mécanique de la particule. Ce phénomène s'observe également lorsque les vallées sont de plus grandes dimensions. La faible dureté des particules leur confère une plus grande capacité à se déformer par rapport au substrat. C'est pourquoi, une pénétration jusqu'au fond de la vallée est visible. Pour une particule plus dure que le substrat, cette déformation n'est pas envisageable.

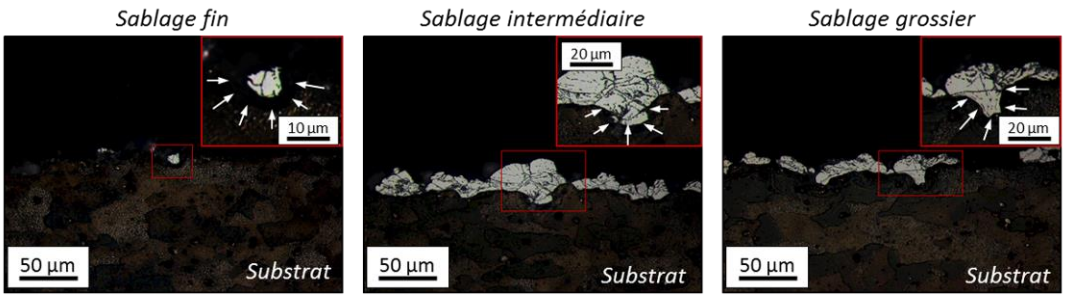


Figure 3-28 : Images optiques en coupe, obtenues avec une attaque chimique « Keller », de l'ancrage mécanique des particules fines d'aluminium pur 1070 en fonction de la morphologie de surface du substrat d'aluminium 2024-T3, les flèches blanches symbolisent la zone d'ancrage d'une particule dans le substrat.

3.3. Influence de l'angle de projection

A l'impact, des jets de matière en périphérie de la particule peuvent être observés. Le choc entre la particule et le substrat se produit à des vitesses proches des 700 $m.s^{-1}$ et influe directement sur la déformation et la pénétration de la particule. Cette vitesse d'impact se distribue suivant la composante normale, responsable de la pénétration de la particule, et suivant la composante tangentielle, responsable des frottements particule-substrat. Quand la particule est projetée avec un angle d'incidence différent de 90°, la composante normale est réduite et l'adhésion de la particule est moindre. L'étude s'attache à mettre en évidence les effets de l'angle d'incidence entre la particule et la surface du substrat.

3.3.1. Incidence normale à la surface

La Figure 3-29 montre une zone du substrat sur laquelle plusieurs particules ont été projetées. Seule une partie d'entre elles a adhéré. Lors du choc, la particule initialement sphérique est aplatie. Un étalement de la particule sur le substrat est observé. Toutefois, la zone inférieure de la particule a un écrasement plus élevé, on parle alors de zone fortement écrouie. Cette zone est directement en contact avec le substrat. Ce dernier est déformé mais la particule l'est davantage du fait de sa plus faible dureté. La périphérie de la particule est définie par une zone extrêmement déformée, appelée jet de matière. Cette zone correspond à des contraintes de cisaillement intenses entre le substrat et la particule (Chapitre 1, §2.3.1.1). Le contour de la particule est défini par une zone extrêmement déformée avec la présence de jets de matière. Cette zone correspond à des contraintes de cisaillement intenses entre le substrat et la particule. Une symétrie est, d'ailleurs, observée dans la déformation de la particule. Les particules ayant rebondi ont, quant à elles, laissé des traces à la surface du substrat comme celles issues d'un martelage de la surface. Enfin, les cratères présents montrent une compression du matériau lors des impacts après rebonds.

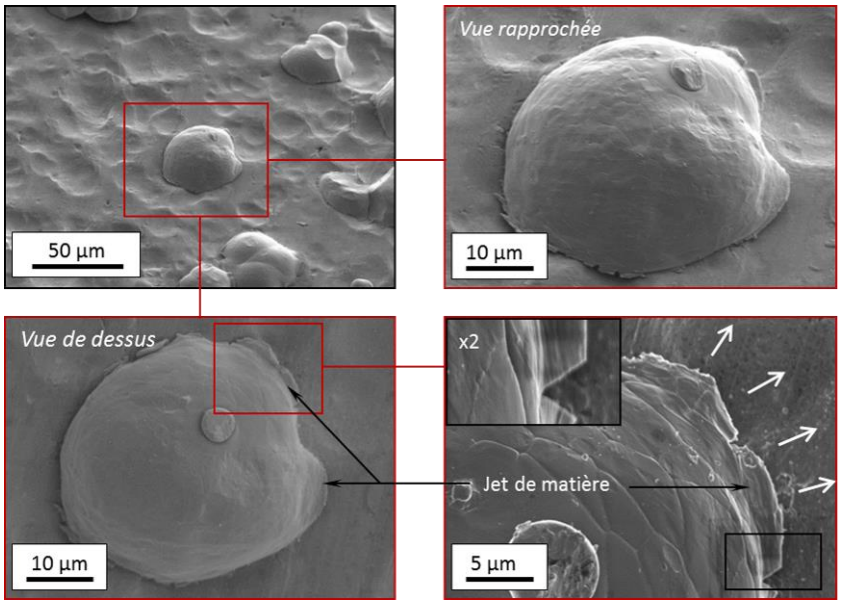


Figure 3-29 : Images MEB en électrons secondaires d'une particule d'aluminium pur 1050 grossière projetée perpendiculairement à la surface d'un substrat d'aluminium 2024-T3 brut.

3.3.2. Angle de projection quelconque

Lorsque la particule projetée rencontre le substrat, les composantes de sa vitesse régissent fortement sa déformation. Dans le cas d'une projection inclinée, la composante tangentielle joue un rôle déterminant. La zone d'impact d'une particule arrivant avec une incidence de 60° est illustrée sur la Figure 3-30. La déformation du substrat est très prononcée tout comme la pénétration du splat.

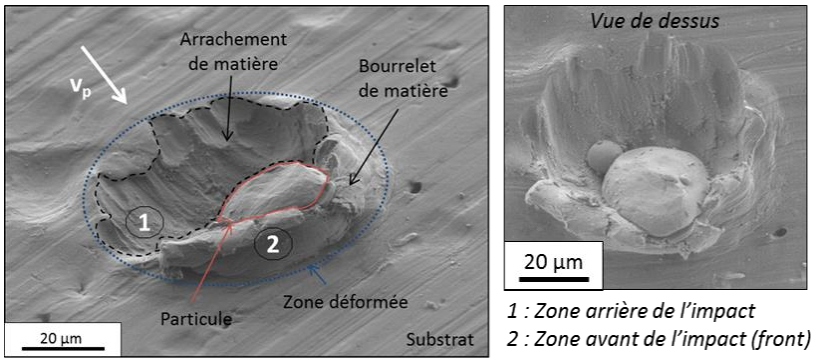


Figure 3-30 : Images MEB en électrons secondaires d'une particule d'aluminium pur 1050 déposée avec un angle de projection de 60° sur substrat d'aluminium 2024-T3 : vue en perspective (à gauche) et vue de dessus (à droite), la flèche blanche représente la direction de la particule avant l'impact.

L'arrachement de matière est tel qu'un bourrelet volumineux en front de la particule est observé. La composante normale de la vitesse de la particule traduit un écrasement du splat ainsi qu'une pénétration dans le substrat. La composante tangentielle, quant à elle, favorise le glissement de la particule. La matière déplacée au cours de l'impact crée une nouvelle interface entre la particule et le substrat. Le comportement en déformation est donc modifié. La Figure 3-31 compare ce cas précis des particules d'aluminium pur 1050 percutant un substrat d'aluminium 2024-T3 sous différents angles.

En observant la morphologie de la particule projetée à respectivement 80°, 70°, 60° et 50°, les bourrelets de matière en front de la zone d'impact, induits par les frottements entre la particule et le substrat, sont augmentés. Ils résultent d'une déformation extrême du substrat. L'enfoncement de la particule dans le substrat est accentué lorsque l'angle d'incidence devient faible. Des bourrelets de matière apparaissent aussi en front de particule. A l'arrière de la zone d'impact, un vide est laissé par le glissement de la particule sur le substrat.

Si un étalement prononcé de la particule est observé pour une incidence normale, le phénomène évolue pour une projection inclinée. Le substrat se déforme comparativement au splat. Pour un angle d'incidence faible (50°), la particule érode la surface du substrat en s'enfonçant significativement. Cependant, elle a tendance à venir rebondir sans adhérer. La forme arrondie de la particule proche de la zone d'impact se traduit par une faible déformation plastique. Du fait de sa plus faible déformation, la particule possède une surface de contact à l'interface particule-substrat plus petite. Il n'y a plus d'étalement majeur du splat à sa périphérie. Une faible incidence des particules amène un écrouissage prononcé de la surface du substrat, avec une déformation élevée. Le phénomène inverse se produit lorsqu'on se rapproche d'une projection perpendiculaire. Les flèches blanches sur les vues de dessus symbolisent les mouvements plastiques induits par la particule induit au substrat lors de l'impact, créant ainsi des déplacements de matière. De plus, la différence entre l'enfoncement du substrat et la hauteur du bourrelet de matière engendré est plus marquée quand l'angle de projection est faible, comme illustré par la vue en coupe des particules.

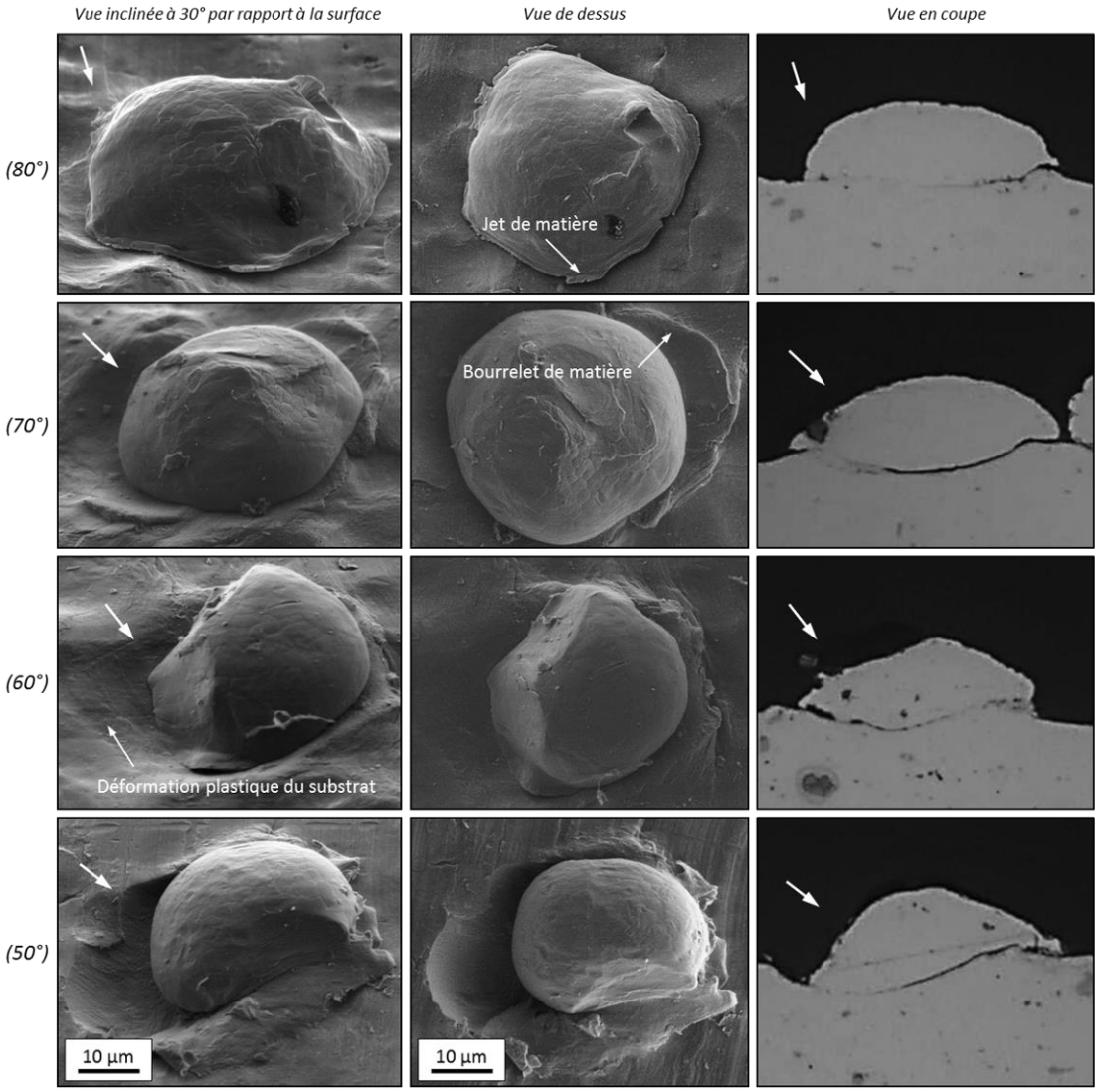


Figure 3-31 : Images MEB en électrons secondaires, en vue inclinée à 30° (à gauche), en vue de dessus (au milieu) et images optiques en coupe (à droite) d'une particule d'aluminium pur 1050 projetée respectivement à 80°, 70°, 60° et 50° par rapport à la surface du substrat d'aluminium 2024-T3, les flèches blanches représentent la direction de la particule avant l'impact.

4. Paramètres physiques de l'impact

Lors du procédé cold spray, les particules sont propulsées et rencontrent le substrat avec une certaine énergie cinétique et une certaine température. Ces dernières influent sur la déformation plastique des particules et sur la morphologie de l'interface revêtement-substrat. L'adhérence du revêtement est, notamment, dépendante des liaisons mécaniques avec le substrat. Un ancrage mécanique des premières particules déposées améliore sensiblement cette adhérence [CHR11]. La pénétration des particules dans le substrat est, certes, régie par la dureté de celui-ci [YIN11-1] mais l'est incontestablement par la vitesse des particules. Des travaux sont menés depuis longtemps pour déterminer les vitesses des particules atteintes en cold spray [JOD05]. Celles-ci sont déterminantes dans la simulation d'impact pour transcrire les déformations plastiques se produisant à l'impact (Chapitre 5). Dans cette partie, sont caractérisés le flux des particules projetées ainsi que le substrat au moment de l'impact, à l'aide des techniques présentées dans le Chapitre 2 (§2.5.1). Le jet de poudre est analysé avec le système DPV 2000. Il permet un comptage et une détermination des vitesses et des tailles des particules projetées.

Jouant un rôle majeur dans la déformation plastique des particules, leur température n'est pas accessible expérimentalement pour le procédé cold spray. Une élévation de la température de la particule accroît sa viscosité et favorise son étalement à l'impact [YIN13]. La température de la particule est déterminée à l'aide d'un modèle analytique, présenté dans le Chapitre 2 (§2.5.2), et la température du substrat est mesurée grâce à des thermocouples (Chapitre 2, §2.4). La variation des paramètres de projection tels que le nombre de passages de la buse ou la température de gaz, est ainsi évaluée. Ces mesures sont effectuées pour des projections à une pression de gaz de 3 MPa et une température de gaz de 300°C. La distance de projection est, quant à elle, fixée à 30 mm. La projection d'aluminium implique l'utilisation de la buse polymère pour limiter les phénomènes de colmatage (Chapitre 2, §2.1.3). Les paramètres employés sont issus de l'optimisation du rendement et de la microstructure des revêtements d'aluminium pur, déterminée dans le Chapitre 3 (§2.1).

4.1. Détermination de la vitesse d'impact

Parce que la vitesse de la particule est liée à sa position dans le jet [GIL99], la mesure de sa vitesse d'impact est réalisée par l'établissement d'une cartographie du flux de poudre. A l'inverse d'une projection classique, les projections pour des mesures par DPV 2000 sont effectuées sans substrat. Cette configuration amène à une légère surestimation de la vitesse, de l'ordre de 20% [JOD06]. En effet, l'onde de choc du gaz [PAT08], se produisant lors de l'impact avec le substrat, ne peut avoir lieu. La cinétique des particules n'est donc pas perturbée par le substrat. De nombreuses études ont été menées pour déterminer la vitesse des particules en cold spray, soit par voie expérimentale [WU05] [FUKO6], soit par voie numérique [GRU04-2].

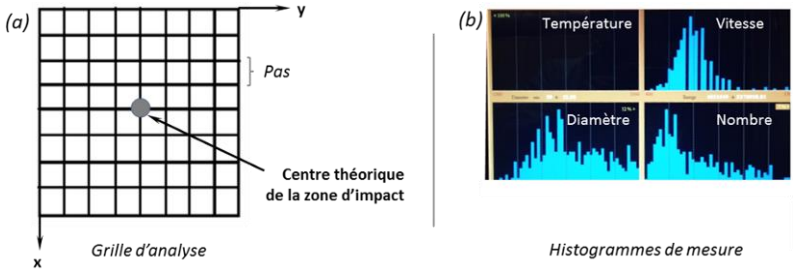


Figure 3-32 : (a) Grille d'analyse pour une cartographie par DPV 2000 et (b) histogrammes de mesure en vitesse, en taille et en nombre des particules projetées.

L'acquisition des points de mesure est réalisée au centre du jet de particules, sur une zone de 14 x 14 mm² avec un pas de 2 mm (soit 64 points) et un temps d'acquisition de 15 secondes par point (Figure 3-32). La poudre analysée est de morphologie sphérique. Cette dernière étant bénéfique pour l'obtention d'une microstructure dense du revêtement (Chapitre 3, §2.2).

4.1.1. Répartition des particules dans le jet

Les résultats de la mesure montrent une répartition des particules en nombre sous la forme d'une gaussienne (Figure 3-33). L'intégralité du jet est analysée car dans la zone périphérique, le nombre de particules n'excède pas les deux cents, soit 10% du maximum mesuré. Le diamètre du jet est estimé à 12 mm. Un léger décentrage est observé : la position du centre, point où la valeur en nombre est maximale, se situe en (1;-1) par rapport au centre théorique (0,0). Ses coordonnées sont utiles pour l'interprétation des mesures de vitesse.

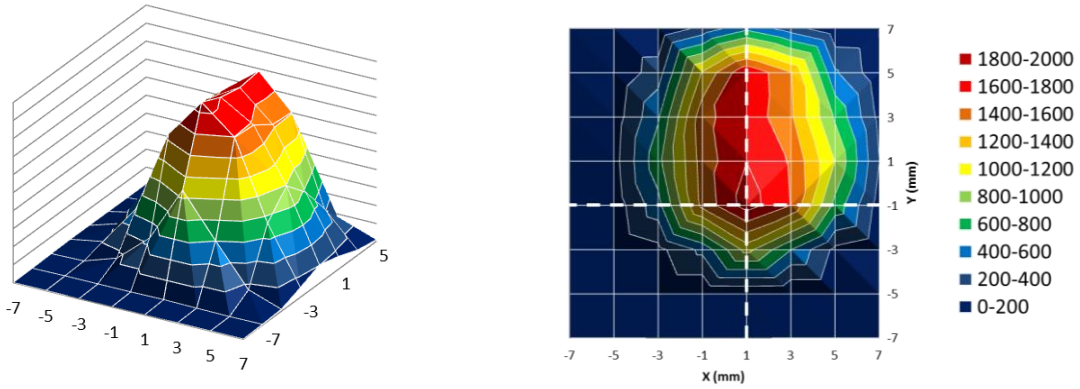


Figure 3-33 : Vue 3D et vue de dessus de la cartographie en nombre des particules d'aluminium pur 1050 grossières et sphériques (30 µm) dans un jet cold spray.

4.1.2. Répartition de la vitesse des particules

Dans la continuité de la caractérisation du flux de poudre, le champ de vitesse est étudié en fonction de la position dans le jet (Figure 3-34). Le point central est fidèle à celui déterminé précédemment. En effet, les vitesses maximales sont comprises entre 700 et 750 $m.s^{-1}$ pour la position (1;-1). Lorsque les particules sont peu nombreuses, c'est-à-dire en périphérie du jet, les vitesses sont plus faibles. Avec un diamètre moyen estimé à 35 µm par granulométrie laser (Chapitre 2, §1.1.4), la poudre possède une vitesse suffisamment élevée (supérieure à sa vitesse critique) pour adhérer et s'ancrer dans le substrat. Les plus fortes vitesses sont dues à l'écoulement gazeux dans la buse de projection, qui est plus intense au centre [HUA14]. Les effets de bord ralentissent les particules qui rencontrent le substrat avec une plus faible vitesse. Les particules plus fines, de plus petit diamètre, ont une énergie cinétique plus élevée que les particules plus grosses. De plus, les particules fines s'écoulent plus difficilement dans le flux de poudre. La quantité mesurée n'excède pas quatre cents particules au centre du jet.

En effectuant une moyenne des mesures sur l'ensemble de la zone analysée, la vitesse des particules est représentée en fonction de la position par rapport au centre du jet, au point (1;-1). La Figure 3-35 montre une vitesse bien plus élevée au centre avec une décroissance progressive sur les bords. Au cœur du jet, l'incertitude de mesure reste faible. En s'éloignant du centre, un écart-type plus élevé traduit l'instabilité du flux gazeux.

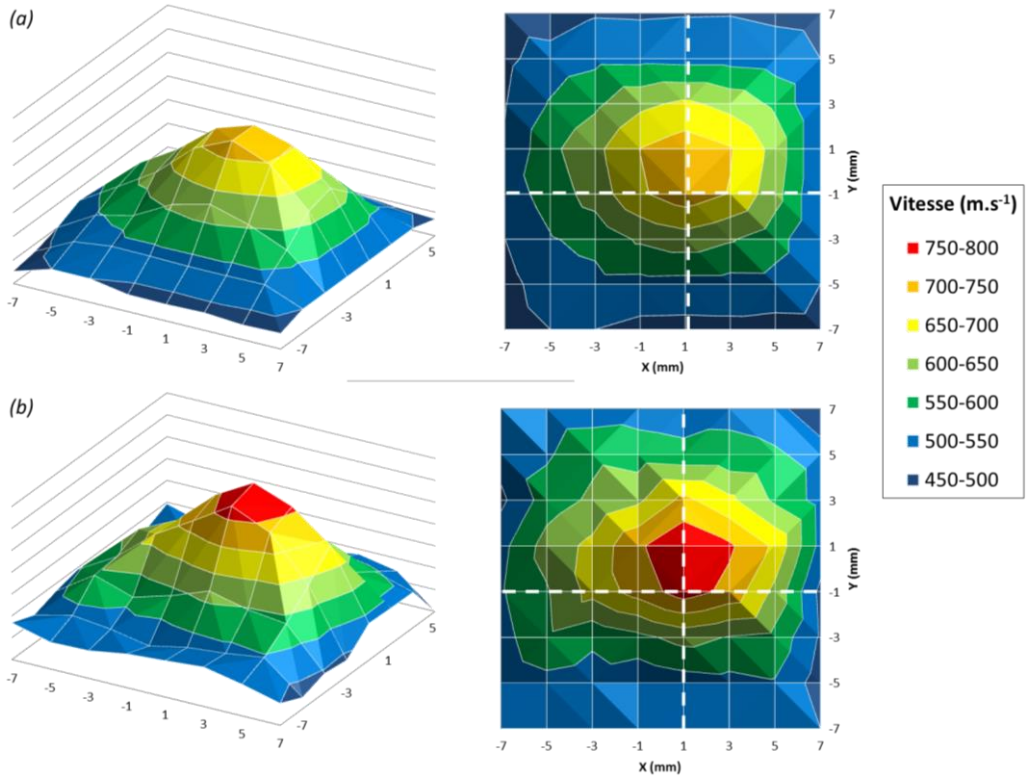


Figure 3-34 : Vue 3D et vue de dessus de la cartographie des vitesses des particules d'aluminium pur (a) 1050 grossières et sphériques (30 µm) et (b) 1070 fines (10 µm) dans un jet cold spray.

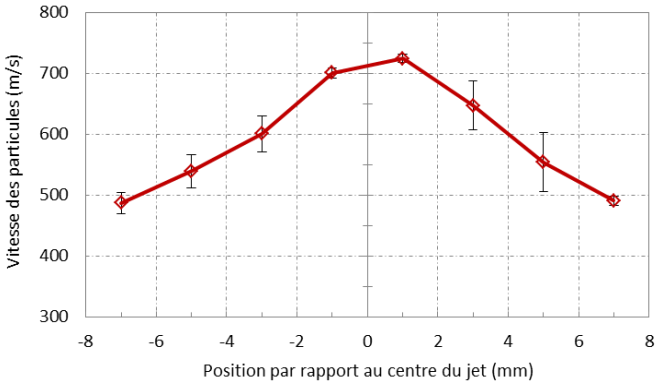


Figure 3-35 : Evolution de la vitesse des particules d'aluminium pur 1050 grossières et sphériques (30 µm) dans le jet cold spray depuis le centre jusqu'en périphérie.

4.1.3. Dispersion granulométrique des particules

Les particules plus fines, avec un diamètre plus petit, ont une vitesse plus élevée que les particules plus grosses, comme il a été démontré dans le §4.1.2. Ici, l'analyse de la dispersion granulométrique de la poudre est effectuée (Figure 3-36). Une couronne, constituée des particules de fort diamètre, soit supérieur à 30 µm, est observée en périphérie du jet. Les particules les plus fines, c'est-à-dire dont le diamètre est de 25 µm, se retrouvent au cœur du jet. Ces particules sont difficilement détectables par DPV 2000, ce qui ne permet pas de conclure sur une vraie distribution granulométrique de la poudre dans le jet. Cette répartition granulométrique confirme néanmoins les mesures de vitesse précédentes : les vitesses, plus élevées au cœur du jet, sont mesurées pour les particules fines (§4.1.2).

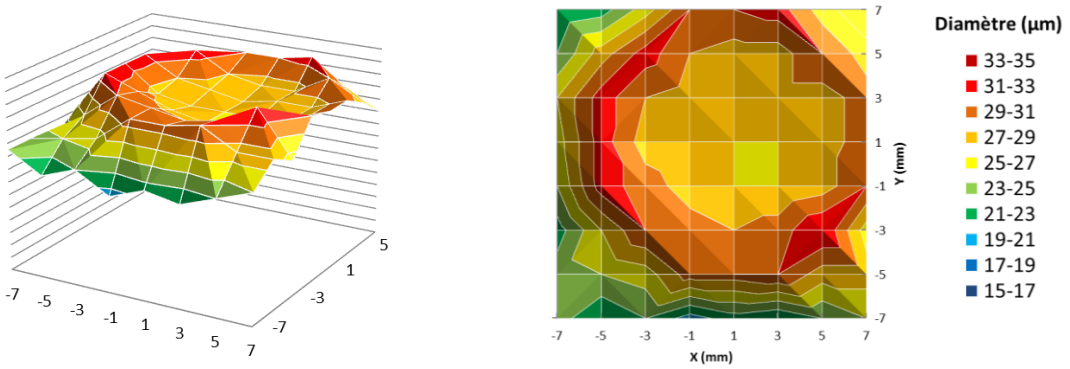


Figure 3-36 : Vue 3D et vue de dessus de la cartographie de la taille de particules d'aluminium pur 1050 grossières et sphériques (30 µm) dans un jet cold spray.

4.1.4. Corrélation entre la vitesse, la taille et la morphologie des particules

Les résultats précédents montrent que les fines particules se trouvent de manière privilégiée au cœur du jet de poudre, tandis que les plus grossières le sont à la périphérie. De même, les vitesses atteintes au centre du jet sont les plus élevées. Une étude parallèle de la poudre d'aluminium pur 1050 de morphologie irrégulière est menée. Les particules irrégulières ont une surface plus grande que les particules sphériques pour un même diamètre. Des vitesses plus élevées sont obtenues pour ces particules irrégulières, comparé aux sphériques. Cette conclusion avait déjà été mise en avant par les travaux de Ning [NIN07]. La corrélation entre le diamètre, la vitesse et la morphologie des particules permet d'identifier les facteurs déterminants dans la déformation plastique des particules, au moment de l'impact. Le diamètre et la sphéricité des particules influent directement sur leur vitesse (Figure 3-37a). Les poudres fines vont sensiblement plus vite que les plus grossières mais sont bien moins nombreuses. Le débit de poudre est alors moins intense, malgré une énergie cinétique plus élevée.

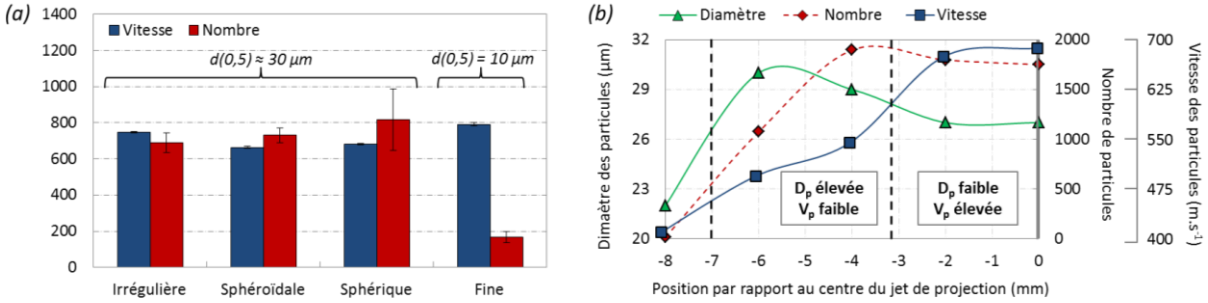


Figure 3-37 : (a) Corrélation entre la taille, la morphologie et la vitesse des particules au centre du jet et (b) répartition de la vitesse des particules sphériques (de 30 µm de diamètre moyen), de leur nombre et de leur diamètre en fonction de la position par rapport au centre du jet cold spray.

Dans le flux de poudre, les particules ont des vitesses et des diamètres différents suivant leur position dans le jet. Sur la Figure 3-37b, la relation entre la vitesse et le diamètre des particules est exposée. Une élévation croissante de la vitesse au centre du jet est mise en évidence. Les particules s'y trouvant ont un diamètre moyen de 26 µm et sont plus nombreuses. A la périphérie de la tache du jet, les particules constituant la couronne possèdent des diamètres plus élevés qu'au centre du jet (compris entre 28 et 32 µm, §4.1.3) et leurs vitesses sont plus faibles. Au-delà de cette couronne, la vitesse des particules diminue encore et leur nombre se réduit sensiblement.

4.2. Détermination de la température de la particule à l'impact

Expérimentalement, la fixation de thermocouples sur la face arrière du substrat, pendant la projection, permet d'estimer la température à la surface d'impact. Les métaux sont de très bons conducteurs thermiques et les températures mesurées peuvent être assimilées à celles de la face en contact du gaz chaud. Cette valeur est à comparer avec celle de la particule qui, elle, ne peut être accessible que par la voie numérique. Un modèle analytique, développé spécialement, est présenté dans le Chapitre 2 (§2.5.2).

4.2.1. Influence des paramètres cold spray

Une étude, via la simulation analytique, de la température et de la pression de gaz est réalisée (Figure 3-38). Le diamètre de la particule est fixé à 20 µm et la distance de projection à 30 mm. Si la température de gaz augmente sensiblement la vitesse de la particule, elle accroît également sa température dans le jet. L'énergie apportée par la chaleur du gaz est en partie transférée à la particule, qui s'échauffe dans le jet. A l'inverse, la pression de gaz n'a aucune influence sur la température de la particule.

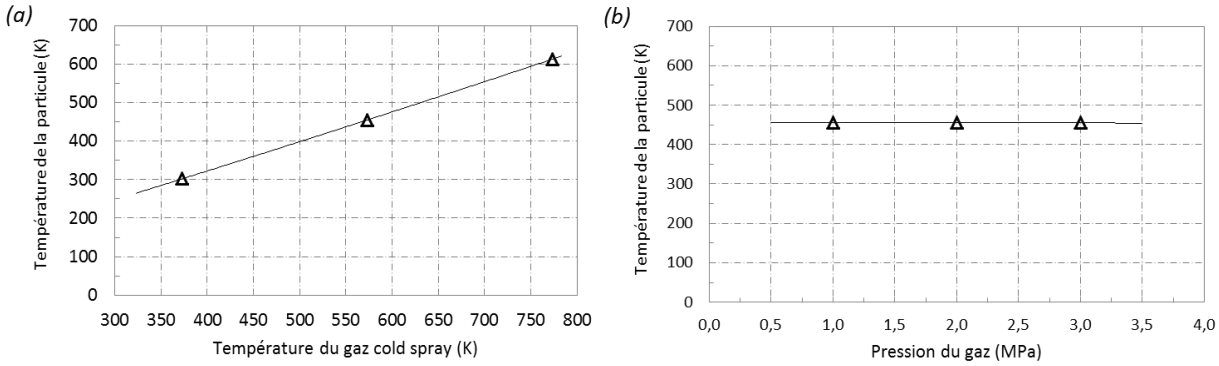


Figure 3-38 : Evolution de la température de la particule (de 20 µm de diamètre) à l'impact en fonction (a) de la température et (b) de la pression du gaz cold spray pour une distance de projection de 30 mm.

4.2.2. Influence de la distance de projection

Les énergies thermique et cinétique du jet de particules s'essoufflent en s'éloignant du col d'étranglement de la buse. L'inertie thermique opère et entraîne la chute de la température. La vitesse de la particule augmente avec la distance de projection (Figure 3-39). La vitesse atteint un maximum à partir d'une certaine distance [RAL11] où le rendement est maximal. Cette optimisation de la distance de projection doit être réalisée en fonction du matériau projeté et dépend de la géométrie de la buse (rapport d'expansion et longueur de la partie divergente).

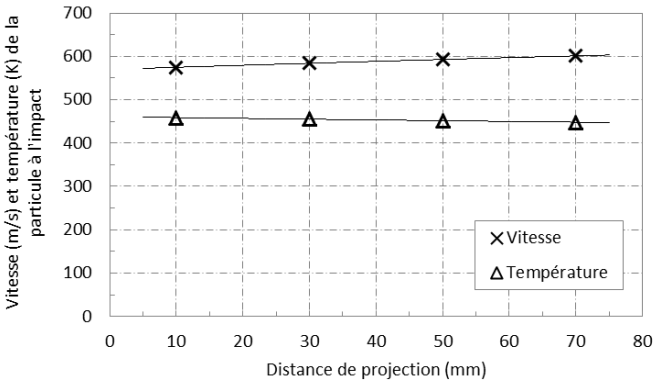


Figure 3-39 : Evolution de la température de la particule (de 20 µm de diamètre) à l'impact en fonction de la distance de projection pour une pression du gaz de 3 MPa et une température de gaz de 573 K.

4.2.3. Influence du diamètre des particules

Grâce à l'analyse de la vitesse des particules par DPV 2000, il a été montré que les particules les plus fines atteignaient une vitesse plus élevée que les autres (§4.1.2). Cette conclusion est confortée par le modèle utilisé ici (Figure 3-40). En outre, la température de la particule chute également avec l'augmentation de son diamètre. En effet, l'énergie nécessaire pour chauffer un volume donné est d'autant plus élevée que ce volume est grand. Par conséquent, une grosse particule chauffe moins rapidement qu'une plus petite. Le temps de séjour dans le jet de poudre est donc déterminant.

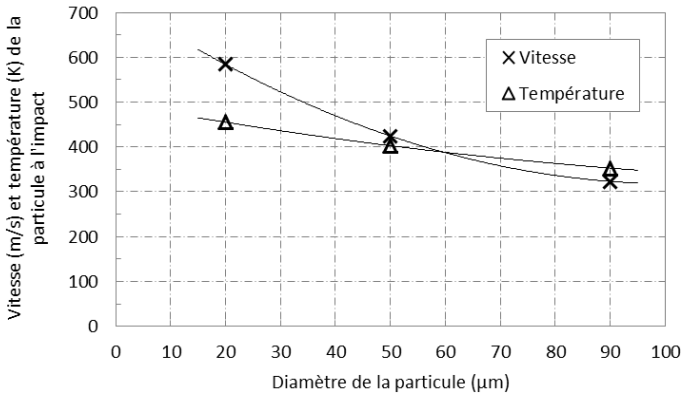


Figure 3-40 : Evolution de la température de la particule à l'impact en fonction de son diamètre pour une pression de gaz de 3 MPa, une température de gaz de 573 K et une distance de projection de 30 mm.

4.3. Détermination de la température du substrat à l'impact

La déformation plastique de la particule se faisant de manière privilégiée pour des hautes températures, les températures de projection et du substrat sont déterminantes. Les champs de température radialement et axialement à la surface du substrat, pour une projection d'aluminium, ont été étudiés [YIN11-2] (Figure 3-41). La simulation a révélé une décroissance de la température en s'éloignant du centre du jet.

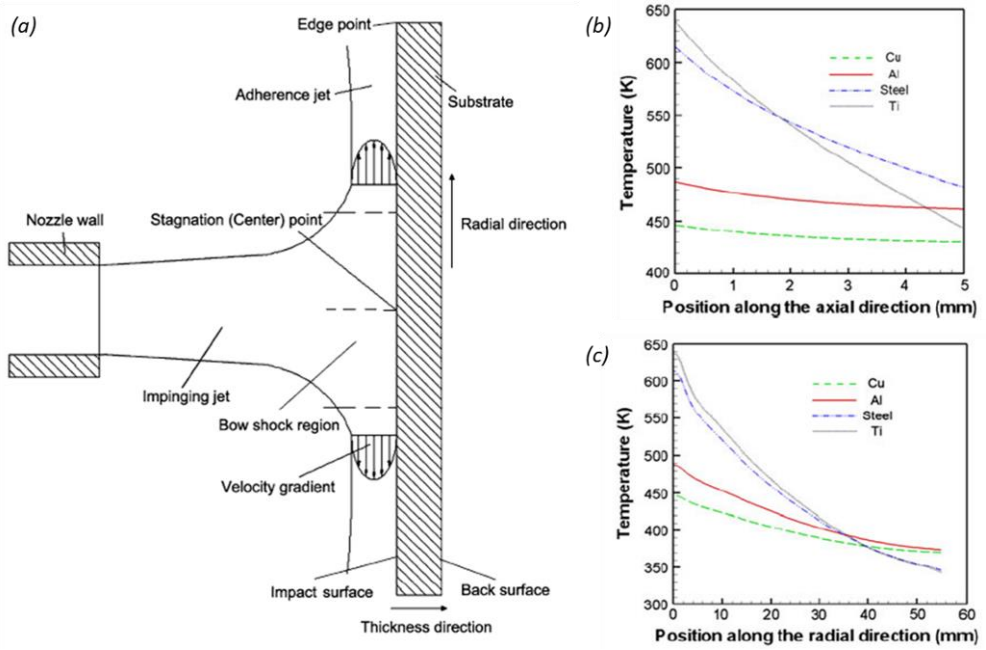


Figure 3-41 : (a) Schéma du flux gazeux et répartition (b) axiale et (c) radiale de la température du substrat par rapport au centre du jet pour une distance de projection de 30 mm [YIN11-2].

Ici, différentes analyses de la température du substrat sont réalisées en fonction des paramètres de projection. Lorsque la pression et la température du gaz cold spray sont fixes, elles valent respectivement 3 MPa et 300°C. La distance de projection est figée et vaut 30 mm.

4.3.1. Influence de l'épaisseur du revêtement

Afin d'évaluer l'influence de l'épaisseur du revêtement sur la température en face arrière du substrat, vingt passages de la buse sont réalisés : une fois avec de la poudre dans le flux gazeux, une fois sans poudre (Figure 3-42). La présence de particules dans le flux gazeux ne semble pas avoir d'effet sur la température de la face arrière du substrat pour de faibles épaisseurs déposées. Néanmoins, un écart se crée avec l'augmentation du nombre de passages de la buse. En effet, le revêtement déposé possède une certaine épaisseur qui atténue la conduction de la chaleur dans le matériau. Plus cette épaisseur augmente, plus la conduction est lente. L'influence de l'épaisseur du revêtement est ainsi identifiée. La perte de température pour vingt passages, où l'épaisseur du revêtement avoisine le millimètre, est estimée à 20°C. Pour s'affranchir de l'effet de l'épaisseur du revêtement, les prochaines mesures sont réalisées avec une projection sans poudre, où seul le gaz sous pression chauffe le substrat.

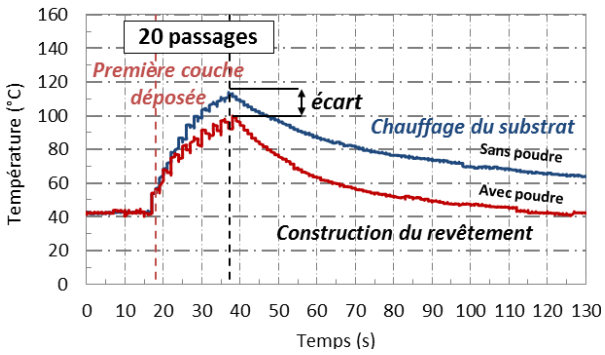


Figure 3-42 : Evolution de la température en face arrière du substrat au centre du jet pour vingt passages de la buse, avec ou sans poudre dans le flux gazeux.

4.3.2. Influence de la température de gaz

Si la température de gaz influe fortement sur la vitesse des particules, son augmentation engendre un échauffement de la surface du substrat et lui confère une sensibilité plus élevée à la déformation. La variation de la température du gaz cold spray est étudiée afin d'en mesurer l'effet sur l'échauffement du substrat. Les mesures sont effectuées en point fixe, c'est-à-dire avec une position de la buse et du substrat fixe. De plus, le temps d'analyse est déterminé par le moment où un palier de température est atteint. Autrement dit, à partir d'un certain temps, la variation de température s'arrête et le maximum est mesuré. Les thermocouples relèvent une température plus élevée au centre du jet. Cette dernière s'atténue en s'éloignant (Figure 3-43).

De plus, l'énergie thermique du gaz n'est que partiellement transférée au substrat car les valeurs de température relevées sont bien inférieures à celles du gaz. Pour une projection de gaz à 300°C, la température mesurée en face arrière du substrat n'excède pas 170°C au centre du jet. Cette position est le point le plus chaud : les vitesses d'écoulement y sont les plus élevées.

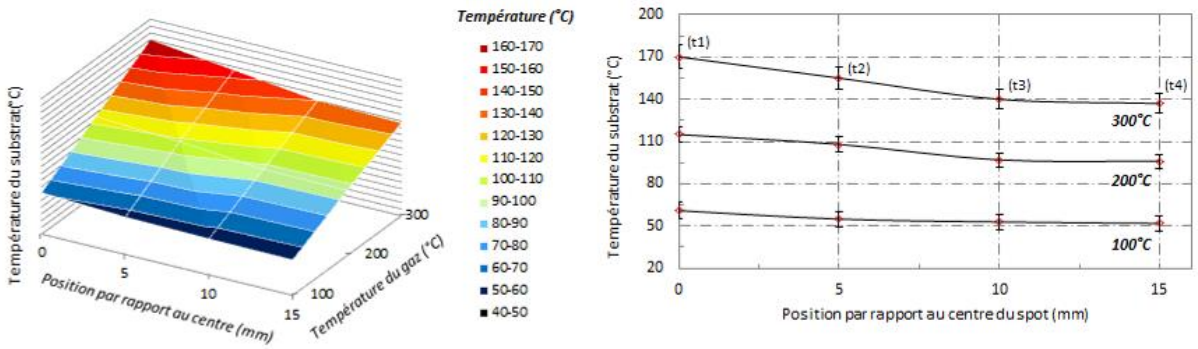


Figure 3-43 : Evolution de la température mesurée en face arrière du substrat pour une variation de la température du gaz cold spray en fonction de la position par rapport au centre du jet.

4.3.3. Influence du nombre de passages de buse

Une mesure de la température du substrat, en point fixe, n'est pas nécessairement représentative de la cinétique, lors de l'élaboration du revêtement. Pour réaliser un revêtement suffisamment épais, il faut multiplier le nombre de passages de la buse. Si la vitesse d'éclairement est relativement rapide (0,2 $m.s^{-1}$), un échauffement du substrat se produit et est d'autant plus élevé que le nombre de passages de la buse cold spray est grand (Figure 3-44). Etudier le comportement thermique du substrat en fonction du nombre de passages révèle l'obtention d'un palier maximal de température pour une centaine de passages de la buse. La température, relevée sur le substrat au centre du jet et mesurée par le thermocouple t1, avoisine 110°C pour une série de vingt passages et 160°C pour cent passages de la buse.

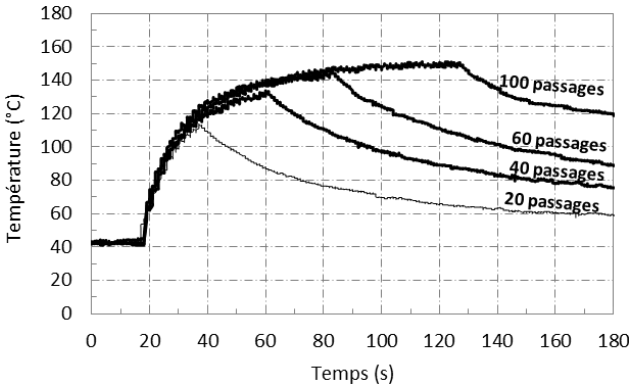


Figure 3-44 : Evolution de la température en face arrière du substrat au centre du jet en fonction du nombre de passages de la buse.

Conclusion sur l'élaboration des revêtements d'aluminium

La préparation de surface des substrats d'aluminium 2024-T3 joue un rôle prépondérant dans leur morphologie de surface. Les impacts multiples, créés par projection de corindon et de carboglace, induisent des cratères à la surface, caractéristiques des surfaces aléatoires. Dans le cas du sablage, la granulométrie du corindon modifie la topographie de surface. La morphologie de l'interface revêtement-substrat permet aux particules de pénétrer plus profondément dans le substrat, favorisant ainsi l'ancrage mécanique des particules. Ce phénomène est d'autant plus vrai que la granulométrie des particules projetées est fine. La rugosité du substrat contribue fortement à retenir les particules qui viennent s'y écraser. Une étude, visant à caractériser la déformation plastique des particules sur des surfaces dont la morphologie est très chaotique, comme celles obtenues par sablage, permettrait d'appréhender les mécanismes d'adhésion entre les particules et le substrat. Pour cela, une analyse topographique des surfaces sablées est envisagée dans le Chapitre 4 afin de caractériser les rugosités du substrat (Partie 1) et celle de l'interface revêtement-substrat (Partie 2). La rugosité générée par le sablage de ce dernier est homogène sur l'ensemble de la surface, contrairement à la projection de carboglace. Cela permet aux particules de s'ancrer dans le substrat en fonction de leur diamètre et de la dimension des rugosités. Ces raisons amènent à retenir la modification de surface par sablage avec trois niveaux de rugosité, dans la suite de l'étude. Une caractérisation de la déformation plastique du système particule-substrat plan a été réalisée et permet d'appréhender les mécanismes mis en jeu.

Les analyses microstructurales des revêtements d'aluminium pur ont été réalisées pour différentes conditions de projection sur substrats plans. Qu'il s'agisse d'un empilement de particules (revêtement) ou de particules élémentaires (splats), l'influence des paramètres de projection (pression et température de gaz notamment), de la morphologie des particules de poudre ou encore de l'angle de projection, a été mise en évidence. La déformation de la surface du substrat par la pénétration des particules dans celui-ci, le gradient de densité dans l'épaisseur du revêtement et le rendement du procédé cold spray ont été évalués en fonction des paramètres et des conditions de projection.

Si la déformation plastique des particules à l'impact varie suivant les conditions de projection, une caractérisation des particules en vol, juste avant l'impact, a été entreprise. En effet, la vitesse de la particule, sa température et celle du substrat sont autant de paramètres physiques qui régissent la déformation du substrat et, a fortiori, l'adhésion des particules. Ces paramètres servent de conditions initiales à la simulation de l'impact d'une particule réalisée dans le Chapitre 5. L'influence de plusieurs paramètres, comme la morphologie et la granulométrie des particules sur la vitesse atteinte en vol, a été mise en évidence. Enfin, les effets de la distance de projection, de la température de gaz, de la pression du gaz cold spray ou encore du diamètre des particules sur sa température avant leur impact sur le substrat, ont été démontrés.

Références bibliographiques

[AJD05] AJDELSZTAJN L., JODOIN B., KIM G.E., SCHOENUNG J.M. *Cold spray deposition of nanocrystalline aluminum alloys*, Metallurgical and Materials Transactions A, 36A, 2005, p. 657-666

[ASS03] ASSADI H., GARTNER F., STOLTENHOFF T., KREYE H., *Bonding mechanism in cold gas spraying*, Acta Materialia, 51, 2003, p. 4379-4394

[ASS11] ASSASI H., SCHMIDT T., RICHTER H., KLIEMANN J.-O., BINDER K., GARTNER F., KLASSEN T., KREYE H., *On parameter selection in cold spraying*, Journal of Thermal Spray Technology, 20(6), 2011, p. 1161-1176

[BIN11] BINDER K., GOTTSCHALK J., KOLLENDA M., GARTNER F., KLASSEN T., *Influence of impact angle and gas temperature on mechanical properties of titanium cold spray deposits*, Journal of Thermal Spray Technology, 20(1-2), 2011, p. 234-242

[CHA05] CHAMPAGNE V.K., HELFRITCH D., LEYMAN P., GRENDAHL S., KLOTZ B., *Interface material mixing formed by the deposition of copper on aluminum by means of the cold spray process*, Journal of Thermal Spray Technology, 14, 2005, p. 330-334

[CHR11] CHRISTOULIS D.K., GUETTA S., GUIPONT V., JEANDIN M., *The influence of the substrate on the deposition of cold-sprayed titanium: an experimental and numerical study*, Journal of Thermal Spray Technology, 20(3), 2011, p. 523-533

[CIN13] CINCA N., REBLED J.M., ESTRADE S., PEIRO F., FERNANDEZ J., GUILEMANY J.M., *Influence of the particle morphology on the cold gas spray deposition behavior of titanium on aluminum light alloys*, Journal of Alloys and Compounds, 554, 2013, p. 89-96

[DES13] DESCURNINGES L.-L., *Influence de l'oxydation des particules de poudres de tantale sur les propriétés des dépôts cold spray*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Décembre 2013

[FUKO6] FUKANUMA H., OHNO N., SUN B., HUANG R., *In-flight particle velocity measurements with DPV-2000 in cold spray*, Surface & Coatings Technology, 201, 2006, p. 1935-1941

[GRI15] GRIGORIEV S., OKUNKOVA A., SOVA A., BERTRAND P., SMUROV I., *Cold spraying: from process fundamentals towards advanced applications*, Surface & Coatings Technology, 268, 2015, p. 77-84

[GRU04-2] GRUJICIC M., ZHAO C.L., TONG C., DEROSSET W.S., HELFRITCH D., *Analysis of the impact velocity of powder particles in the cold-gas dynamic-spray process*, Materials Science and Engineering, 368, 2004, p. 222-230

[HUA14] HUANG G., GU D., LI X., XING L., WANG H., *Numerical simulation on syphonage effect of laval nozzle for low pressure cold spray system*, Journal of Materials Processing Technology, 214(11), 2014, p. 2497-2504

[JOD06] JODOIN B., RALETZ F., VARDELLE M., *Cold spray modeling and validation using an optical diagnostic method*, Surface and Coatings Technology, 200 (14-15), 2006, p. 4424-4432

[KIN10] KING P.C., JAHEDI M., *Relationship between particle size and deformation in the cold spray process*, Applied Surface Science, 256(6), 2010, p. 1735-1738

[KLI06] KLINKOV S.V., KOSAREV V.F., *Measurements of cold spray deposition efficiency*, Journal of Thermal Spray Technology, 15(3), 2006, p. 364-371

[KON07] KONG C.Y., CARROLL P.A., BROWN P., SCUDAMORE R.J., *The effect of average powder particle size on deposition efficiency, deposit height and surface roughness in the direct laser deposition process*, in: Proceeding 14th International Conference on Joining of Materials, 29 April-2 May, Helsingor, Denmark, 2007

[LEE08] LEE H., SHIN H., LEE S., KO K., *Effect of gas pressure on Al coatings by cold gas dynamic spray*, Materials Letters, 62, 2008, p. 1579-1581

[LI03] LI C.-J., LI W.-Y., WANG Y.-Y., *Effect of spray angle on deposition characteristics in cold spraying*, in: Thermal Spray 2003: Advancing the Science & Applying the Technology, ed. C. Moreau and B. Marple, ASM International, 2003, p. 91-96

[LI07-2] LI G., WANG X.-F., LI W.-Y., *Effect of different incidence angles on bonding performance in cold spraying*, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 17, 2007, p. 116-121

[MAL13] MALACHOWSKA A., WINNICKI M., PAWLOWSKI L., PATEYRON B., AMBROZIAK A., SOKOLOWSKI P., *Oxidation of titanium particles during cold gas dynamic spraying*, in: Proceedings of the 2013 COMSOL Conference, Rotterdam, 2013

[MEL97] MELLALI M., GRIMAUD A., LEGER A. C., FAUCHAIS P., LU J., *Alumina grit blasting parameters for surface preparation in the plasma spraying operation*, Journal of Thermal Spray Technology, (6), 1997, p. 217-227

[MEN11] MENG X., ZHANG J., ZHAO J., LIANG Y., ZHANG Y., *Influence of gas temperature on microstructure and properties of cold spray 304SS coating*, Journal of Materials Science and Technology, 27(9), 2011, p. 809-815

[NIN07] NING X.J., JANG J.A., KIM H.J., *The effects of powder properties on in-flight particle velocity and deposition process during low pressure cold spray process*, Applied Surface Science, 253, 2007, p. 7449-7455

[PAT08] PATTISON J., CELOTTO S., KHAN A., O'NEIL W., *Standoff distance and bow shock phenomena in the cold spray process*, Surface & Coatings Technology, 202, 2008, p. 1443-1454

[RAL11] RALETZ F., EZO'O G., GERMAIN S., VARDELLE M., MARIAUX G., *Optimisation de la distance de tir en projection cold spray*, Mécanique & Industries, 12, 2011, p. 533-537

[ROS06] DE ROSSET W.S., *Modeling impacts for cold-gas dynamic spray*, Rapport ARL-TR-3890, Army Research Laboratory, 2006, 32 p.

[SCH06] SCHMIDT T., GARTNER F., ASSADI H., KREYE H., *Development of a generalized parameter window for cold spray deposition*, Acta Materialia, 54(3), 2006, p. 729-742

[WU05] WU J., FANG H., YOON S., KIM H., LEE C., *Measurement of particle velocity and characterization of deposition in aluminum alloy kinetic spraying process*, Applied Surface Science, 252, 2005, p. 1368-1377

[YIN11-1] YIN S., WANG X.-F., LI W.Y., JIE H.-E., *Effect of substrate hardness on the deformation behavior of subsequently incident particles in cold spraying*, Applied Surface Science, 257, 2011, p. 7560-7565

[YIN11-2] YIN S., WANG X., LI W., GUO X., *Examination on substrate preheating process in Cold Gas dynamic spraying,* Journal of Thermal Spray Technology, 20, 4, 2011, p. 852-859

[YIN14] YIN S., LIU Q., LIAO H., WANG X., *Effect of injection pressure on particle acceleration, dispersion and deposition in cold spray*, Computational Materials Science, 90, 2014, p. 7-15

[WIG87] WIGREN J., *Grit blasting as surface preparation before plasma spraying*, in: Thermal Spray : Advances in Coatings Technology, ed. D.L. Houck, ASM International, 1987, p. 99-104

[WIN15] WINNICKI M., MALACHOWSKA A., DUDZIK G. et al., *Numerical and experimental analysis of copper particles velocity in low-pressure cold spraying process*, Surface & Coatings Technology, 268, 2015, p. 230-240

[ZIE14] ZIEMIAN C.W., SHARMA M.M., BOUFFARD B.D., et al., *Effect of substrate surface roughening and cold spray coating on the fatigue life of AA2024 specimens*, Materials and Design, 54, 2014, p. 212-221

Chapitre 4 : Approche globale de la morphologie de l'interface

SOMMAIRE

CHAPITRE 4 : APPROCHE GLOBALE DE LA MORPHOLOGIE DE L'INTERFACE 129

PARTIE 1 : ETUDE TOPOGRAPHIQUE DE LA SURFACE AVANT PROJECTION 133

INTRODUCTION 135

1. DEFINITION DE LA SURFACE 135

1.1. MECANISMES DE DEFORMATION DE LA SURFACE 135

1.2. CARACTERISATION DE LA SURFACE DU SUBSTRAT 136

1.2.1. Détermination de la topographie et de ses propriétés 136

1.2.2. Détermination de la longueur développée 137

1.2.3. Détermination de la surface développée 138

2. ANALYSE PROFILOMETRIQUE DE LA SURFACE 139

2.1. TOPOGRAPHIE DE SURFACE PAR UNE ANALYSE 1D 139

2.1.1. Conditions de mesure de la rugosité 139

2.1.2. Paramètres de rugosité des substrats 140

2.2. TOPOGRAPHIE DE SURFACE PAR UNE ANALYSE 2D 140

2.2.1. Présentation des paramètres de rugosité 140

2.2.2. Paramètres de rugosité des substrats 141

3. ANALYSE STATISTIQUE ET MORPHOLOGIQUE DE SURFACE 143

3.1. FILTRAGE MORPHOLOGIQUE DE LA SURFACE 143

3.2. DETERMINATION DE LA LONGUEUR CARACTERISTIQUE 144

3.2.1. Outils morphologiques 144

3.2.2. Longueur représentative du profil 145

3.3. PROPORTION DES VALLEES REMPLIES PAR LES PARTICULES 145

3.3.1. Méthode et hypothèses 145

3.3.2. Influence du diamètre de la particule 146

4. CARACTERISATION DIMENSIONNELLE DES VALLEES DE SURFACE 148

4.1. METHODE D'ANALYSE DES VALLEES DE SURFACE 148

4.1.1. Définition d'une vallée 148

4.1.2. Filtrage des vallées du profil 149

4.2. DIMENSIONS GEOMETRIQUES DES VALLEES 151

4.2.1. Détermination de l'amplitude des vallées 151

4.2.2. Détermination de la largeur des vallées 152

4.3. BILAN SUR LA MORPHOLOGIE DES VALLEES 153

CONCLUSION SUR L'ANALYSE TOPOGRAPHIQUE DE LA SURFACE 155

PARTIE 2 : ETUDE MORPHOLOGIQUE DE L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT APRES PROJECTION 157

1. DEFINITION DE L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT 159

1.1. IDENTIFICATION DU PROFIL DE L'INTERFACE PARTICULE-SUBSTRAT 159

1.2. DETERMINATION DE LA ZONE DE CONTACT A L'INTERFACE 159

1.2.1. Détermination de la zone de contact à l'échelle locale 160

1.2.2. Détermination de la zone de contact à l'échelle globale 160

1.3. DEFORMATIONS INDUITES PAR LE PROCEDE COLD SPRAY 161
1.3.1. Déformation de la particule *161*
1.3.2. Déformation plastique du substrat *162*
1.4. ETUDE DES PARAMETRES DE RUGOSITE DE L'INTERFACE 163

2. DEFORMATION DE L'INTERFACE PARTICULES-SUBSTRAT 164

2.1. INFLUENCE DE LA RUGOSITE DU SUBSTRAT 164
2.1.1. Amortissement énergétique *164*
2.1.2. Ancrage mécanique *164*
2.2. INFLUENCE DE L'ANGLE DE PROJECTION 165
2.2.1. Evolution de la rugosité de l'interface *165*
2.2.2. Mécanisme d'ancrage sur substrat rugueux *166*
2.2.3. Mécanisme d'ancrage sur substrat lisse *166*
2.3. EFFET SUR LA CONSTRUCTION DU REVETEMENT 167
2.3.1. Vallées de petites dimensions *167*
2.3.2. Vallées de très grandes dimensions *168*
2.4. CONCLUSION SUR LES DEFORMATIONS DE L'INTERFACE 168

3. CARACTERISATION DIMENSIONNELLE DES VALLEES D'INTERFACE 169

3.1. DETERMINATION DE L'AMPLITUDE DES VALLEES 169
3.2. DETERMINATION DE LA LARGEUR DES VALLEES 170
3.3. BILAN SUR LA MORPHOLOGIE DES VALLEES 171

4. CORRELATION MORPHOLOGIQUE ENTRE LA SURFACE DU SUBSTRAT ET L'INTERFACE 173

CONCLUSION SUR LA MORPHOLOGIE DE L'INTERFACE 174

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 175

Partie 1 : Etude topographique de la surface avant projection

Introduction

La préparation de surface par sablage modifie, par déformation plastique, la topographie du substrat métallique. Une caractérisation des rugosités de surface est effectuée. Les objectifs sont multiples et doivent permettre de donner lieu à une meilleure compréhension des mécanismes d'adhésion entre les particules et le substrat. Cette étude des surfaces très aléatoires, obtenues après sablage, pourra alors s'étendre aux surfaces plus simples.

Dans la première partie du chapitre, la morphologie de surface après sablage et avant revêtement est analysée afin de comprendre comment les particules viennent se loger dans les rugosités de surface. Pour cela, une étude de la morphologie de surface est effectuée à l'aide d'outils adaptés reposant notamment sur des lois statistiques. Une caractérisation approfondie des rugosités de surface doit permettre d'établir une corrélation entre la morphologie de surface et l'adhérence du revêtement déposé par cold spray.

Dans la seconde partie du chapitre, la déformation induite par le procédé cold spray est étudiée. Une caractérisation de la nouvelle surface est alors envisagée afin d'en extraire les paramètres caractéristiques. L'objectif étant de lier l'état de surface et l'adhérence du revêtement, la morphologie de l'interface revêtement-substrat est analysée afin de qualifier la déformation plastique de la surface.

Dans l'intégralité du chapitre, les analyses morphologiques et dimensionnelles des profils s'effectuent de manière statistique avec la moyenne sur une série de dix profils. L'étude traite de l'impact de l'aluminium pur 1050 sur un substrat d'aluminium 2024-T3 plus dur. Cette étude est menée en collaboration avec le Centre de Morphologie Mathématique (Dominique Jeulin) et l'aide de Francesco Delloro (Centre des Matériaux).

1. Définition de la surface

1.1. Mécanismes de déformation de la surface

Caractérisés par une certaine plasticité (malléable et ductile), l'aluminium et ses alliages se déforment lorsque des particules abrasives sont projetées à sa surface. Ces particules déforment plastiquement la surface du substrat d'aluminium mais d'autres phénomènes se produisent au cours des multiples impacts. La déformation plastique du substrat se produit sur une couche relativement fine où un durcissement de la matière est induit (Figure 4-1a). Du cisaillement se développe lorsque des particules anguleuses percutent la surface. En effet, sous l'effet de l'énergie cinétique élevée, la pression exercée peut rompre le matériau et créer ainsi des micro-fissures (Figure 4-1b). La multiplicité des impacts sur une surface micro-fissurée provoque, dans certains cas, des arrachements de matière comme cela est illustré sur la Figure 4-1c.

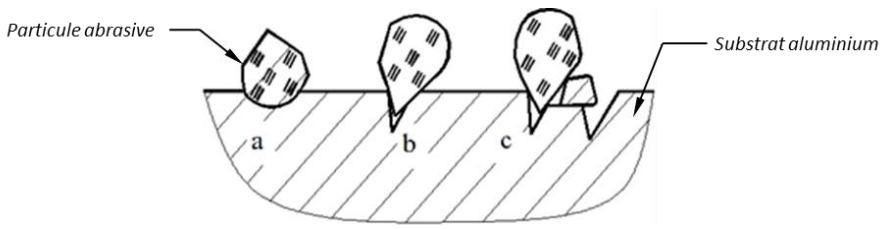


Figure 4-1 : Phénomènes de (a) déformation plastique, (b) micro-cisaillement et (c) micro-arrachement développés sous l'action d'impact de particules abrasives sur un substrat d'aluminium [SLA11].

Le substrat subit des déformations plastiques associées à des micro-fissurations et des micro-arrachements, ce qui engendre un état de surface très aléatoire et rugueux (Chapitre 1, §1.2.1). Cette rugosité

a d'ailleurs fait l'objet d'une étude visant à prédire les paramètres de surface à partir des paramètres de sablage du substrat [SLA11]. La distance de projection, l'angle d'incidence et le diamètre moyen des particules abrasives ont été pris en compte. A partir des mesures profilométriques, un modèle empirique reposant sur la méthode des moindres carrés a été établi. Afin de mesurer la validité du modèle, une comparaison entre les résultats obtenus et ceux issus de l'analyse profilométrique des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés est entreprise comme cela est démontré sur la Figure 4-2. Si les valeurs de Ra et de Rq sont très proches entre le modèle et l'expérimental, le paramètre de rugosité Rz est sensiblement différent. Les valeurs sont sous-estimées d'un rapport deux par le calcul et peuvent s'expliquer, notamment, par la non prise en considération des propriétés mécaniques intrinsèques des substrats d'aluminium qui varient suivant les éléments d'alliage le composant. En effet, les travaux de Slatineanu ne mentionnent pas le type de substrat utilisé pour l'établissement du modèle.

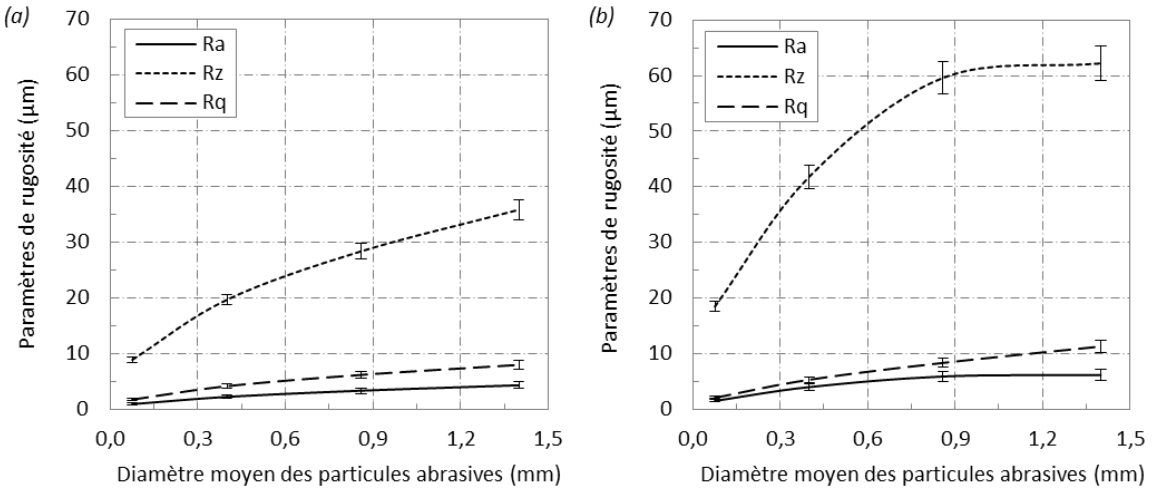


Figure 4-2 : Influence de la granulométrie moyenne des particules abrasives sur les paramètres de rugosité Ra, Rq et Rz dont les valeurs sont issues (a) du modèle empirique de Slatineanu [SLA11] et (b) de l'analyse profilométrique.

1.2. Caractérisation de la surface du substrat

1.2.1. Détermination de la topographie et de ses propriétés

L'analyse de surface des différents substrats d'aluminium 2024-T3 sablés permet d'obtenir un profil de la surface après qu'elle ait été modifiée mécaniquement. La détermination de profils 1D et 2D est réalisée par profilométrie optique avec un pas de résolution de 1 µm (Chapitre 2, §4.3). Les particules projetées par cold spray rencontrent une surface accidentée où les rugosités sont nombreuses. De multiples cratères sont identifiés et sont caractéristiques de la morphologie des substrats sablés (Figure 4-3). Les lignes représentent les frontières des cratères de surface et permettent d'en identifier la morphologie.

Les rugosités de surface sont amenées à être en contact avec les particules projetées par cold spray. L'ancrage mécanique des particules est donc influencé par les dimensions de ces rugosités. Par l'augmentation de l'amplitude de la rugosité, on accroît la profondeur de pénétration h_p des particules [RIC05].

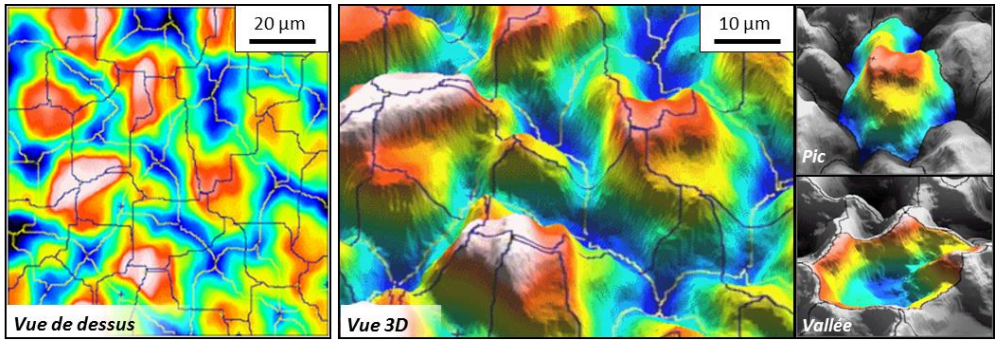


Figure 4-3 : Cartographies des cratères présents sur la surface rugueuse d'un substrat d'aluminium 2024-T3 sablé, obtenue suite à l'analyse profilométrique de surface.

1.2.2. Détermination de la longueur développée

Evaluer l'influence de la préparation de surface sur la morphologie du substrat passe par une identification de la nouvelle surface, c'est-à-dire après sablage. Les rugosités générées augmentent incontestablement l'aire de la surface apparente, associée à une surface de contact (Chapitre 1, §1.2.1) [EBN11]. Quantifier cette longueur du profil après différentes préparations de surface s'avère être une première approche dans la compréhension des mécanismes d'adhérence sur des surfaces rugueuses. La Figure 4-4 illustre les profils de surfaces rugueuses que l'on peut rencontrer après différentes modifications de surface du substrat. Dans chacun des cas, le profil est discrétisé pour l'assimiler à une succession de segments de droite dont la valeur est déterminée par la somme des longueurs élémentaires L_i.

La longueur du profil développé est comparée à la longueur du profil projeté. Le rapport entre ces deux longueurs est noté R_{pp}. En se rapportant à l'état brut, c'est-à-dire sans rugosité, le profil mesuré est très irrégulier et présente des hauteurs de pics et de vallées significatives qui augmentent considérablement sa longueur (Tableau 4-1).

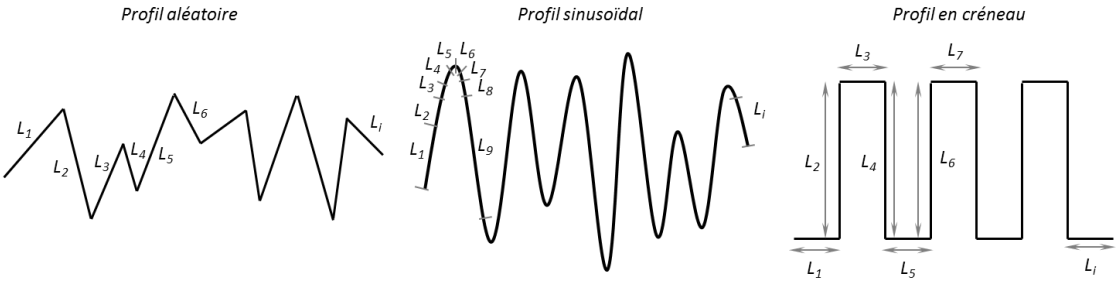


Figure 4-4 : Schéma de profils 1D d'une surface rugueuse et méthode de discrétisation du profil.

Tableau 4-1 : Longueur du profil 1D des substrats d'aluminium 2024-T3 après sablage, déterminée pour une longueur d'évaluation de 40 mm.

Type de préparation de surface	***Surface plane***	***Substrat brut***	***Sablage fin (62 µm)***	***Sablage intermédiaire (300 µm)***	***Sablage grossier (700 µm)***
Longueur projetée (mm)	*40,00*	*40,00*	*40,00*	*40,00*	*40,00*
Longueur développée (mm)	*40,01*	*40,04*	*42,57*	*56,12*	*55,21*
Rpp	*1,00*	*1,00*	*1,06*	*1,40*	*1,38*

Le sablage avec des particules abrasives assez grandes accroît sensiblement la longueur du profil puisqu'une augmentation d'environ 40% est mesurée dans le cas des sablages intermédiaire et grossier. Une granulométrie fine de corindon ne permet pas de modifier significativement la longueur du profil. Des

rugosités de petites dimensions sont générées. De plus, une augmentation de la taille du corindon, au-delà du sablage intermédiaire, n'est plus synonyme d'accroissement de la longueur du profil. Une légère diminution de la longueur du profil est mesurée et s'apparente à un phénomène de lissage de la surface. Cette tendance est vérifiée pour un sablage très grossier utilisant des particules d'alumine d'environ 1400 µm de diamètre moyen. Le sablage très grossier entraîne une baisse du R_{pp} égal à 1,34. Les rugosités de surface sont majoritairement gommées. La longueur développée du profil semble ainsi limitée par la granulométrie des particules abrasives. La représentativité de la morphologie du substrat peut être affinée par une analyse 3D de sa surface.

1.2.3. Détermination de la surface développée

Une zone d'analyse de surface de 10 x 10 mm², avec une résolution de mesure de 1 µm est choisie. Cette surface est appelée « aire projetée ». La surface réelle du substrat est nommée « aire développée ». Le rapport entre la surface projetée et l'aire développée est noté R_{ps}. Ce rapport atteint 2,50, son maximum, pour un sablage de type intermédiaire. Comme pour l'analyse 1D, une atténuation est mesurée au-delà d'une certaine taille de corindon (Tableau 4-2). Les techniques 1D et 2D donnent des résultats qui vont dans le même sens : une augmentation de l'aire développée est mesurée après sablage puis une diminution est observée au-delà du sablage intermédiaire. La Figure 4-5 met en évidence les résultats obtenus par l'analyse 1D et 2D des surfaces rugueuses. A priori, aucune relation directe ne peut être établit entre la longueur et l'aire développées.

Tableau 4-2 : Aire de la surface des substrats d'aluminium 2024-T3 après sablage, déterminée pour une surface de 100 mm².

Type de préparation de surface	***Surface plane (cas idéal)***	***Substrat brut (laminé)***	***Sablage fin***	***Sablage intermédiaire***	***Sablage grossier***
Aire projetée (mm²)	*100*	*100*	*100*	*100*	*100*
Aire développée (mm²)	*100*	*101*	*118*	*250*	*235*
Rps	*1,00*	*1,013*	*1,178*	*3,501*	*3,351*

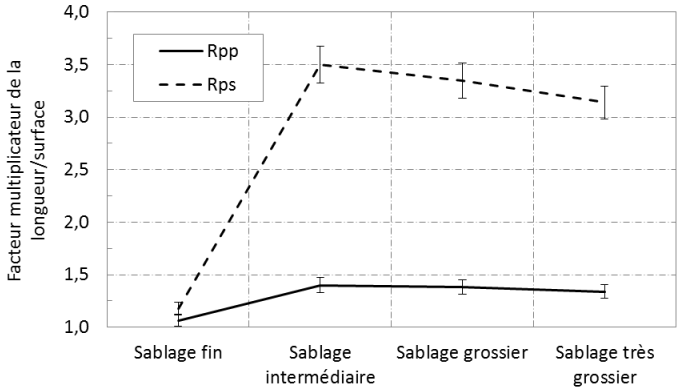


Figure 4-5 : Facteur multiplicateur des longueurs (Rpp) et des aires (Rps) développées des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés en fonction de la granulométrie du corindon.

L'étude des surfaces consiste à évaluer le rôle majeur de cette notion de longueur et d'aire développées vis-à-vis de l'adhésion du revêtement. Si un grand nombre de paramètres et de coefficients existent pour qualifier cette rugosité de surface, les plus pertinents sont présentés dans la suite de l'étude (§2). La rugosité de surface des échantillons sablés y est mesurée par profilométrie optique.

2. Analyse profilométrique de la surface

Cette partie se concentre sur les paramètres existants pour caractériser un profil (1D) et une surface (2D). Les rugosités de surface, comme les pics et les vallées, sont quantifiées et caractérisées par une aire ou un volume, respectivement pour un profil et une surface. La technique d'analyse par profilométrie demeure un moyen efficace mais néanmoins classique de caractérisation des surfaces rugueuses.

2.1. Topographie de surface par une analyse 1D

Une surface peut se caractériser par des coefficients mesurés à partir de sa morphologie. Des outils permettant de caractériser les rugosités de surface sont utilisés par les industriels notamment pour différencier deux surfaces ou accepter un état de surface sur une pièce par exemple. Les analyses en profilométrie 1D et 2D possèdent toutes les deux des paramètres (ou coefficients) qui leurs sont propres. Elles sont utilisées, dans cette partie, pour une première caractérisation des surfaces sablées. Cette méthode a été, par ailleurs, retenue par Gan [GAN14] dans son approche statistique des surfaces rugueuses.

2.1.1. Conditions de mesure de la rugosité

La longueur minimum représentative d'une surface est déterminante dans l'identification de ses coefficients. Cette longueur doit correspondre au mieux au profil d'état de surface. Dans le cas contraire, les paramètres de rugosité mesurés seront soit sous-estimés, soit surestimés. Dans le cas où cette longueur n'est pas explicitement spécifiée, il faut la choisir, à partir du Tableau 4-3, en fonction du type de profil de rugosité et de l'estimation du paramètre Ra et Rz dont les définitions sont données par l'équation 4.1 et 4.2, pour une longueur de profil l.

(Eq. 4.1) $$Ra = \frac{1}{L}\int_0^L z \cdot dz$$

$$Rz = \frac{1}{s}\sum_0^s Rt_i \qquad \textit{(Eq. 4.2)}$$

Le paramètre Ra représente la moyenne arithmétique des altitudes z du profil. Rz représente la distance moyenne entre les z maxima et minima sur une longueur d'échantillonnage s, et est défini par rapport aux valeurs de Rt = z_{max} - z_{min}. Enfin, le paramètre RSm permet de caractériser la largeur des motifs d'une surface périodique ou pseudo-périodique. Aucun sens ne peut lui être attribué dans le cas d'une surface aléatoire. Il n'est donc pas pris en considération dans l'étude.

Tableau 4-3 : Choix de la longueur de base en fonction du profil de rugosité 1D non périodique [MUR09].

Paramètre à estimer	***Ra (µm)***	***Rz (µm)***	***RSm (mm)***	***Longueur de base (mm)***	***Longueur d'évaluation (mm)***
	0 < Ra < 0,02	*0 < Rz < 0,1*	*0,013 < RSm < 0,04*	*0,08*	*0,4*
	0,02 < Ra < 0,1	*0,1 < Rz < 0,5*	*0,04 < RSm < 0,13*	*0,25*	*1,25*
Estimation	*0,1 < Ra < 2*	*0,5 < Rz < 10*	*0,13 < RSm < 0,4*	*0,8*	*4*
	2 < Ra < 10	*10 < Rz < 50*	*0,013 < RSm < 1,3*	*2,5*	*12,5*
	10 < Ra < 80	*50 < Rz < 200*	*1,3 < RSm < 4*	*8*	*40*

2.1.2. Paramètres de rugosité des substrats

Si la granulométrie du corindon n'influe pas significativement sur l'état de contraintes résiduelles dans le matériau (Chapitre 2, §3.1.4), elle modifie considérablement la morphologie de surface du substrat. A travers les profils réalisés sur des échantillons d'aluminium 2024-T3, une analyse de la morphologie de surface est entreprise. Une longueur d'évaluation de 40 mm est choisie, pour une représentativité accrue de la surface. La résolution d'analyse est, quant à elle, fixée à 1 µm. Les paramètres de rugosité mesurés par profilométrie 2D sont nombreux et résumés dans le Tableau 4-4, en fonction de l'état de surface du substrat d'aluminium 2024-T3. Des substrats à l'état brut de laminage et sablés sont analysés. Entre un substrat sablé finement et un autre sablé grossièrement, l'amplitude Rz des rugosités est différente. Dans le premier cas, elle avoisine 15 µm alors que, dans le second cas, elle atteint 60 µm.

Tableau 4-4 : Paramètres de rugosité d'un profil 1D pour des substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction de la préparation de surface réalisée.

Type de préparation	***Aucune***	***Sablage***		
Spécificité	*Laminé*	*Fin*	*Intermédiaire*	*Grossier*
Ra (µm)	*0,24 ± 0,03*	*1,53 ± 0,05*	*4,01 ± 0,14*	*5,91 ± 0,26*
Rz (µm)	*1,72 ± 0,11*	*18,48 ± 1,28*	*41,84 ± 2,80*	*59,60 ± 6,79*
Rt (µm)	*3,42 ± 0,32*	*26,00 ± 3,16*	*52,60 ± 8,76*	*74,40 ± 10,14*

2.2. Topographie de surface par une analyse 2D

2.2.1. Présentation des paramètres de rugosité

L'échantillonnage de la topographie d'une surface s'effectue par l'acquisition d'un certain nombre de points équidistants d'un pas régulier en X et en Y. Le traitement débute par le redressement de la surface palpée. Cette opération nécessite la détermination du plan des moindres carrés. Cette méthode vise à minimiser les variations par rapport à chacun des coefficients du plan moyen.

Par analogie à la terminologie utilisée en profilométrie 1D, les principales composantes qui constituent le paramètre mesuré sur une surface, sont la forme, l'ondulation et la rugosité. La principale différence est la prise en compte de la direction de ces composantes. En effet, la direction de la forme, de l'ondulation et de la rugosité peut être différente. L'orientation des composantes topographiques d'une surface est mise en évidence par l'analyse du spectre de Fourier. La seconde étape du traitement est le filtrage, qui consiste à séparer les différentes composantes de la surface. Le principe est de passer de la surface mesurée à la surface nettoyée par l'utilisation de filtres. Ces derniers permettent notamment d'éliminer le bruit de fond de la surface réelle et de séparer les composantes de faible échelle de la surface primaire. À ce jour, les paramètres 2D ne sont pas normalisés. Quelque uns sont présentés dans le Tableau 4-5 et sont issus de la norme expérimentale française XP E 05-030-1. S'ils permettent de caractériser la surface analysée en considérant les rugosités mesurées, ils ne renseignent pas véritablement sur les motifs de surface. En comparant ces paramètres de surface pour différentes préparations de surface de l'échantillon, la micro-géométrie peut être analysée.

Tableau 4-5 : Principaux paramètres d'états de surface 2D [MUR09].

Intitulé	***Définition***	***Symbole***
Paramètres de hauteur		
Ecart moyen arithmétique	*Moyenne arithmétique des hauteurs*	*Sa*
Amplitude maximale de la surface	*Somme de Sp et Sv*	*Sz*
Paramètres latéraux et hybrides		
Ratio de la surface développée	*Rapport entre l'aire développée et l'aire de base*	*Sdr*
Fonctions et paramètres associés		
Volume de vide des vallées	*Volume des vallées*	*Vvv*
Volume de matière des pics	*Volume des pics*	*Vmp*

2.2.2. Paramètres de rugosité des substrats

La topographie des surfaces pour des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés montre les rugosités présentes (Figure 4-6). En fonction de la granulométrie des particules abrasives projetées, la morphologie est différente puisque, par exemple, la profondeur et le volume des pics de surface varient fortement.

Les paramètres de rugosité, proposés par la bibliographie [MUR09], permettent de caractériser ces rugosités. Les paramètres de hauteur et de volume / surface pour chacun des substrats analysés sont présentés dans le Tableau 4-6. Comme pour l'analyse 1D, les paramètres existants permettent de comparer les surfaces entre elles. Pour expliquer la meilleure adhérence des revêtements élaborés sur des surfaces rugueuses (Chapitre 6, §3.2), des paramètres de surface doivent être définis. Si les paramètres classiques modifient la topographie de surface, donc la capacité des particules à pénétrer dans le substrat, les mécanismes d'adhésion ne sont pas identifiés. De plus, une même valeur de paramètre Ra peut s'associer à deux surfaces morphologiquement différentes. Un paramètre inhérent à la surface doit alors être déterminé.

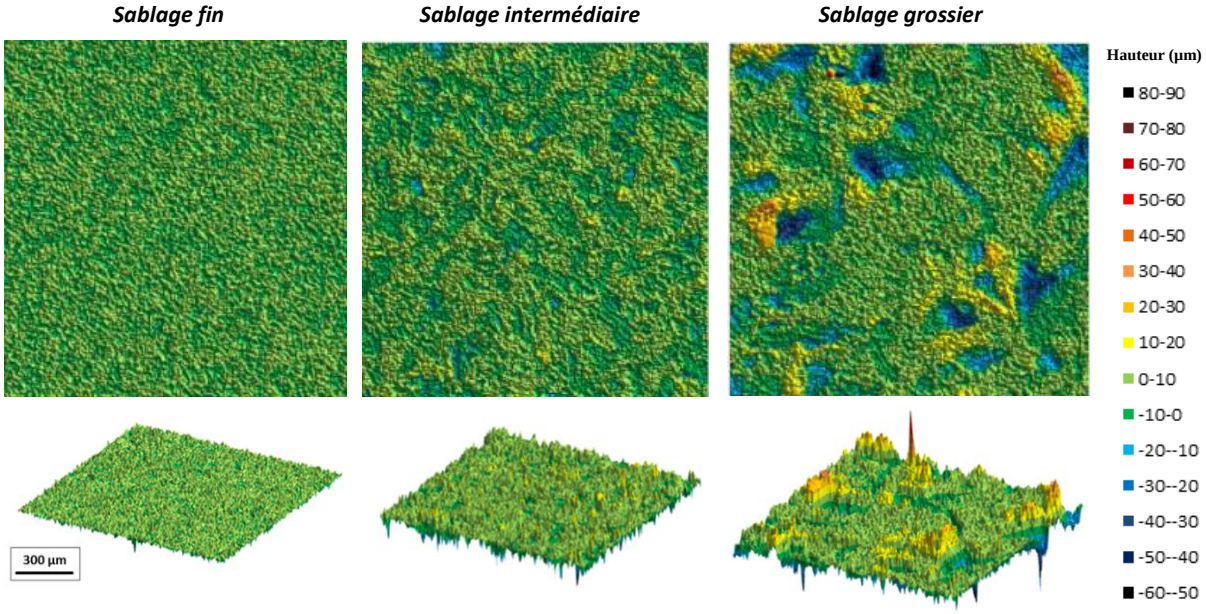


Figure 4-6 : Topographies de surface des substrats d'aluminium 2024-T3 après une préparation de surface par sablage.

La notion d'aire développée peut être un facteur caractérisant véritablement la surface. L'analyse par la profilométrie 2D de la surface permet d'accéder à cette aire développée, celle issue de l'opération de sablage. Une comparaison entre les différentes préparations de surface est réalisée en considérant la surface initialement plane. La valeur de Sdr donne directement le ratio entre l'aire développée et la surface initiale

(Chapitre 4, Partie 1 §1.2.3). Dans le Tableau 4-6, le volume des rugosités croît avec l'augmentation de la granulométrie du corindon. Néanmoins, ce volume grandissant ne permet pas d'augmenter l'aire développée, mais seulement d'avoir des cratères plus gros et moins nombreux. Une étude, réalisée en parallèle, a montré qu'en utilisant une granulométrie de corindon plus grossière (1400 µm de diamètre moyen), les paramètres de rugosité ainsi que la surface développée étaient davantage réduits. Cette conclusion a, par ailleurs, été mise en évidence par les travaux de Poorna [POO09] sur des substrats d'acier inoxydable.

Tableau 4-6 : Paramètres de rugosité 2D de surface pour des substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction du sablage réalisé.

Type	***Brut***	***Sablage***		
Spécificité	*-*	*Fin*	*Intermédiaire*	*Grossier*
Sa (µm)	*0,29*	*1,70*	*4,31*	*6,36*
Sz (µm)	*3,21*	*91,4*	*196*	*207*
Sdr	*1,002*	*1,178*	*3,501*	*3,351*
Vvv ($ml.m^{-2}$)	*0,001*	*0,371*	*0,870*	*1,54*
Vmp ($ml.m^{-2}$)	*0,001*	*0,103*	*0,241*	*0,533*

3. Analyse statistique et morphologique de surface

3.1. Filtrage morphologique de la surface

Inscrites dans la théorie de la morphologie mathématique, les opérations morphologiques sont des filtres non linéaires qui s'appliquent, notamment, aux images binaires et en niveau de gris [JEU82] [JEU87-1] [JEU87-2]. Le traitement de ces dernières fournit ainsi des renseignements multiples sur sa morphologie. Les filtres permettent de déterminer les particularités de l'image analysée en lien avec une question bien définie. Par exemple, la reconstruction numérique d'une surface aléatoire par l'analyse morphologique permet d'appréhender les propriétés d'une surface complexe [JEU97]. Un élément structurant, appartenant à l'image, joue le rôle de sonde. Il se déplace en chaque point de l'image binaire où sa relation avec l'image est étudiée. Cet élément structurant se définit par un carré, constitué de l'origine et des huit points les plus proches. Telle est la définition du voisinage de l'élément structurant utilisé. Composée uniquement d'éléments blancs et noirs (0 ou 1), l'image est analysée suivant deux configurations : le voisinage binaire de l'élément structurant est de même nature (1 ou 0 uniquement), ou bien un ou plusieurs de ses éléments est différent de lui (1 et 0). Plusieurs opérations morphologiques de base existent [KUM06] [NAJ08-1] [NAJ08-2] :

- *Les opérations primaires :* la dilatation et l'érosion. L'érosion et la dilatation utilisent une opération logique entre tous les pixels d'une zone définie. Pour l'érosion, il faut faire un « ET » entre les pixels. Cette opération a pour but de retourner un 1 seulement si tous les pixels contenus dans la zone sont à 1 sinon elle renvoie un 0. Le résultat affichera donc du blanc si et seulement si la surface de la zone est blanche sur l'image d'origine. Les parties blanches de l'image sont ainsi érodées. Pour l'opération de dilatation, un « OU » entre les pixels est réalisé. Si plusieurs pixels contenus dans le masque valent 1, alors le pixel de sortie vaut 1. Les parties blanches sont donc étirées et sont plus nombreuses. Bien entendu, il est possible d'appliquer ces opérations aux parties noires à condition d'utiliser un « NON OU » pour l'érosion et un « NON ET » pour la dilatation.
- *Les opérations secondaires :* l'ouverture et la fermeture, sont la composition d'une dilatation morphologique avec l'érosion. Considérons un élément structurant, associé à un disque, qui parcourt la ligne (noire), ce dernier représente l'objet et le reste de l'image comme illustré sur la Figure 4-7. L'ouverture d'une ligne par l'élément structurant est l'ensemble des points recouverts lors du déplacement du disque à l'intérieur de la figure. Une propriété similaire vaut par dualité pour la fermeture si ce n'est que l'élément structurant parcourt le complémentaire de la figure. Le disque se déplace alors à l'extérieur de la ligne. La fermeture est la composition d'une dilatation suivie d'une érosion.

L'objectif est d'appliquer le filtrage morphologique sur les surfaces des substrats sablés afin de les caractériser d'une manière originale. L'étude est réalisée sur un profil extrait de la surface rugueuse.

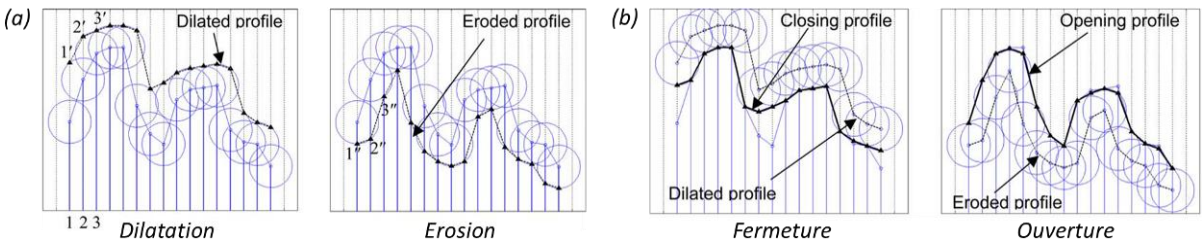


Figure 4-7 : Principales opérations morphologiques (a) opérations primaires : dilatation et érosion et (b) opérations secondaires : fermeture et ouverture [KUM06].

3.2. Détermination de la longueur caractéristique

La réalisation des opérations morphologiques sur les profils rugueux implique d'estimer la représentativité du profil analysé. La détermination de la longueur caractéristique du profil permet de valider les caractéristiques morphologiques établies après l'analyse, et ce quelle que soit la zone du profil considérée [GAG85] [JEU13].

3.2.1. Outils morphologiques

La fonction autocovariance R(τ) est un moyen de représenter les variations spatiales d'une surface (Eq. 4.3). Même si de nombreux renseignements spatiaux peuvent être extraits de cette fonction, seule une partie l'est ici. Elle mesure la covariance entre une variable et cette même variable à des positions différentes, pour un pas de mesure τ et une longueur d'échantillon L (Figure 4-8) :

$$R(\tau) = \lim_{L\to\infty} \int_0^L z(x) * z(x+\tau) \cdot dx \qquad \textit{(Eq. 4.3)}$$

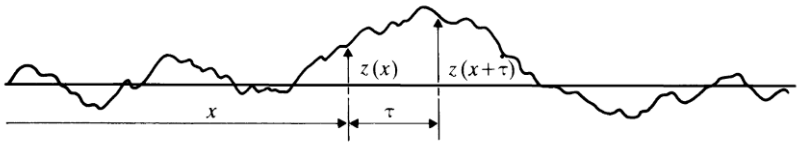


Figure 4-8 : Construction de la fonction d'autocovariance d'un profil aléatoire.

Des renseignements sont ainsi fournis sur la variabilité de la série. L'analyse de profils 2D a été étudiée précisément par Matern [MAT60]. La fonction autocorrélation (ρ(τ)) est définie comme la fonction autocovariance normalisée par la variance σ² du profil de l'échantillon. La Figure 4-9 montre dans quelle mesure la fonction autocorrélation établit une distinction entre différents profils. Cette forme simplifiée a une longueur de corrélation ρ(τ) = 0,1 quand τ = 2,3 β*, où 1/ β* est le taux de décroissance de la fonction à l'origine.

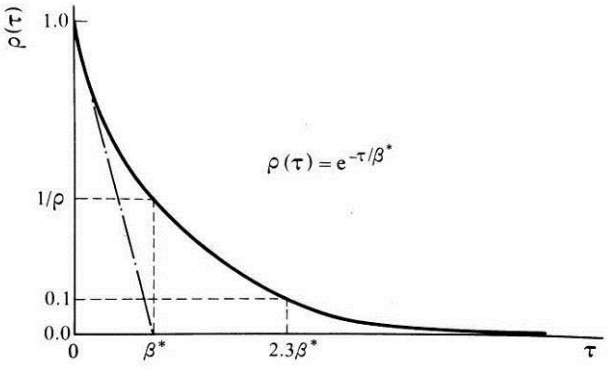


Figure 4-9 : Fonction modèle exponentielle d'autocorrélation d'un profil aléatoire [THO83].

En déterminant l'intersection de la courbe d'autocorrélation avec son palier, définie par le traçage de la tangente à l'origine, la longueur caractéristique L_c du profil est identifiée. Néanmoins, en utilisant la fonction de corrélation pour étudier les changements dans une topographie donnée, la plupart de ces changements sont dissimulés par la moyenne statistique. Des variations sont notables entre les différentes topographies du profil. Les fluctuations sont multiples et dues à la méthode statistique elle-même.

3.2.2. Longueur représentative du profil

La longueur caractéristique L_c du profil peut servir à définir la longueur représentative des variations spatiales du profil. En appliquant la fonction d'autocorrélation, la Figure 4-10 montre les variations de cette fonction pour les différents profils sablés de l'étude. Cette fonction est le résultat moyenné d'une série de dix profils de 10 mm de longueur chacun. La longueur caractéristique est alors déterminée pour chacun de ces profils. Pouvant être associée à une taille de cellule élémentaire, la longueur caractéristique, croît avec l'augmentation de la granulométrie du corindon utilisé pendant le sablage. Dans une certaine limite, plus le diamètre des particules abrasives est grand, plus les rugosités générées à la surface du substrat sont de grande taille (§2). Cela s'observe particulièrement entre les substrats d'aluminium 2024-T3 sablés finement et moyennement où l'on a respectivement de très petites rugosités et des plus grossières.

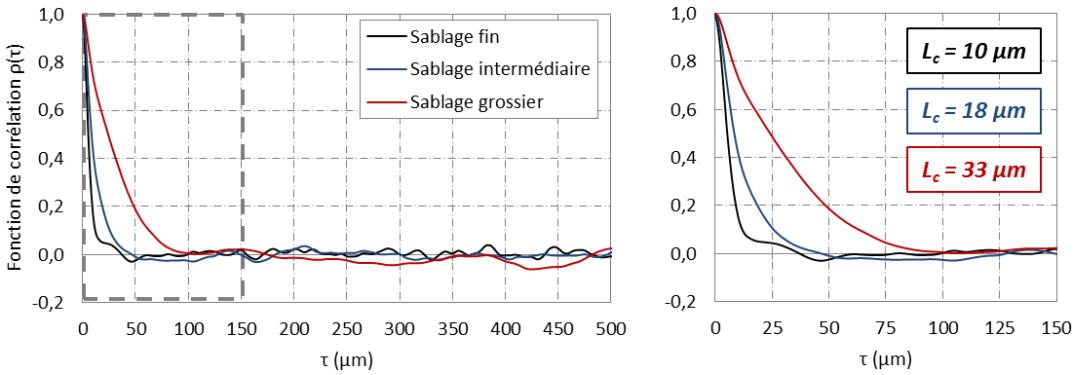


Figure 4-10 : Fonction de corrélation et longueur caractéristique L_c des profils 1D des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés.

3.3. Proportion des vallées remplies par les particules

3.3.1. Méthode et hypothèses

La proportion de vallées remplies par une particule de diamètre D_p revient à caractériser une surface dont la morphologie est très aléatoire. Lors du procédé cold spray, les particules sphériques entrent en collision avec la surface et viennent se loger dans les vallées créées par le sablage. Dans le cas réel, les particules se déforment en modifiant par la même occasion la topographie du substrat (Chapitre 1, §2.2.1). La rugosité de surface est atténuée (Chapitre 3, 1.1.2) et le profil résultant est dilaté. Ce processus s'associe fortement à l'opérateur morphologique de fermeture décrit précédemment (§3.1), à ceci près qu'il impose de ne pas considérer les déformations plastiques des matériaux. Cette hypothèse de travail peut paraître limitante mais n'est, en fait, pas déterminante dans la caractérisation de la surface.

En associant le rayon de la particule au rayon du disque de fermeture, l'idée même de remplir une vallée peut s'exprimer de la manière suivante : plus le rayon r du disque est petit, plus la particule pénètre au fond de la vallée et la remplit par couches successives. La totalité des vallées est alors remplie lorsque le rayon du disque est nul (ou tend vers 0). A l'inverse, une particule de plus grand diamètre ne pourra pas s'enfoncer dans la vallée, en en laissant une partie non remplie. C'est le cas asymptotique, où le rayon du disque tend vers l'infini. Le profil y devient alors plan et correspond au plan horizontal passant par l'altitude maximale du profil initial. La Figure 4-11 illustre cette démarche de remplissage des vallées en fonction du rayon de fermeture.

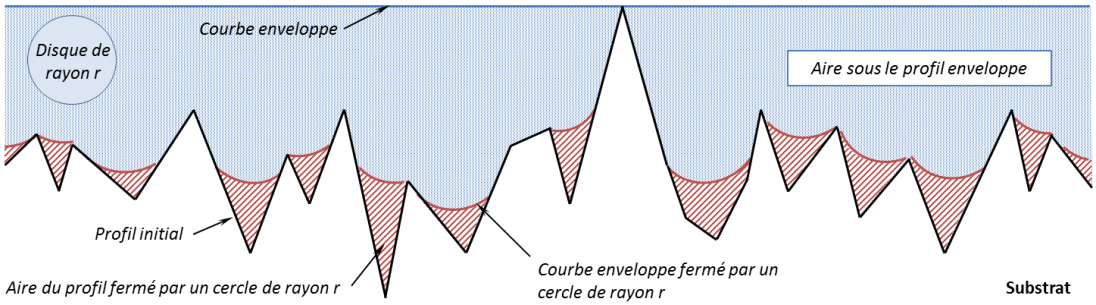


Figure 4-11 : Représentation schématique de remplissage morphologique des vallées du profil d'une surface rugueuse.

La fermeture par un disque coïncide avec l'enveloppe convexe de la zone située sous le profil. C'est elle qui est utilisée comme référence pour le calcul de la proportion des vallées remplies P_v. La courbe obtenue est une courbe décroissante paramétrée par r. L'aire sous le profil se détermine par le produit de la longueur du profil par la hauteur moyenne Z du profil. L'aire des vallées remplies A_v peut alors se déterminer par la différence entre l'aire du profil enveloppe et l'aire sous le profil initial. Le remplissage des vallées du profil, par des particules de rayon r, donne lieu à une courbe de comblement $P_v(r)$ décrit par l'équation 4.4 :

$$P_v(r) = \frac{z_{profil\cdot enveloppe} - z_{profil\cdot fermé\cdot par\cdot un\cdot cercle\cdot de\cdot rayon\cdot r}}{z_{profil\cdot enveloppe} - z_{profil\cdot initial}} \qquad \textit{(Eq. 4.4)}$$

Ainsi, le rayon r_x nécessaire pour remplir un pourcentage x de la surface des vallées est déterminé (Figure 4-12). Les différents profils rugueux présentent des vallées dont les dimensions sont différentes. En fixant, par exemple, un remplissage des vallées de 50% (P_v = 0,5), la valeur du rayon de la particule évoluera.

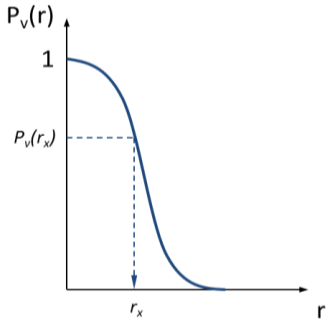


Figure 4-12 : Evolution de la proportion de vallées remplies d'un profil rugueux en fonction du rayon r de la particule.

3.3.2. Influence du diamètre de la particule

En appliquant les hypothèses présentées précédemment (§3.3.1), une détermination de la proportion des vallées remplies pour les différentes surfaces sablées est entreprise. Les courbes $P_v(r)$ sont résumées sur la Figure 4-13, où une différence significative entre les profils issus du sablage fin, intermédiaire et grossier est observée. Sans déformation plastique de l'ensemble particule-substrat, la petite dimension des vallées du profil sablé finement révèle une plus forte sensibilité de la surface au diamètre des particules. En effet, pour que les vallées soient remplies totalement, l'emploi de particules de faible diamètre est préconisé. Un diamètre de particule trop élevé fait abstraction des micro-rugosités de surface. Le remplissage des vallées de la surface est donc dépendant du diamètre des particules projetées. Une granulométrie de particules, comparable aux dimensions des vallées du profil, s'avèrerait donc indispensable pour caractériser plus précisément la morphologie de surface.

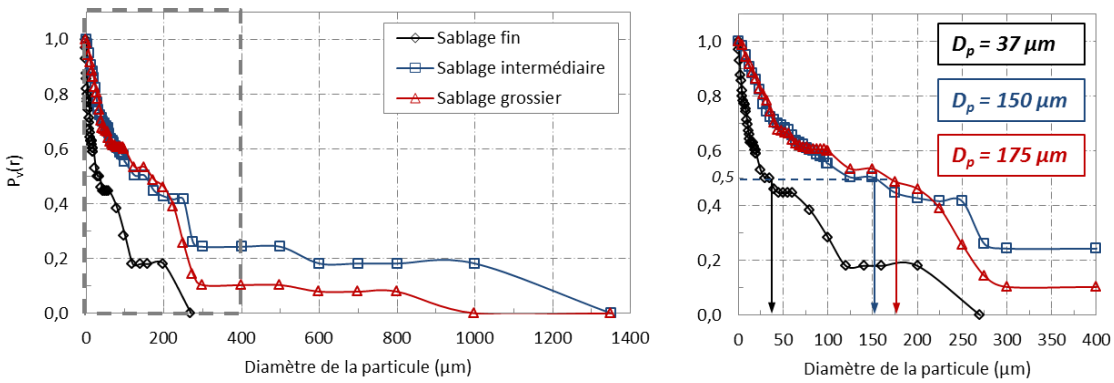


Figure 4-13 : Evolution de la proportion de vallées remplies en fonction du diamètre D_p de la particule pour différents états de surface du substrat d'aluminium 2024-T3 : sablage fin, intermédiaire et grossier.

4. Caractérisation dimensionnelle des vallées de surface

Dans cette partie, une analyse des rugosités du profil par une identification des cratères induits par le sablage de la surface est réalisée. La méthode consiste à identifier chacun des cratères assimilés à des vallées afin de caractériser leurs dimensions. L'angle d'ouverture et les dimensions des vallées sont déterminés pour être corrélés au diamètre des particules s'écrasant sur la surface (Figure 4-14). Cette approche, originale, doit permettre d'expliquer l'ancrage des particules sur des surfaces rugueuses dont la topographie est chaotique.

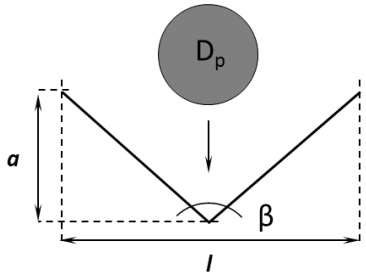


Figure 4-14 : Caractéristiques géométriques 1D d'une vallée issue d'une surface rugueuse vis-à-vis d'une particule de diamètre D_p.

4.1. Méthode d'analyse des vallées de surface

L'analyse morphologique du profil sablé permet de caractériser les dimensions des vallées. L'objectif est d'établir une répartition des dimensions des vallées, en hauteur et en largeur. Des hypothèses simplificatrices sont posées à travers la définition géométrique d'une vallée et un filtrage géométrique est choisi.

4.1.1. Définition d'une vallée

Une vallée se définit par deux maxima M_1 et M_2 et un minimum m (Figure 4-15a). La hauteur de cette vallée, notée Hv, est calculée comme la différence entre la moyenne des ordonnées des maxima ($[M_{1y} + M_{2y}]/2$) et l'ordonnée du minimum (m_y). La largeur, notée Lv, se définit, quant à elle, comme la différence entre les abscisses des deux maxima ($M_{1x} - M_{2x}$).

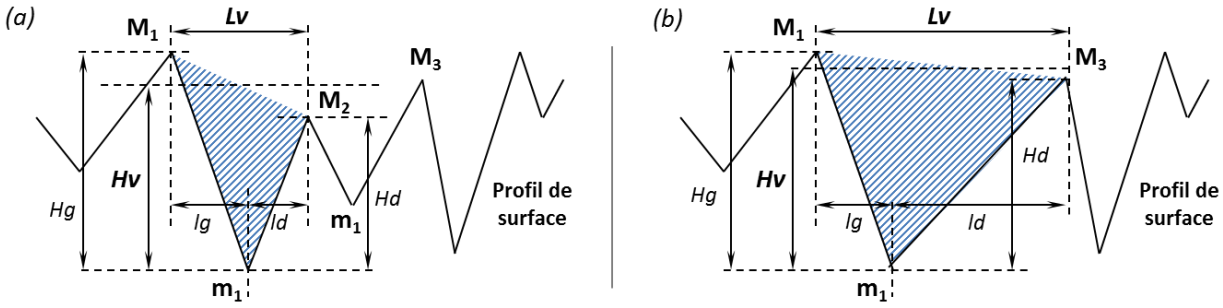


Figure 4-15 : Schéma d'une vallée définie par sa largeur et sa hauteur moyenne, (a) sans filtre et (b) avec filtre.

Des histogrammes sont ainsi établis pour les hauteurs des vallées sur l'ensemble du profil. La dispersion des valeurs apporte des éléments de réponse sur l'homogénéité spatiale des vallées. Dans la Partie 1 (§4.2), il est mis en évidence que la granulométrie du sable influe directement sur les dimensions des vallées du profil.

4.1.2. Filtrage des vallées du profil

La caractérisation des vallées de la surface sablée implique de toutes les considérer. Le processus de sablage induit des arrachements de matière et des micro-cisaillements à la surface générant de nombreuses petites vallées appelées micro-vallées (§1.1). Cependant, les particules ne sont, a priori, pas sensibles aux infimes variations géométriques de la surface, c'est-à-dire celles pour lesquelles les dimensions sont très petites devant le diamètre de la particule (Chapitre 1, §5.1.3). Ne pas tenir compte de ces micro-vallées lors de l'analyse est donc essentiel, d'autant plus que la multiplicité de ces rugosités ne permet pas une caractérisation efficace de la surface. En effet, le grand nombre de petites rugosités masque les vallées de grande taille, les rendant ainsi peu nombreuses donc difficilement caractérisables.

Le filtrage du profil passe par le choix d'un critère géométrique en lien avec les dimensions des vallées. En éliminant les hauteurs les plus petites, seules celles qui ont une influence sur la déformation plastique de la particule sont conservées. Pour cela, les couples min / max successifs sont exclus des vallées retenues quand leur hauteur h est inférieure à la valeur F du filtre (Figure 4-15b). Afin d'être généralisé, ce filtre, appliqué à la hauteur des vallées, est déterminé proportionnellement au diamètre de la particule D_p. Il est ainsi valable quel que soit le rayon de la particule venant au contact du substrat. Le filtre F donne une distribution géométrique des rugosités qui évolue sensiblement. Les résultats sont présentés avec un pas de mesure de 2 µm pour la hauteur et de 5 µm pour la largeur des vallées.

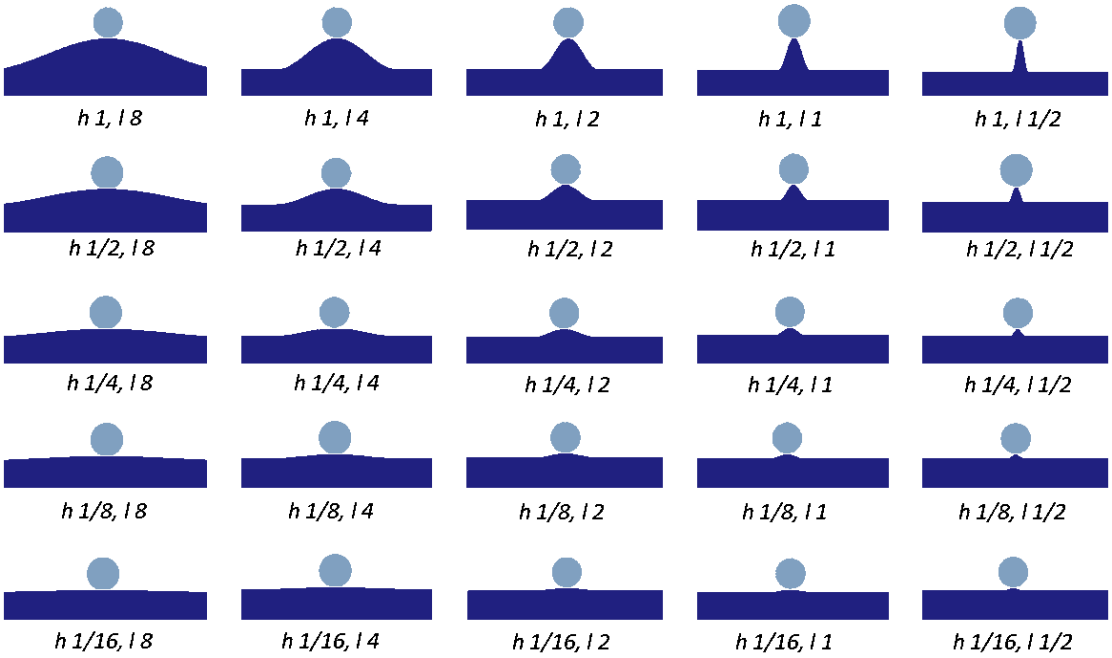


Figure 4-16 : Configurations d'impact d'une particule d'aluminium pur 1050 sur un pic définit par une largeur et une hauteur, pour un substrat d'aluminium 2024-T3.

Pour déterminer le seuillage à appliquer, une simulation numérique par éléments finis est entreprise avec pour objectif de déposer une particule sur un pic dont l'amplitude et la largeur sont définis par rapport au diamètre de la particule. Les caractéristiques géométriques du pic constituant le substrat sont résumées sur la Figure 4-16. La forme du pic est représentée par une sinusoïde de type $(a/2)(1 + \cos(\pi x/\lambda))$, d'amplitude a et de longueur d'onde λ. Ces dernières sont des multiples de D_p, fixé à 20 µm. Trois vitesses d'impact sont essayées : 500, 600 et 700 $m.s^{-1}$. La simulation de l'impact d'une particule sur le milieu d'un pic est un cas idéal

qui, statistiquement, ne se produit que rarement mais qui a pour intérêt de représenter le cas le plus défavorable. En effet, la particule tendant à glisser au fond de la vallée dans tous les autres cas [DEL15], les déformations plastiques sont maximales si la particule heurte le pic en son milieu. Ce pic est caractérisé par une hauteur h et une largeur l à sa base, où h = a et l = λ/2.

Un critère d'atténuation morphologique est donc défini par rapport au diamètre de la particule et consiste à identifier les caractéristiques géométriques critiques du pic à partir desquelles l'énergie de la particule est suffisante pour en atténuer les dimensions. La Figure 4-17 donne les résultats (température et déformation plastique équivalente) des simulations d'impact pour différentes vitesses de particules. L'analyse des résultats peut se résumer à travers les conclusions suivantes :

- *Macro-rugosité ($h \geq D_p/2$) :* la déformation plastique du substrat est très faible mais celle de la particule est particulièrement élevée ;
- *Méso-rugosité ($h = D_p/4$) :* la géométrie du pic est partiellement atténuée mais demeure déterminante dans l'étalement de la particule ;
- *Micro-rugosité ($h < D_p/4$) :* les pics sont gommés et n'ont pas d'influence morphologique significative sur la déformation de la particule. Les seuls effets notables sont l'amortissement énergétique provoqué par leur déformation plastique ainsi que la concentration de contrainte (Chapitre 1, §5.1.3) [DEL15].

Les résultats de simulation des impacts à 500, 600 et 700 $m.s^{-1}$ donnent des tendances similaires concernant l'atténuation des rugosités du substrat. Des valeurs de filtre peuvent alors être déduites et appliquées à l'analyse morphologique des surfaces sablées. Fortement présentes à cause de la modification de la surface par sablage, les micro-rugosités, dont la hauteur est inférieure à $D_p/4$, sont donc éliminées du profil. Ce dernier, résultant du filtrage, donne les vallées les plus influentes sur la déformation plastique des particules.

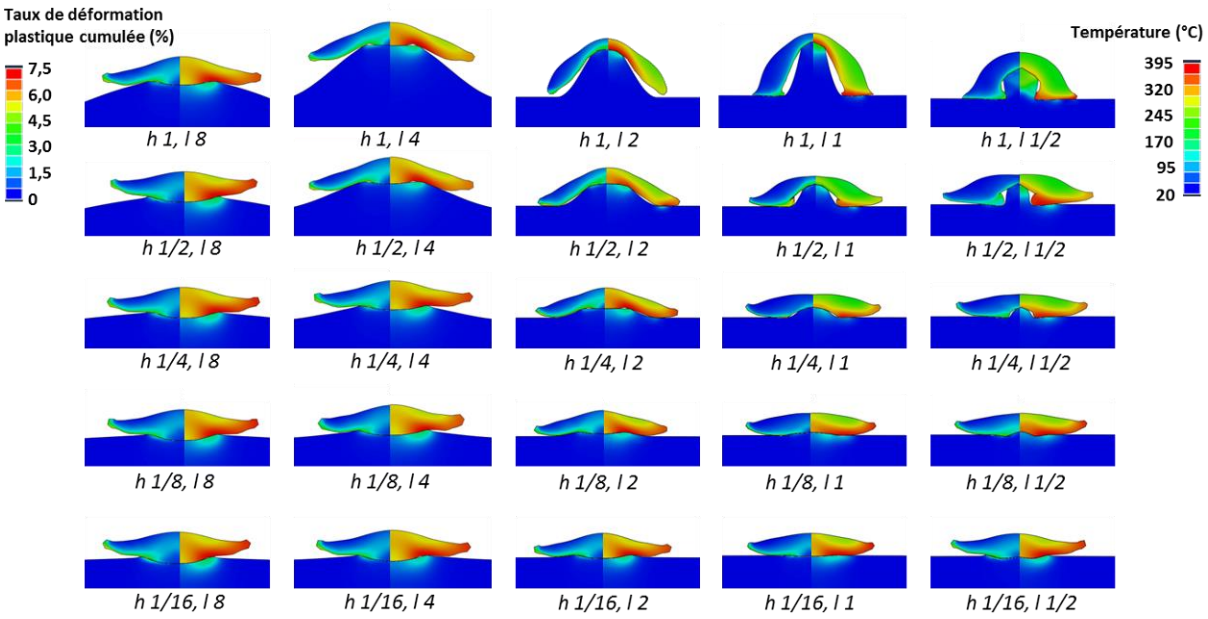


Figure 4-17 : Résultats de simulation d'impact (déformation plastique cumulée, à gauche, et température, à droite) d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 pour une vitesse d'impact de 700 $m.s^{-1}$.

4.2. Dimensions géométriques des vallées

L'objectif de cette partie est de caractériser les dimensions des vallées du profil afin d'en extraire les amplitudes et les largeurs. Elles permettront de donner une répartition numérique de ces paramètres sur l'intégralité de la surface sablée. Cette répartition sera utilisée pour la construction d'un profil équivalent issu de l'analyse topographique des surfaces rugueuses. La granulométrie de la poudre projetée est étendue et les diamètres caractéristiques : 10, 30 et 50 µm des particules sont utilisés comme valeur de filtre afin d'établir l'évolution des dimensions des vallées du profil sablé.

4.2.1. Détermination de l'amplitude des vallées

Sur la Figure 4-18, la surface sablée finement se distingue des autres surfaces par des vallées de plus faible hauteur mais plus nombreuses. De plus, les sablages de type intermédiaire et grossier donnent des amplitudes de vallées similaires. Ces amplitudes des vallées sont significativement plus élevées même si leurs valeurs s'étendent de 2 à 30 µm en comparaison avec la surface sablée finement où la hauteur est comprise entre 2 et 15 µm. Même avec un filtrage relativement prononcé (F = 7,5), la différence entre les trois niveaux de rugosité de surface est marquée. Les particules projetées sur une surface peu rugueuse vont surtout écraser les vallées, les plus petites. A l'inverse, les amplitudes les plus élevées, mesurées sur les surfaces sablées plus grossièrement, favorisent l'ancrage mécanique avec une pénétration des particules dans le substrat plus grande. Pour un même diamètre de particule, les rugosités ne peuvent être effacées que partiellement et la morphologie de surface est ainsi pleinement considérée. Le décrochage observé pour un niveau de filtre élevé (F = 12,5 µm, Figure 4-18d), traduit la présence aléatoire de plus hauts pics, en surface du substrat sablé finement. Ces aberrations morphologiques sont d'autant plus atténuées que l'amplitude des vallées est grande. C'est pourquoi, ce phénomène ne se retrouve pas sur les sablages intermédiaire et grossier.

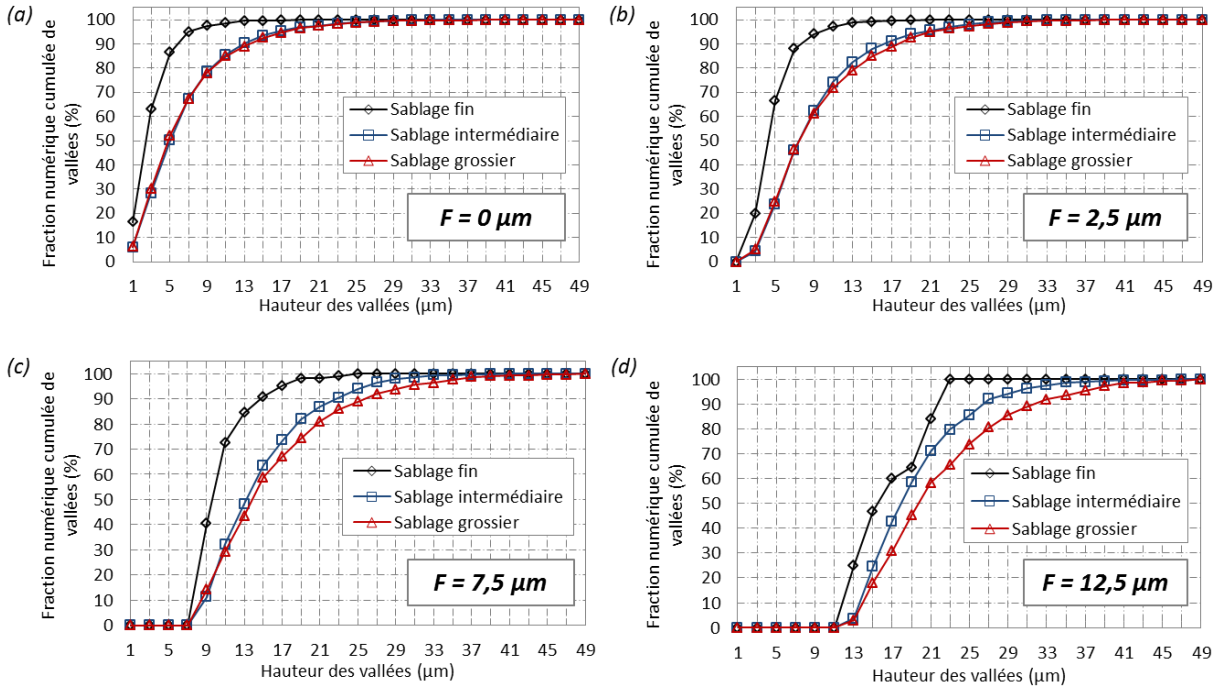


*Figure 4-18 : Dispersion des hauteurs des vallées des profils de substrats d'aluminium 2024-T3 sablés (a) sans filtrage, F = 0 et avec filtrage, (b) F = 2,5 µm (D_p = 10 µm), (c) F = 7,5 µm (D_p = 30 µm) et (d) F = 12,5 µm (D_p = 50 µm), D_p = 4*F.*

4.2.2. Détermination de la largeur des vallées

Une particule pénètre au fond de la vallée d'autant plus que la distance entre ses deux maxima est grande et que son diamètre est faible. Afin de maximiser la probabilité d'ancrage de la particule, une largeur la plus grande possible est privilégiée, tout en conservant une surface rugueuse. Plus cette distance est faible, plus il est difficile pour la particule de pénétrer au fond de la vallée. Définie à partir des dimensions de la vallée, cette distance évolue suivant deux cas :

- Lv > Hv : grand angle d'ouverture ;
- Hv > Lv : faible angle d'ouverture.

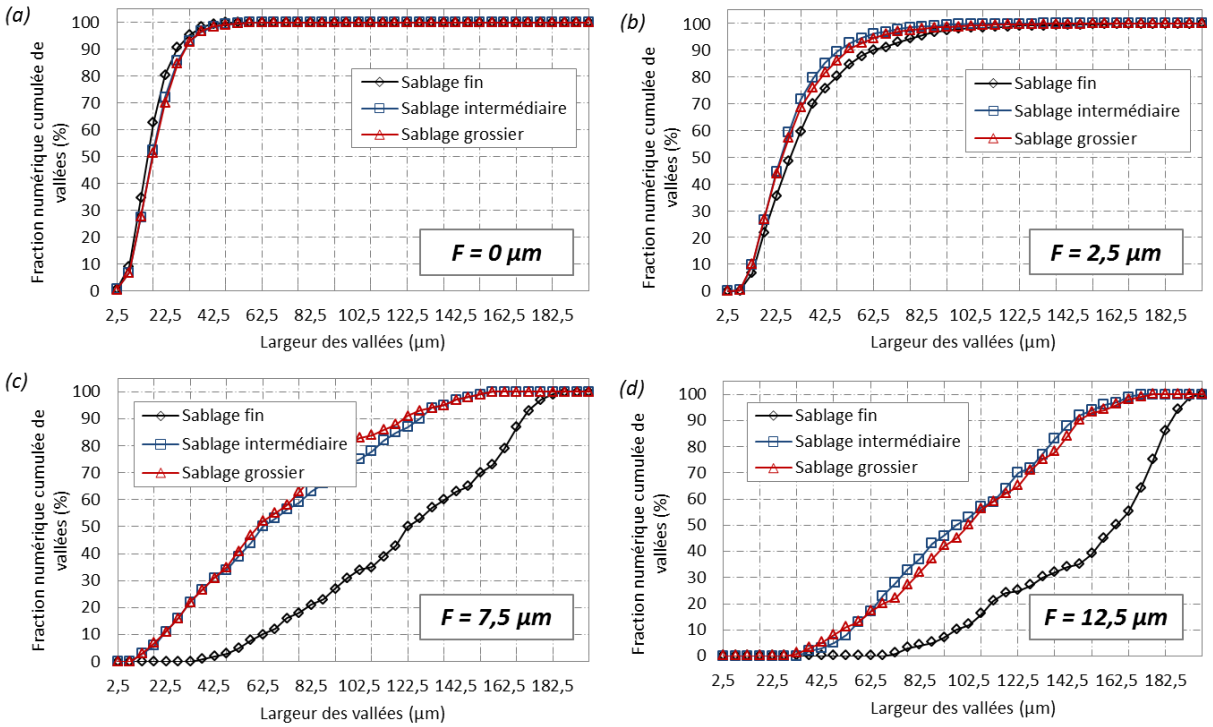


*Figure 4-19 : Dispersion des largeurs des vallées des profils de substrat d'aluminium 2024-T3 sablés (a) sans filtrage, F = 0 et avec filtrage, (b) F = 2,5 µm (D_p = 10 µm), (c) F = 7,5 µm (D_p = 30 µm) et (d) F = 12,5 µm (D_p = 50 µm), D_p = 4*F.*

A l'instar du paramètre de hauteur des vallées, les largeurs des vallées sont mesurées par la même méthode. En considérant différents niveaux de filtre F, les résultats de la Figure 4-19 montrent une répartition de la largeur très resserrée pour le profil non filtré. Les valeurs s'étendent de 2 à 50 µm avec une médiane d(0,5) s'établissant aux alentours de 15 µm pour le substrat sablé finement et de 18 µm pour les substrats sablés plus grossièrement. La largeur des vallées est plus grande lorsque le diamètre moyen des particules abrasives est plus grand. Les vallées sont plus étroites mais plus nombreuses pour la surface sablée finement. En augmentant la valeur du filtre, de nombreuses vallées, dont la hauteur est faible par rapport au diamètre de la particule (Hv = D_p/4), sont éliminées. La majorité des vallées ont une largeur supérieure à D_p et peuvent prétendre à un ancrage mécanique accru. Plus F est élevé, plus les largeurs sont grandes. Dans le cas des surfaces sablées finement, la morphologie initiale donne une grande disparité des largeurs (> 100 µm) pour F > 2,5. Les macro-vallées ressortent car avant l'utilisation du filtre, elles étaient « cachées » par les micro-vallées. Des vallées très larges sont ainsi vues par la particule. Ces résultats ne sont pas rencontrés pour les autres surfaces sablées où la largeur des vallées est comprise entre 20 et 60 µm. Ces différences de largeur des vallées expliquent pourquoi la particule rencontre des rugosités de taille comparable à son diamètre. Dans le

cas où Lv est au moins égale à D_p, sans être trop grand (Lv < $2D_p$), l'ancrage mécanique de la particule est favorisé.

4.3. Bilan sur la morphologie des vallées

L'analyse des profils des substrats sablés révèle le rôle majeur de la morphologie des rugosités et particulièrement à travers leurs dimensions. Les critères de largeur et de hauteur sont évalués et permettent de mettre en avant un facteur géométrique déterminant dans l'ancrage mécanique des particules. En déterminant les valeurs médianes des paramètres géométriques (largeur et hauteur) des vallées (d(0,5)), l'influence du diamètre de la particule D_p est mise en évidence (Figure 4-20).

Les différents sablages se regroupent suivant deux tendances bien distinctes : le sablage à faible granulométrie de corindon (fin) et le sablage grossier associant les états de surface sablé moyennement et grossièrement. Les conclusions suivantes sont établies au regard des dimensions des rugosités des surfaces sablées :

- Surface sablée finement : les vallées sont nombreuses et étroites (15 µm). A partir d'un diamètre de particule de 30 µm, les vallées du substrat sont très larges et de faible amplitude. La particule rencontre donc une surface considérée comme plane ;
- Surface sablée grossièrement : la largeur médiane est de taille comparable à celle du diamètre des particules. Pour D_p > 10 µm, la hauteur médiane de la vallée est $D_p/2$, ce qui favorise l'ancrage mécanique. Globalement, les vallées du substrat ont une hauteur plus élevée, environ deux fois plus grande que dans le cas des surfaces sablées finement.

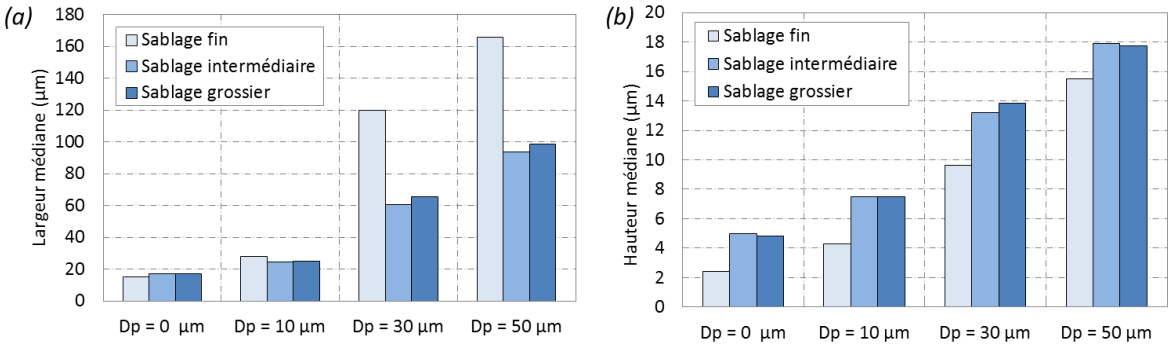


*Figure 4-20 : Valeurs médianes (a) des largeurs Lv et (b) des hauteurs Hv des vallées des profils de substrats d'aluminium 2024-T3 sablés en fonction du niveau de filtre F, c'est-à-dire du diamètre de la particule, D_p = 4*F.*

Comparer les dimensions des vallées en fonction de l'état de surface du substrat et du diamètre de particules permet d'appréhender les mécanismes d'ancrage des particules. A partir des résultats énoncés, un rapport entre la hauteur et la largeur de la vallée est établi, et noté Δ. Plus ce rapport est petit, plus la vallée est large avec une hauteur faible. A l'inverse, plus il est élevé, plus la hauteur de la vallée est grande en comparaison de sa largeur. Si Δ = 0, alors la vallée n'existe pas et la surface est considérée comme plane.

Des profils dits équivalents et résultants de cette analyse topographique, sont définis pour une valeur de filtre égale à zéro. Lorsque le filtre devient positif, le profil équivalent est associé à un profil équivalent vu par la particule. La représentation de ces profils est illustrée à travers les schémas de la Figure 4-21. Ces derniers résument la morphologie des profils vus par une particule de diamètre D_p pour différentes tailles de particules, et mettent en évidence les différences majeures en fonction de la rugosité du substrat. A l'échelle

locale, la morphologie de surface présente des arrêtes arrondies. La forme de la vallée est alors représentée par une sinusoïde de type (a/2) (1 + cos (πx/λ)), d'amplitude a et de longueur d'onde λ. Ces dernières sont des multiples de D_p. La vallée est caractérisée par une hauteur médiane Hv_m et une largeur médiane Lv_m à sa base, où Hv_m = 2a et Lv_m = λ. Deux configurations sont remarquables et sont reprises pour la simulation d'impact décrite dans le Chapitre 5 (§4.2.1) :

- Les particules de grand diamètre (D_p > 10 µm) : pour une surface sablée finement, Δ = 1/12, alors que pour les surfaces sablées grossièrement, Δ = 1/4. L'augmentation des hauteurs des vallées, et, a fortiori, de la longueur de l'interface particule-substrat, accroît la probabilité d'ancrage mécanique des particules dans le substrat. La profondeur de pénétration des particules y est donc plus forte (Figure 4-21a) ;
- Les particules dont le diamètre est plus faible (D_p ≤ 10 µm) : les surfaces sablées finement et grossièrement possèdent un Δ, respectivement égal à 1/5 et 1/3. Les largeurs et les hauteurs des vallées sont sensiblement équivalentes quelle que soit la morphologie de surface du substrat (Figure 4-21b). La profondeur de pénétration des particules est ainsi favorisée quel que soit l'état de surface considéré.

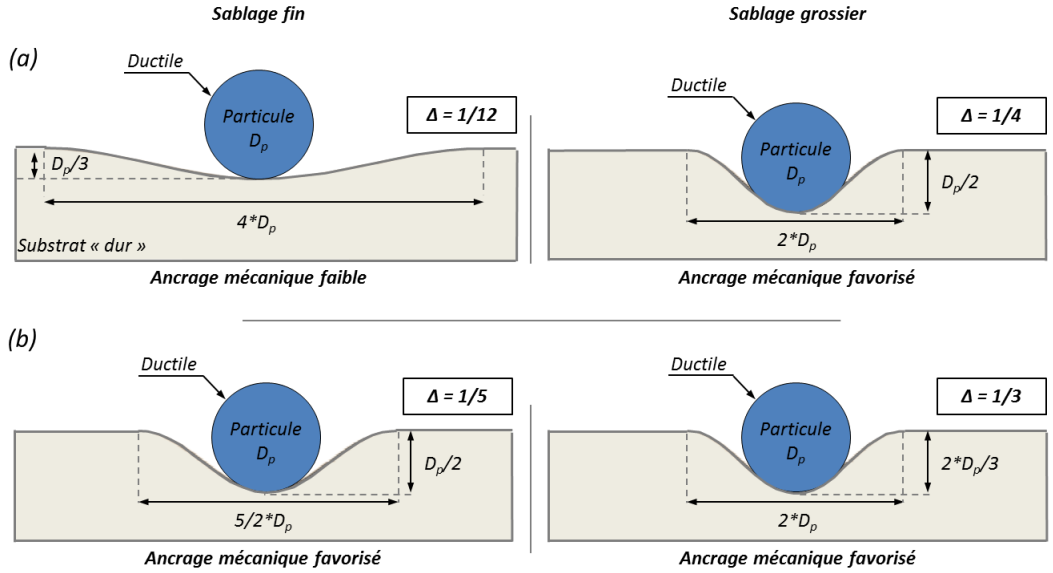


Figure 4-21 : Profils équivalents vus par les particules d'un substrat rugueux, sablé finement (à gauche) et grossièrement (à droite) : influence de la largeur et de la hauteur des vallées comparativement au diamètre de la particule (a) D_p > 10 µm et (b) D_p ≤ 10 µm.

Conclusion sur l'analyse topographique de la surface

La caractérisation approfondie des surfaces modifiées morphologiquement par sablage a été réalisée et a montré des différences notables suivant la granulométrie du corindon utilisé. Une analyse morphologique et dimensionnelle des surfaces aléatoires et rugueuses a été entreprise pour appréhender les mécanismes de déformation et d'encastrement des particules dans les vallées des substrats sablés. Plusieurs résultats majeurs sont ainsi relevés en fonction de la granulométrie des particules abrasives choisie et de la poudre projetée (Tableau 4-7). Si les particules ont un diamètre inférieur ou égal à 10 µm, l'ancrage serait davantage favorisé pour un sablage fin. L'inverse serait vrai pour un sablage grossier.

Tableau 4-7 : Paramètres caractéristiques et morphologiques des surfaces rugueuses d'aluminium 2024-T3 sablées finement et grossièrement en fonction du diamètre D_p des particules.

	Surface sablée finement		***Surface sablée grossièrement***	
Diamètre de la particule	*$D_p \leq 10$ µm*	*$D_p > 10$ µm*	*$D_p \leq 10$ µm*	*$D_p > 10$ µm*
Surface de contact	*Elevée*	*Faible*	*Elevée*	*Elevée*
Longueur caractéristique Lc	*Petite*	*Petite*	*Moyenne*	*Moyenne*
Dimensions des vallées	*Comparables à D_p*	*Très petites*	*Elevée*	*Comparables à D_p*
Hauteur Hv	*Petites*	*Petites*	*Elevée*	*Elevée*
Largeur Lv	*Petites*	*Petites*	*Moyenne*	*Moyenne*
Ancrage des particules	*Favorisé*	*Faible*	*Favorisé*	*Favorisé*

L'analyse des surfaces, par la caractérisation des profils rugueux, permet l'obtention de paramètres géométriques amenant à la construction d'une surface sablée dite équivalente. Les paramètres de hauteur et de largeur sont pris en considération pour la représentation de ces surfaces équivalentes et représentatives des rugosités générées par le sablage. Ces profils sont, d'ailleurs, utilisés dans la simulation d'impact sur substrat rugueux, présentée dans le Chapitre 5 (§4.2).

Partie 2 : Etude morphologique de l'interface revêtement-substrat après projection

1. Définition de l'interface revêtement-substrat

Le revêtement et le substrat sont intimement liés par des mécanismes physiques qui régissent l'adhésion à l'interface. L'identification de la morphologie de cette zone critique permet de mettre en évidence les déformations plastiques occasionnées par le procédé cold spray lors de d'élaboration du revêtement ainsi que les propriétés mécaniques des matériaux considérés.

1.1. Identification du profil de l'interface particule-substrat

Pour analyser l'interface revêtement-substrat, plusieurs techniques sont envisageables : l'observation en coupe, l'observation après arrachement du revêtement et la micro-tomographie. La deuxième peut être gênée par les déformations plastiques occasionnées lors du processus de décohésion ou implique que l'adhérence entre le revêtement et le substrat soit extrêmement faible. La dernière semble la méthode la plus précise et la plus complète pour extraire l'intégralité des caractéristiques de l'interface. Parce que les premiers résultats obtenus par l'observation en coupe des interfaces ont donnés des résultats prometteurs, le choix s'est porté sur cette technique expérimentale. L'identification de l'interface via une observation transverse du système revêtement-substrat est alors privilégiée. Un logiciel d'analyse d'image et de traitement de l'image (ImageJ©) est utilisé pour effectuer les opérations de filtres nécessaires (luminosité, contraste et seuillage) à l'extraction de l'interface revêtement-substrat. Cette méthode permet de caractériser morphologiquement l'interface (Figure 4-22). Parce que l'accès au profil 1D de l'interface passe par l'analyse en microscopie optique de revêtements, une série de dix coupes transverses est réalisée afin d'obtenir une statistique des résultats.

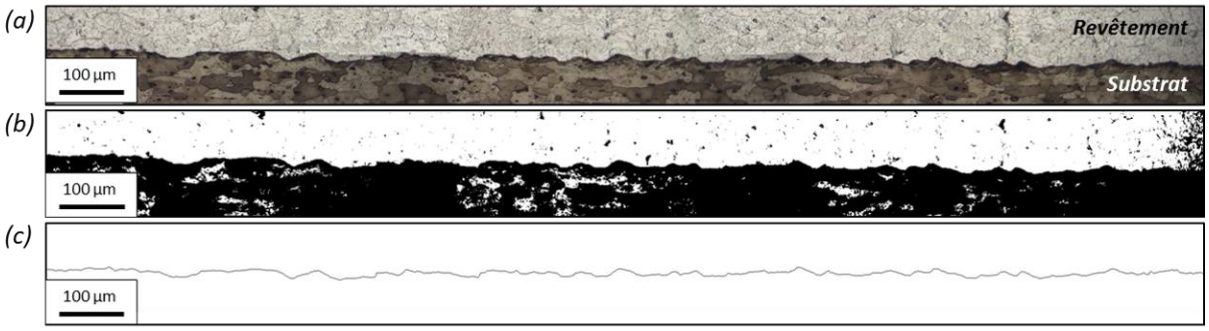


Figure 4-22 : Méthode d'identification du profil de l'interface : (a) observation en microscopie optique, (b) ajustement du contraste et réalisation d'un seuillage et (c) extraction.

1.2. Détermination de la zone de contact à l'interface

L'adhésion du revêtement élaboré par cold spray est directement liée aux contacts créés entre les particules déposées et le substrat. La première couche de particules formant le revêtement détermine l'adhésion globale du revêtement. Pour cela, la caractérisation des zones de contact à l'interface particule-substrat s'avère indispensable.

1.2.1. Détermination de la zone de contact à l'échelle locale

Si des méthodes d'observation de l'interface permettent d'estimer l'aire de contact entre une particule et son substrat, les limites sont atteintes lorsque la particule n'épouse pas complètement la surface du substrat. Parce que plusieurs paramètres influencent les forces de liaisons interfaciales, Bowen [BOW95] ont choisi de déterminer la surface de contact par une analyse différente mêlant l'observation au MEB et l'arrachement des particules. Les particules d'aluminium, déposées à la surface du substrat, ont été enlevées par soufflage à l'air comprimé laissant apparaître une zone identifiable correspondant à l'aire de contact. L'empreinte physique laissée par la particule à la surface du substrat est due à plusieurs paramètres : la vitesse et la morphologie de la particule et la dureté du substrat et de la particule. Cette technique est fortement limitée à des particules possédant une très faible adhérence avec le substrat. Dans le cas de splats déposés par cold spray, une force d'arrachement plus élevée, comme une onde de choc (LASAT®, Chapitre 1, §1.3.1) ou une sollicitation en traction (méthode par plots collés, Chapitre 1, §1.1.2), est nécessaire [GUE10].

Une autre technique consiste à observer le splat en coupe transverse. Les résultats d'interface recueillis sont restrictifs puisqu'ils ne considèrent qu'une seule ligne de la zone de contact particule-substrat (profil 1D). De plus, une autre limitation de la méthode employée réside dans l'impossibilité de connaître la section de la particule associée à cette observation en coupe. Pour une meilleure identification de l'interface particule-substrat, une attaque chimique (décrite dans le Chapitre 2, §4.1.1) permet de distinguer plus facilement la particule du substrat lorsque ces derniers sont proches chimiquement. La zone de l'interface est ainsi révélée (Figure 4-23).

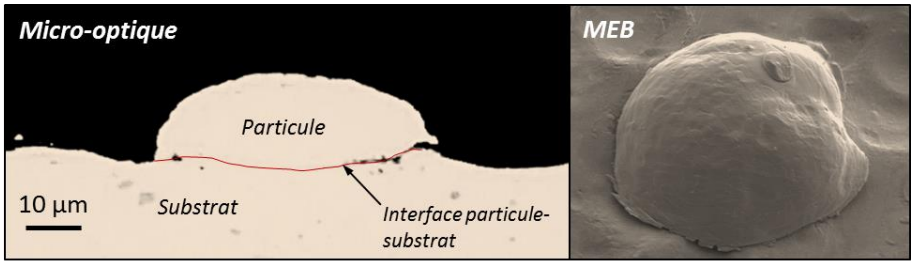


Figure 4-23 : Image optique d'un splat en coupe transversale (à gauche), une microscopie MEB (à droite) d'une particule similaire : détermination de la longueur de l'interface particule-substrat (ligne rouge).

1.2.2. Détermination de la zone de contact à l'échelle globale

A l'instar des profils avant projection (§1.2), les interfaces revêtement-substrat sont analysées afin de définir leur longueur développée. Noté R_{pi}, le rapport entre la longueur projetée et la longueur développée est déterminé pour chacun des substrats sablés. Le Tableau 4-8 résume les résultats issus de l'extraction des profils de l'interface. La mesure de la longueur développée des interfaces permet de caractériser l'état morphologique final du système. Cet état morphologique est un facteur déterminant dans les mécanismes d'adhésion revêtement-substrat. Les déformations induites par le procédé cold spray peuvent ainsi être évaluées.

Pour un substrat brut, la contribution mécanique des impacts par cold spray sur la déformation de l'interface est mise en avant. Une augmentation de la longueur d'interface d'environ 20% est mesurée. Entre le substrat sans préparation de surface et celui sablé finement, la longueur de l'interface est équivalente une fois le revêtement déposé. Les petites rugosités créées par le sablage fin sont totalement effacées. Les particules d'aluminium pur écrasent ces micro-rugosités par une déformation plastique lors du procédé cold spray, ce qui conforte les résultats obtenus dans le §4.1.2.

A l'inverse, pour des substrats sablés grossièrement, la longueur de l'interface est significativement plus élevée. Les résultats montrent des tendances similaires à celles observées pour des surfaces avant l'élaboration du revêtement (cf. Tableau 4-2, Partie 1, §1.2.3). La topographie après le sablage et avant la projection dynamique par gaz froid, est conservée une fois le revêtement déposé, bien qu'elle soit atténuée. Une hérédité de la morphologie de surface du substrat est ainsi remarquée. Ce point est déterminant dans la compréhension des mécanismes de déformation des interfaces modifiées par cold spray.

Tableau 4-8 : Longueur du profil de l'interface des substrats d'aluminium 2024-T3 bruts et sablés revêtus par de l'aluminium pur, déterminée pour une longueur d'évaluation de 40 mm.

Type de préparation de surface	***Substrat brut***	***Sablage fin***	***Sablage intermédiaire***	***Sablage grossier***
Longueur projetée (mm)	*40,00*	*40,00*	*40,00*	*40,00*
Longueur développée (mm)	*48,28 ± 1,67*	*48,37 ± 1,16*	*53,96 ± 1,97*	*53,445 ± 2,56*
Rpi	*1,21 ± 0,16*	*1,21 ± 0,24*	*1,35 ± 0,187*	*1,34 ± 0,34*

1.3. Déformations induites par le procédé cold spray

Au cours du procédé de projection dynamique à froid, l'ensemble particule-substrat se déforme. Les déformations sont influencées par les propriétés mécaniques des matériaux (résistance mécanique, associée à une dureté) et des conditions de l'impact.

1.3.1. Déformation de la particule

La liaison particule-substrat dépend directement de la déformation de la particule et du taux de déformation élevé se produisant au moment de l'impact [ASS03]. Dans le cas d'une liaison métal-métal, un cisaillement adiabatique, localisé à l'interface particule-substrat, a lieu. Ce dernier élimine la couche d'oxyde passive en surface et génère, par cette occasion, un contact intime entre les réseaux cristallins [GRI15]. La caractérisation morphologique de la particule après l'impact peut se faire en quantifiant sa déformation par l'établissement d'un taux d'écrasement ε. Des études ont défini une relation entre le diamètre initial D_{p0} de la particule et la hauteur h_d de la particule déformée. Le taux d'écrasement pour une particule sphérique y a été décrit (Eq. 4.5, [ALK00] [WU06]) (Figure 4-24a). La déformation d'une particule d'aluminium sur un substrat plus dur a été étudiée en fonction du diamètre de la particule [KIN10]. Le paramètre ε a été estimé entre 0,4 et 0,6 pour des particules dont le diamètre D_{p0} est supérieur à 5 µm.

En n'associant que la hauteur du splat, cette formulation du taux d'écrasement de la particule ne considère pas pleinement la morphologie de la particule déformée. La conservation du volume de la particule déformée permet de lier l'étalement l_d (largeur déformée) du splat et sa hauteur déformée h_d. La prise en considération de cette largeur donne lieu à une nouvelle expression du taux d'écrasement (Eq. 4.6, [GIR14]) qui est utilisée pour la caractérisation des splats (Figure 4-24b) : expérimentale (Chapitre 3, §3.2) et numérique (Chapitre 5, §1.1.3).

(Eq. 4.5) $$\varepsilon = \frac{D_{p0} - h_d}{D_{p0}}$$

$$\varepsilon = \frac{L_d - h_d}{L_d}$$ *(Eq. 4.6)*

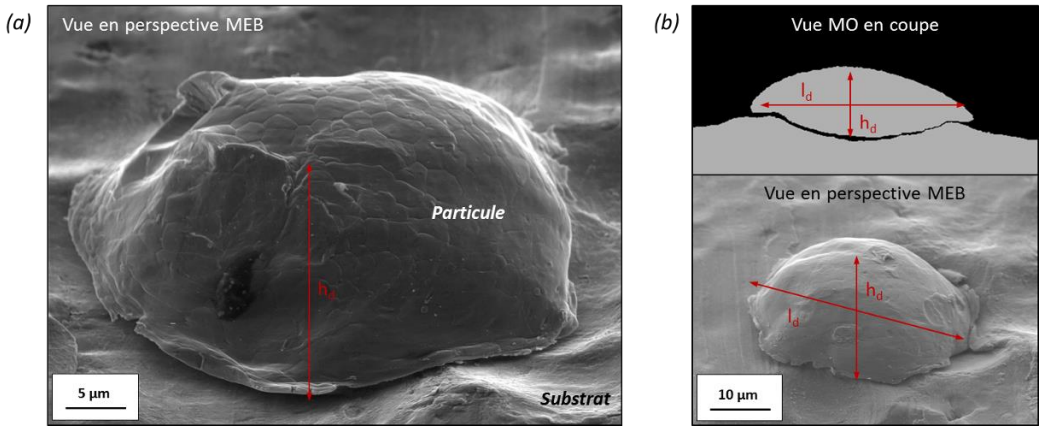


Figure 4-24 : Formulation du taux d'écrasement d'une particule déformée par cold spray (a) paramètre de hauteur déformée h_d et D_{p0} [ALK00] [WU06] et (b) paramètre de hauteur h_d et de largeur l_d [GIR14].

1.3.2. Déformation plastique du substrat

Le substrat se déforme à l'impact et son enfoncement est déterminé par sa dureté, celle de la particule et la vitesse du choc. Les contraintes mécaniques induites par les particules projetées dynamiquement sur le substrat modifient sa morphologie. Plus sa résistance mécanique est faible, plus sa déformation plastique est élevée (Chapitre 1, §4.2).

Les paramètres et les conditions de projection influent sur l'enfoncement des particules dans le substrat [ROS06]. La morphologie de la surface ayant reçue les particules projetées est le résultat de multiples impacts formant des cratères. Leurs dimensions varient en fonction de plusieurs paramètres : la vitesse de la particule (Figure 4-25), son diamètre [DYK99] et les propriétés des matériaux [WAL95].

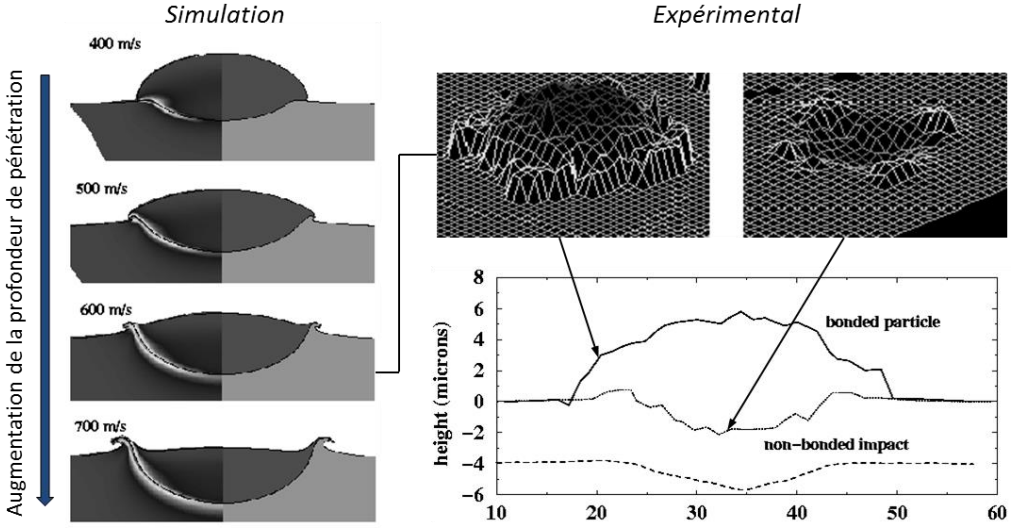


Figure 4-25 : Influence de la vitesse de la particule sur l'enfoncement du substrat (a) voie numérique et (b) voie expérimentale [DYK99].

1.4. Etude des paramètres de rugosité de l'interface

A partir des profils de l'interface, les paramètres de rugosité sont identifiés et permettent ainsi d'évaluer l'influence du procédé cold spray sur la déformation des substrats préalablement sablés (Tableau 4-9). Une fois le revêtement déposé, les paramètres de rugosité Ra et Rz des différentes interfaces révèlent des différences significatives. L'interface des substrats sablés et revêtus présentent un Rz très proche mais un Ra croissant avec la taille du corindon. A l'inverse, le substrat brut possède une plus faible rugosité avec un Rz divisé par trois par rapport aux substrats sablés.

Tableau 4-9 : Paramètres de rugosité 1D des interfaces revêtement-substrat en fonction de l'état de surface initial du substrat d'aluminium 2024-T3.

	Brut	***Sablé finement***	***Sablé moyennement***	***Sablé grossièrement***
Ra (µm)	*1,27 ± 0,15*	*2,68 ± 0,32*	*3,26 ± 0,54*	*4,61 ± 0,48*
Rz (µm)	*7,62 ± 1,03*	*20,4 ± 1,54*	*18,4 ± 1,09*	*21,4 ± 1,84*

Le procédé cold spray modifie sensiblement la surface du substrat en induisant des déformations plastiques. Celles-ci atténuent les rugosités initiales du substrat lorsque ce dernier est sablé moyennement et grossièrement. A l'inverse, ces rugosités sont accentuées lorsque l'état initial du substrat est brut ou sablé finement (Partie 1, §2.1.2). Les micro-rugosités sont effacées et de nouvelles, plus grandes, sont générées. Néanmoins, les paramètres de rugosité ne peuvent expliquer à eux seuls les mécanismes d'adhésion des particules. La topographie de l'interface doit être caractérisée par les mêmes analyses morphologiques utilisées dans l'étude des surfaces sablées (Partie 1, §4), c'est-à-dire la caractérisation dimensionnelle des vallées du profil de l'interface.

2. Déformation de l'interface particules-substrat

Les facteurs influençant la pénétration de la particule sphérique dans le substrat sont multiples. En particulier, l'étude se limite aux effets de l'énergie cinétique qu'elle possède et de son diamètre. En effet, plus la particule est grosse, plus l'énergie nécessaire à sa pénétration dans le substrat doit être élevée. La présence d'une certaine rugosité à la surface du substrat est un paramètre morphologique déterminant pour l'adhésion des particules (Chapitre 1, §1.2, [RIC05]). Les particules possèdent alors une surface de contact avec le substrat plus élevée et ce, d'autant plus que la rugosité est élevée (cf. Partie 1, §2). Cette partie s'attache à caractériser la pénétration des particules dans le substrat en fonction de la rugosité de surface du substrat pour différentes conditions d'élaboration du revêtement.

2.1. Influence de la rugosité du substrat

2.1.1. Amortissement énergétique

La déformation plastique d'une particule solide interagissant dynamiquement avec un substrat solide se décompose suivant deux contributions : l'énergie thermique et l'énergie résiduelle. La première représente environ 90% de l'énergie totale et se traduit par une diffusion de chaleur alors que la seconde (10%) est absorbée par les rugosités de la surface qui se déforment [MEY94]. Dissipée par les rugosités (pics) présentes en surface du substrat sablé, l'énergie de l'impact induit un plus faible volume déformé sous la surface. Les rugosités jouent le rôle d'amortisseur énergétique [YIL12] (Chapitre 1, §5.1.3). Plus la taille de la particule est grande, plus son énergie d'impact est élevée. C'est pourquoi, les rugosités sont déformées d'autant plus que le diamètre de la particule est grand.

2.1.2. Ancrage mécanique

En se déposant sur un substrat rugueux, les particules tendent à recouvrir la surface intégralement malgré des morphologies parfois irrégulières. Qu'il s'agisse de vallées issues du processus de mise en forme du substrat ou bien celles créées artificiellement, par rebond en cold spray [GOJ15], par sablage [ZIE14] ou par micro-abrasion [COS15], le remplissage des vallées s'effectue au moins partiellement. Ces études ont été vérifiées pour des couples de matériaux similaires à ceux de l'étude : particule molle sur substrat plus dur. L'ancrage mécanique est déterminé par la taille des particules vis-à-vis de celle de la vallée. Une petite particule pénètre plus facilement au fond d'une vallée alors qu'une particule plus grosse doit rencontrer une vallée de plus grande dimension pour pénétrer complètement de manière similaire. La déformation de la particule est élevée et est caractérisée par les duretés respectives des matériaux : celle de la poudre et du substrat. Deux cas peuvent se produire [GOJ15] (Figure 4-26) :

- Une grosse particule rencontre une vallée de petite dimension : c'est l'effet de pont. Si la déformation n'est pas suffisante pour remplir totalement la vallée, des porosités sont alors observées et l'adhésion particle-substrat est détériorée (Figure 4-26a).
- Une petite particule rencontre une vallée de grande dimension : les particules molles épousent la topographie du substrat plus dur en remplissant intégralement la vallée. Le revêtement est dense et l'ancrage mécanique est amélioré par l'augmentation de la surface de contact (Figure 4-26b).

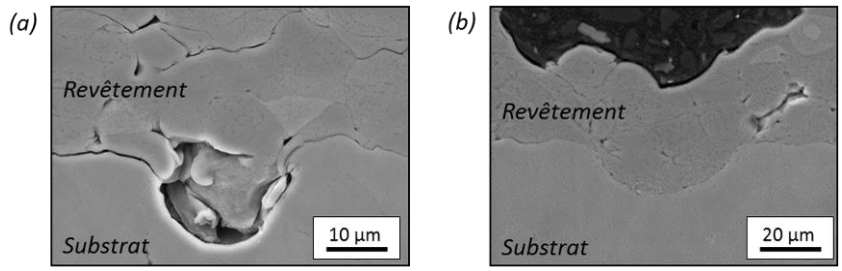


Figure 4-26 : Images MEB en coupe des interfaces revêtement-substrat : remplissage d'une vallée (a) effet de pont et (b) le revêtement d'aluminium épouse la topographie du substrat d'aluminium [GOJ15].

Dans le cas où le substrat et les particules ont des duretés très proches, les déformations plastiques sont limitées et fortement influencées par le diamètre de la particule et les dimensions des vallées. La projection d'un matériau plus ductile que le substrat (aluminium pur sur aluminium 2024-T3) améliore sensiblement le remplissage des vallées de la surface. Le substrat se déforme très peu par rapport aux particules qui épousent la topographie du substrat (Figure 4-27). L'interface est parfaitement définie et continue puisqu'aucune porosité n'est mesurée. L'effet de la rugosité du substrat sur les déformations des particules par cold spray est alors mis en évidence. D'une part, les micro-vallées obtenues par le sablage fin du substrat sont remplies car elles sont suffisamment déformées à l'impact. Les particules projetées par cold spray écrasent ces micro-vallées en déformant le substrat. D'autre part, les macro-vallées sont de dimension suffisante pour accueillir les particules qui s'étalent en suivant la topographie du substrat faiblement déformé. L'ancrage mécanique est alors favorisé.

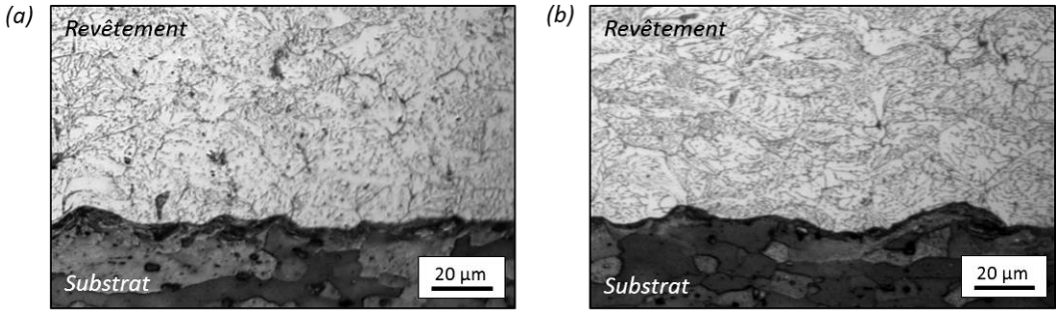


Figure 4-27 : Images optiques en coupe, obtenues après une attaque chimique « Keller », des interfaces revêtement-substrat : remplissage des vallées du substrat d'aluminium 2024-T3 (a) sablé finement et (b) sablé grossièrement avant la projection d'aluminium pur 1050 par cold spray.

2.2. Influence de l'angle de projection

2.2.1. Evolution de la rugosité de l'interface

Les résultats de la Figure 4-28 montrent une variation des paramètres de rugosité en fonction de l'état de surface initial du substrat mais également en fonction de l'angle de projection des particules formant le revêtement. A partir des profils de l'interface, la déformation est orientée dans le sens d'incidence des particules. Les analyses des interfaces revêtement-substrat révèlent des paramètres de rugosité (Ra et Rz) plus élevés pour des projections réalisées sous un angle d'inclinaison éloigné de la normale. Les conditions d'impact des particules modifient sensiblement la morphologie de l'interface.

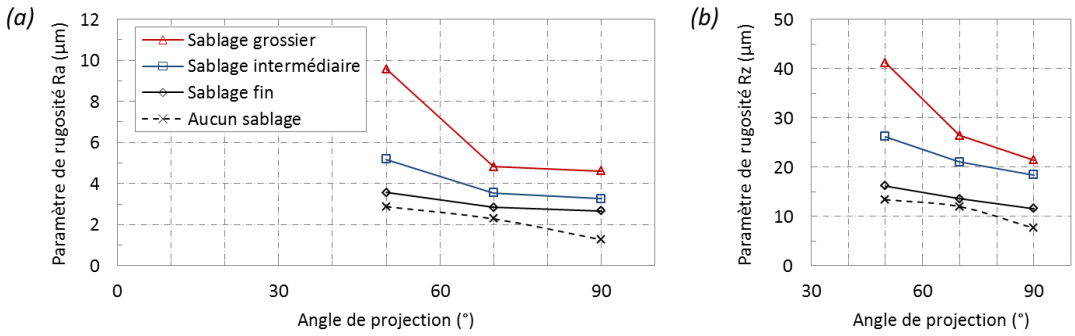


Figure 4-28 : Paramètres de rugosité 1D (a) Ra et (b) Rz de l'interface revêtement d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle de projection des particules projetées par cold spray.

2.2.2. *Mécanisme d'ancrage sur substrat rugueux*

Lorsqu'une particule rencontre une surface rugueuse, les composantes tangentielle et normale de sa vitesse influent sur sa pénétration dans le substrat. Dans le cas d'une incidence perpendiculaire, la composante normale est maximale (V_t = 0) et l'enchâssement de la particule dans la rugosité est favorisé, d'autant plus que le diamètre de la particule est inférieur à la largeur de la rugosité (Figure 4-29a). Pour une incidence différente de la normale avec le substrat, la particule rencontre la surface avec un angle qui modifie son mécanisme d'ancrage. Les particules se déposent sur les rugosités de la surface où elles s'y logent ou rebondissent suivant les dimensions géométriques de la particule et des rugosités. Dans les deux cas, les déformations plastiques sont élevées, l'accentuation de la largeur et de l'amplitude des rugosités est mesurée (Figure 4-29b).

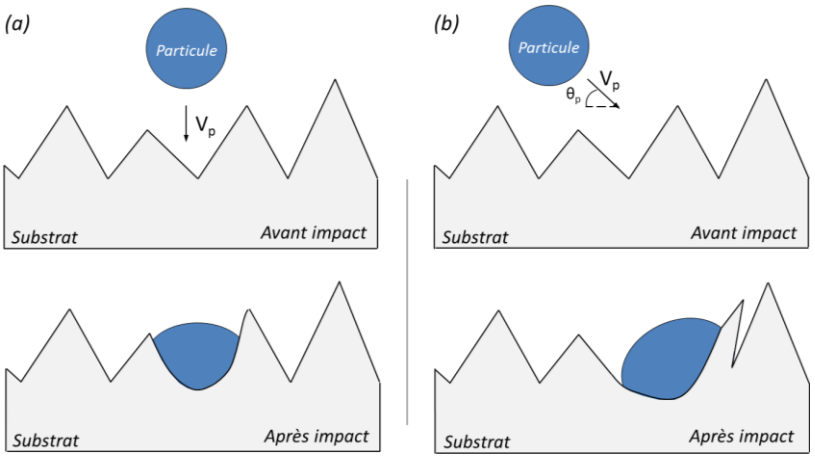


Figure 4-29 : Mécanismes d'ancrage des particules d'aluminium pur en fonction de l'angle de projection sur substrat rugueux d'aluminium 2024-T3, pour une incidence de (a) 90° et (b) 50°.

2.2.3. *Mécanisme d'ancrage sur substrat lisse*

Lors d'un impact sur substrat lisse, aucune rugosité ne vient gêner le chemin de la particule. Quand la vitesse tangentielle est prédominante sur la vitesse normale, la particule rebondit de manière privilégiée. Des phénomènes de glissement et de frottement se produisent (Chapitre 3, §3.3.2, Figure 3-30). Pour un impact normal au substrat, c'est le cas inverse, la pénétration de la particule est plus intense et l'ancrage mécanique est favorisé (Figure 4-30a). Le substrat se déforme moins intensément lorsque l'angle d'incidence de la particule est éloigné de la normale. L'ancrage mécanique de la particule est alors moindre (Figure 4-30b). La composante normale, déterminante dans l'adhésion de la particule avec le substrat, n'y est pas suffisante. Une pénétration élevée de la particule étant le gage d'un ancrage mécanique fort.

Dans le cas d'une projection inclinée, le grand nombre de rebonds des particules est d'autant plus mesurable que la morphologie initiale du substrat est lisse. Les cratères engendrés par les rebonds des particules génèrent une rugosité : c'est la première phase de la construction du revêtement par cold spray (Chapitre 1, §4.1, [KLI06]), qui se traduit par une préparation de surface [GUE09]. La seconde phase du processus permet aux particules de se déposer : on parle alors de la première couche déposée.

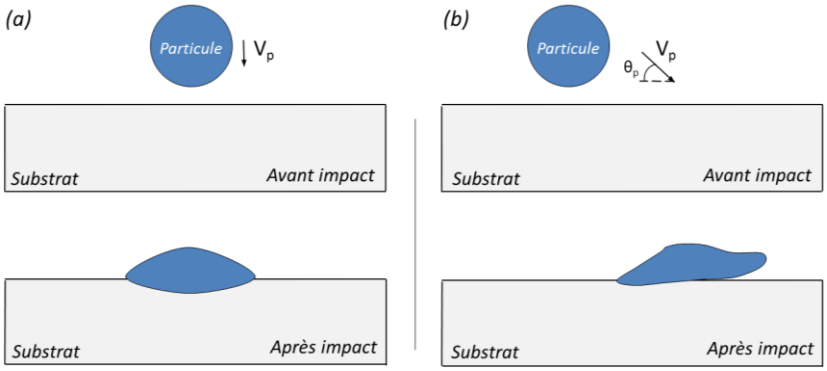


Figure 4-30 : Mécanismes d'ancrage des particules d'aluminium pur en fonction de l'angle de projection sur substrat lisse d'aluminium 2024-T3, pour une incidence de (a) 90° et (b) 50°.

2.3. Effet sur la construction du revêtement

La morphologie du substrat rugueux est un élément déterminant dans la topographie de surface du revêtement déposé. Plus précisément, une rugosité proportionnelle à celle conférée au substrat avant projection se retrouve en surface du revêtement, d'autant plus que la viscosité des particules (résistance mécanique faible) favorise leur déformation plutôt que celle du substrat. C'est le cas, notamment, de la projection HVOF ou plasma, où les particules à l'impact se trouvent à l'état liquide (très visqueux) [PAR06].

En cold spray, les revêtements présentent une certaine rugosité de surface plus élevée que celle du substrat avant projection. En comparaison avec la projection plasma, la basse température ne permet pas à la particule de se déformer suffisamment ou d'épouser parfaitement les rugosités de la surface. L'étalement des particules est alors réduit. De plus, le choc solide à haute vitesse engendre des fortes déformations plastiques, qui modifient la morphologie des rugosités de surface du substrat. Ces deux comportements dépendent de plusieurs facteurs : les paramètres d'élaboration du revêtement, l'état morphologique de la surface initiale du substrat avant projection et les duretés réciproques des matériaux.

2.3.1. Vallées de petites dimensions

Une étude menée sur substrats initialement sablés revêtus, a pour objectif d'évaluer l'effet de la rugosité initiale du substrat sur l'hérédité éventuelle transférée à la surface du revêtement d'épaisseur 150 µm environ. Des mesures de rugosité en surface du revêtement sont réalisées. La morphologie de surface d'un revêtement dépend de plusieurs paramètres de projection comme, notamment, la pression et la température de gaz, mais également la morphologie et la granulométrie de la poudre projetée [KON07]. Plus les particules ont un diamètre élevé, plus la rugosité en surface du revêtement est grande. L'inverse se vérifie d'ailleurs, également. Les paramètres de rugosité des revêtements élaborés à partir de la poudre sphérique sont identifiés pour différents états de surface et différents angles de projection (Tableau 4-10). Les paramètres Ra et Rz ne varient que faiblement avec l'évolution de l'angle de projection et de l'état de surface initial du substrat. La morphologie de surface du substrat, formée par des cratères, ne se transmet pas dans l'épaisseur

du revêtement. La déformation plastique des particules efface la rugosité de la surface du substrat au fur et à mesure de la construction du revêtement.

Tableau 4-10 : Paramètres de rugosité des revêtements d'aluminium pur sur substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction de la préparation de surface des substrats et de l'angle de projection des particules par cold spray.

	Aucun sablage			***Sablé finement***			***Sablé moyennement***			***Sablé grossièrement***		
	50°	*70°*	*90°*	*50°*	*70°*	*90°*	*50°*	*70°*	*90°*	*50°*	*70°*	*90°*
Ra (µm)	*20,6*	*21,1*	*21,8*	*21,4*	*21,4*	*21,7*	*20,4*	*22,7*	*21,9*	*20,1*	*20,4*	*19,6*
Rz (µm)	*155*	*147*	*157*	*152*	*154*	*158*	*147*	*158*	*157*	*146*	*155*	*148*

2.3.2. Vallées de très grandes dimensions

L'influence de très grosses rugosités de surface sur la morphologie de surface du revêtement élaboré par cold spray est, ici, étudiée. Les particules se déposent de manière homogène à la surface du substrat. Une épaisseur relativement constante est réalisée sur l'ensemble de la surface du substrat. L'hérédité des rugosités du substrat se produit lorsque les vallées sont de dimensions comparables ou supérieures à l'épaisseur du revêtement. Plus précisément, en surface d'un revêtement de 500 µm d'épaisseur, les rugosités de surface avant l'élaboration du revêtement s'y retrouvent de manière accentuée. En raisonnant sur le diamètre de ces rugosités, le diamètre final en surface du revêtement est plus grand que celui initialement mesuré sur le substrat (Figure 4-31).

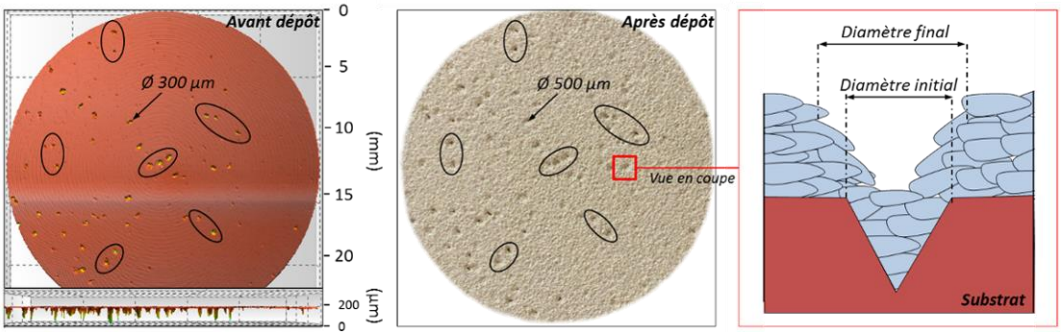


Figure 4-31 : Hérédité de la topographie du substrat en surface du revêtement et remplissage d'une vallée de très grande dimension.

2.4. Conclusion sur les déformations de l'interface

Plusieurs paramètres influent sur les déformations de l'interface revêtement-substrat. Si les micro-vallées sont effacées par l'impact des particules, les macro-vallées modifient la morphologie de l'interface. La ductilité du matériau projeté favorise l'ancrage mécanique des particules dans un substrat plus dur. La projection sous une incidence différente de la normale engendre d'autant plus de rebonds de particules que la surface du substrat est lisse. Ce phénomène est sensiblement atténué lorsque le substrat est rugueux. En effet, les rugosités freinent les particules et leurs permettent d'adhérer par ancrage mécanique. Enfin, la construction du revêtement est fortement influencée par la taille des vallées du substrat. Si des petites vallées n'ont aucune conséquence, des plus grandes engendrent une accentuation des rugosités du substrat.

3. Caractérisation dimensionnelle des vallées d'interface

A l'instar des analyses de surfaces avant projection, les rugosités de l'interface sont caractérisées afin de mettre en évidence la contribution en déformation du procédé cold spray. Le même processus d'identification des rugosités est utilisé, excepté le filtre. Dans l'étude des surfaces avant projection, les micro-vallées générées par le sablage du substrat étaient très nombreuses et empêchaient la caractérisation des macro-vallées, celles qui définissent la surface et responsables des ancrages de particules. Le filtre a permis de pallier cet effet en éliminant ces micro-vallées dans l'analyse. Dans l'étude de la morphologie de l'interface, deux échelles sont envisageables : l'échelle globale et l'échelle locale. Dans le premier cas, les micro-variations du profil de l'interface ne sont pas considérées alors que dans le second elles le sont [GIR14]. Le choix d'extraction du profil de l'interface ne permet pas d'acquérir la résolution nécessaire pour caractériser ces micro-variations. L'utilisation du filtre n'est alors plus justifiée.

L'étude porte sur la morphologie des interfaces revêtement-substrat avec une variation de l'angle d'incidence des particules. Un paramètre de projection est ainsi mis en évidence et corrélé avec la déformation plastique du substrat à l'interface.

3.1. Détermination de l'amplitude des vallées

Présentées en Figure 4-32, les dimensions des vallées semblent être influencées par les conditions d'impact de la particule.

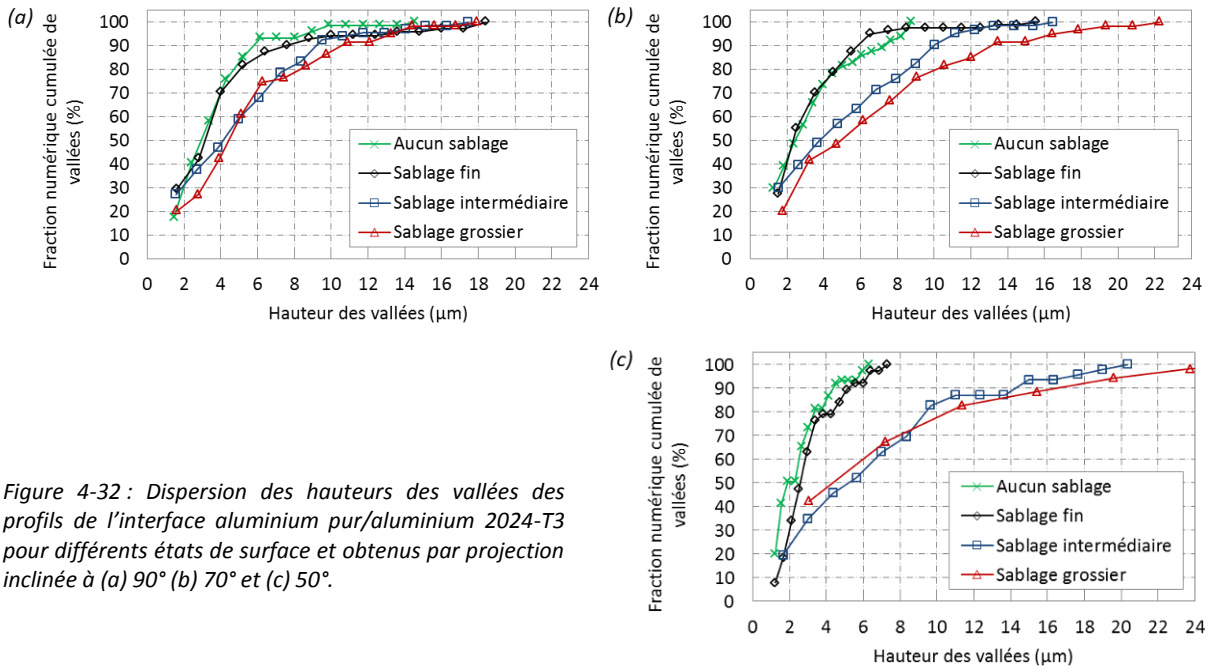


Figure 4-32 : Dispersion des hauteurs des vallées des profils de l'interface aluminium pur/aluminium 2024-T3 pour différents états de surface et obtenus par projection inclinée à (a) 90° (b) 70° et (c) 50°.

Dans un premier temps, l'état de surface initial modifie la pénétration des particules dans le substrat. Avec un d(0,5) = 4,5 µm, la hauteur médiane des vallées est plus élevée pour des sablages grossiers tandis qu'elle atteint 3 µm pour les substrats sans préparation de surface et ceux sablés finement. Les macro-vallées, obtenues par un sablage intermédiaire et grossier, sont conservées malgré les déformations induites par le cold spray. De plus, les résultats similaires mesurés pour le substrat sablé finement et non préparé

mécaniquement, démontrent que les micro-vallées sont totalement effacées par l'impact des particules projetées par le procédé cold spray. Seules les vallées de dimensions comparables à celles des particules ont une influence sur la morphologie de l'interface.

Dans un second temps, l'influence de l'angle de projection est mesurée. Les composantes de la vitesse d'impact de la particule apportent chacune une contribution différente dans les mécanismes d'ancrage mécanique. Ces résultats ont été démontrés dans l'étude menée par Li [LI03] et présentée dans le Chapitre 1 (§4.3). Lorsque la particule arrive perpendiculairement à la surface, la vitesse normale est maximale et la pénétration dans le substrat est favorisée. Dans le cas contraire, des phénomènes de glissement se produisent favorisant le rebond de la particule et les interactions particule-rugosités. Sa pénétration y est donc moindre. L'étude de l'angle de projection confirme le rôle majeur de l'état de surface avec des hauteurs de vallées plus élevées pour une projection à 50°. Les macro-vallées ont pour effet de capter les particules qui les déforment plus intensément. Les particules sont ainsi ancrées dans le substrat plus profondément (Hv = 5,5 µm) lorsque les vallées créées par sablage sont grossières.

3.2. Détermination de la largeur des vallées

L'évolution de la largeur des vallées est mise en évidence et relève les mécanismes de déformation des particules projetées sous différents angles (Figure 4-33). Dans le cas d'une projection sous incidence normale, les vallées possèdent une largeur équivalente quelle que soit la morphologie initiale du substrat. Lorsqu'une particule se dépose sur un substrat plan, rien ne vient perturber sa déformation et son enfoncement. Lorsque la surface du substrat est rugueuse, les particules, plus molles que le substrat, ont tendance à glisser au fond des vallées qu'elles rencontrent. Ce comportement a été mis en exergue via la simulation d'impact et utilisé dans le cas où les effets d'adhérence n'étaient pas pris en compte, ce qui a pour conséquence de surestimer les phénomènes de glissement [DEL15]. La première couche déposée remplit ainsi les vallées de la surface en maintenant les largeurs initiales.

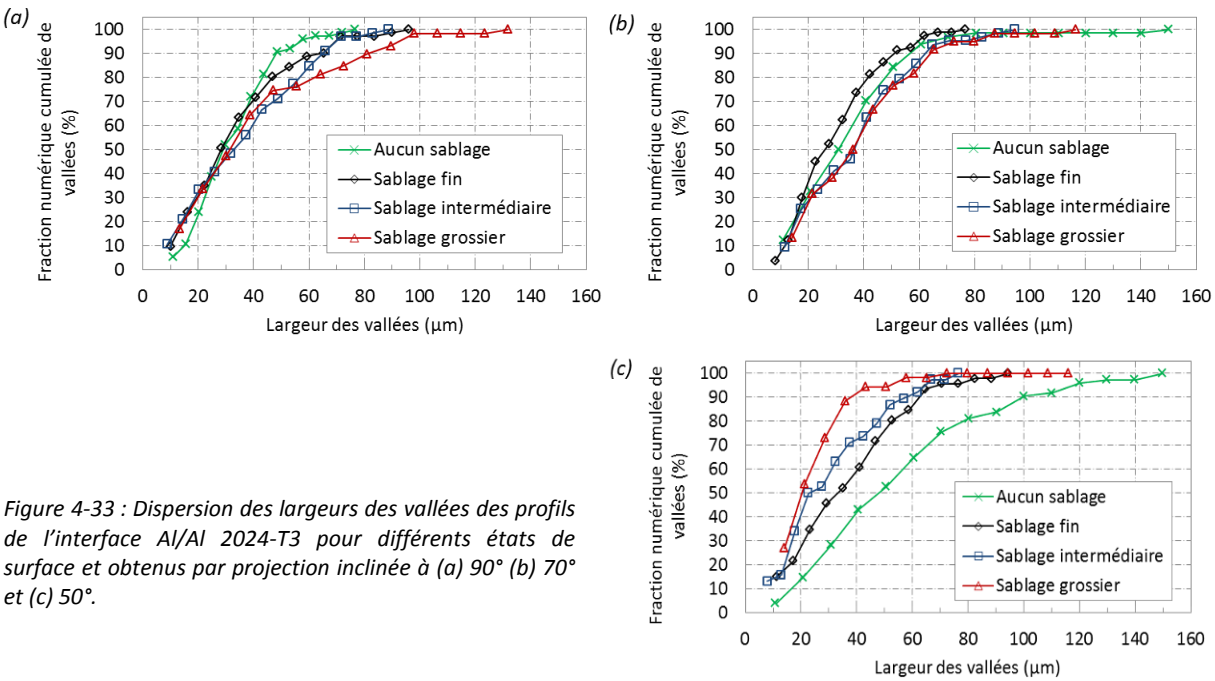


Figure 4-33 : Dispersion des largeurs des vallées des profils de l'interface Al/Al 2024-T3 pour différents états de surface et obtenus par projection inclinée à (a) 90° (b) 70° et (c) 50°.

Dans le cas où le revêtement est élaboré sous un angle inférieur à 90°, le comportement des particules à l'impact est régi par les phénomènes de glissement : la composante tangentielle de la vitesse de la particule augmente. Pour un substrat lisse, la particule déforme le substrat sur une plus grande distance. La largeur des vallées est alors accrue. Lorsque des micro-vallées sont présentes à la surface du substrat, comme dans le cas d'un sablage, elles jouent le rôle d'amortisseur et réduisent ainsi la course de la particule. La morphologie de l'interface donne des vallées avec des largeurs plus faibles (Figure 4-34). Enfin, le cas le plus remarquable se présente lorsque les dimensions des vallées avant la projection sont élevées. La chute de la vitesse des particules y est plus forte et la captation des particules plus élevée. La largeur des vallées (environ 20 µm) en est sensiblement réduite.

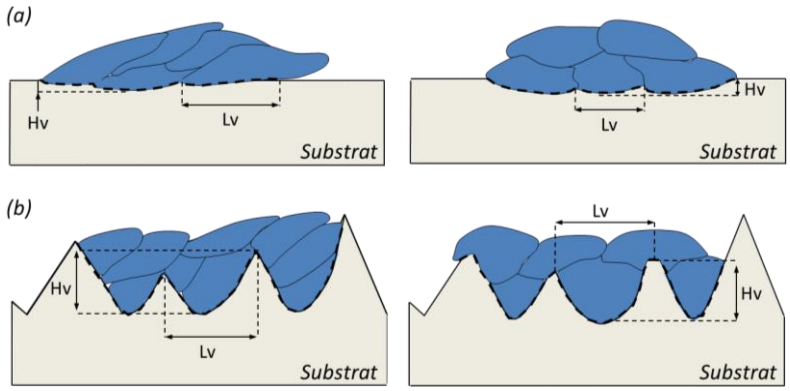


Figure 4-34 : Mécanismes de déformation des interfaces aluminium pur/aluminium 2024-T3 sur substrats (a) non sablés et finement sablés et (b) moyennement et grossièrement sablés, sous une incidence de projection faible (à gauche) et élevée (à droite) des particules.

3.3. Bilan sur la morphologie des vallées

L'analyse des profils de l'interface révèle l'influence de la rugosité initiale, c'est-à-dire celle conférée par la préparation de surface par sablage. Les particules heurtent la surface et la déforment plastiquement. La géométrie des vallées est modifiée par le choc. Leur amplitude et leur largeur sont modifiées. A l'instar des profils avant l'élaboration du revêtement, la détermination des valeurs médianes des dimensions des vallées et la caractérisation de l'interface après la projection sont réalisées (Figure 4-35). Une hérédité de la rugosité initiale est mise en avant par ces résultats (§2.1).

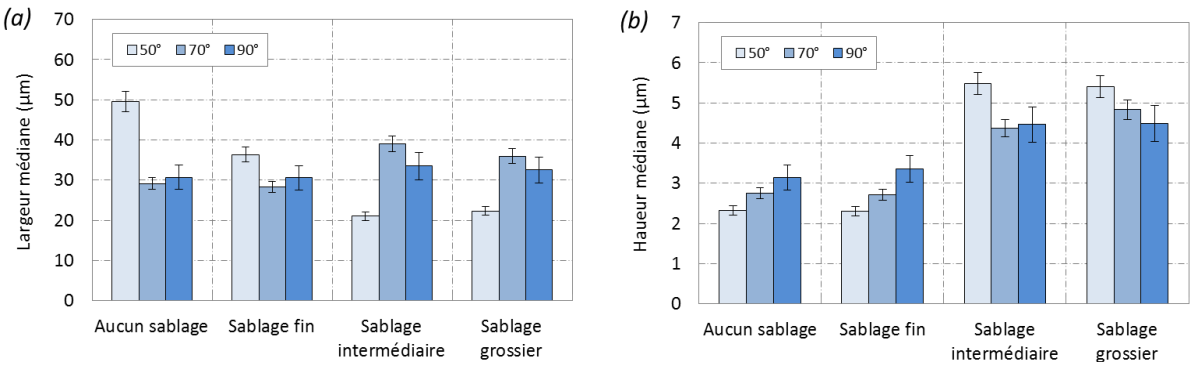


Figure 4-35 : Valeurs médianes (a) des largeurs et (b) des hauteurs des vallées des profils de l'interface aluminium pur/aluminium 2024-T3 sablés et bruts pour différents angles d'incidence de particules formant le revêtement.

Les mécanismes de déformation de l'interface sous différents angles de projection se distinguent en deux catégories regroupant, pour la première, les échantillons à l'état brut et préalablement sablés finement (Figure 4-34a). La seconde concerne les substrats revêtus et ayant subi un sablage plus grossier (Figure 4-34b). Plus précisément, les conclusions suivantes peuvent être énoncées :

Pour un substrat à l'état brut ou finement sablé :

A faible angle de projection, les particules pénètrent dans le substrat en le déformant légèrement. Si les largeurs des vallées sont faiblement augmentées avec l'élévation de l'angle de projection, les hauteurs le sont plus intensément. La faible pénétration des particules s'explique par un glissement accru sur une surface dépourvue de rugosités : les rebonds sont favorisés. Avec une vitesse normale plus élevée (incidence à 90°), l'énergie de la particule transférée au substrat est plus grande : la pénétration, donc la hauteur des vallées, est augmentée.

Pour un substrat rugueux sablé moyennement ou grossièrement :

Des hauteurs de vallées plus élevées sont déterminées pour de faibles angles de projection. Les particules viennent se loger dans les vallées de la surface sablée grossièrement en les déformant légèrement. Ces ancrages mécaniques favorisent l'adhésion des particules. La hauteur des vallées s'atténue avec l'augmentation de l'angle de projection et les particules s'ancrent dans les vallées sans les déformer significativement. Les dimensions des vallées sont plus faibles que pour celles issues d'une projection inclinée.

4. Corrélation morphologique entre la surface du substrat et l'interface

L'impact de particules dures abrasives par sablage a pour effet de modifier plus ou moins fortement la topographie de surface du matériau. Le matériau se trouve dans un état d'écrouissage élevé en extrême surface (Chapitre 2, §3.1.3) [MUL10]. La projection dynamique par gaz froid de particules ductiles influe à son tour sur les dimensions des rugosités de la surface sablée. La configuration de l'étude, cas d'un revêtement ductile sur un substrat plus dur, limite pourtant les déformations plastiques du substrat induites par le procédé cold spray. Suivant la topographie du substrat, les déformations induites peuvent être plus ou moins prononcées. Dans le cas où les rugosités de surface du substrat sont très petites devant le diamètre des particules projetées par cold spray, la déformation plastique peut être très intense, surtout à forte vitesse d'impact [DYK99]. L'impact de particules ductiles sur un substrat plus dur, dont les dimensions des rugosités sont comparables ou supérieures au diamètre des particules projetées par cold spray, modifie légèrement la morphologie du substrat. Une influence sur l'ancrage mécanique et sur la déformation des particules est alors observée [YIL12]. Ce phénomène est d'autant plus vrai que les dimensions des rugosités sont grandes devant le diamètre des particules projetées par cold spray. Les pics de la surface sablée sont, certes, atténués par l'impact, mais la hauteur des rugosités demeure grande par rapport à celle mesurée sur un substrat sans préparation de surface.

Les déformations plastiques des surfaces et des interfaces revêtement-substrat, produites respectivement par des particules abrasives dures et par des particules adhérentes ductiles projetées par cold spray ont été caractérisées. Les résultats de l'analyse de l'interface revêtement-substrat et de la surface du revêtement ont révélé une certaine hérédité de la rugosité présente avant l'élaboration du revêtement. En effet, les paramètres de rugosité de l'interface revêtement-substrat (Ra et Rt notamment) et les dimensions des vallées dépendent de l'état de surface du substrat avant la construction du revêtement.

Si l'état de surface du substrat a une influence majeure sur la capacité des particules à s'ancrer mécaniquement, les conditions de projection du revêtement sont tout autant déterminantes. Les plus faibles vitesses normales des particules projetées avec un angle d'incidence faible, réduisent sensiblement leur pénétration dans le substrat. En heurtant un substrat lisse, la particule rebondit de manière privilégiée tandis que sur un substrat rugueux, les pics et les vallées, formant les rugosités, jouent le rôle d'amortisseur et de surface d'accueil. Les particules se retrouvent alors piégées à la surface, ce qui leur évite de rebondir, favorisant ainsi la construction du revêtement.

Conclusion sur la morphologie de l'interface

La contribution mécanique du procédé cold spray sur la déformation plastique des interfaces revêtement-substrat a été entreprise par une caractérisation morphologique de ces dernières. Les mécanismes d'ancrage mécanique des particules sur substrat rugueux ont été établis grâce à des observations et aux mesures de rugosité à l'interface revêtement-substrat. L'angle de projection s'est révélé être un paramètre déterminant dans la morphologie de l'interface en produisant des rugosités plus élevées. Comparativement aux analyses faites sur les topographies des surfaces sablées (Partie 1), une certaine hérédité est révélée une fois le revêtement élaboré. En effet, si la projection de particules solides induit une déformation totale des faibles rugosités, les plus grosses ne sont qu'atténuées.

Les analyses effectuées dans ce chapitre ont permis d'évaluer l'influence des déformations plastiques engendrées par le procédé cold spray et par la préparation de surface du substrat. La rugosité résiduelle, celle issue du sablage de la surface et en partie conservée après la projection, a été mise en évidence de manière expérimentale à l'échelle globale. Une caractérisation de la morphologie de l'interface à l'échelle d'une particule (échelle locale) est, par ailleurs, entreprise dans le Chapitre 5 dans le but de valider ces analyses, liant diamètre de particule et dimensions des rugosités de surface, et d'atteindre d'autres paramètres, tels que la déformation plastique des rugosités après l'impact ainsi que les échauffements provoqués par le choc et les déplacements de matière.

Des voies d'amélioration sur les méthodes d'analyse des interfaces, par ailleurs, sont identifiées. Les interfaces revêtement-substrat ont été analysées par l'extraction de profils 2D (x, z) mais sont limitées à une fraction infime de l'interface. Plusieurs améliorations de l'analyse topographique des surfaces et morphologique des interfaces sont envisagées.

Une étude approfondie de l'interface apporterait les renseignements supplémentaires sur sa morphologie comme, notamment, les dimensions réelles des rugosités après l'élaboration du revêtement : les micro-variations. La tomographie 3D serait une technique adaptée à la réalisation d'une telle analyse. Parce que la nature chimique du revêtement et du substrat sont intimement proches (revêtement d'aluminium pur et substrat d'aluminium 2024-T3, une infiltration de gallium pour marquer l'interface pourrait alors être effectuée [OHG05] [CHE14]. Les rugosités de l'interface seraient alors révélées après que les particules aient modifiées la morphologie du substrat. Cette technique serait un complément à l'analyse 1D réalisée dans la Partie 2 (§3).

Un perfectionnement du modèle d'analyse morphologique de surface pourrait être également réalisé. L'intégration d'un module de mesure prenant en compte plus de deux rugosités successives permettrait de gagner en précision sur les dimensions des vallées mesurées, notamment en ce qui concerne les macro-rugosités.

Références bibliographiques

[ALK00] ALKHIMOV A.P., KLINKOV S.V., KOSAREV V.F., *Experimental study of deformation and attachment of microparticles to an obstacle upon high-rate impact*, Journal of Applied Mechanics and Technical Physics, 41(2), 2000, p. 245-250

[ASS03] ASSADI H., GARTNER F., STOLTENHOFF T., KREYE H., *Bonding mechanism in cold gas spraying*, Acta Materialia, 51, 2003, p. 4379-4394

[BOW95] BOWEN R.C., DEMEJO L.P., RIMAI D.S., *A method of determining the contact area between a particle and substrate using scanning electron microscopy*, Journal of Adhesion, 51, 1995, p. 191-199

[CHE14] CHENG K., RUIDONG F., SANG D., JING L., LI Y., *A novel method to prepare Al-Ga alloy with intergranular penetrating*, Materials Letters, 129, 2014, p. 84-87

[DEL15] DELLORO F., *Méthodes morphologiques et par éléments finis combinées pour une nouvelle approche de la modélisation 3D du dépôt par projection dynamique par gaz froid (« cold spray »)*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Juillet 2015

[DYK99] DYKHUIZEN R.C., SMITH M.F., GILMORE D.L., NEISER R.A., JIANG X., SAMPATH S., *Impact of high velocity cold spray particles*, Journal of Thermal Spray Technology, 8(4), 1999, p. 559-564

[EBN11] EBNESAJJAD S., Handbook of adhesives and surface preparation, technology, applications and manufacturing, Elsevier, 2011

[GAG85] GAGGIOLI N.G., ROBLIN M.L., *Détermination de la longueur de covariance d'une surface rugueuse par l'étude de la diffusion résiduelle à l'infini*, Optics Communications, 54(4), 1985, 201-206

[GAN14] GAN J.A., BERNDT C.C., *Surface roughness of plasma sprayed coatings: a statistical approach*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2014, 21-23 May, Barcelona, Spain, DVS, 2014, p. 599-604

[GIR14] GIRAUD D., *Etude des composantes mécanique et métallurgique dans la liaison revêtement-substrat obtenue par projection dynamique par gaz froid pour les systèmes « aluminium/polyamide 6,6 » et « titane/TA6V »*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Juin 2014

[GOJ15] GOJON S., KROMER R., COSTIL S., DOUCHY G., VERDY C., LIAO H., *Effect of substrate roughness on the cratering phenomenon on the surface cold sprayed coating*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2015, 11-14 May, Long Beach, California, 2015, p. 339-344

[GRI15] GRIGORIEV S., OKUNKOVA A., SOVA A., BERTRAND P., SMUROV I., *Cold spraying: from process fundamentals towards advanced applications*, Surface & Coatings Technology, 268, 2015, p. 77-84

[GUE09] GHELICHI R., GUAGLIANO M., *Coatings by the cold spray process: a state of the art*, Frattura ed Integrita Structturale, 8, 2009, p. 30-44

[JEU82] JEULIN D., JEULIN P., *Caractérisation microgéométrique des surfaces rugueuses au moyen de l'analyseur de textures*, Mémoires et Etudes Scientifiques de la Revue de Métallurgie, 79, n°3, 1982, p. 109-124

[JEU87-1] JEULIN D., *Random structure analysis and modelling by mathematical morphology*, invited lecture, in: 5th International Symposium on Continuum Models of Discrete Systems, Nottingham, 14-20 July 1985, ed. J.M. Spencer, A.A. Balkema, p. 217-226

[JEU87-2] JEULIN D., *Anisotropic rough surface modelling by random morphological functions*, Acta Stereologica, 6/2, 1987, p. 183-189

[JEU97] JEULIN D., LAURENGE P., *Simulation of rough surfaces by morphological random functions*, Journal of Electronic Imaging, 6(1), 1997, p. 16-30

[JEU13] JEULIN D., *Boolean Random Functions*, in: Stochastic Geometry, Spatial Statistics and Random Fields, Models and Algorithms, Chapter 5, 2013, p. 143-169

[KIN10] KING P.C., JAHEDI M., *Relationship between particle size and deformation in the cold spray process*, Applied Surface Science, 256(6), 2010, p. 1735-1738

[KLI06] KLINKOV S.V., KOSAREV V.F., *Measurements of cold spray deposition efficiency*, Journal of Thermal Spray Technology, 15(3), 2006, p. 364-371

[KON07] KONG C.Y., CARROLL P.A., BROWN P., SCUDAMORE R.J., *The effect of average powder particle size on deposition efficiency, deposit height and surface roughness in the direct metal laser deposition process*, in: Proceedings 14th International Conference on Joining of Materials, 29 April-2 May, Helsingor, Denmark, 2007

[KUM06] KUMAR J., SHUNMUGAM M.S., *A new approach for filtering of surface profiles using morphological operations*, International Journal of Machine Tools & Manufacture, 46, 2006, p. 260-270

[MAT60] MATERN B., *Spatial variation: stochastic models and their application to some problems in forest surveys and other sampling investigations*, Thèse de doctorat, Meddelander fran Statens Skogsforskiningsinstitut, 49(5), 1960

[MEY94] MEYERS M.A., Dynamic behavior of materials, Wiley, 1994

[MUL10] MULTIGNER M., FERREIRA-BARRAGANS S., FRUTOS E., JAAFAR M., IBANEZ J., et al., *Superficial severe plastic deformation of 316 LVM stainless steel through grit-blasting: effects on its microstructure and subsurface mechanical properties*, Surface & Coatings Technology, 205, 2010, p. 1830-1837

[MUR09] MURALIKRISHNAN B., RAJA J., Computational surface and roughness metrology, Springer, 2009

[NAJ08-1] NAJMAN L., TALBOT H., Morphologie mathématique 1 : approches déterministes, Hermes – Lavoisier, 2008

[NAJ08-2] NAJMAN L., TALBOT H., Morphologie mathématique 2 : approches non-déterministes, mises en œuvre et applications, Hermes – Lavoisier, 2010

[OHG05] OHGAKI T., TODA H., SINCLAIR I., BUFFIERE J.-Y., LUDWIG W., et al., *Quantitative assessment of liquid Ga penetration into an aluminium alloy by high-resolution X-ray tomography*, Materials Science and Engineering A, 406(1-2), 2005, p. 261-267

[PAR06] PAREDES R.S.C., AMICO S.C., OLIVEIRA A.S.C.M., *The effect of roughness and pre-heating of the substrate on the morphology of aluminium coatings deposited by thermal spraying*, Surface & Coatings Technology, 200, 2006, p. 3049-3055

[POO09] POORNA CHANDER K., VASHISTA M., SABIRUDDIN K., PAUL S., BANDYOPADHYAY P.P., *Effects of grit blasting on surface properties of steel substrates*, Materials and Design, 30, 2009, p. 2895-2902

[RIC05] RICHER P., JODOIN B., TAYLOR K., SANSOUCY E., JOHNSON M., *Effect of particle geometry and substrate preparation in cold spray*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2005, 2-4 May, Basel, Switzerland, 2005, p. 193-198

[ROS06] DE ROSSET W.S., *Modeling impacts for cold-gas dynamic spray*, Army Research Laboratory, Rapport ARL-TR-3890, 2006

[SLA11] SLATINEANU L., POTARNICHE S., COTEATA M., GRIGORAS I., GHERMAN L., NEGOESCU F., *Surface roughness at aluminium parts sand blasting*, Proceedings in Manufacturing Systems, 6, 2011, p. 69-74

[THO83] THOMAS T.R., Rough Surfaces, Longman, 1983

[WAL95] WALKER J.D., ANDERSON C.E., *A time-dependent model for long-rod penetration*, International Journal of Impact Engineering, 16(1), 1995, p. 19-48

[WU06] WU J., FANG H., KIM H., LEE C., *High speed impact behaviors of Al alloy particle onto mild steel substrate during kinetic deposition*, Materials Science and Engineering A, 417, 2006, p. 114-119

[YIL12] YILDIRIM B., MUFTU S., *Simulation and analysis of the impact of micron-scale particles onto a rough surface*, International Journal of Solids and Structures, 49, 2012, p. 1375-1386

Chapitre 5 : Approche locale de la morphologie de l'interface particule-substrat par la simulation d'impact

SOMMAIRE

CHAPITRE 5 : APPROCHE LOCALE DE LA MORPHOLOGIE DE L'INTERFACE PARTICULE-SUBSTRAT PAR LA SIMULATION D'IMPACT 179

INTRODUCTION 183

1. PRESENTATION DU MODELE NUMERIQUE 183

1.1. METHODE DE CALCUL 183
1.1.1. Paramètres de maillage 183
1.1.2. Modèles numériques 184
1.1.3. Hypothèses de calcul 185

1.2. LOIS DE COMPORTEMENT ET PROPRIETES DES MATERIAUX 186
1.2.1. Modèles d'écrouissage dynamique 186
1.2.2. Modèle de Johnson-Cook 186

2. VALIDATION DU MODELE D'IMPACT 189

2.1. VALIDATION QUALITATIVE DU MODELE 189
2.1.1. Corrélation morphologique entre les simulations 2D et l'expérimental 189
2.1.2. Corrélation morphologique entre les simulations 3D et l'expérimental 190
2.1.3. Conclusion sur la robustesse du modèle numérique d'impact 190

2.2. VALIDATION QUANTITATIVE DU MODELE 190
2.2.1. Déroulement et fin de l'impact 190
2.2.2. Comparaison du taux d'écrasement 192

2.3. CONCLUSION SUR LE MODELE NUMERIQUE 192

3. IMPACT D'UNE PARTICULE SUR SUBSTRAT PLAN 193

3.1. INFLUENCE DES PARAMETRES D'IMPACT DE LA PARTICULE 193
3.1.1. Effet de la température de la particule 193
3.1.2. Effet de la vitesse de la particule 194
3.1.3. Effet de l'angle de projection de la particule 195

3.2. TEMPERATURE MAXIMALE ATTEINTE A L'INTERFACE PARTICULE-SUBSTRAT 197

3.3. CONCLUSION SUR L'INFLUENCE DES PARAMETRES D'IMPACT 198

4. IMPACT D'UNE PARTICULE SUR SUBSTRAT RUGUEUX 199

4.1. REALISATION DU MAILLAGE DES SUBSTRATS RUGUEUX 199
4.1.1. Détermination des dimensions de la surface rugueuse à mailler 199
4.1.2. Optimisation du maillage des surfaces rugueuses 200

4.2. DEFORMATION PLASTIQUE DE LA PARTICULE ET DU SUBSTRAT 202
4.2.1. Etude morphologique du substrat après impact d'une particule 202
4.2.2. Approche locale de la longueur d'interface 203
4.2.3. Bilan sur les déformations de l'interface particule-substrat 204

4.3. ANCRAGE D'UNE PARTICULE DANS UN SUBSTRAT RUGUEUX 204
4.3.1. Approche numérique du profil équivalent vu par la particule 204
4.3.2. Etude des paramètres physiques et de la morphologie du système particule-substrat 206

4.4. DISCUSSION AUTOUR DU MODELE NUMERIQUE 207

CONCLUSION SUR LA SIMULATION D'IMPACT D'UNE PARTICULE 209

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 210

Introduction

En complément de la partie expérimentale, la simulation par Eléments Finis (EF) de la déformation plastique d'une particule, considérée comme sphérique, est entreprise. L'objectif est d'appuyer numériquement les observations morphologiques réalisées au Chapitre 3 et de valider les analyses morphologiques de l'interface revêtement-substrat effectuées dans seconde partie du Chapitre 4.

De nombreuses études ont été menées pour appréhender les mécanismes de déformation à l'impact des particules projetées par cold spray. Deux échelles ont été considérées : l'échelle locale avec la particule élémentaire (Chapitre 1, §5.1) [GHE11] et l'échelle globale avec l'empilement de plusieurs particules (Chapitre 1, §5.2) [YIN10-2] [YIN13-2]. L'influence de la vitesse et de la température de la particule sur la déformation à l'impact a été étudiée pour différents couples de matériaux [ASS11]. La simulation permet, notamment, de prévoir le comportement de la particule projetée au moment où elle rencontre le substrat. Cet outil contribue à mieux comprendre les phénomènes mis en jeu lors de l'impact solide à haute vitesse.

Une analyse des interfaces sur un substrat initialement rugueux, qui n'a jamais été étudiée pour des vitesses comparables à celles du cold spray, est entreprise dans cette partie. En travaillant à l'échelle locale, l'objectif est de simuler l'impact d'une particule sur un substrat dont la surface est rugueuse. Les différentes rugosités obtenues après sablage des substrats sont ainsi étudiées. Deux voies sont envisagées : le profil de rugosité issu de l'observation en coupe et le profil simplifié extrait de l'étude topographique des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés (Chapitre 4, Partie 1).

Un modèle est établi à partir d'une analyse par Eléments Finis (EF). Une vitesse (Chapitre 3, §4.1), une direction et une température de la particule (Chapitre 3, §4.2) sont choisies pour la simulation de l'impact. La déformation plastique et la pénétration de la particule dans le substrat sont étudiées.

1. Présentation du modèle numérique

Dans cette partie, la démarche entreprise pour le choix du modèle numérique est présentée. Ce modèle est associé à des lois de comportement, pour l'impact de particule à haute vitesse.

1.1. Méthode de calcul

Pour décrire le comportement d'une particule au moment de l'impact, un modèle par éléments finis utilisant le logiciel Abaqus/Explicit©, est employé. Cet outil, relativement puissant, permet de calculer, notamment, les contraintes et les températures induites par un choc solide-solide. Une méthode de type lagrangien est utilisée. La procédure « Dynamic-Temp-Disp-Explicit » est choisie afin d'intégrer dans le calcul dynamique, un couplage thermomécanique. Le contact particule-substrat est régi par une interaction de type « surface to surface contact ». Les simulations consistent en une succession de phases de calcul lagrangien, pendant lesquelles le maillage se déforme en suivant le mouvement des matériaux sollicités. Enfin les éléments du maillage sont de type « coupled temperature displacement ».

1.1.1. Paramètres de maillage

Le maillage utilise des éléments de forme tétraédrique (simulation 3D) et quadratique (simulation 2D), respectivement de type « C3D10 » et « CAX4RT ». Le rapport entre la taille de maille de la particule et son diamètre est fixé à 30 (= $D_p/30$). Ce rapport confère, par exemple, une taille de maille de 1 µm, dans le cas d'une particule de 30 µm de diamètre.

Ce paramètre de taille de maille est essentiel pour la simulation utilisant la méthode lagrangienne. En effet, suivant la taille des éléments utilisés, les diverses valeurs de sortie, telles que la température [ASS03] ou la vitesse [LI06], varient.

La finesse du maillage conduit à une meilleure appréciation des données quantitatives [LI06] [LI09]. Néanmoins, la simulation par éléments finis se confronte à des distorsions excessives de mailles. En effet, les vitesses supersoniques obtenues en cold spray conduisent à de très fortes déformations pendant des temps extrêmement courts. La simulation numérique éprouve des difficultés de convergence des calculs auxquelles une solution doit être apportée. La mise en place d'un système de remaillage est alors nécessaire. Cette opération utilise la fonction « Arbitrary Lagrangian Eulerian (ALE) Adaptative Meshing » du logiciel Abaqus/Explicit©. Mais cette solution n'est pas infaillible et les problèmes persistent malgré tout, pour des gammes de taux de déformation intenses. Au cours des phases d'adaptation du maillage qui alternent avec celles d'incrémentation temporelle, le mouvement du solide est figé et les nœuds du maillage sont repositionnés afin de diminuer la distorsion des éléments. Ce n'est pas un vrai remaillage car la topologie du maillage n'est pas changée. Les variables aux nœuds et aux points d'intégration sont ensuite transférées de l'ancien vers le nouveau maillage. L'utilisation d'une méthode de remaillage adaptative n'affranchit pas d'utiliser un maillage initial suffisamment fin, en particulier près de la zone d'impact où les solides se déforment fortement.

Tout comme la taille du maillage influe sur la morphologie des particules, les méthodes utilisées pour la simulation d'impact fournissent des résultats variés. En effet, les morphologies finales de splats diffèrent d'une approche à l'autre. De fortes nuances morphologiques suivant la méthode employée, c'est-à-dire la méthode lagrangienne, eulérienne ou SPH « Smoothed Particle Hydrodynamics », ont été révélées [YIN10]. Cette dernière étant adaptée à la simulation de flux de fluides, l'éjection de matière à l'impact y est particulièrement prononcée.

1.1.2. Modèles numériques

La mise en place du modèle consiste à disposer une particule à la surface d'un substrat. A cette particule, est conférée une vitesse suivant les deux composantes x et y. Le substrat et la particule sont maillés judicieusement. La zone d'impact du substrat et la particule (parties fortement déformées) possèdent un maillage plus fin afin d'améliorer la précision des résultats. Deux modèles numériques sont développés en parallèle pour l'étude de la déformation d'une particule sphérique :

- Une simulation 2D permet de mesurer la déformation de la particule suivant x et y. Le calcul est rapide mais réducteur par rapport au cas réel expérimental. En effet, la particule est associée à un disque qui serait représenté par un cylindre pour une simulation 3D. Cette différence de morphologie avec la particule sphérique limite l'interprétation des déformations. Le modèle axisymétrique a, par ailleurs, été exclu car il est incompatible avec les impacts sous un angle d'incidence différent de la normale ;
- Une simulation 3D permet l'analyse complète de la déformation plastique de la particule suivant les trois directions (x, y, z). Le calcul est, certes, plus long mais davantage représentatif au regard du cas expérimental, notamment pour des particules sphériques.

Ces deux modèles numériques sont présentés en Figure 5-1. Ils servent de base à l'étude des paramètres de projection comme l'angle de projection, la vitesse de la particule ou encore la morphologie du substrat.

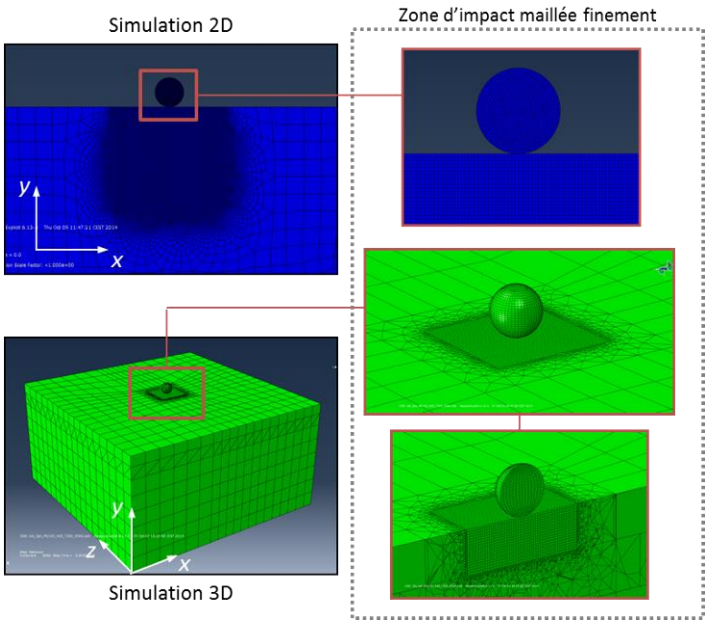


Figure 5-1 : Présentation du maillage utilisé pour les simulations 2D et 3D sur substrat plan.

1.1.3. Hypothèses de calcul

Pour l'ensemble des résultats de simulation présentés dans l'étude, les propriétés du matériau (substrat et particule) sont considérées isotropes et la particule sphérique de diamètre de 20 µm. Plusieurs paramètres de projection sont étudiés : la température de la particule T_p, la vitesse de la particule V_p, le diamètre de la particule D_p, l'angle d'incidence θ_p de la particule et la morphologie de surface du substrat. Pour évaluer l'influence d'un paramètre sur la déformation plastique de la particule et du substrat, les autres paramètres sont figés. Sauf mention contraire, l'impact de la particule s'effectue dans des conditions identiques quels que soient les paramètres étudiés (Tableau 5-1). L'impact de la particule sur un substrat rugueux se produit dans l'axe coïncident avec le fond de la vallée, ce qui a pour effet de ne traiter qu'une partie des impacts obtenus expérimentalement. Le cas où la particule entre en collision avec le sommet d'une vallée n'est donc pas simulé dans cette étude. De plus, les simulations réalisées ne tiennent pas compte de la transmission de la chaleur entre la particule et le substrat.

Tableau 5-1 : Paramètres et conditions d'impact de la particule et du substrat.

Vitesse d'impact de la particule ($m.s^{-1}$)	*680*
Température d'impact de la particule (°C)	*300*
Température du substrat avant l'impact (°C)	*20*
Angle d'incidence de la particule avec la surface du substrat (°)	*90*

La déformation plastique de la particule après impact peut se caractériser par son taux d'écrasement ou de déformation ε, c'est-à-dire la capacité de la particule à se déformer plastiquement une fois déposée à la surface du substrat. La formulation de ε est précisée dans le Chapitre 4, partie 2, §1.3.1. Le taux d'écrasement de la particule est considéré comme nul lorsque sa sphéricité est conservée ; à l'inverse, il vaut 1 quand elle devient plate (c'est-à-dire quand h_d tend vers 0). La Figure 5-2 montre une particule à différents instants de l'impact. Sa morphologie permet d'en déterminer le taux d'écrasement. Comme décrit dans le Chapitre 4, §1.3.2, le substrat subit également une déformation plastique irréversible. Un enfoncement h_p, mesuré à

partir de sa surface initiale, est ainsi caractérisé. Ce dernier évolue en fonction des conditions et des paramètres de projection.

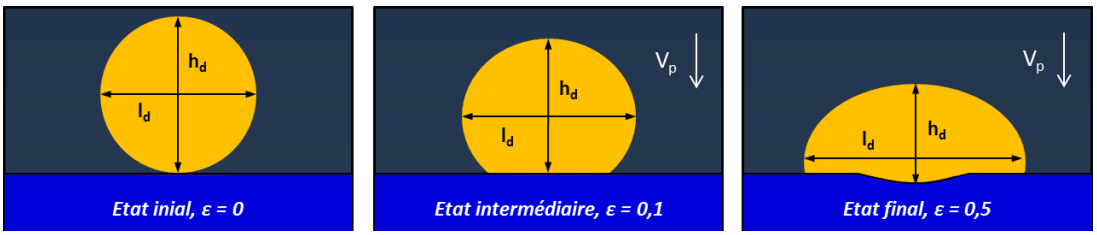


Figure 5-2 : Evolution du taux d'écrasement de la particule suite à la déformation plastique du système subie au cours de l'impact à haute vitesse.

1.2. Lois de comportement et propriétés des matériaux

1.2.1. Modèles d'écrouissage dynamique

Le modèle d'écrouissage dynamique choisit pour simuler les déformations des matériaux suite à un choc à haute vitesse régit l'intensité et les déplacements de matière. De nombreux modèles existent et ont fait l'objet d'études. Les simulations d'impact présentées dans le Chapitre 1 (§5) ne précisent pas le type de modèle utilisé pour l'écrouissage dynamique. Un bref aperçu des modèles existants est, ici, proposé.

Les modèles dits phénoménologiques reposent sur des lois établies et traduisent le résultat de l'expérience, sans s'appuyer sur une analyse fine des phénomènes sous-jacents. Leur utilisation est rendue facile grâce à leur forme simple. Leurs paramètres, peu nombreux, sont en principe facilement identifiables, étant donné les études expérimentales menées sur la deformation des matériaux. Néanmoins, leur justification physique est moins évidente, ce qui confère à ces modèles une validité restreinte. La loi identifiée ne peut pas être extrapolée au-delà du domaine couvert par les essais. Les modèles en loi puissance [JEU08] [THO10], le modèle Cowper-Symonds [COW57] et le modèle de Johnson-Cook [JOH83] font partie de cette catégorie.

Les modèles issus de l'analyse de l'activation thermique [SEE57] s'appuient sur les mécanismes mis en jeu et ont pour ambition d'avoir un domaine de validité plus étendu que ceux présentés précédemment. L'analyse de l'activation thermique (augmentation de la mobilité des dislocations par l'augmentation de leur capacité à franchir les obstacles) est la source de ces modèles. Ces derniers peuvent se partager en deux classes : les modèles à variables internes classiques [ZER87] [STE89] [PRE03] et les modèles qui introduisent une variable interne supplémentaire, de nature microstructurale [KLE85] [FOL88] [MOL05]. L'intérêt de ce dernier type de modèle est, en particulier, d'intégrer des effets cumulés de la vitesse de déformation dans la description du comportement.

Les modèles établis pour les mécanismes liés au choc et au traînage visqueux [STE80] [PRE03] ou encore les modèles hydrodynamiques existent et sont adaptés aux sollicitations à très grande vitesse de déformation et à haute pression.

1.2.2. Modèle de Johnson-Cook

Le modèle de Johnson-Cook [JOH83] est particulièrement adapté pour une gamme de vitesse de déformation de 10^2 à 10^4 s^{-1}. Cependant, il possède un nombre restreint de paramètres (A, B, n, C, m) et n'est pas le meilleur modèle pour les vitesses de déformation par cold spray de l'ordre de 10^7 à 10^9 s^{-1} suivant la

vitesse et la taille de la particule [RAH14]. Même si des variantes peuvent permettre de modéliser des comportements plus complexes [AHN12] comme, par exemple, une brusque augmentation de la sensibilité à la vitesse de déformation à partir d'un niveau de vitesse de déformation critique (de l'ordre de 10^3 – 10^5 s^{-1}) [FOL88], la loi de Johnson-Cook, dite « modifiée », est le modèle d'écrouissage dynamique qui est retenu pour l'étude (Eq. 5.1) et se présente sous la forme [AHN12] :

$$\bar{\sigma} = \underbrace{\left[A + B \cdot \bar{\varepsilon}^{n}\right]}_{Ecrouissage} \cdot \underbrace{\left[1 + C \ln\left(\frac{\dot{\bar{\varepsilon}}}{\dot{\bar{\varepsilon}}_0}\right)\right]}_{Ecrouissage\text{-}dynamique} \cdot \underbrace{\left[1 - \left(\frac{T - T_0}{T_f - T_0}\right)\right]^{m}}_{Adoucissement\text{-}thermique} \qquad \textit{(Eq. 5.1)}$$

Où :

- $\bar{\sigma}$ est la limite d'élasticité définie selon le critère de Von Mises ;
- $\bar{\varepsilon}$ est la deformation plastique équivalente ;
- $\dot{\bar{\varepsilon}}$ est la vitesse de déformation équivalente, et $\dot{\bar{\varepsilon}}_0$ une vitesse de déformation de référence ;
- T est la température, T_0 la température de référence et T_f la température de fusion.

Le premier terme où l'on trouve les coefficients *A*, *B* et *n*, prend en compte l'écrouissage du matériau lors de l'impact. Des échauffements, provoqués par la déformation plastique ont lieu et l'adoucissement thermique qui en résulte est considéré dans le dernier terme. La température de référence est prise égale à la température ambiante, c'est-à-dire 293 K. Cette loi donne la contrainte suite aux déformations induites par le choc solide-solide en tenant compte de la vitesse de déformation, de la température ainsi que des propriétés mécaniques du matériau. Le Tableau 5-2 donne les coefficients de Johnson-Cook pour l'aluminium pur 1050 (poudre) et l'aluminium 2024-T3 (substrat).

Tableau 5-2 : Paramètres de Johnson-Cook utilisés pour la simulation par EF d'impact dynamique [JOH93] [AUR99] [ARR04].

	Aluminium pur 1050	***Aluminium 2024-T3***
A, limite d'élasticité (MPa)	*130*	*265*
B, coefficient d'écrouissage linéaire (MPa)	*160*	*426*
C, coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation	*0,014*	*0,015*
m, coefficient d'adoucissement thermique	*1,00*	*1,00*
n, coefficient d'écrouissage non linéaire	*0,41*	*0,34*
T_f, température de fusion (K)	*931,15*	*913,15*
T_0, température de référence (K)	*298*	*298*
ε_0, taux de déformation de référence (s^{-1})	*1*	*1*

Le modèle mis en place inclut également le comportement élastique des matériaux. La modélisation de ces phénomènes est transcrite par l'équation d'état de Mie-Grüneisen (Eq. 5.2) [ZOC00]. Cette équation met en relation la pression et le volume d'un solide à une température donnée. Elle est utilisée pour déterminer la pression lors d'un choc de compression d'un matériau solide. La relation de Mie-Gruneisen est une forme particulière du modèle de Grüneisen décrivant l'effet que le changement de volume d'un réseau cristallin a sur ses propriétés vibrationnelles.

$$p = \frac{\rho_0 C_0^{\,2}\left[1 - \Gamma_0 / 2\,\chi\right]}{\left(1 - s\chi\right)^2} + \Gamma_0 E_i \qquad \chi = 1 - \frac{\rho_0}{\rho} \qquad \textit{(Eq. 5.2)}$$

Où :

- p est la pression définie selon le critère de Von Mises ;
- C_0 est la vitesse du son dans le matériau ;
- ρ_0 est la densité initiale du matériau et ρ la densité ;
- Γ_0 et s sont respectivement le coefficient de Gruneisen et le coefficient de Hugoniot ;
- $E_i \approx \rho_0 c_v (T-T_0)$ est l'énergie interne par unité de volume, où $c_v \approx c_p$ est la chaleur spécifique et T_0 est la température initiale.

Le modèle numérique choisi utilise donc deux équations d'état qui régissent la déformation plastique et élastique ainsi que l'état de contrainte du matériau. La première concerne la viscoplasticité du matériau : elle décrit son comportement inélastique suivant la vitesse de déformation du solide. Le modèle de Johnson-Cook est sélectionné pour simuler ce comportement viscoplastique. Les déformations sont directement proportionnelles à la vitesse d'impact. La seconde équation prend en compte le comportement élastique du matériau dans un choc solide-solide. Elle est représentée par l'équation d'état de Mie-Grüneisen. Les coefficients de Mie-Grüneisen et les autres propriétés physiques sont indiqués dans le Tableau 5-3.

Tableau 5-3 : Propriétés de l'aluminium pur 1050 et 2024-T3 et leurs coefficients de Mie-Grüneisen [JOH93] [AUR99] [ARR04].

	Aluminium pur 1050	***Aluminium 2024-T3***
ρ_0, masse volumique ($kg.m^{-3}$)	*2700*	*2790*
λ, conductivité thermique ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	*229*	*121*
c_p, chaleur spécifique ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	*899*	*874*
E, module d'élasticité (GPa)	*69*	*73*
v, coefficient de Poisson	*0,33*	*0,33*
G, module de cisaillement (GPa)	*25,9*	*27,6*
Mie-Grüneisen :		
C_0, vitesse du son ($m.s^{-1}$)	*5386*	*5386*
s, coefficient de pente linéaire de Hugoniot	*1,339*	*1,339*
Γ_0, coefficient de Grüneisen	*2,16*	*2,16*

Sont également intégrés au modèle numérique, les phénomènes de frottement entre la particule et le substrat. La force de frottement τ est liée à la pression de contact N par la loi de Coulomb. Cette loi est modifiée de manière à ce qu'une contrainte limite τ_{max} soit fixée à 1 GPa [DEL15] (Figure 5-3). Le coefficient de frottement dynamique μ (ou de glissement) caractérise la capacité des matériaux à glisser les uns par rapport aux autres. Dans les simulations de l'étude, le coefficient μ est pris égal à 0,5. La composante tangentielle est alors définie par :

$$\tau = \mu \cdot N \qquad \textit{(Eq. 5.3)}$$

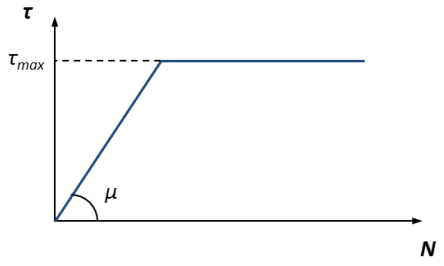


Figure 5-3 : Evolution de la force de frottement τ en fonction de la pression de contact N, loi de Coulomb modifiée avec une contrainte limite τ_{max}.

2. Validation du modèle d'impact

Pour valider le modèle numérique mis en place et présenté dans le §1.2, une comparaison entre les résultats de la simulation et ceux issus de la déformation d'une particule observée en microscopie optique, est réalisée. Le taux d'écrasement ε est choisi comme le critère de validation du modèle. Il permet d'évaluer la correspondance avec les déformations réelles des particules.

La validation des paramètres de projection, comme la pression et la température de gaz, la vitesse et la température de la particule, a permis d'identifier les conditions initiales de projection. Ces dernières sont déterminées par une mesure de vitesse des particules (Chapitre 3, §4.1.2), pour la poudre d'aluminium pur 1050 sphérique (30 µm de diamètre) et 1070 fine (10 µm de diamètre). De même, l'analyse thermique du substrat a mis en évidence sa température initiale avant projection (Chapitre 3, §4.3). Seule la température initiale de la particule est inconnue, mais est assimilée à celle du substrat dans son état initial. Le Tableau 5-4 résume ces conditions initiales de projection injectées dans le modèle numérique d'impact.

Tableau 5-4 : Conditions initiales de projection, intégrées au modèle d'impact en fonction du diamètre D_p de la particule.

	D_p = 10 µm	**D_p = 30 µm**
Vitesse d'impact ($m.s^{-1}$)	*800*	*680*
Température de surface du substrat (K)	*440*	*440*
Température de la particule (K)	*440*	*440*

2.1. Validation qualitative du modèle

2.1.1. Corrélation morphologique entre les simulations 2D et l'expérimental

Les résultats de la simulation numérique montrent la déformation plastique du substrat et de la particule. L'enfoncement de cette dernière, ainsi que sa morphologie finale avant rebond, sont corrélés avec les observations expérimentales des splats d'aluminium pur 1050 déposés sur un substrat d'aluminium 2024-T3. L'objectif est de valider les paramètres du modèle numérique utilisés et ainsi de poursuivre la caractérisation de la particule au moment de l'impact. La Figure 5-4 met en évidence la morphologie finale, c'est-à-dire une fois les déformations stabilisées (vitesse de déformation nulle), de la particule d'aluminium pur 1050 sphérique. L'observation optique en coupe est comparée avec le résultat de la simulation.

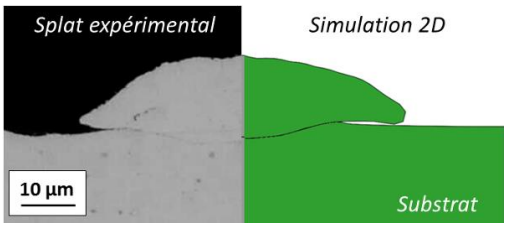


Figure 5-4 : Corrélation morphologique d'une particule d'aluminium pur 1050 sphérique après impact déposée sur un substrat d'aluminium 2024-T3, issue de l'observation expérimentale en coupe (image optique, à gauche) et de la simulation 2D (à droite).

Que ce soit pour l'étalement de la particule comme pour la pénétration de la particule dans le substrat, les déformations plastiques du système revêtement-substrat, expérimentales et numériques, sont similaires. Les morphologies de la particule et du substrat sont extrêmement proches. Toutefois, la particule semble quelque peu plus allongée dans le modèle numérique. Ce rapprochement des conclusions sur la déformation plastique de la particule à l'impact, a pour but de valider le modèle et les coefficients de Johnson-Cook et de Mie-Grüneisen, issus de la bibliographie et utilisés pour la simulation d'impact.

2.1.2. Corrélation morphologique entre les simulations 3D et l'expérimental

La Figure 5-5 met en évidence la déformation d'une particule d'aluminium pur 1050 projetée sur un substrat d'aluminium 2024-T3, numériquement (3D, à gauche de la Figure 5-5) et expérimentalement (à droite de la Figure 5-5), avec des conditions d'impact très proches. La pénétration de la particule dans le substrat est comparée en réalisant une coupe du splat, numérique et expérimentale. Les jets de matière situés en périphérie de la zone d'impact sont présents dans les deux cas. Néanmoins, comme dans la simulation 2D, les zones périphériques de la particule sont davantage étirées en comparaison du splat observé expérimentalement.

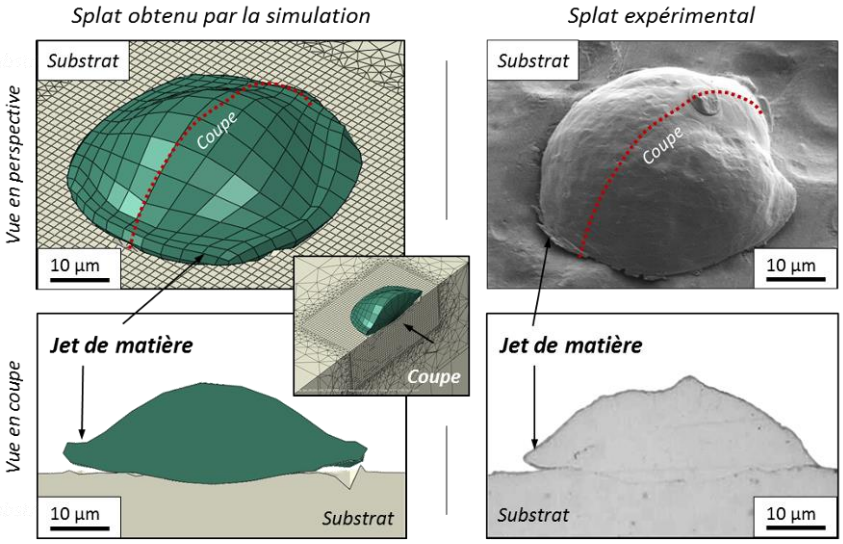


Figure 5-5 : Corrélation morphologique d'une particule d'aluminium pur 1050 après impact sur substrat d'aluminium 2024-T3, issue de la simulation 3D (à gauche) et de l'observation expérimentale, image MEB en vue inclinée (en haut à droite) et image optique en coupe (en bas à droite).

2.1.3. Conclusion sur la robustesse du modèle numérique d'impact

Les résultats de la simulation d'impact 2D et 3D permettent d'établir des liens directs entre les paramètres de projection, les conditions d'impact de la particule et l'adhésion de la particule avec le substrat. Plusieurs facteurs sont ainsi étudiés dans la suite (§3 et §4) :

- La pénétration de la particule dans le substrat (ancrage mécanique) ;
- La longueur de l'interface particule-substrat (surface en contact) ;
- Les échauffements localisés à l'interface particule-substrat (zone de diffusion).

2.2. Validation quantitative du modèle

2.2.1. Déroulement et fin de l'impact

La morphologie de la particule déformée numériquement est comparée à celle observée expérimentalement. Cette morphologie finale de la particule n'est considérée que lorsque l'énergie cinétique E_c de la particule est à son minimum. Le modèle numérique d'impact n'inclut pas de critère d'adhésion entre la particule et le substrat, ce qui a pour conséquence d'observer un rebond de la particule dans la simulation. Le retour élastique de la particule après l'impact continue de modifier la morphologie la particule (Figure 5-6).

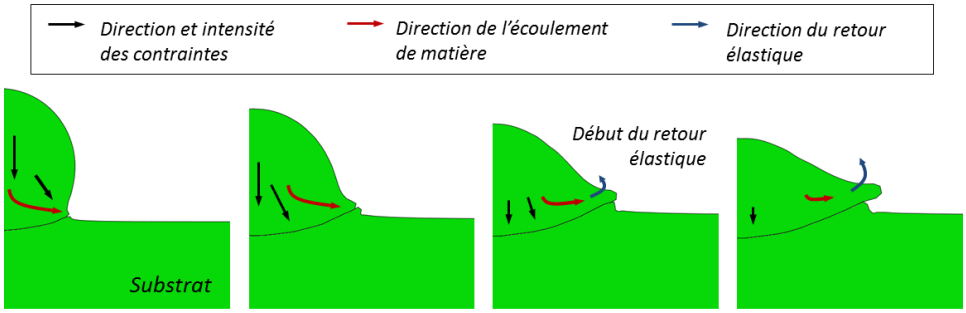


Figure 5-6 : Evolution temporelle de l'impact d'une particule avec déformation plastique du substrat et retour élastique.

Pour pallier ce phénomène de retour élastique de la particule, un instant t est défini au moment où l'énergie cinétique du modèle est minimale (fin de l'impact). Dans la réalité, les liaisons créées à l'interface particule-substrat empêchent la particule de rebondir. L'énergie subsistant au sein de la particule est alors conservée et traduit un durcissement du matériau. Une autre partie de l'énergie peut se convertir sous forme de contraintes résiduelles.

Un suivi de l'évolution de l'énergie cinétique de la particule au cours de l'impact, permet d'identifier cet instant t où le minimum de vitesse est atteint (Figure 5-7). L'énergie cinétique de la particule décroît progressivement avec sa déformation et sa pénétration dans le substrat. Cette évolution est déterminée en fonction de la vitesse d'impact de la particule et, a fortiori, de son diamètre. Le Tableau 5-5 donne la durée de l'impact pour différentes tailles de particules.

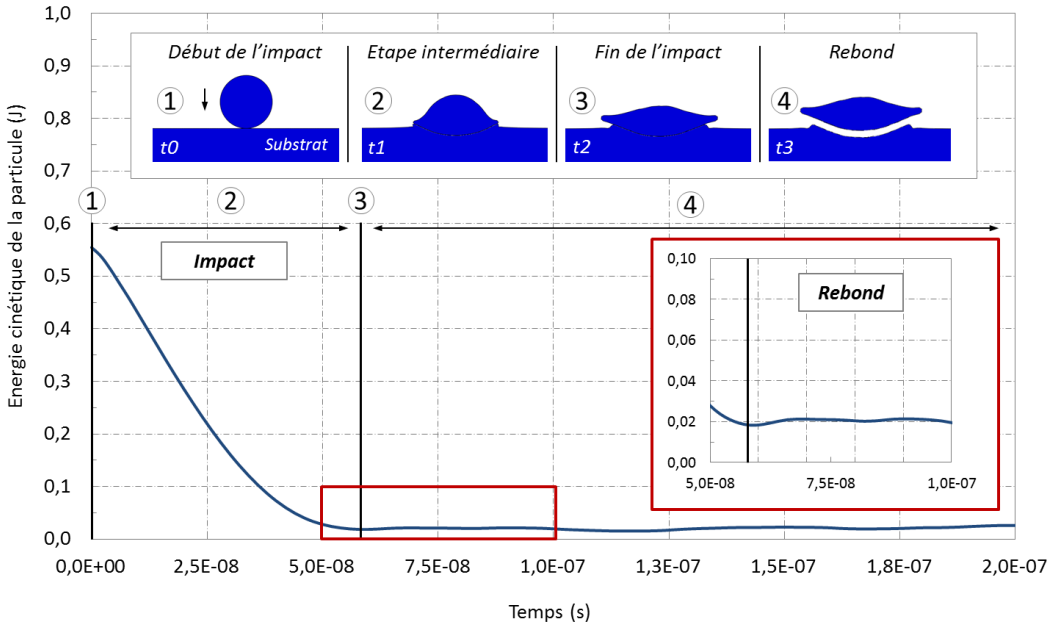


Figure 5-7 : Evolution temporelle de l'énergie cinétique de la particule au cours de l'impact.

Tableau 5-5 : Durée de l'impact en fonction du diamètre D_p de la particule.

	D_p = 10 µm	D_p = 30 µm
Durée de l'impact (10^{-9} s)	16	40

2.2.2. Comparaison du taux d'écrasement

A la fin de l'impact, la particule déformée peut être caractérisée par un taux d'écrasement ε (défini dans le §1.3.1, (Eq. 4.6), Figure 4-24b). En comparant la morphologie du splat obtenu expérimentalement et numériquement, la validation du modèle se trouve renforcée. Les mesures sont effectuées sur une série de dix splats observés en coupe (MO) et en perspective au MEB. La démarche consiste à déterminer la hauteur h_d et la largeur l_d du splat à partir des images réalisées. L'observation d'une particule déformée en coupe est limitée par l'impossibilité de savoir avec précision si la section observée est le milieu du splat. En vue MEB, la perspective rend délicate la mesure de la hauteur du splat. Une observation en vue rasante, c'est-à-dire avec un angle d'observation très faible par rapport à la surface du substrat, est préférée.

Le Tableau 5-6 donne les valeurs du taux d'écrasement pour différentes tailles de particules en fonction de la technique de mesure. Les résultats entre les mesures effectuées sur les splats numériques et expérimentaux sont très proches quel que soit le diamètre de la particule. Les techniques employées permettent d'obtenir une estimation du taux d'écrasement de la particule malgré les difficultés et les limitations de ces dernières.

Tableau 5-6 : Taux d'écrasement ε en fonction du diamètre D_p de la particule.

	D_p = 10 µm	***D_p = 30 µm***
Simulation numérique	*0,76*	*0,74*
Microscopie en coupe (MO)	*0,69 ± 0,04*	*0,72 ± 0,02*
Microscopie MEB	*0,72 ± 0,07*	*0,68 ± 0,05*

2.3. Conclusion sur le modèle numérique

La simulation d'impact d'une particule élémentaire est réalisée. Elle a permis de modéliser les déformations subies par une particule qui rencontre un substrat à haute vitesse. Plusieurs critères sont choisis pour valider le modèle numérique. Une corrélation morphologique entre les splats déposés expérimentalement et numériquement a été effectuée. Le taux d'écrasement de la particule à la fin de l'impact a été déterminé. La validation qualitative et quantitative du modèle d'impact permet d'appréhender les déformations dues au choc et d'en évaluer les variations suivant les conditions d'impact.

3. Impact d'une particule sur substrat plan

Cette partie a pour objectif de simuler l'impact d'une particule sphérique sur substrat plan. Le comportement de la particule (20 µm de diamètre) à l'impact est étudié en fonction des paramètres de projection : la vitesse de la particule, sa température et son angle d'incidence avec le substrat. Une caractérisation de la déformation plastique du substrat et de la particule est entreprise afin d'établir l'influence des paramètres et des conditions de projection sur la morphologie finale de l'ensemble particule-substrat. Sauf mention contraire, les conditions d'impact de la particule sur le substrat sont résumées dans le Tableau 5-1 (§1.1.3).

3.1. Influence des paramètres d'impact de la particule

3.1.1. Effet de la température de la particule

La Figure 5-8 met en évidence la morphologie finale de la particule sur un substrat pour différentes températures. Une déformation plastique de la particule très différente est observée. Plus la température de la particule est élevée, plus sa déformation est forte. La particule se déforme davantage que le substrat dont la dureté est plus élevée. Un étalement très prononcé de la particule est observé avec l'élévation de sa température avant l'impact. Un échauffement en périphérie de la zone d'impact est également mesuré. Les échauffements au sein du substrat sont très réduits, puisqu'ils n'évoluent que très peu avec l'augmentation de la température de la particule. En effet, aucune transmission de chaleur n'étant considérée (§1.1.3), seules les déformations intenses provoquées par l'impact sont responsables de l'élévation de la température à l'interface et dans sa région.

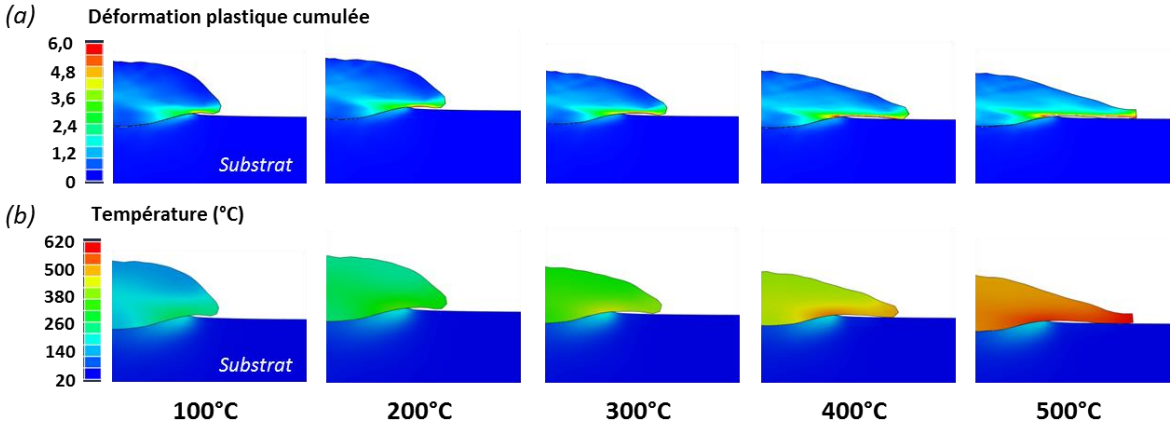


Figure 5-8 : Evolution (a) de la déformation plastique cumulée et (b) de la température d'une particule d'aluminium pur 1050 et du substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de la température d'impact de la particule.

Le taux d'écrasement de la particule, défini dans le §1.1.3, est plus élevé pour une température de particule de 500°C (Figure 5-9a). La particule se déforme considérablement mais son enfoncement dans le substrat est plus faible. La pénétration de la particule dans le substrat s'exprime par la différence entre la surface initiale de celui-ci et son point le plus bas (au centre de la particule) à la fin de l'impact. La simulation 2D donne des résultats de déformation des matériaux légèrement différents de ceux obtenus expérimentalement. Pour une température de particule de 300°C, température supposée juste avant l'impact avec le substrat, un écart est mesuré avec la simulation numérique. Dans la suite, l'explication de cet écart est

précisé avec, notamment, la comparaison des simulations 3D, non réalisées dans l'étude de l'influence de la température de la particule.

Plus la température de la particule à l'impact augmente, plus son taux d'écrasement augmente et son enfoncement dans le substrat se réduit. A haute température, la déformation se concentre dans la particule. Cette dernière s'explique par la chute de la résistance mécanique du matériau lorsque sa température est augmentée. Le dernier terme de l'équation de Johnson-Cook (Eq. 5.1), correspondant à l'adoucissement thermique, explique en partie ce phénomène.

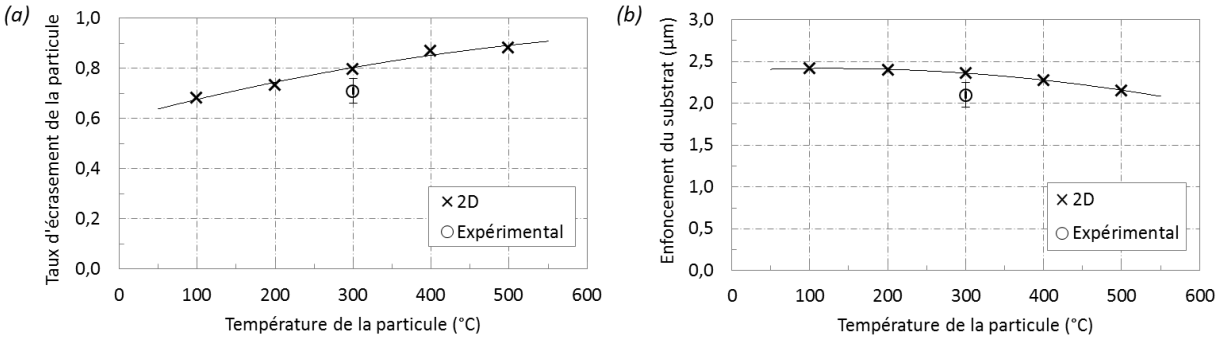


Figure 5-9 : Evolution (a) du taux d'écrasement de la particule d'aluminium pur 1050 et (b) de l'enfoncement du substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de la température d'impact de la particule pour des simulations 2D et comparée à l'expérimental.

3.1.2. Effet de la vitesse de la particule

A l'instar de la température d'impact de la particule (§3.1.1), la vitesse influe sur la déformation plastique des matériaux (Figure 5-10). Des mesures sont effectuées sur les déformations de la particule et du substrat. Une simulation 3D est réalisée, en complément de la simulation d'impact 2D, donnant naissance à des résultats similaires (Figure 5-11).

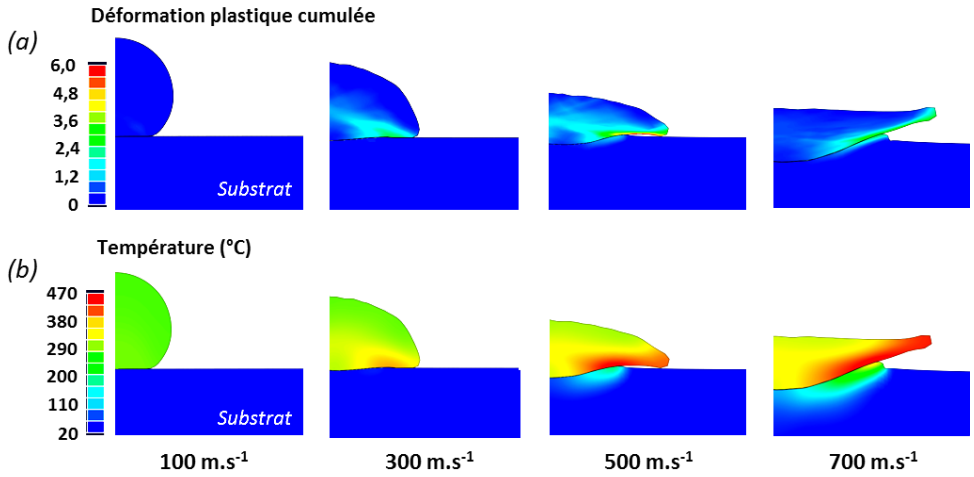


Figure 5-10 : Evolution (a) de la déformation plastique cumulée et (b) de la température de la particule d'aluminium pur 1050 et du substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de la vitesse d'impact de la particule.

La Figure 5-10a illustre la déformation plastique d'une particule pour différentes vitesses d'impact. Le substrat et la particule se déforment sous l'effet du choc. Pour une vitesse de projection relativement faible (100 $m.s^{-1}$), une très légère déformation de la particule est mesurée. Le substrat, plus dur, ne s'est que très

peu déformé. Il n'y a pas de pénétration de la particule dans le substrat, même si des déformations plastiques sont observées. En augmentant la vitesse de la particule, son étalement est plus fort et son taux d'écrasement croît (Figure 5-11a). Plus la vitesse de la particule augmente, plus sa déformation s'intensifie. A très haute vitesse d'impact (700 $m.s^{-1}$), les échauffements à l'interface substrat-particule sont très élevés et des jets de matière sont observables en périphérie de la zone d'impact. Le substrat est plus contraint qu'à faible vitesse (Figure 5-10b) et l'enfoncement de la particule est favorisé (Figure 5-11b). La vitesse de la particule crée des échauffements dans la particule en la ramollissant, ce qui influe sur sa morphologie finale.

Ainsi, en augmentant la vitesse d'impact de la particule, le substrat se déforme plus intensément, tout comme la particule qui s'étale plus intensément à la surface du substrat. Les hypothèses de calcul présentées dans le §1.1.3 montrent une différence de la déformation des matériaux entre une simulation 2D et 3D. Si pour de faibles vitesses d'impact une similarité des résultats est observée, l'écart est grandissant avec l'augmentation de cette vitesse de la particule. La proximité des résultats expérimentaux et numériques par la simulation 3D est remarquable et confirme l'intérêt de cette simulation. Toutefois, la tendance est préservée et l'effet de la vitesse d'impact sur les déformations plastiques des matériaux est mis en évidence.

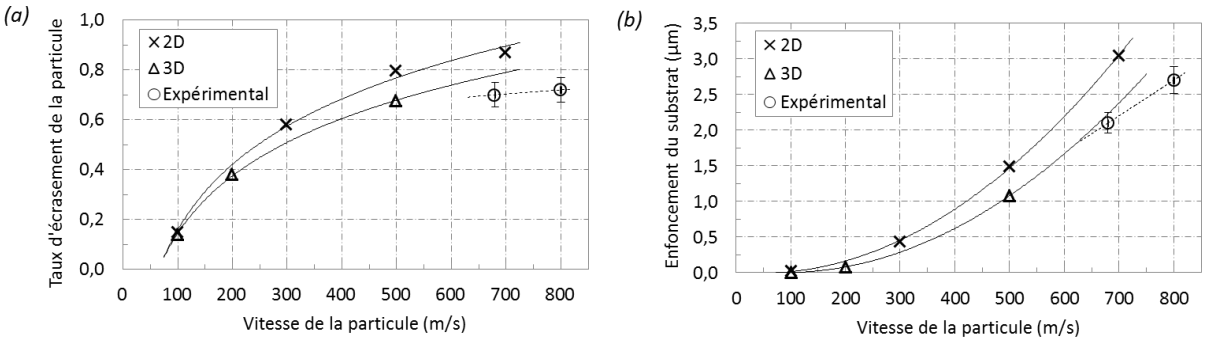


Figure 5-11 : Evolution (a) du taux d'écrasement de la particule d'aluminium pur 1050 et (b) de l'enfoncement du substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de la vitesse d'impact de la particule pour des simulations 2D et 3D et comparée à l'expérimental.

3.1.3. Effet de l'angle de projection de la particule

L'angle d'incidence de la particule avec la surface du substrat contribue fortement à sa déformation plastique et joue un rôle déterminant dans l'ancrage mécanique de la particule (Chapitre 3, §3.3.2). La Figure 5-12 montre les résultats des simulations 2D pour une particule heurtant un substrat plus dur. Différents angles de projection sont ainsi choisis afin d'analyser l'influence des composantes de la vitesse d'impact sur la déformation de la particule et l'enfoncement du substrat. La Figure 5-13 illustre l'évolution de cet enfoncement ainsi que le taux d'écrasement de la particule en fonction de l'angle de projection.

Pour un petit angle de projection (30°), l'enfoncement du substrat résulte de très faibles déformations. En comparaison avec les observations expérimentales (Chapitre 3, §3.3.2), le splat n'adhère pas au substrat et rebondit. La simulation d'impact, telle qu'elle a été entreprise, ne permet pas de reproduire cet effet. Un enfoncement très faible du substrat est, d'ailleurs, mesuré pour une faible incidence de la particule (Figure 5-13b). La particule se déforme davantage à l'impact et ses déformations cumulées, localisées à l'interface, sont élevées. Ces déformations intenses induisent des échauffements à l'interface qui sont accrus par des frottements et des glissements de la particule sur le substrat. La composante tangentielle est d'autant plus forte que l'angle de projection est faible. Le rebond de la particule y est donc favorisé. Lorsque les contacts de l'interface particule-substrat sont élevés, le rebond de la particule est limité. Cette dernière

pénètre plus profondément dans le substrat, ce qui accroît la fraction de la surface de la particule et celle du substrat en contact. L'autre fraction de la surface est libre et ne participe pas à l'adhésion du système (Figure 5-12). Cette configuration n'est pas propice à une adhesion forte de la particule et contribue d'autant plus à son rebond. Les résultats expérimentaux issus de l'observation vont, d'ailleurs, dans le même sens (Chapitre 3, §3.3.2).

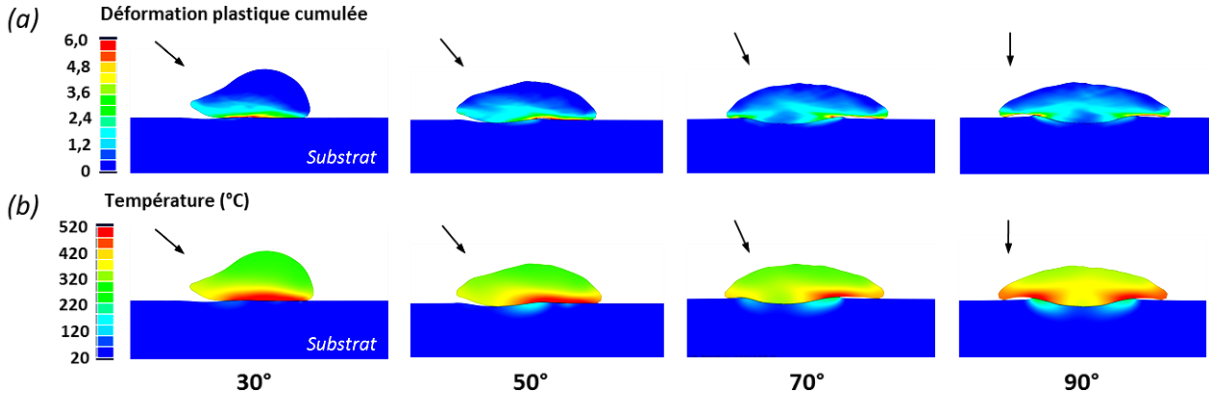


Figure 5-12 : Evolution (a) de la déformation plastique cumulée et (b) de la température de la particule d'aluminium pur 1050 et du substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle de projection de la particule.

L'enfoncement de la particule dans le substrat est favorable à l'ancrage mécanique alors que la température localisée à l'interface favorise la création de liaisons métallurgiques fortes. Pour une incidence normale à la surface du substrat (90°), les déformations plastiques de la particule sont particulièrement élevées (Figure 5-13a) et la pénétration de la particule dans le substrat maximale (Figure 5-13b). La composante normale V_n de la vitesse permet cet enfoncement plus élevé ainsi qu'un meilleur étalement de la particule. La surface de contact entre la particule et le substrat y est plus grande que pour une incidence faible. Des résultats très proches, mais légèrement supérieurs à ceux expérimentaux, sont mesurés entre la simulation 2D et 3D concernant la déformation de la particule. Néanmoins, un écart significatif est observé dans la déformation du substrat. En effet, son enfoncement est réduit dans le cas de la simulation 3D comme dans celui expérimental. Précisée dans le §3.1.2, la similitude de ces résultats amènent à considérer la simulation d'impact d'une sphère comme celle transcrivant le mieux les comportements expérimentaux.

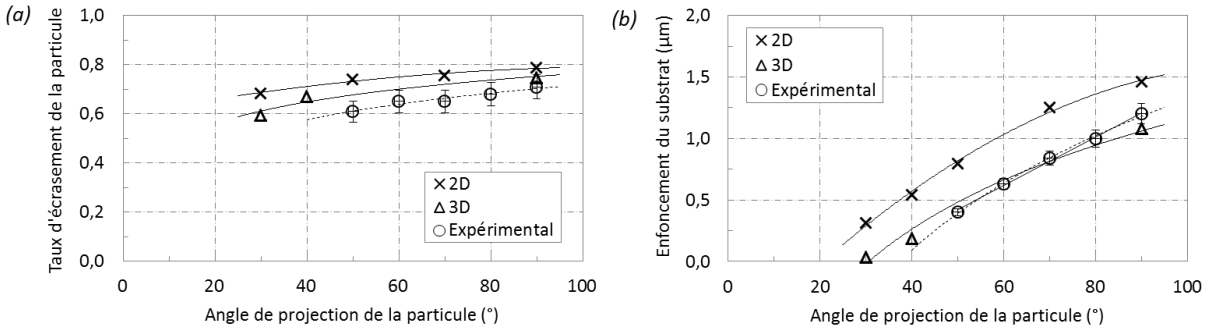


Figure 5-13 : Evolution (a) du taux d'écrasement de la particule d'aluminium pur 1050 et (b) de l'enfoncement du substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle d'incidence de la particule à l'impact pour des simulations 2D et 3D et comparée à l'expérimental.

La vitesse de la particule est un paramètre déterminant dans les déformations du système particule-substrat. En jouant sur les composantes V_n et V_t de la vitesse, les déformations mesurées sont sensiblement

modifiées. L'énergie cinétique est transformée en chaleur grâce aux déformations plastiques subies par les matériaux. Une énergie cinétique résiduelle, due à la non-adhérence de la particule sur le substrat, favorise le rebond. Lorsque la particule percute le substrat perpendiculairement, l'énergie transférée est maximale et le rebond fortement limité. A l'inverse, en abaissant l'angle de projection, un pourcentage élevé de l'énergie cinétique n'est pas transmis. Le rebond de la particule est alors favorisé. La Figure 5-14 illustre ce phénomène pour des projections réalisées sous de faibles angles. En somme, la part d'énergie cinétique de la particule transférée au substrat est d'autant plus élevée que l'angle d'incidence de la particule est proche de 90° et, a fortiori, que le taux de rebond est faible.

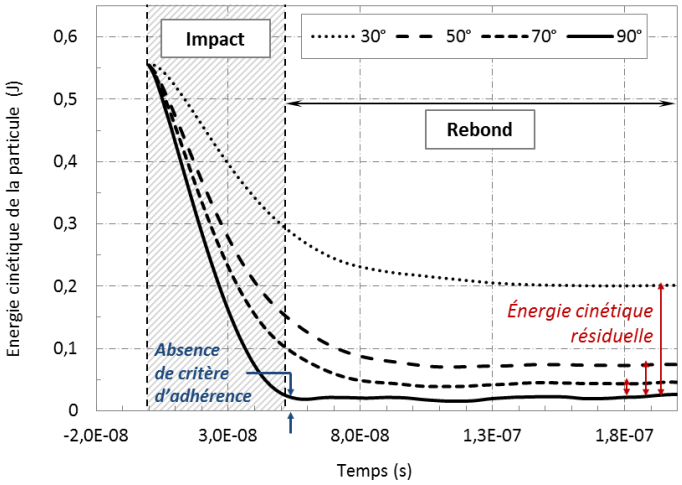


Figure 5-14 : Evolution temporelle de l'énergie cinétique de la particule d'aluminium pur 1050 percutant le substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction du temps et de l'angle d'incidence de la particule : notion d'énergie cinétique résiduelle.

3.2. Température maximale atteinte à l'interface particule-substrat

Sur les zones périphériques de la zone d'impact, les plus fortes températures sont atteintes. Le cisaillement adiabatique y est favorisé. Les échauffements sont tels que la température au sein du substrat et dans la particule est la plus forte. Les liaisons, créées localement, régissent l'adhésion de la particule. La détermination de la température à l'interface particule-substrat permet de caractériser la nature de ces liaisons : chimique ou mécanique. Cette valeur, expérimentalement inaccessible, est apportée par la simulation numérique. Les résultats, exposés en Figure 5-15, montrent la température maximale atteinte dans le substrat et dans la particule, à l'endroit où les déformations plastiques cumulées sont les plus intenses (Figure 5-15, à gauche) et où le cisaillement est le plus fort (Figure 5-15, à droite). Une combinaison de la déformation plastique et du cisaillement sont responsables de la plus forte température atteinte localement.

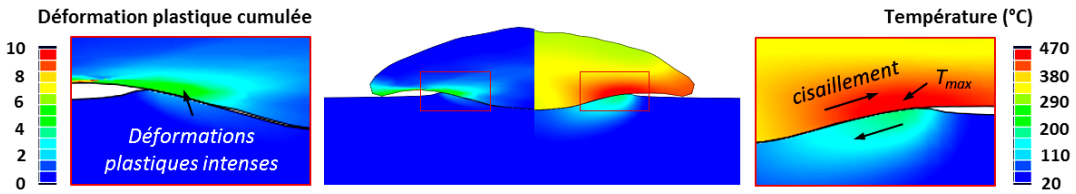


Figure 5-15 : Impact d'une particule d'aluminium pur 1050 avec la présence d'échauffements forts, localisés à l'interface particule-substrat : cisaillement adiabatique provoqué par les frottements particule sur substrat d'aluminium 2024-T3.

Les résultats de la Figure 5-16a résument l'influence de la température et de la vitesse de la particule sur la température maximale atteinte à l'interface particule-substrat. Une faible vitesse d'impact n'élève que

faiblement la température de la particule par rapport à sa température avant impact. A l'inverse, lorsque la particule se dépose sur le substrat à très haute vitesse (700 $m.s^{-1}$), l'élévation de température est plus forte dans le substrat, qu'elle ne l'est au sein de la particule (Figure 5-16). Dans tous les cas, la température du substrat demeure inférieure à celle de la particule. Ce phénomène est particulièrement marqué lorsque la température de la particule avant l'impact est élevée (Figure 5-16b).

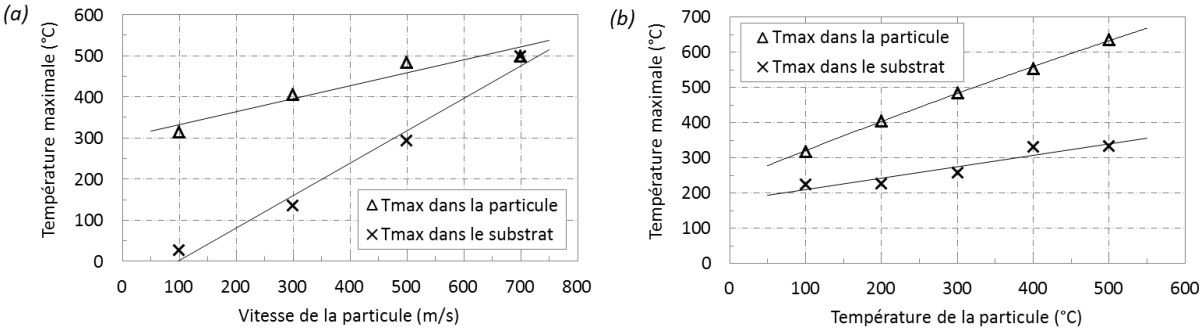


Figure 5-16 : Evolution de la température maximale T_{max} atteinte dans la particule d'aluminium pur 1050 et dans le substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction (a) de la vitesse de la particule et (b) de la température de la particule juste avant l'impact obtenue par la simulation 2D.

3.3. Conclusion sur l'influence des paramètres d'impact

La température de la particule joue un rôle déterminant dans sa déformation plastique. Plus la température de la particule, juste avant l'impact, est élevée, plus son étalement à la surface du substrat est prononcé. Le substrat, plus dur, préserve d'autant plus sa géométrie. En effet, l'enfoncement de la particule y est plus faible pour une température élevée (§3.1.1). La particule se déforme davantage par rapport au substrat étant donné sa température interne plus élevée. Un maximum de température est atteint au cours de l'impact et traduit des échauffements très localisés à l'interface particule-substrat qui favorisent les liaisons métallurgiques. Ce phénomène est d'autant plus intense que la température et la vitesse de la particule avant l'impact sont élevées (§3.2).

Comme pour la température, la vitesse d'impact de la particule contribue à échauffer localement l'interface particule-substrat. Cela permet, notamment, d'accroître les liaisons mécaniques et métallurgiques (Chapitre 1, §2.3.2). L'élévation locale de température, tout comme la plus forte pénétration de la particule dans le substrat, sont favorables à l'adhésion de la particule. La composante normale de la vitesse permet d'augmenter l'ancrage de la particule dans le substrat (§3.1.2).

La variation de l'angle d'incidence de la particule génère une composante tangentielle qui, par une énergie cinétique résiduelle plus élevée, engendre une déformation réduite de la particule, augmentant ainsi sa probabilité de rebond. La surface de contact entre la particule et le substrat est d'autant plus élevée que l'angle de projection de la particule se rapproche d'une incidence perpendiculaire. Un impact normal à la surface du substrat accroît ainsi la cohésion du système particule-substrat (§3.1.3).

L'écart mesuré entre les résultats de la simulation 2D et 3D est expliqué par la moins bonne représentativité du modèle 2D, même si celui-ci donne des tendances similaires de l'évolution des déformations plastiques du système particule-substrat. Son assimilation à un cylindre en l'extrapolant au cas 3D (§1.1.3) est directement responsable des différences morphologiques observées. Le taux d'écrasement de la particule ainsi que l'enfoncement du substrat y sont surestimés. La simulation 3D donne des résultats très proches des courbes d'évolution de ces paramètres morphologiques (déformations plastiques) en fonction des conditions d'impact.

4. Impact d'une particule sur substrat rugueux

Dans cette partie, l'influence de la morphologie du substrat est étudiée, c'est-à-dire l'influence de la rugosité de surface. Le comportement plastique de la particule sphérique et du substrat rugueux est analysé. Pour se rapprocher au mieux du cas expérimental, le profil de rugosité, observé après sablage de la surface, est intégré au modèle numérique. De plus, l'impact d'une particule sur le profil simplifié, issu de l'analyse topographique des surfaces rugueuses (Chapitre 4, Partie 1, §4.3), est simulé. La Figure 5-17 illustre les objectifs de l'étude, à savoir l'analyse des déformations plastiques de la particule et du substrat rugueux.

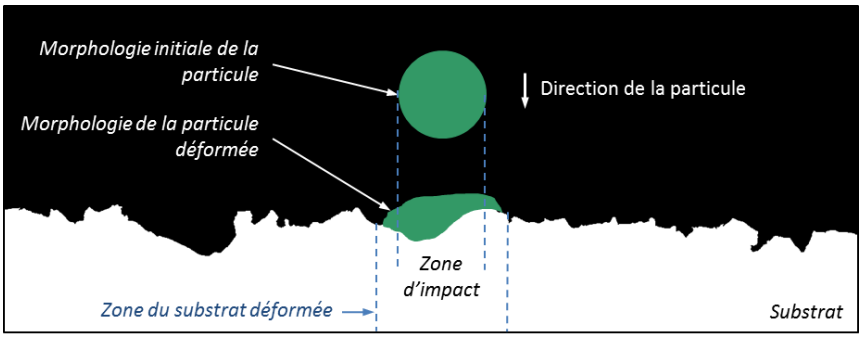


Figure 5-17 : Représentation schématique d'une particule sphérique percutant un substrat rugueux.

4.1. Réalisation du maillage des substrats rugueux

Pour étudier l'influence de la morphologie du substrat, les surfaces rugueuses sont injectées dans le logiciel de simulation d'impact. Deux voies sont étudiées : la morphologie de surface, issue de l'observation optique en coupe du substrat et la morphologie de surface équivalente, déduite de l'analyse topographique des surfaces rugueuses (Chapitre 4, Partie 1, §4). Le profil équivalent est construit à partir des valeurs médianes des hauteurs et des largeurs déterminées au Chapitre 4 (Partie 1, §4.3) dont une représentation est effectuée dans le §4.2.1.

4.1.1. Détermination des dimensions de la surface rugueuse à mailler

Quand la particule rencontre le substrat rugueux, les dimensions de la surface rencontrée par la particule sont proportionnelles au diamètre D_p de la particule. Si ce dernier est très grand devant la longueur caractéristique du substrat rugueux, précédemment déterminée (Chapitre 4, Partie 1, §3.2.2), l'impact par simulation numérique est représentatif. Dans le cas contraire, il ne l'est pas ou du moins que partiellement. Pour rappel, les longueurs caractéristiques des différents substrats sablés sont : 10, 18 et 33 µm, respectivement pour le substrat d'aluminium 2024-T3 sablé finement, moyennement et grossièrement.

Pour ce qui est de la morphologie de surface, issue de l'observation optique en coupe, l'extraction d'une zone du substrat rugueux est réalisée. Afin de considérer l'étalement de la particule et les rugosités en périphérie de la zone d'impact L_{zi}, cette dernière est élargie et prise suffisamment grande devant le diamètre D_p de la particule. Un coefficient multiplicateur est défini : $L_{zi} = 3 \times D_p$ (Figure 5-18a, à gauche). Par exemple, pour une particule de diamètre D_p égal à 30 µm se déposant sur une surface sablée, la taille de l'image vaut trois fois D_p, c'est-à-dire 90 µm. Ensuite, les zones périphériques de l'image sont prolongées suivant les directions x et y. Les déformations occasionnées par l'impact se propageant dans le substrat, les dimensions de la zone d'impact sont étendues. Proportionnelles à D_p, les dimensions de cette zone sont multipliées par un

trois suivant l'axe x et par cinq suivant l'axe y (Figure 5-18, à droite). Le Tableau 5-7 résume ces dimensions sur des profils rugueux, utilisés pour les simulations d'impact en fonction du diamètre D_p de la particule.

Quant à la morphologie de surface équivalente, obtenue par l'analyse topographique des surfaces rugueuses, le profil est associé à une fonction périodique de type sinusoïdale : (a/2) (1 + cos (πx/λ)), d'amplitude a et de longueur d'onde λ. Ces coefficients sont définis à partir des résultats de la Partie 1 du Chapitre 4 (§4.3, Figure 4-21). La représentation du profil équivalent est illustrée sur la Figure 5-18b.

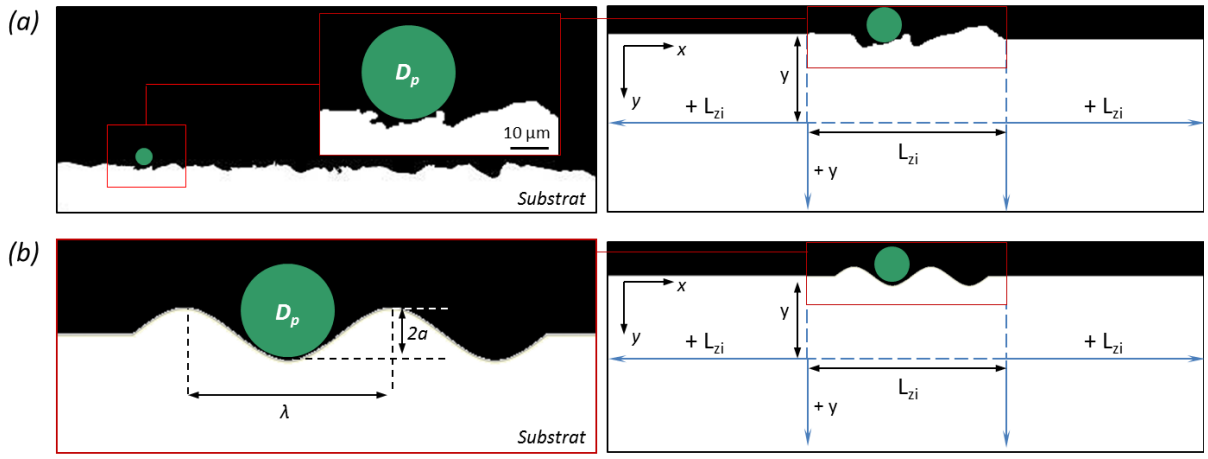


Figure 5-18 : Détermination des dimensions de la surface rugueuse à mailler pour un substrat dont la rugosité est (a) issue de l'observation en coupe et (b) issue de l'analyse topographique de surface, profil équivalent.

Tableau 5-7 : Longueur de la zone d'impact des profils rugueux issus de l'observation optique en coupe des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés en fonction du diamètre D_p de la particule.

	Longueur L_{zi} (µm)	***Dimensions finales du substrat***	
		x (µm)	*y (µm)*
Dp = 10 µm	*30*	*90*	*50*
Dp = 30 µm	*90*	*270*	*150*

4.1.2. Optimisation du maillage des surfaces rugueuses

La simulation d'impact à haute vitesse par éléments finis est particulièrement sensible aux phénomènes de distorsion excessive des éléments (§1.1.1), représentés par les mailles. Pour limiter ces distorsions, une opération de lissage morphologique de la surface rugueuse est effectuée. L'opération morphologique réalisée est de type fermeture (Chapitre 4, §3.1). Cette opération élimine les protubérances de la surface qui pourraient perturber le déroulement des calculs au cours de l'impact. Elle ne modifie que très peu la morphologie de surface issue de l'observation optique. De plus, les infimes variations géométriques de la surface rugueuse sont totalement effacées lors de l'impact comme cela a été montré dans le Chapitre 4 (Partie 1, §4). La Figure 5-19 montre le profil rugueux avant et après cette opération morphologique.

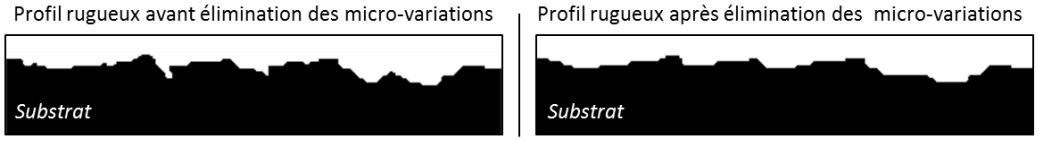


Figure 5-19 : Profil réel du substrat rugueux avant (à gauche) et après (à droite) l'opération morphologique destinée à supprimer les protubérances de la surface.

Pour l'importation de l'image sous Abaqus Explicit©, un code de calcul, développé au Centre des Matériaux, permet de mailler l'image à l'aide d'outils morphologiques. Ces derniers reposent sur l'étude d'une morphologie hétérogène de la surface [GUY14].

Le maillage de l'image est la dernière étape avant la simulation d'impact. Des paramètres de maillage sont définis : leur taille et leur forme. Il est préférable d'effectuer un maillage grossier et de l'optimiser, par la suite, en fonction des résultats de l'opération. Si des discontinuités sur les éléments du substrat sont observées, le maillage est alors optimisé à nouveau. Un gradient de taille de maille résulte de cette optimisation de maillage avec des éléments de petites dimensions à l'endroit de l'impact et des plus grossiers loin de la zone d'impact (Figure 5-20a).

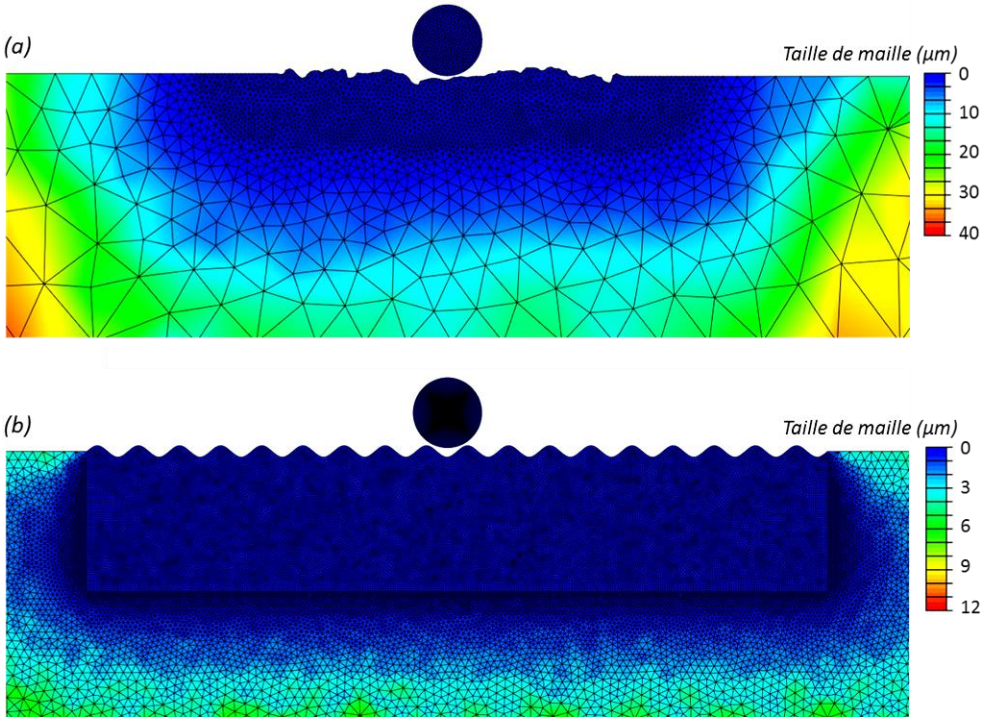


Figure 5-20 : Zone d'impact des simulations 2D d'impact d'une particule sur substrat rugueux après une opération de maillage optimisée (a) de la rugosité issue de l'observation en coupe et (b) de la rugosité équivalente issue de l'analyse topographique des surfaces rugueuses.

Ce type de maillage est réalisé pour les différents états de surface, c'est-à-dire pour des granulométries de corindon différentes. Au vu des résultats similaires des analyses dimensionnelles des surfaces sablées moyennement et grossièrement, effectuées au Chapitre 4 (§4.2), seuls deux états de surfaces sont étudiés ici : le substrat sablé finement et grossièrement. La variation de la rugosité du substrat sablé, et plus particulièrement de la topographie de surface, est un point majeur dans la déformation de la particule et du substrat. La particule pénètre d'autant plus profondément dans le substrat que les dimensions des vallées du substrat sont comparables à son diamètre (Chapitre 4, Partie 1 §4.3). Les profils équivalents des substrats sablés sont également étudiés afin d'être corrélés aux résultats d'impact sur la surface rugueuse issue de l'observation en coupe (§4.1.1). La Figure 5-20b illustre le maillage défini pour le modèle d'impact.

4.2. Déformation plastique de la particule et du substrat

Une modélisation des surfaces rugueuses est entreprise afin de comparer la morphologie des substrats et les déformations induites par le choc. Cette étude de la morphologie du système particule-substrat rugueux après l'impact est réalisée afin de conforter les analyses topographiques des profils effectuées dans le Chapitre 4 (Partie 1, §4.3, Figure 4-20).

4.2.1. Etude morphologique du substrat après impact d'une particule

Dans cette partie, la rugosité réelle des substrats est comparée à la rugosité simplifiée issue de l'analyse topographique des profils. Le but est de simuler l'impact d'une particule sphérique sur substrat rugueux et d'étudier les déformations engendrées. Le profil équivalent est obtenu en représentant les rugosités de surface par un profil qui respecte les hauteurs et les largeurs médianes déterminées. Elle est définie par une fonction de type sinusoïdale, où l'amplitude est donnée par la demi-hauteur médiane et la période par la largeur médiane. La topographie des substrats ainsi obtenue, est présentée en Figure 5-21.

La modélisation de la surface des substrats rugueux permet de réaliser une simulation d'impact. Cette dernière doit vérifier si des correspondances existent entre les profils réels et ceux simplifiés. Les simulations sont effectuées pour un diamètre de particule fixé à 30 µm et les conditions de l'impact sont celles résumées dans le Tableau 5-1 (§1.1.3).

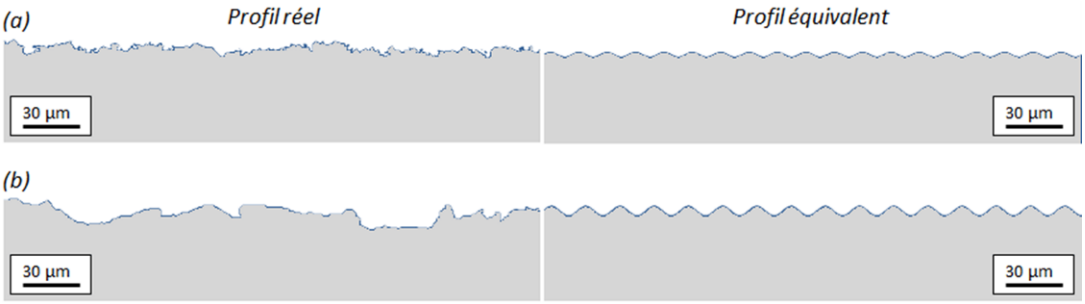


Figure 5-21 : Topographies des substrats rugueux avec les profils réels (à gauche) et équivalents (à droite) et sablés (a) finement et (b) grossièrement.

Les résultats, présentés sur la Figure 5-22, montrent les différentes étapes de l'impact d'une particule sphérique sur les profils réels et équivalents. Les déformations plastiques de la particule et du substrat sont très proches pour chacun des profils rugueux. Les zones périphériques de la particule, particulièrement déformées, sont visibles sur les simulations réalisées sur le profil réel et équivalent. L'étalement plastique de la particule à la surface du substrat est similaire dans les deux cas. L'enfoncement de la particule dans le substrat est favorable à son ancrage, d'autant plus que la rugosité du substrat est grossière. Les petites vallées, présentes en surface du substrat, sont fortement déformées après l'impact (Figure 5-22a). La particule pénètre dans le substrat mais de manière limitée en comparaison avec une surface dont les dimensions des vallées sont plus élevées (Figure 5-22b). En somme, la morphologie de la particule est sensiblement équivalente entre les profils du substrat réels et équivalents. Cette conclusion amène à considérer les paramètres représentatifs, déterminés par l'analyse topographique du profil, présentée dans le Chapitre 4 (Partie 1, §4.3), comme validés par la simulation d'impact. Par la suite, le profil équivalent est utilisé pour simuler la topographie du profil réel.

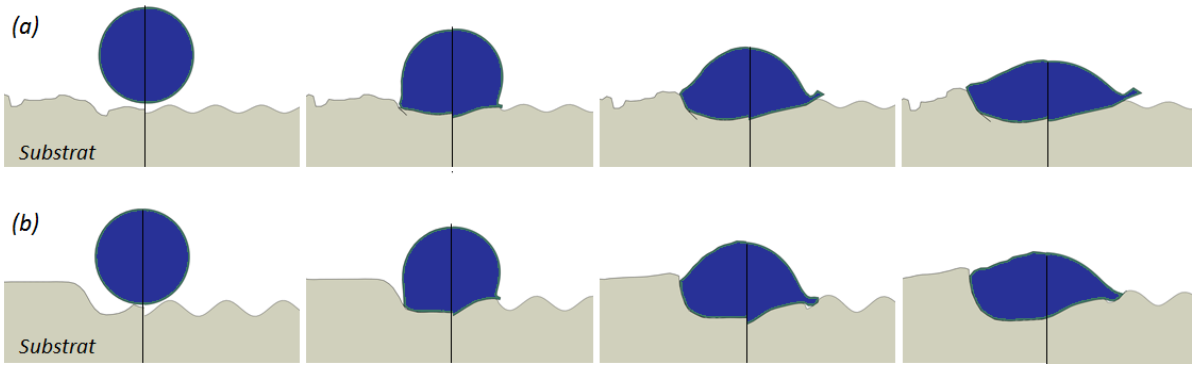


Figure 5-22 : Evolution temporelle de l'impact numérique d'une particule d'aluminium pur 1050 sphérique sur substrat d'aluminium 2024-T3 (a) sablé finement et (b) sablé grossièrement, avec un profil de rugosité réel (à gauche des sous-figures) et équivalent (à droite des sous-figures).

4.2.2. Approche locale de la longueur d'interface

Une fois la morphologie finale de la particule déterminée, la longueur de l'interface entre la particule et le substrat est identifiée. Comme précisée dans le Chapitre 4 (Partie 2, §1.2.2), la longueur de l'interface particule-substrat est mesurée (Figure 5-23). La pénétration h_p de la particule dans le substrat favorise l'augmentation du contact et, a fortiori, les liaisons mécaniques.

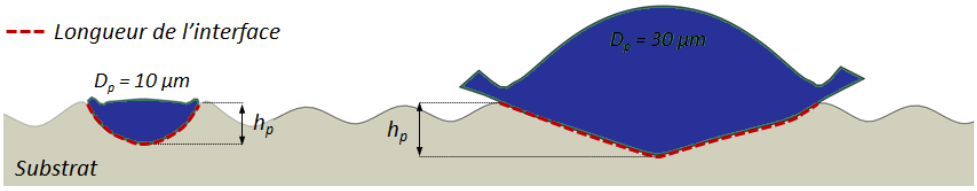


Figure 5-23 : Morphologie d'une particule d'aluminium pur 1050 à la fin de l'impact sur substrat d'aluminium 2024-T3 sablé finement équivalent, notion de longueur de l'interface particule-substrat et de profondeur de pénétration h_p de la particule dans le substrat en fonction de son diamètre D_p : 10 et 30 µm.

Le Tableau 5-8 résume ces longueurs de l'interface et les pénétrations mesurées à partir des morphologies à la fin de l'impact, et ce pour différents état de surface équivalents (sablage fin et grossier). Deux diamètres de particule sont testés : 10 et 30 µm.

L'augmentation de la longueur de l'interface particule-substrat est mesurée entre une particule de petit diamètre (10 µm) et une autre plus grosse (30 µm). Plus la particule possède un diamètre élevé, plus la longueur de l'interface particule-substrat est grande. Un rapport compris entre deux et trois est mesuré. Quant à la pénétration de la particule dans le substrat, elle est régie par son diamètre mais également par les dimensions de la vallée rencontrée par la particule. Plus la particule est grosse, plus la quantité de matière déplacée à l'impact est élevée. Sur une même morphologie de surface, la pénétration d'une particule de 10 µm de diamètre est sensiblement plus faible que pour une particule de plus grand diamètre. Lorsque la particule rencontre un substrat sablé finement, sa pénétration est plus faible que lorsqu'elle heurte un substrat sablé grossièrement.

Tableau 5-8 : Paramètres géométriques et morphologiques de l'interface particule-substrat.

Substrat	***Sablé finement***		***Sablé grossièrement***	
Diamètre de la particule	*10 µm*	*30 µm*	*10 µm*	*30 µm*
Longueur de l'interface (µm)	*20,3*	*49,4*	*22,1*	*62,0*
Profondeur de pénétration h_p (µm)	*6,3*	*7,2*	*8,5*	*10,7*

4.2.3. Bilan sur les déformations de l'interface particule-substrat

Une corrélation entre les profils rugueux réels et ceux équivalents, à partir de l'analyse topographique des surfaces sablées, est établie. La morphologie de l'interface particule-substrat après l'impact est très proche et permet d'utiliser des profils simples représentant les rugosités d'une surface aléatoire. Cette approche valide l'analyse topographique réalisée au Chapitre 4.

L'étude des déformations du système particule-substrat a mis en évidence la morphologie de l'interface qui est analysée. La caractérisation de cette dernière a révélé les différences majeures obtenues en fonction de la taille de la particule et des dimensions des rugosités du substrat. Si l'accroissement de la taille des rugosités de surface permet d'augmenter la longueur de l'interface, la projection d'une particule de diamètre plus élevé favorise la pénétration de celle-ci dans le substrat. Cette conclusion conforte les observations de splats effectuées dans le Chapitre 3 (§3.2).

4.3. Ancrage d'une particule dans un substrat rugueux

L'étude consiste à simuler l'impact d'une particule sur un profil rugueux dont la morphologie est issue des profils équivalents. La pénétration d'une particule, de diamètre figé, dans l'épaisseur du substrat est un phénomène d'autant plus prononcé que la dureté de la particule est élevée par rapport à celle du substrat. Ce dernier régit, en partie, l'adhésion du système particule-substrat.

4.3.1. Approche numérique du profil équivalent vu par la particule

Comme effectué dans le Chapitre 4 (§4.3), le but est, ici, de faire entrer en collision une grosse et une petite particule sur un substrat sablé finement et un autre sablé grossièrement, afin de déterminer la morphologie finale du système particule-substrat.

La Figure 5-24 met en évidence que la déformation de la particule dépend des dimensions des rugosités de surface du substrat. Pour une surface sablée finement, les vallées sont nombreuses et de faible amplitude. Pour une particule de diamètre 30 µm, les vallées s'apparentent à une surface quasiment plane. Une particule de diamètre 10 µm parvient à se loger dans une vallée de la surface du substrat (Figure 5-24a). Dans le cas d'une surface sablée grossièrement, quelle que soit la taille de la particule, celle-ci a la possibilité de s'ancrer dans une vallée.

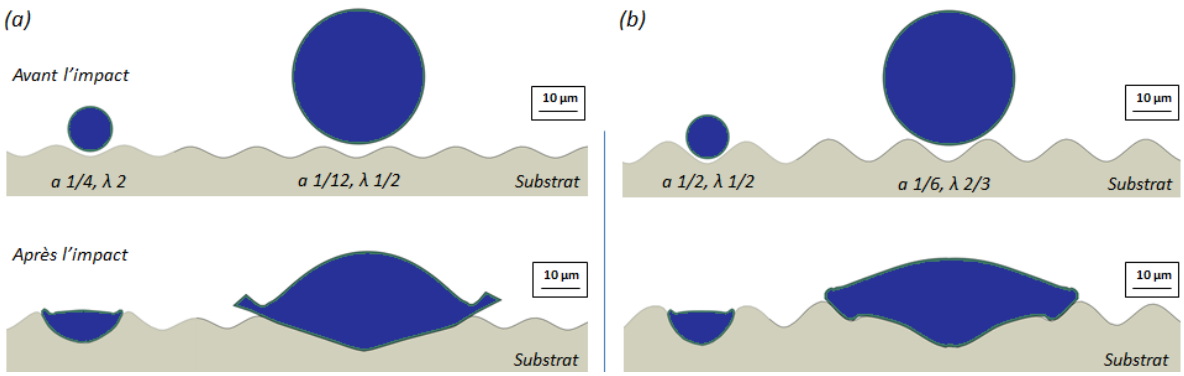


Figure 5-24 : Morphologie du système particule-substrat avant (en haut) et après (en bas) l'impact, pour une particule de 10 µm (à gauche des sous-figures) et 30 µm (à droite des sous-figures) percutant un substrat rugueux sablé (a) finement et (b) grossièrement.

La déformation de la particule est donc fortement liée à la topographie de surface qu'elle rencontre. Cela conforte les résultats obtenus dans le Chapitre 4 (Partie 1, §4.3, Figure 4-21). Grâce à l'analyse réalisée dans ce chapitre, un profil dit équivalent, correspondant au profil vu par la particule au moment de l'impact, a été défini. Il s'agit du profil résultant du filtrage de la surface rugueuse du substrat et établi en fonction du diamètre de la particule. Les petites rugosités y sont éliminées et donnent lieu à un profil plus simple. La suite de l'étude s'attache à vérifier la similitude entre le profil équivalent du substrat et le profil équivalent que voit la particule heurtant le substrat.

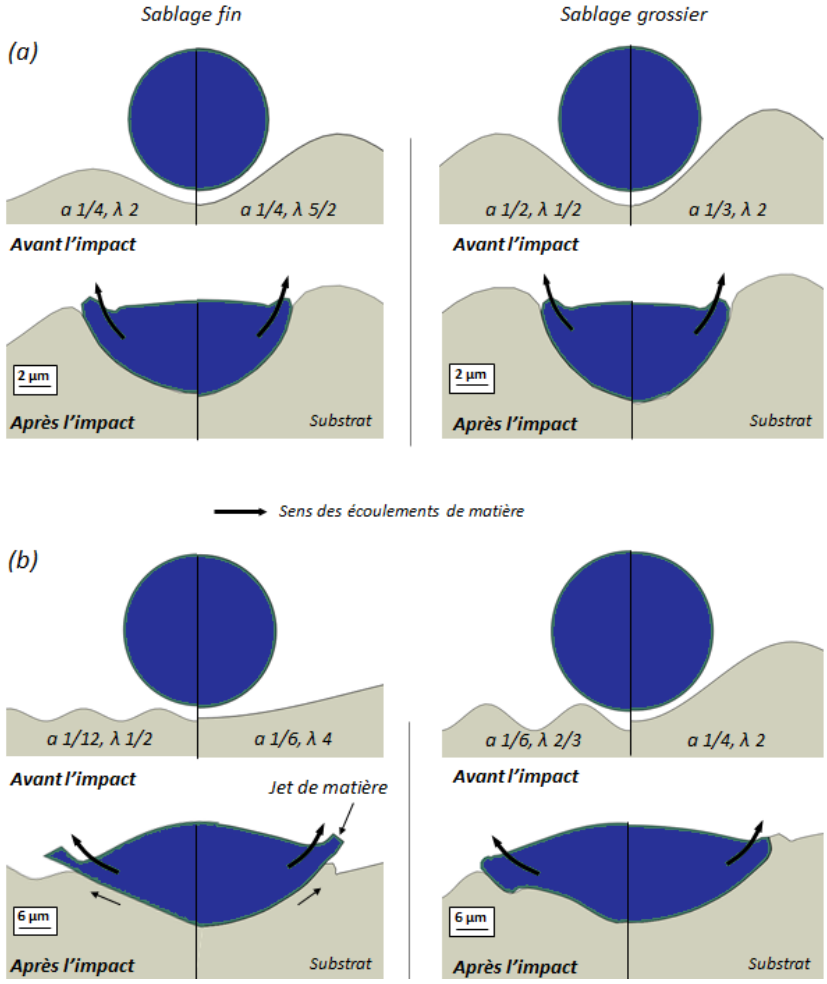


Figure 5-25 : Morphologie du système particule –substrat pour un profil rugueux, équivalent (à gauche des sous-figures) et équivalent vu par la particule (à droite des sous-figures), après impact d'une particule de diamètre (a) de 10 µm et (b) de 30 µm sur un substrat sablé finement et grossièrement.

Comme pour les simulations réalisées dans le §4.2.1, le profil équivalent est associé à un profil périodique de type sinusoïde utilisant les paramètres a et λ illustrés sur la Figure 4-21 du Chapitre 4 (Partie 1, §4.3). La Figure 5-25 présente les résultats de la simulation d'impact d'une particule, respectivement de faible et de fort diamètre, sur substrat sablé finement et grossièrement. Dans chaque sous-figures, sont mis en parallèle, les profils équivalents du substrat rugueux (à gauche) et ceux équivalents vus par la particule (à droite), en fonction de son diamètre. Les morphologies de la particule et du substrat, à la fin de l'impact, sont très proches dans les deux cas. L'étalement et la pénétration de la particule sont similaires. Lorsque la particule rencontre une vallée dont la dimension est comparable à son diamètre, elle s'enfonce dans le substrat de manière privilégiée favorisant ainsi son ancrage (Figure 5-25a). A l'inverse, dans le cas où la

rugosité du substrat est petite en comparaison de la taille de la particule, l'impact est proche d'un impact sur substrat plan (Figure 5-25b, à gauche). En effet, la déformation de la particule n'est que très peu gênée par la faible hauteur des rugosités. Un amortissement énergétique a lieu, ce qui a pour conséquence de limiter la pénétration de la particule dans le substrat. Des jets de matière, synonymes de déformations intenses, sont ainsi observés en périphérie de la particule. Ce comportement n'est plus vérifié lorsque la vallée est de plus grande dimension, cas du sablage grossier : l'ancrage de la particule est, à nouveau, observé (Figure 5-25b, à droite).

La simulation du profil équivalent des substrats et du profil équivalent vu par la particule permet de vérifier et de valider les conclusions du Chapitre 4, à savoir les dimensions des profils équivalents pour différentes rugosités et différentes tailles de particule. En résumé, lorsque la taille de la vallée est comparable au diamètre de la particule, la morphologie finale de la particule après impact est influencée. La pénétration et l'ancrage mécanique de la particule dans le substrat est alors favorisée. A l'inverse, si les rugosités sont très petites en comparaison du diamètre de la particule, le processus de déformation n'est que très peu perturbé. L'étalement de la particule à la surface du substrat prédomine et la profondeur de pénétration de celle-ci est sensiblement réduite.

4.3.2. Etude des paramètres physiques et de la morphologie du système particule-substrat

La simulation numérique permet d'accéder, aussi, aux comportements plastiques et thermiques de la particule et du substrat, à la fin de l'impact. Au vu des résultats précédents, le profil équivalent est utilisé pour appréhender ces phénomènes.

La Figure 5-26 montre les résultats de la simulation d'impact d'une particule sur le profil équivalent défini en fonction du diamètre D_p de la particule. Les dimensions respectives de la particule et des vallées régissent fortement la déformation du système particule-substrat. Pour une particule de faible diamètre (Figure 5-26a), sa pénétration dans le substrat est élevée quelle que soit la topographie rencontrée. Les températures et les déformations plastiques cumulées atteintes aux jets de matière sont équivalentes entre la surface sablée finement et celle sablée grossièrement. Cette configuration est favorable à un ancrage de la particule (Chapitre 3, §3.2.2). Néanmoins, la déformation plastique cumulée de la particule demeure relativement faible (de 2 à 2,5) car la particule est trop petite pour imposer une déformation plus forte au système. Lors de l'impact d'une particule de plus gros diamètre (Figure 5-26b), la morphologie de la particule est très différente et varie en fonction du sablage du substrat. Dans le cas d'un substrat sablé finement, la particule ne rencontre pas d'obstacle majeur et s'étale à la surface du substrat sans trop de difficulté. Cet étalement s'effectue au détriment de la pénétration de la particule dans le substrat qui est relativement faible. Il s'agit d'un effet amortissant provoqué par les micro-rugosités de surface. Les échauffements à l'interface sont intenses et atteignent 380°C par rapport à la température initiale du substrat. Cette élévation de température est produite par la déformation plastique cumulée, localement élevée, qui avoisine 4 : autrement dit, deux fois celle mesurée pour la particule fine. Des jets et des bourrelets de matière sont visibles à l'interface particule-substrat. En augmentant la rugosité de surface, la particule rencontre une topographie dont les dimensions sont comparables à son diamètre. Elle pénètre profondément dans le substrat en formant des bourrelets de matière à sa périphérie. Ces derniers sont disposés de telle sorte qu'ils piègent la particule créant ainsi un ancrage mécanique fort (Figure 5-26b, à droite). La température atteinte à cet endroit y est moins élevée car la déformation plastique à l'interface particule-substrat est limitée. Les frottements jouent, quant à eux, un rôle limité dans l'énergétique de l'impact. C'est plutôt la répartition des déformations

plastiques cumulées qui produit des échauffements locaux élevés. Ce phénomène n'est plus vérifié lorsque la particule n'est pas gênée dans sa déformation.

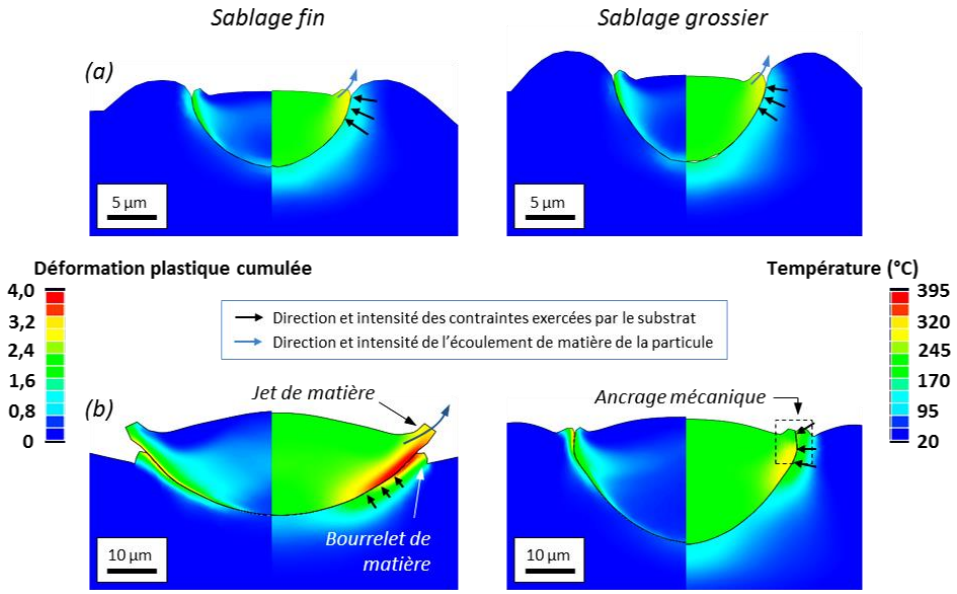


Figure 5-26 : Déformation plastique cumulée (à gauche des sous-figures) et température (à droite des sous-figures) d'une particule d'aluminium pur 1050 (a) de faible diamètre (10 µm) et (b) de fort diamètre (30 µm) projetée sur un substrat d'aluminium 2024-T3 rugueux vu par la particule, dont le profil est sablé finement et grossièrement.

A partir des simulations réalisées, on peut distinguer deux cas :

- Une grosse particule projetée sur un substrat sablé finement : la particule s'étale à la surface du substrat de manière privilégiée, au détriment de sa pénétration dans le substrat ;
- Une petite particule projetée sur un substrat sablé finement ou une particule de taille quelconque sur un substrat sablé grossièrement : la particule s'ancre intensément dans le substrat et se retrouve piégée.

4.4. Discussion autour du modèle numérique

Les simulations réalisées ont permis de modéliser l'impact d'une particule sur substrat rugueux en mettant en évidence l'ancrage mécanique de la particule et sa déformation plastique au regard des dimensions des rugosités rencontrées. Des améliorations au modèle numérique utilisé pourraient avoir un effet majeur sur les résultats obtenus. Plusieurs critères seraient alors intégrés, avec un effet direct sur la morphologie de l'interface particule-substrat.

L'adhérence entre la particule et le substrat est un élément déterminant qui représente les liaisons mécaniques et métallurgiques se produisant lors de l'impact. Pour cela, l'utilisation d'un critère modélisant les liaisons entre les matériaux en contact serait envisageable. L'adhésion permet de réduire le rebond de la particule, régissant ainsi sa déformation. Le cas particulier de l'impact d'une particule dans une vallée du substrat est réducteur et ne transcrit pas véritablement ce qui se produit dans le cas réel. L'atténuation des macro-rugosités n'est alors pas prise en compte. Des déformations plus intenses de l'interface particule-substrat, notamment dans le cas de particules sur un substrat avec un faible angle d'incidence, seraient observées. La pénétration de la particule dans le substrat y serait plus élevée grâce aux liaisons particule-substrat engendrant des déplacements de matière accrus. Enfin, si la simulation d'impact d'une particule élémentaire est une approche permettant d'appréhender les mécanismes de déformation des matériaux, la

prise en considération de la multiplicité des impacts représenterait l'étape suivante. L'influence des particules sur le substrat et des particules déjà déposées pourrait être déterminée. Des effets cumulés sur les déformations mesurées à l'échelle locale (une seule particule) amèneraient à établir la contribution de chaque particule sur la morphologie de l'interface particule-substrat et particule-particule. Cette approche est une voie d'amélioration considérable qui doit être l'objet d'études à venir.

Conclusion sur la simulation d'impact d'une particule

La déformation d'une particule au cours de l'impact a été étudiée par une approche numérique. Des simulations ont été réalisées en modélisant les phénomènes physiques se produisant lors d'un choc solide à haute vitesse. Les lois de comportement visco-plastiques, dites de Johnson-Cook et élastiques de Mie-Gruneisen, régissent le modèle d'impact.

Une validation qualitative et quantitative de ce modèle a été effectuée en réalisant des comparaisons avec les résultats morphologiques obtenus expérimentalement. L'objectif étant d'utiliser un modèle représentatif des déformations mesurées dans le cas réel.

L'étude des paramètres d'impact sur substrat plan a été menée, à travers des simulations 2D et 3D, afin de quantifier les niveaux de déformation et les températures atteintes localement. Cela a permis d'évaluer l'influence des conditions de l'impact (vitesse, température et angle d'incidence de la particule) avec les paramètres de projection développés dans le Chapitre 3 (§2.1). De plus, la comparaison des résultats obtenus par les simulations 2D et 3D et ceux expérimentaux, a mis en avant la représentativité du modèle. L'impact d'une sphère (cas de la simulation 3D) se rapproche fortement du cas réel tandis que l'approche 2D surestime les déformations plastiques des matériaux. Parce que l'approche 3D du modèle d'impact sur substrat rugueux nécessiterait des temps de calcul extrêmement longs, cette voie n'a pas été développée dans cette étude et s'est restreinte à la simulation d'impact 2D.

Enfin, les mécanismes mis en jeu lors d'un impact sur substrat rugueux ont été étudiés à l'échelle locale. Les analyses topographiques réalisées dans le Chapitre 4 (Partie 1), révélant des profils équivalents à partir des profils aléatoires réels, ont été confortées. La similarité des morphologies finales de la particule et du substrat, obtenues pour la simulation d'impact sur substrats au profil réel et équivalent, ont permis d'appréhender la topographie des substrats par l'analyse d'un profil équivalent plus simple. Les déformations plastiques de la particule et du substrat ont été analysées, grâce au profil équivalent, afin d'établir un lien entre le diamètre de la particule et les dimensions des rugosités de surface. La notion de profil équivalent vu par la particule a pu ainsi être explicitée. L'étude de la morphologie de l'interface particule-substrat a permis de mettre en évidence les mécanismes d'ancrage de la particule sur une surface rugueuse dont il convient de mesurer le rôle à travers la détermination de l'adhérence particule-substrat.

Références bibliographiques

[AHN12] AHN K., HUH H., PARK L., *Comparison of dynamic hardening equations for metallic materials with three types of crystalline structures*, in: 5th International Conference on High Speed Forming, 2012

[ALK00] ALKHIMOV A.P., KOSAREV V.F., KLINKOV S.V., *Experimental study of deformation and attachment of microparticles to an obstacle upon high-rate impact*, Journal of Applied Mechanics and Technical Physics, 41(2), 2000, p. 245-250

[ARR04] ARRIGONI M., *Etude de l'influence des rugosités d'interface, de porosités et de l'épaisseur d'échantillon sur la propagation des chocs laser dans les systèmes revêtus : application au procédé LASAT (LASer Adhérence Test)*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, Décembre 2004

[ASS03] ASSADI H., GARTNER F., STOLTENHOFF T., KREYE H., *Bonding mechanism in cold gas spraying*, Acta Materialia, 51, 2003, p. 4379-4394

[ASS11] ASSASI H., SCHMIDT T., RICHTER H., KLIEMANN J.-O., BINDER K., GARTNER F., KLASSEN T., KREYE H., *On parameter selection in cold spraying*, Journal of Thermal Spray Technology, 20(6), 2011, p. 1161-1176

[COW57] COWPER G., SYMONDS P., *Strain hardening and strain rate effect in the impact loading of cantilever beams*, Technical report, Brown University, Division of Applied Mathematics, 1957

[DEL15] DELLORO F., *Méthodes morphologiques et par éléments finis combinées pour une nouvelle approche de la modélisation 3D du dépôt par projection dynamique par gaz froid (« cold spray »)*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Juillet 2015

[FOL88] FOLLANSBEE P.S., KOCKS U.F., *A constitutive description of the deformation of copper based on the use of the mechanical threshold stress as an internal state variable*, Acta Metallurgica, 36, 1988, p. 81-93

[GHE11] GHELICHI R., BAGHERIFARD S., GUAGLIANO M., VERANI M., *Numerical simulation of cold spray coating*, Surface & Coatings Technology, 205, 2011, p. 5294-5301

[GUY14] N'GUYEN F., *Morphologie mathématique appliquée au développement d'outils de maillage EF automatiques dans le cas de microstructures hétérogènes bi et multiphasées*, Thèse de doctorat, Université Lille 1, 2014

[JEU08] JEUNECHAMPS P., *Simulation numérique, à l'aide d'algorithmes thermomécaniques implicites, de matériaux endommageables pouvant subir de grandes vitesses de déformation. Application aux structures aéronautiques soumises à impact*, Thèse de doctorat, Université de Liège, 2008

[JOH83] JOHNSON G., COOK W., *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, Hague, Netherlands, 1983, p. 541-547

[KLE85] KLEPACZKO J., *Modélisation des lois de comportement basée sur l'évolution de la microstructure dans un large domaine de vitesses de déformation*, Journal de Physique, Colloque C5, 46, 1985, p. 57-66

[LI06] LI W.-Y., LIAO H., LI C.-J., LI G., CODDET C., WANG X., *On high velocity impact of micro-sized metallic particles in cold spraying*, Applied Surface Science, 253(5), 2006, p. 2852-2862

[LI09] LI W.-Y., ZHANG C., LI C.-J., LIAO H., *Modeling aspects of high velocity impact of particles in cold spraying by explicit finite element analysis*, Journal of Thermal Spray Technology, 18(5-6), 2009, p. 921-933

[MOL05] MOLINARI A., RAVICHANDRAN G., *Constitutive modeling of high-strain-rate deformation in metals based on the evolution of an effective microstructural length*, Mechanics of Materials, 37, 2005, p. 737-752

[PRE03] PRESTON D., TONKS D., WALLACE D., *Model of plastic deformation for extreme loading conditions*, Journal of Applied Physics, 93, 2003, p. 211-220

[RAH14] RAHMATI S., GHAEL A., *The use of particle/substrate material models in simulation of cold-gas dynamic-spray process*, Journal of Thermal Spray Technology, 23(3), 2014, p. 530-540

[STE80] STEINBERG D., COCHRAN S., GUINAN M., *A constitutive model for metals applicable at high strain rate*, Journal of Applied Physics, 51(3), 1980, p. 1498-1504

[STE89] STEINBERG D., LUND C., *A constitutive model for strain rates from 10^{-4} to 10^{6} s^{-1}*, Journal of Applied Physics, 65(4), 1989, p. 1528-1533

[SEE57] SEEGER A., *The mechanism of glide and work hardening in face-centered cubic and hexagonal close-packed metals*, in: Dislocations and mechanical properties of crystals, Wiley, 1957, p. 243-328

[THO10] THOMAS J. D., TRIANTAFYLLIDIS N., VIVEK A., DAEHN G.S., BRADLEY J.R., *Comparison of fully coupled modeling and experiments for electromagnetic forming processes in finitely strained solids*, International Journal of Fracture, 163, 2010, p. 67-83

[YIN10-2] YIN S., WANG X.-F., XU B.-P., et al., *Examination on the calculation method for modeling the multi-particle impact process in cold spraying*, Journal of Thermal Spray Technology, 19(5), 2010, p. 1032-1041

[YIN13-2] YIN S., WANG X.-F., SUO X., LIAO H., GUO Z., LI W., CODDET C., *Deposition behavior of thermally softened copper particles in cold spraying*, Acta Materialia, 61, 2013, p. 5105-5118

[ZER87] ZERILLI F., ARMSTRONG R., *Dislocation-mechanics-based constitutive relations for material dynamics calculations*, Journal of Applied Physics, 61(5), 1987, p. 1816-1825

[ZOC00] ZOCHER M.A., MAUDLIN P.J., CHEN S.R., FLOWER-MAUDLIN C., *An evaluation of several hardening models using Taylor cylinder impact data*, in: European Congress on Computational Methods in Applied Sciences and Engineering, Barcelona, 11-14 September, 2000

Chapitre 6 : Adhérence des revêtements d'aluminium pur sur substrats d'aluminium 2024-T3

SOMMAIRE

CHAPITRE 6 : ADHERENCE DES REVETEMENTS D'ALUMINIUM PUR SUR SUBSTRATS D'ALUMINIUM 2024-T3 213

INTRODUCTION 217

1. ESSAI D'ADHERENCE PAR CHOC LASER 217

1.1. PRINCIPE ET MECANISMES PHYSIQUES 217
1.1.1. Fonctionnement de la technique 217
1.1.2. Mécanismes de propagation de l'onde 218
1.2. PRESENTATION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL 220
1.3. EXPLOITATION DE L'ESSAI 220

2. PARAMETRES INFLUENÇANT LA MESURE D'ADHERENCE 223

2.1. INFLUENCE DE L'EPAISSEUR DU REVETEMENT ET DU SUBSTRAT 223
2.2. EFFET DE LA RUGOSITE DE SURFACE DU REVETEMENT 225
2.3. CONDITIONS DE L'ESSAI PAR CHOC LASER 226
2.4. CONCLUSION SUR LES PARAMETRES DE L'ESSAI LASAT® 227

3. FISSURATION INTERFACIALE DES REVETEMENTS D'ALUMINIUM PUR 228

3.1. INFLUENCE DES PARAMETRES DE PROJECTION 228
3.1.1. Effet de la pression et de la température de gaz 229
3.1.2. Effet de l'angle de projection 229
3.1.3. Effet de l'épaisseur du revêtement 230
3.2. INFLUENCE DE LA MORPHOLOGIE DE SURFACE DU SUBSTRAT 231
3.2.1. Effet de la rugosité de l'interface 231
3.2.2. Effet de la granulométrie de la poudre projetée 232
3.3. DISCUSSION SUR L'ADHERENCE DES REVETEMENTS METALLIQUES 233

4. APPROCHE NUMERIQUE DES CONTRAINTES DE TRACTION A L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT 234

4.1. MODELE DE PROPAGATION DE L'ONDE 234
4.1.1. Description du modèle bidimensionnel 234
4.1.2. Lois de comportement des matériaux et hypothèses de calcul 235
4.1.3. Morphologie de l'interface revêtement-substrat 236
4.1.4. Modélisation du choc laser pour le système revêtement-substrat 237
4.2. CONTRAINTES DE TRACTION SUBIES A L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT 237
4.2.1. Déroulement de la propagation de l'onde 237
4.2.2. Influence du profil d'interface sur la pression maximale atteinte 238
4.3. DECOHESION DE L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT 239
4.3.1. Définition du critère de rupture 239
4.3.2. Influence de la rugosité de l'interface revêtement-substrat 240
4.3.3. Conclusion sur la fissuration interfaciale par choc laser 240
4.4. DISCUSSION SUR LE MODELE NUMERIQUE 241

5. CORRELATION ENTRE LES RESULTATS D'ADHERENCE ET LA MORPHOLOGIE DE L'INTERFACE 242

5.1. INFLUENCE DES PARAMETRES COLD SPRAY SUR LES DEFORMATIONS DE L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT 242
5.1.1. Influence de la pression et de la température de gaz 242
5.1.2. Influence de l'angle de projection des particules 243
5.1.3. Influence de la température du substrat 243

5.2. INFLUENCE DE LA MODIFICATION TOPOGRAPHIQUE DE SURFACE DU SUBSTRAT SUR LA MORPHOLOGIE DE L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT 244
5.2.1. Influence de la granulométrie des particules abrasives par sablage 244
5.2.2. Influence de la granulométrie des particules projetées par cold spray 244

CONCLUSION SUR L'ADHERENCE DES REVETEMENTS 246

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 247

Introduction

La morphologie de surface d'un substrat est amenée à être modifiée pour améliorer l'adhérence du revêtement qui y est déposé. Lors de la formation du revêtement, l'adhérence dépend notamment de l'état de surface du substrat. Cette adhérence est étudiée dans ce chapitre, puisqu'il s'agit de caractériser mécaniquement les revêtements déposés sur un substrat dont la morphologie de surface est modifiée par sablage. Plusieurs mécanismes caractérisent cette adhérence, notamment l'ancrage mécanique (Chapitre 1, §1.1.1) [CHA74]. La rugosité de surface du substrat et les conditions d'élaboration du revêtement permettent aux particules projetées de s'ancrer dans le substrat avec une énergie moindre.

La première partie de l'étude concerne la présentation de la technique de mesure d'adhérence des revêtements élaborés par cold spray. Par la propagation dynamique d'une onde dans le système revêtement-substrat, la fissuration interfaciale de celui-ci est étudiée. Des substrats d'aluminium 2024-T3, dont la morphologie a été modifiée par sablage, sont sollicités par l'essai de choc laser (LASAT®). Une précédente étude a, d'ailleurs, révélé le rôle de cette rugosité donc celle de l'interface sur l'adhérence du revêtement [BAR04]. Les contraintes à l'interface revêtement-substrat sont ensuite déterminées numériquement. Enfin, l'adhérence des revêtements est corrélée avec la morphologie de l'interface.

1. Essai d'adhérence par choc laser

Cette partie a pour but de présenter la technique de mesure d'adhérence par choc laser, d'en donner les caractéristiques, et d'interpréter les résultats. Des essais de rupture d'interface revêtement-substrat sont réalisés par choc laser sur le système revêtement d'aluminium pur 1050 – substrat d'aluminium 2024-T3 afin de déterminer les conditions opératoires ainsi que la préparation éventuelles des échantillons revêtus par cold spray.

1.1. Principe et mécanismes physiques

1.1.1. Fonctionnement de la technique

Un faisceau laser est focalisé sur la face arrière d'un échantillon et fournit une énergie durant une courte durée. Une faible épaisseur du substrat est alors convertie en un plasma par l'interaction laser-matière. La détente du plasma exerce une pression sur la matière et génère des ondes de compression et de détente dans le solide. Ces dernières se propagent sous forme d'une onde de choc d'une amplitude pouvant atteindre quelques dizaines de GPa, et avec des flux laser de l'ordre de 10 $GW.cm^{-2}$. Un choc laser sur la face arrière du substrat non revêtue, permet d'induire une onde de compression dans l'échantillon suivie d'une onde de détente. Seuls des effets mécaniques sont observés [AND70]. L'onde de choc ainsi créée se propage. Elle se réfléchit sur la face libre opposée, en onde de détente et provoque une mise en traction du matériau. Lorsque les conditions d'amplitude et de temps de maintien sont satisfaites, l'onde de traction réfléchie peut traverser l'interface revêtement-substrat : elle peut provoquer sa rupture (décohésion interfaciale), voire l'écaillage du revêtement (Figure 6-1). Ce phénomène repose, notamment, sur les différences d'impédance acoustique, caractérisant leur résistance au passage de l'onde, des matériaux traversés. Dans certains cas, l'onde de traction réfléchie peut croiser l'onde de détente incidente et créer, localement, des surintensités de traction à l'endroit du croisement. Dans ces travaux, aucune optimisation des épaisseurs de cible n'est entreprise pour positionner l'interface au croisement de ces ondes. L'obtention de la décohésion est donc uniquement fondée sur l'onde réfléchie.

Cette technique a d'abord été utilisée pour évaluer l'adhérence de films minces et peu adhérents [VOS78], puis a été appliquée à l'endommagement des matériaux massifs [COT88]. Ce n'est qu'à partir des années 1980, avec l'utilisation de lasers plus puissants, que l'essai d'adhérence par choc laser s'est développé [GUP90] [GUP92]. Cet essai a été réalisé sur des interfaces métal-céramique [GUP93] [AUR99], céramique-céramique [GUP94] et plus récemment à des interfaces métal-métal [BOU99] entre un revêtement épais (quelques centaines de microns) et son substrat. Les paramètres de choc étant fixés, il est possible de reproduire par simulation numérique les caractéristiques de la traction induite dans le matériau [BOL02] [WAN04] et d'utiliser le phénomène de décohésion interfaciale pour déterminer la résistance d'une interface.

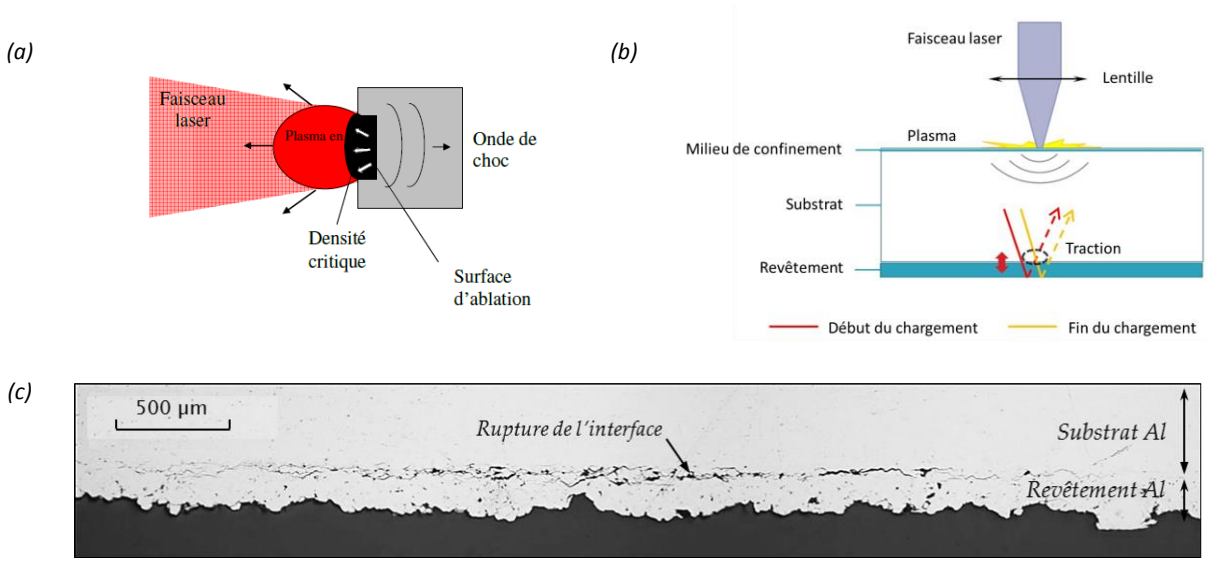


Figure 6-1 : Principe général de l'essai d'adhérence par choc laser (a) focalisation du faisceau laser et propagation de l'onde de choc [ARR04], (b) création d'une traction proche de l'interface et (c) fissuration de l'interface revêtement-substrat.

Par rapport aux autres techniques de mesure d'adhérence, l'intérêt d'une telle méthode réside dans l'absence de contact physique avec l'échantillon. De plus, la contrainte appliquée à l'interface peut être de très forte amplitude (de l'ordre du GPa). Les surfaces sollicitées étant de l'ordre de quelques millimètres carrés, cet essai est local. Il rend ainsi possible une vérification de la qualité d'une interface à des endroits précis.

La principale difficulté de l'essai d'adhérence par choc laser se trouve dans le calcul des contraintes générées aux interfaces éprouvées. Cet essai nécessite une simulation de la propagation des ondes de choc au sein du substrat et du revêtement donc une bonne connaissance de leur microstructure et du comportement de ces derniers sous l'effet d'un choc [BOL02]. Les courbes mettant en jeu le diamètre de la fissure à l'interface revêtement-substrat en fonction de la densité de puissance (ou flux) laser imposé se déduisent aisément des essais par choc laser. Des résultats comparatifs et qualitatifs entre les échantillons sont obtenus sur l'adhésion à l'interface sont obtenus pour caractériser un niveau de résistance interfaciale [BAR04] [GUE10] [CHR12].

1.1.2. Mécanismes de propagation de l'onde

Depuis le début des années 2000, l'intérêt des chercheurs s'est porté sur les effets bidimensionnels des ondes de choc. Auparavant, la propagation des ondes de choc était abordée en 1D. Le diamètre de la zone irradiée par le laser, devait être bien supérieur à l'épaisseur de l'échantillon (trois fois plus selon l'usage). Avec

l'augmentation de la puissance des sources laser, des échantillons de plus en plus épais ont pu être éprouvés. Le diamètre de la tache devient alors comparable à l'épaisseur de l'échantillon. Déjà évoquée dans plusieurs travaux [ARR04] [BAR04] [BOL04], une étude approfondie de l'influence de ces effets bidimensionnels sur la propagation de l'onde de choc a été réalisée par Cuq-Lelandais [LEL10]. La limitation spatiale de la zone irradiée nécessite de considérer les bords du choc et la propagation au-delà de ces zones. Ces endroits, où la surface de la cible passe d'une surface contrainte à une surface non contrainte en s'écartant de l'axe du choc, sont soumises à des efforts de cisaillement élevés. Ces derniers amènent l'onde à se propager suivant deux directions et non plus une seule : ce sont les ondes 2D. D'un front d'onde plan au milieu, un front d'onde sphérique sur les bords est considéré. Cet effet sera d'autant plus marqué sur les bords, puis que l'intégralité du front d'onde, que la taille de la zone irradiée est faible par rapport à l'épaisseur de la cible. La Figure 6-2 met en évidence les conséquences de ces effets de bord sur une cible constituée d'un matériau massif, sans revêtement déposé.

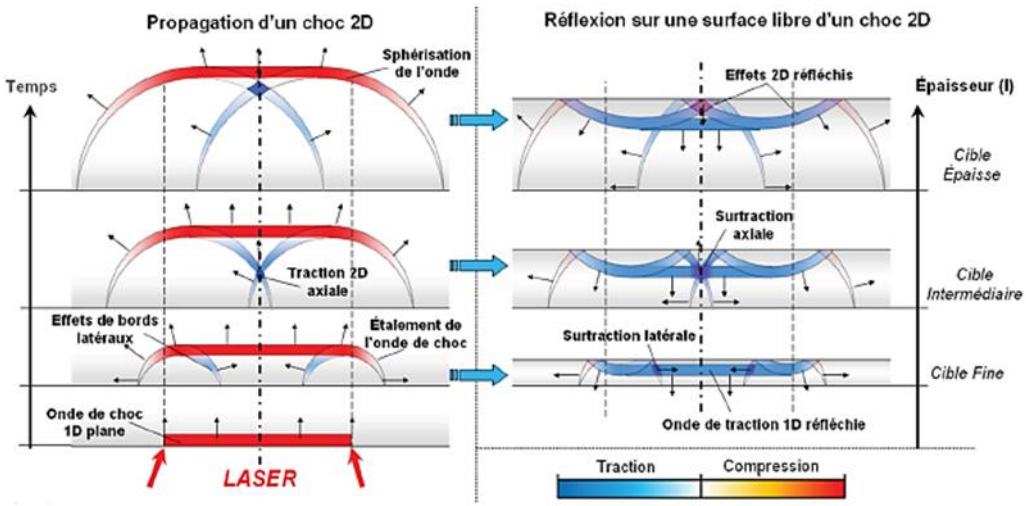


Figure 6-2 : Evolution temporelle de la propagation des ondes de choc 2D pour des cibles d'épaisseurs différentes [LEL10].

Sur la partie gauche, l'image du bas représente la zone irradiée par le laser avec la formation de l'onde principale 1D. En passant à l'image supérieure, cette onde s'est propagée dans le système revêtement-substrat. Aux extrémités du front plan 1D, des ondes circulaires, dont les centres correspondent aux bords du choc initial, sont observées. Ces ondes circulaires se propageant vers l'extérieur du choc sont en compression, comme l'onde principale 1D. Les deux autres ondes circulaires qui se propagent vers l'axe du choc sont les ondes de détente incidentes en traction. Dans notre cas, la zone irradiée circulaire, par conséquent, le système comporte une symétrie axiale autour de l'axe du choc laser.

En passant sur des épaisseurs de cibles encore plus épaisses, l'onde 1D peut continuer sa propagation en profondeur de la matière et les ondes 2D de compression étendent la région mise sous contrainte à un volume plus étendu que celui à l'aplomb du choc initial. A partir d'un certain temps, les ondes 2D de traction incidentes se rejoignent sur l'axe du choc. Il se forme alors une zone de surintensités de contrainte axiale en traction induite par la symétrie du système. Enfin, pour des cibles très épaisses, le choc continue son extension spatiale par les ondes 2D de compression. La poche de traction générée, derrière l'onde 1D, se rapproche de cette dernière. Selon l'épaisseur de la cible, il peut se produire, en différentes endroits, les mécanismes de croisement des ondes après la réflexion sur la face opposée (Figure 6-2, à droite).

Dans le cas de cibles très fines par rapport au diamètre de choc, les ondes 2D n'ont pas le temps de s'étendre et de se propager dans le matériau. De faibles sur-tractions sont générées par le croisement de

l'onde 1D réfléchie avec les ondes 2D en traction. Ce cas peut, quand même, être comparé à un choc monodimensionnel sur lequel les effets de bords sont négligés.

Si la cible est d'épaisseur moyenne, un croisement de l'onde 1D réfléchie en traction, avec la poche de traction axiale se produit. Cette zone, très limitée dans l'espace, sera soumise à une surcontrainte élevée.

Enfin, si la cible est épaisse, cette poche 2D se rapproche de l'onde 1D, de contrainte opposée et commence à l'atténuer. Des zones de sur-contraintes apparaissent alors par le croisement avec les ondes 2D axiales en traction.

1.2. Présentation du dispositif expérimental

Le laser utilisé pour les essais est un SAGA 330. Il possède une longueur d'onde dans le visible de couleur verte (λ = 532 nm) et une puissance maximale de deux joules. La durée d'impulsion du laser, extrêmement courte, est de 5,2 ns. Son diamètre avant focalisation est de 22 mm. Pour focaliser le laser à la surface de l'échantillon, une lentille convergente, dont la focale est de 198 mm, est utilisée. La Figure 6-3 présente l'équipement LASAT® (LAser Shock Adhesion Test) utilisé pour les essais d'adhérence. Un joulemètre est utilisé pour faire varier l'énergie du laser. L'enceinte de tir est sous atmosphère ambiante. Le porte-échantillon est mobile et peut être commandé pour effectuer un positionnement suivant X, Y et Z. Une interface logicielle permet de commander le système de laser et d'effectuer les tirs unitaires à prodiguer selon différentes énergies dans le cas de l'essai d'adhérence par choc laser.

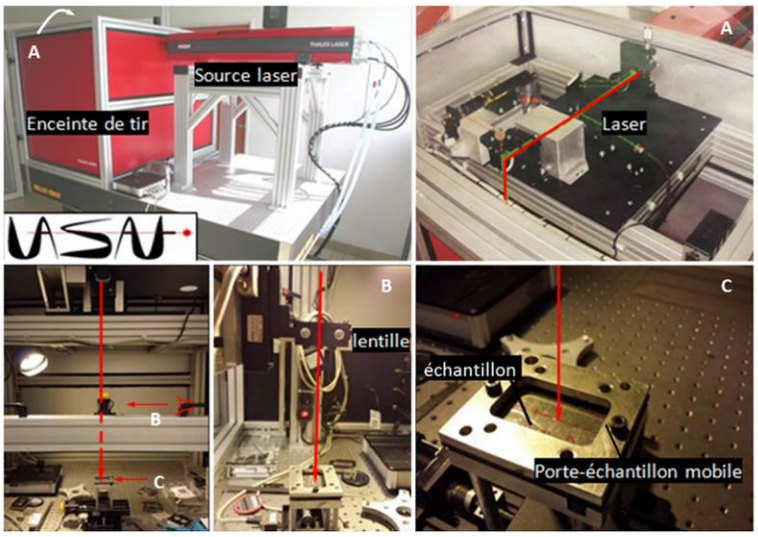


Figure 6-3 : Dispositif expérimental du Centre des Matériaux pour l'essai d'adhérence par choc laser LASAT®.

1.3. Exploitation de l'essai

L'objectif de l'essai d'adhérence est bien de solliciter mécaniquement, par un choc laser, le matériau et de déterminer un seuil de décohésion. Deux cas peuvent se présenter en fonction de la ductilité du matériau : la déformation plastique provoque un « bombé » du revêtement (§2.1) et la rupture fragile engendre un écaillage de ce dernier [FAB13]. La procédure pour l'exploitation de l'essai LASAT®, avec ses différentes étapes, est présentée afin de caractériser l'adhérence d'un revêtement. Un réglage des paramètres du laser et sa focalisation à la surface du revêtement sont effectués pour différentes densités de puissance laser. Dans cette étude, le choc est réalisé sur le substrat, plus précisément en face arrière. La longueur de la

fissure générée est ainsi mesurée. Deux méthodes d'identification sont possibles : l'analyse profilométrique et l'observation en coupe de la zone irradiée.

L'analyse par profilométrie optique 1D et 2D permet d'extraire le profil des « bombés » en surface du revêtement (Figure 6-4). Avec ces résultats, la détermination de la longueur, appelée diamètre par la suite, et de la largeur, associée à une hauteur, de la fissure au centre du choc est effectuée. Cette analyse est limitée aux matériaux choqués suffisamment ductiles pour se déformer sous l'effet du passage de l'onde. En effet, toutes les configurations matériaux ne sont pas propices à ce type de comportement. Une fissuration à l'interface sans déformation plastique détectable peut se produire.

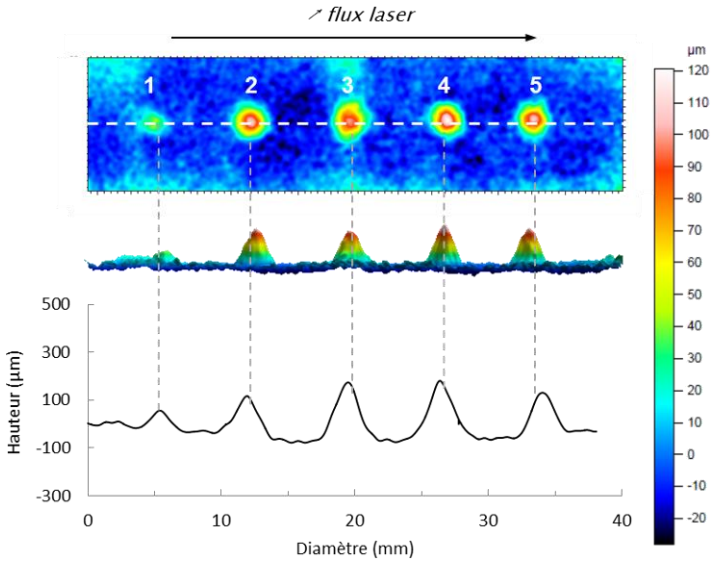


Figure 6-4 : Analyse 1D (en bas) et 2D (en haut) des "bombés" obtenus après des chocs laser de différents flux laser croissants sur un substrat d'aluminium 2024-T3 revêtu d'aluminium pur 1050.

Pour cela, une analyse par microscopie optique en coupe permet, après un polissage fin de la section transverse du choc, de réaliser la mesure du diamètre de fissure au centre du choc (Figure 6-5). Cette technique de caractérisation nécessite une préparation d'échantillon relativement longue et parfois complexe en fonction de la nature du matériau. L'avantage de cette méthode est, cependant, mis en évidence. La coupe transverse du revêtement permet de localiser l'endroit où la fissure s'est produite : à l'interface ou dans le revêtement. Cette donnée est essentielle dans la compréhension des mécanismes de rupture. En effet, si la fissuration se produit dans l'épaisseur du revêtement, alors la cohésion entre les particules est faible et inférieure à l'adhérence revêtement-substrat.

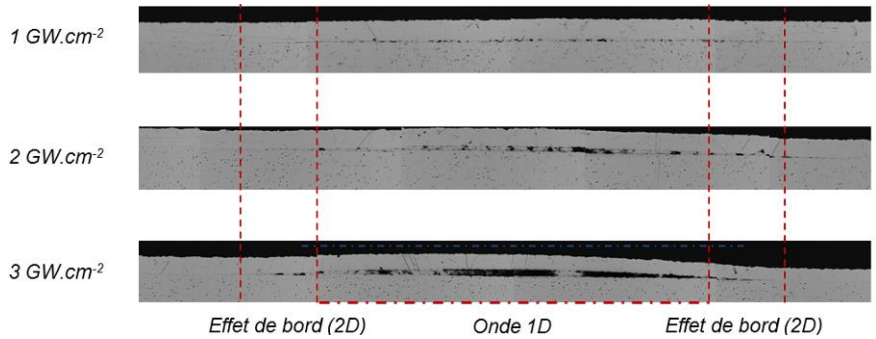


Figure 6-5 : Observations en coupe des bombés d'un revêtement d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3, obtenues par microscopie optique pour différents flux laser.

Pour déterminer l'adhérence du matériau déposé, le seuil de décohésion à l'interface doit être identifié. Quelle que soit la technique choisie pour la détermination du diamètre de fissure, une représentation graphique de l'évolution du diamètre de la zone fissurée en fonction du flux laser doit être effectuée. Cette représentation sera nommée LASAT-2D dans la suite de l'étude. La Figure 6-6 illustre la courbe type attendue après une série de chocs laser sur un matériau donné. Une extrapolation de la courbe obtenue peut ensuite être réalisée, afin qu'elle coupe l'axe des abscisses. Le seuil de décohésion du revêtement, correspondant à l'énergie laser à partir de laquelle une fissure interfaciale se crée, peut alors être déterminé. Cette méthode est néanmoins sensible aux matériaux sollicités et n'est donc pas retenue, ici. Pour identifier le seuil d'énergie atteint lorsque la rupture de l'interface se produit, une simulation par éléments finis de la propagation d'onde est envisagée (§4). La simulation permet, entre autres, de déterminer la contrainte maximale à l'interface revêtement-substrat et d'en extraire un seuil de rupture une fois les courbes expérimentales superposées aux résultats numériques (§4.3.2).

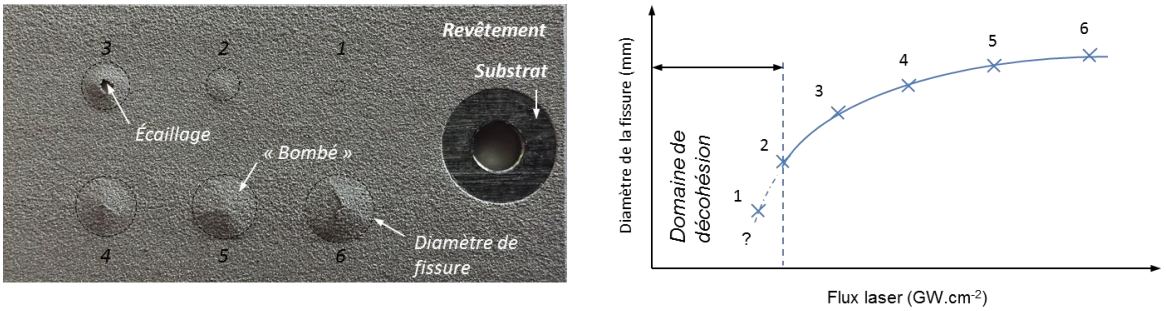


Figure 6-6 : Substrat d'aluminium 2024-T3 revêtu par de l'aluminium pur 1050 irradié par des chocs laser de densité de puissance croissante (à gauche), phénomène d'écaillage et de « bombé », courbe résultante, aussi nommée LASAT-2D, obtenue à partir de la mesure du diamètre de fissure (à droite).

2. Paramètres influençant la mesure d'adhérence

Dans cette partie, deux études sont menées pour éprouver l'essai d'adhérence par choc laser dans le cas où l'épaisseur et la rugosité de surface du revêtement varient. Il s'agit de mettre au point une éventuelle préparation de surface des échantillons revêtus afin de solliciter des interfaces revêtement-substrat en s'affranchissant des éventuels effets géométriques du système.

2.1. Influence de l'épaisseur du revêtement et du substrat

Lorsque l'onde se propage dans le matériau, deux paramètres influencent ses dimensions : l'épaisseur L de l'ensemble revêtement-substrat et le diamètre d du laser focalisé. La nature de l'onde, en fonction du rapport L/d pour l'aluminium, a été déterminée (Figure 6-7) [LEL10]. Une évolution significative de la contrainte normalisée, suivant la position par rapport au centre du choc laser, est remarquée. Si l'onde se déplace dans le matériau, cette propagation est caractérisée par la longueur du trajet à parcourir, la nature du matériau traversé et l'adhérence entre le revêtement et le substrat. L'atténuation de l'onde dans le revêtement est d'autant plus élevée que la longueur à traverser est grande. De plus, les porosités et d'autres impuretés présentes dans le revêtement font perdre de l'intensité à l'onde de choc générée par le laser [ARR04] [BAR04].

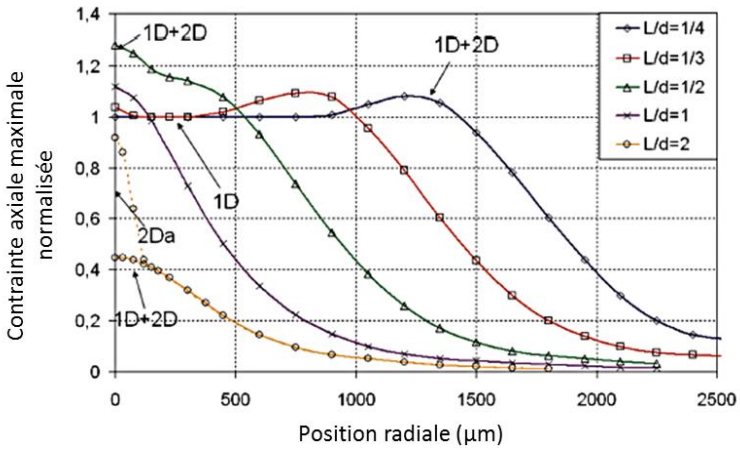


Figure 6-7 : Evolution spatiale de la contrainte maximale appliquée de l'axe vers le bord du choc pour différents rapports L/d (Matériau : aluminium ; L = 1 mm ; Laser : LULI2000 ; τ = 3 ns et P_{max} = 50 GPa) [LEL10].

Une étude sur l'influence de l'épaisseur du revêtement est envisagée. Pour cela, des chocs laser sur l'ensemble revêtement-substrat, où l'épaisseur du revêtement varie, sont effectués. Le diamètre de fissure mesuré à l'interface, caractérise la qualité de cette dernière. La fissuration à l'interface évolue suivant deux directions, perpendiculairement et parallèlement à la surface du substrat. La décohésion se traduit par une courbure plus ou moins légère du revêtement, c'est-à-dire que la force exercée par ce dernier est d'autant plus forte que son épaisseur est élevée (flèches noires sur la Figure 6-8). Lorsque le revêtement est relativement fin, un cloquage se produit. La propagation de la fissure parallèlement à la surface du substrat est alors limitée. La décohésion se produit davantage perpendiculairement à l'interface. Autrement dit, la largeur de la fissure augmente. Il y a donc compétition entre le diamètre et la largeur de fissure en fonction de l'épaisseur du revêtement. Ce phénomène est lié, notamment, à la différence d'intensité de contraintes résiduelles dans le revêtement avant le choc laser (Annexe E, §1) et une fois irradié (Annexe E, §2).

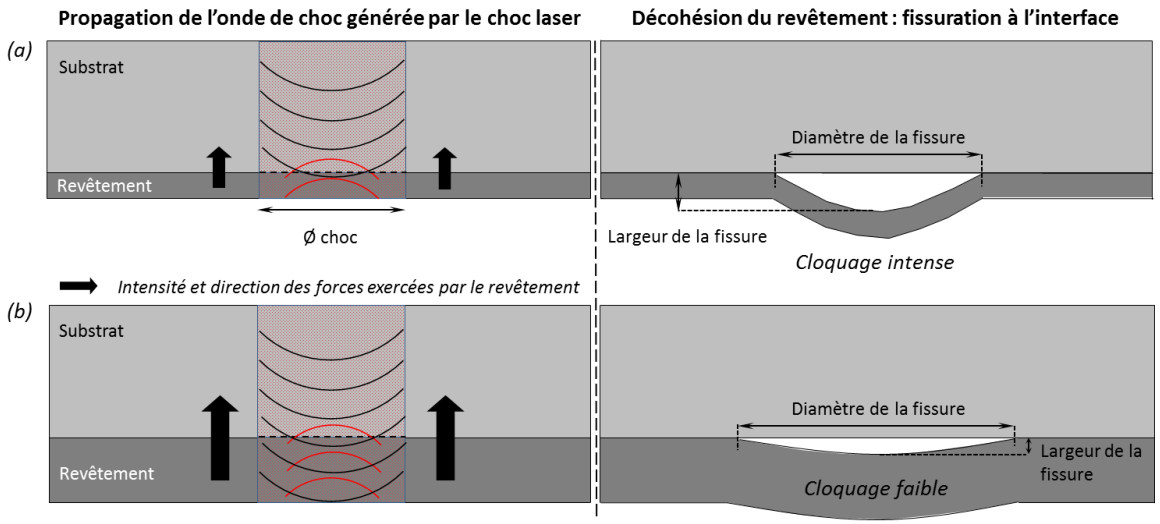


Figure 6-8 : Mécanismes de décohésion du revêtement en fonction de son épaisseur (a) cas d'une épaisseur fine et (b) cas d'une épaisseur forte, influence sur le diamètre et la largeur de la fissure après un choc laser de flux équivalent.

Une série de chocs laser est effectuée sur substrats en aluminium 2024-T3 où sont déposés des revêtements d'aluminium pur 1050 d'épaisseurs différentes. L'objectif est de vérifier l'existence du phénomène de cloquage du revêtement. Les conditions de l'essai d'adhérence par choc laser sont résumées dans le Tableau 6-1.

Tableau 6-1 : Conditions de l'essai LASAT® pour l'étude de l'influence de l'épaisseur du revêtement d'aluminium pur 1050 sur la fissuration de l'interface, dans le cas d'un choc en face arrière sur substrat d'aluminium 2034-T3 d'épaisseur 2 mm.

Revêtement	*Nature*	*Aluminium pur 1050 (99,5%)*			
	Epaisseur (µm)	*140 ± 12*			
		180 ± 15			
		250 ± 10			
N° tir		*1*	*2*	*3*	*4*
Energie laser (J)		*0,2*	*0,5*	*0,8*	*1,1*

Afin de valider la technique de caractérisation par profilométrie, l'analyse des bombés est réalisée. L'évolution des dimensions caractéristiques de la fissure générée est déterminée en fonction de l'épaisseur du revêtement (Figure 6-9). Pour un revêtement fin (140 µm), une nette augmentation de la largeur de la fissure est observée en comparaison de ceux plus épais (Figure 6-9a). La déformation plastique du matériau se traduit par des déplacements verticaux, c'est-à-dire suivant l'axe du choc. Ces derniers correspondant à la largeur de la fissure, atteignent 30 µm. La force exercée par le revêtement due au choc laser y est plus faible et un cloquage prononcé se produit. Les bombés sont caractéristiques de l'épaisseur du revêtement et renseigne sur le niveau d'adhérence de ce dernier. La décohésion se produit davantage dans le sens perpendiculaire à l'interface alors que pour des revêtements épais, la fissure se propage de manière privilégiée parallèlement à l'interface revêtement-substrat (Figure 6-9b). L'épaisseur n'a, a priori, que peu d'influence sur les résultats d'adhérence du revêtement puisque les courbes sont presque identiques.

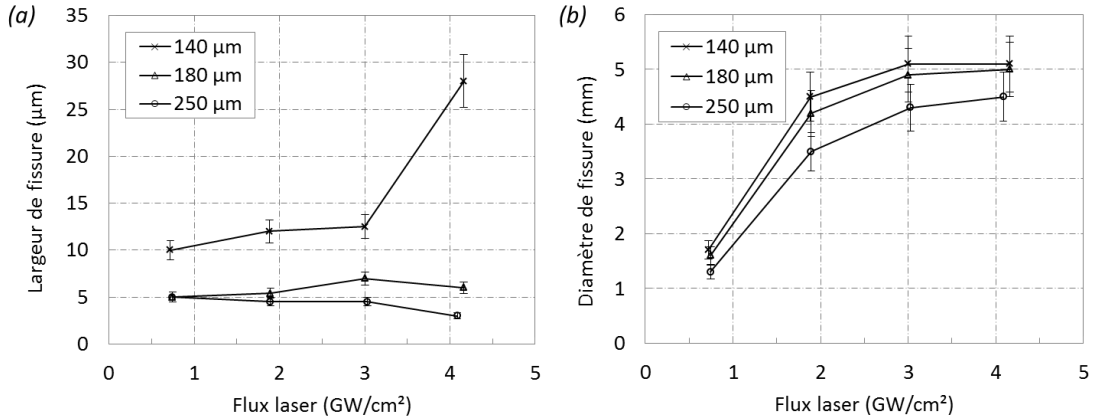


Figure 6-9 : Evolution des dimensions caractéristiques de la fissure interfaciale : (a) largeur et (b) diamètre, pour différentes épaisseurs de revêtements d'aluminium pur 1050 déposés sur substrat d'aluminium 2024-T3.

2.2. Effet de la rugosité de surface du revêtement

Lorsque le choc laser se produit, l'onde se réfléchit sur la face opposée et une force de traction en résulte. Si l'intensité de l'onde est atténuée en traversant l'épaisseur du matériau (§2.1), elle l'est également par sa réflexion. Une partie est perdue et ne peut être transmise totalement. Dans le cas d'un choc sur la face non revêtue, la surface libre est associée à la surface du revêtement. Cette dernière présente une certaine rugosité à l'état brut de projection. L'onde s'y réfléchit et les rugosités de surface du revêtement jouent un rôle dans sa réflexion [FAR07]. L'effet de la rugosité de surface du revêtement sur la fissuration à l'interface est, ici, étudié.

L'atténuation des rugosités de surface par polissage mécanique entraîne une diminution du paramètre de rugosité Ra (Figure 6-10). Par polissages successifs, l'état de surface se rapproche du cas idéal, c'est-à-dire de celui d'une surface plane sans rugosité.

Les conditions de l'essai sur l'influence de la rugosité de surface du revêtement sont résumées dans le Tableau 6-2. Est considérée, dans cette étude, la mesure du Ra par une analyse du profil de surface à l'endroit du choc laser. L'onde de choc se propage dans le matériau et rencontre la surface du revêtement qui possède une certaine rugosité.

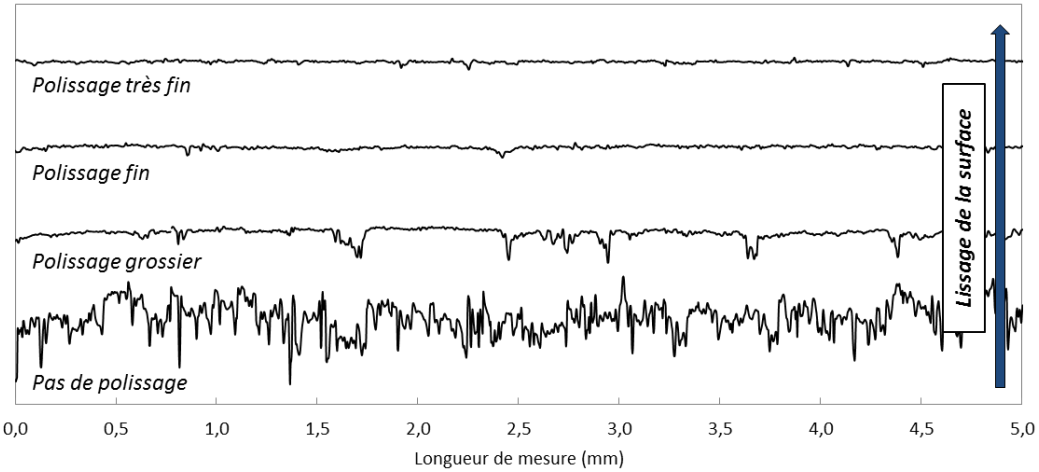


Figure 6-10 : Profils 1D de la surface du revêtement d'aluminium pur 1050 déposé sur substrat d'aluminium 2024-T3 avant le choc laser, en fonction de l'intensité du polissage mécanique.

Tableau 6-2 : Conditions LASAT® pour l'influence de la rugosité de surface du revêtement d'aluminium pur 1050 sur la fissuration de l'interface, dans le cas d'un choc en face arrière sur substrat d'aluminium 2024-T3 d'épaisseur 2 mm.

Revêtement	*Nature*	*Aluminium pur 1050 (99,5%)*		
	Epaisseur (µm)	*320 ± 10*		
	Rugosité Ra (µm)	*19,3 ± 0,54*		
		2,37 ± 0,15		
		1,87 ± 0,21		
		1,35 ± 0,11		
N° tir		*1*	*2*	*3*
Energie laser (J)		*0,4*	*0,8*	*1,2*

Les résultats de la fissuration à l'interface, pour des flux laser équivalents, sont donnés sur la Figure 6-11. La forte rugosité de la surface favorise les réflexions multiples de l'onde et atténuent donc l'intensité réfléchie. A l'instant où l'onde passe au voisinage de l'interface revêtement-substrat, l'intensité de l'onde est donc plus faible, ce qui se traduit par une traction à l'interface réduite. Comme précédemment, des bombés sont observés et caractérisent l'état d'adhésion du revêtement pour différentes rugosités de surface du revêtement (Figure 6-11a). La fissuration est sensiblement différente en fonction de la rugosité de surface du revêtement. Plus le Ra mesuré est grand, plus le diamètre de fissure est faible (Figure 6-11b). La prise en compte de l'état de surface du revêtement s'avère donc nécessaire pour éliminer cette contribution sur les mesures d'adhérence des échantillons. Un polissage, même léger, de la surface du revêtement est donc préconisé afin de pallier cet effet de la topographie de surface.

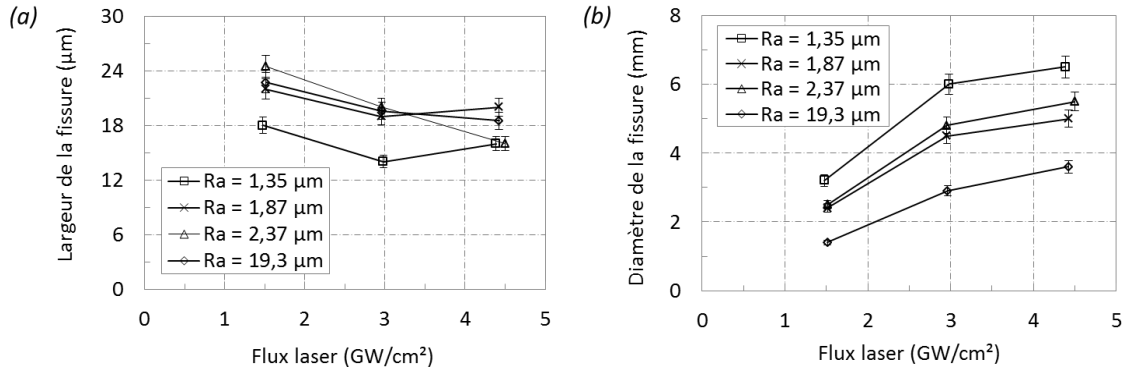


Figure 6-11 : Evolution des dimensions caractéristiques de la fissure interfaciale : (a) largeur et (b) diamètre, pour différentes rugosités de surface des revêtements d'aluminium pur 1050, de 100 µm d'épaisseur, déposés sur un substrat d'aluminium 2024-T3.

2.3. Conditions de l'essai par choc laser

Si l'essai LASAT® permet la décohésion de l'interface revêtement-substrat, plusieurs paramètres sont limitants pour cet essai d'adhérence. Le diamètre du choc est contraint par le dimensionnement de l'enceinte de tir. En effet, c'est en ajustant la distance entre la lentille convergente et la surface de l'échantillon que le diamètre du choc varie. Plus la distance est grande, plus le diamètre du choc est élevé. Un second facteur restreint l'utilisation de l'essai : la puissance générée par le laser. Suivant l'installation à disposition, la source laser varie et cette dernière peut être limitante. Avant de réaliser le choc laser, un compromis est nécessaire entre ces deux paramètres afin d'obtenir un choc suffisamment faible pour ne pas fissurer l'interface et un autre choc permettant, à l'inverse, d'avoir une fissuration. L'essai doit être réalisé à paramètre de tir constant, c'est-à-dire sans changer ses conditions géométriques. Seul le flux laser varie.

Pour l'ensemble des séries de tirs par choc laser, plusieurs conditions d'essai sont figées et sont préconisées afin de contrôler la répétabilité de l'essai d'adhérence. Premièrement, le milieu de confinement utilisé est un scotch transparent appliqué à la surface choquée de l'échantillon, c'est-à-dire celle du substrat. La distance entre deux chocs laser doit être suffisante pour que la fissure générée dans le matériau ne vienne pas gêner sa propagation. En effet, les fissures de deux chocs voisins ne doivent pas se rejoindre. Dans le cas contraire, une exploitation des résultats est impossible. L'enceinte de tir doit être maintenue sous atmosphère ambiante et sa température comprise entre 17°C et 27°C. En dessous de 17°C, certains éléments du dispositif peuvent s'endommager. Au-dessus de 27°C, un désalignement peut être mesuré, dû aux dilatations thermiques des optiques et des éléments mécaniques. Enfin, la température de l'eau de refroidissement du laser doit être comprise entre 10°C et 25°C avec un débit de 10 l/min minimum. En dessous de 10°C, un système de sécurité coupe le laser et au-dessus de 25°C, la régulation du refroidissement est compromise.

2.4. Conclusion sur les paramètres de l'essai LASAT®

La technique de sollicitation de l'interface revêtement-substrat par LASAT® est utilisée et particulièrement appropriée aux matériaux métalliques ductiles, comme l'aluminium pur déposé sur un substrat d'aluminium 2024-T3. Des conditions sont néanmoins préconisées pour l'essai d'adhérence : la préparation de l'échantillon permet de pallier les effets de rugosité et d'épaisseur du revêtement. Dans la suite de l'étude tous les essais par choc laser sont réalisés après la préparation des échantillons, à savoir avec une épaisseur et une rugosité de surface du revêtement très proche. La mise en évidence de la fissuration interfaciale est un élément déterminant pour caractériser le comportement mécanique du revêtement élaboré avec différents paramètres de projection. Cette fissuration est étudiée dans la suite de l'étude (§3).

3. Fissuration interfaciale des revêtements d'aluminium pur

Dans cette partie, des chocs laser sont réalisés sur le système substrat d'aluminium 2024-T3 revêtus par de l'aluminium pur 1050. Comme précisé dans le §2.4, un polissage du revêtement est effectué afin d'éliminer la rugosité de surface et réduire l'épaisseur (§2.1 et §2.2). Des conditions géométriques et des paramètres de choc identiques pour tous les revêtements, quels que soient leurs paramètres d'élaboration, sont utilisés (Tableau 6-3). L'objectif de l'étude est de mettre en relation les mécanismes d'adhérence des particules déposées et leurs conditions d'impact.

Tableau 6-3 : Paramètres de l'essai d'adhérence par choc laser (LASAT®) pour des cordons de projection d'aluminium pur 1050 déposés sur un substrat d'aluminium 2024-T3.

Diamètre d de choc (mm)	*2,5*
Distance lentille-échantillon (mm)	*175*
Epaisseur e_s du substrat (mm)	*2*
Epaisseur e_r du revêtement (µm)	*150*
Rapport $L/d = (e_s + e_r)/d$	*0,86*

La Figure 6-12 montre la fissure observée d'un revêtement d'aluminium pur 1050 suite à un choc laser de 3 GW.cm^{-2}. La fissuration se produit à l'interface revêtement-substrat, même si certaines particules demeurent adhérentes au substrat, et est caractérisée par son diamètre. Aucune décohésion, par fissuration interparticulaire dans l'épaisseur du revêtement, n'est observée dans l'étude. Dans un souci de répétabilité, tous les essais d'adhérence sont réalisés cinq fois afin d'obtenir les résultats les plus fiables possibles.

Figure 6-12 : Image en coupe obtenue par microscopie optique de l'interface revêtement d'aluminium pur 1050 – substrat d'aluminium 2024-T3 après un choc laser de 2 GW.cm^{-2} en face arrière.

Les essais par choc laser permettent d'évaluer l'adhésion des revêtements suite à un choc laser d'une très courte durée : il s'agit d'un choc dynamique. Après le choc laser, une décohésion du revêtement est observée. Les dimensions de cette décohésion dépendent de la densité d'énergie du faisceau du choc laser et des propriétés mécaniques du revêtement. La fissure générée à l'interface revêtement-substrat est, ici, analysée par une observation en coupe au niveau de l'interface de la tache laser et par profilométrie 1D/2D de la surface du revêtement.

3.1. Influence des paramètres de projection

L'étude microstructurale des revêtements, réalisée dans le Chapitre 3 (§2.1), sur la variation des paramètres cold spray, a révélé des différences majeures sur l'imbrication et la déformation des particules à l'impact. L'adhérence des revêtements est, ici, caractérisée afin d'établir l'influence de ces paramètres d'élaboration sur la tenue mécanique de liaisons d'interface.

3.1.1. Effet de la pression et de la température de gaz

Les résultats LASAT® (courbes dites « LASAT-2D ») sur les différents échantillons revêtus sont exposés en Figure 6-13. En lien avec l'influence de certains paramètres (§2), ces essais sont réalisés sur des échantillons dont l'épaisseur et la rugosité du revêtement sont très proches quelles que soient les conditions d'élaboration du revêtement. Cela permet une comparaison qualitative de l'adhérence directement à partir des courbes obtenues. La projection sous une pression élevée de gaz est un atout pour l'adhérence du revêtement puisque, pour un flux laser équivalent, la fissuration est plus élevée à faible pression de gaz (Figure 6-13a). L'utilisation d'une énergie laser plus forte pour rompre l'interface revêtement-substrat est nécessaire lorsque le revêtement est projeté sous une pression élevée (3 MPa). La tendance se vérifie pour les quatre pressions imposées et démontre l'influence de la pression de projection sur l'adhérence des revêtements d'aluminium pur.

Quant à l'effet de la température de projection, les résultats sont quasiment similaires à ceux de la pression de gaz. A température élevée (300°C), la fissuration de l'interface revêtement-substrat est très faible (Figure 6-13b). A l'inverse, pour des températures de projection plus basse, la fissuration est bien présente et le diamètre de fissure est plus élevé. Le revêtement élaboré pour une température de 150°C (courbe noire, en Figure 6-13) possède une plus faible adhérence que les autres. Les diamètres de fissure à l'interface sont les plus élevées. L'adhérence plus élevée, mesurée pour des revêtements élaborés à haute pression et à haute température, s'explique par la forte densité de ce dernier et par la déformation accentuée des particules à l'impact (Chapitre 3, §2.1.2). L'écrouissage du matériau y est plus intense à l'interface, ce qui permet d'obtenir des liaisons particule-substrat plus fortes (Chapitre 3, §2.1.3).

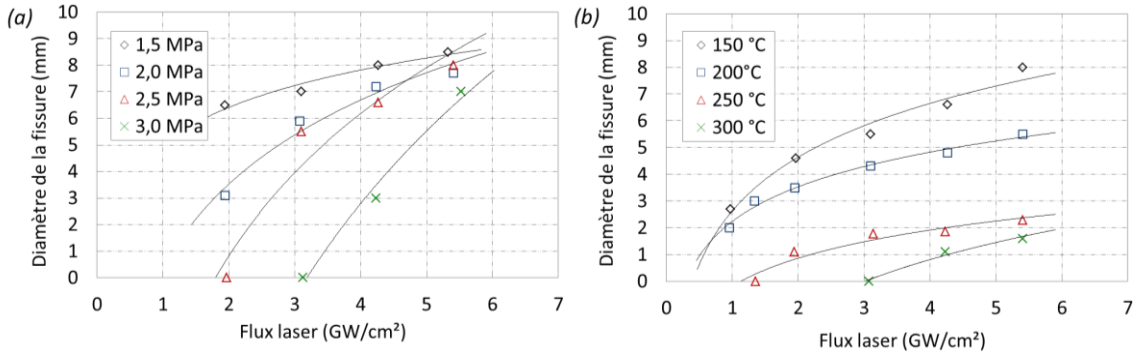


Figure 6-13 : Courbes LASAT-2D, pour des revêtements d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 brut dans le cas (a) de pressions de gaz différentes à température de gaz fixée, 250°C et (b) de températures de gaz différentes à pression de gaz fixée, 2,5 MPa.

3.1.2. Effet de l'angle de projection

Etant donnée l'influence majeure de l'angle d'incidence des particules sur la microstructure du revêtement (Chapitre 3, §2.3), une étude est menée pour caractériser l'adhérence du revêtement. Une corrélation entre les mécanismes d'adhésion et les propriétés microstructurales des revêtements est visée.

Les essais d'adhérence, réalisés par choc laser (LASAT®) sur des revêtements élaborés sous différents angle de projection, sont présentés dans cette étude. La morphologie de l'interface revêtement-substrat, caractérisée par un ancrage des particules avec le substrat (Chapitre 4, partie 2, §2.2.3), amène à mesurer l'adhérence des revêtements. Les courbes présentées en Figure 6-14 mettent en évidence l'évolution de la fissuration interfaciale sur des revêtements d'épaisseur similaire, 150 µm environ, en fonction du flux laser. Trois catégories sont identifiables à travers les résultats obtenus :

- La première pour un angle de projection faible de 45 et de 50° ;
- La deuxième pour un angle de projection intermédiaire de 60 et de 70° ;
- La troisième pour un angle de projection quasi-normal et normal à la surface du substrat, respectivement de 80 et de 90°.

Les courbes LASAT-2D pour mesurer et comparer l'adhérence des revêtements élaborés à 80 et 90° sont presque confondues. La microstructure des revêtements, sensiblement équivalente (Chapitre 3, §2.3.2.2), réagit de manière similaire suite aux chocs laser. L'influence de l'angle d'incidence des particules demeure très réduite dans cette configuration. A l'inverse, les résultats de fissuration pour un angle intermédiaire (60 et 70°) révèlent bien que l'adhérence est moindre : le diamètre de fissure mesuré est deux fois plus élevé typiquement. L'ancrage mécanique est donc plus faible (Chapitre 3, §3.3.2), notamment à cause des vitesses normales de particules qui sont réduites. Enfin, les revêtements élaborés avec de très faibles angles de projection (50 et 45°) conduisent à une adhérence nettement plus faible, ce qui illustre directement le rôle majeur de l'enfoncement des particules dans le substrat en relation avec la composante normale de la vitesse et également de la microstructure du revêtement qui en découle. L'interface est faiblement adhérente, avec des déformations de particules relativement faibles (Chapitre 3, §3.3.2), ce qui engendre une décohésion plus aisée du revêtement pour un même flux laser.

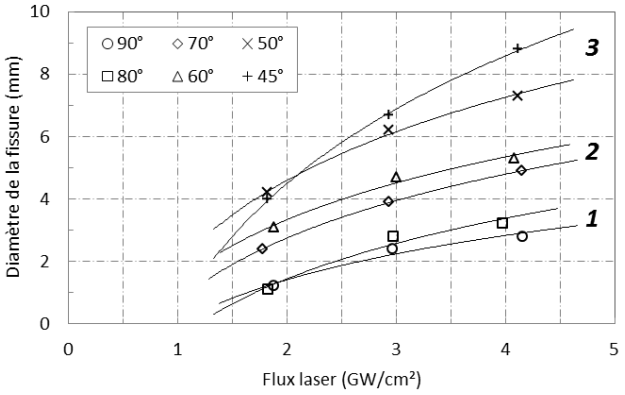


Figure 6-14 : Courbes LASAT-2D, pour différents angles de projection d'un revêtement d'aluminium pur 1050 déposé sur un substrat d'aluminium 2024-T3 brut.

3.1.3. Effet de l'épaisseur du revêtement

L'influence de l'épaisseur du revêtement a montré que les contraintes résiduelles en compression à l'interface revêtement-substrat diminuaient avec l'augmentation de l'épaisseur, réduisant ainsi l'adhésion du revêtement [MOR14]. Cette dernière, très récente, a été réalisée sur de l'aluminium grâce à une détermination des contraintes résiduelles peu courante. Cette tendance a été confirmée à travers deux méthodes de mesure de l'adhérence de revêtements d'aluminium sur substrat d'aluminium : la méthode « lug shear » et l'essai par plots-collés [XIO15]. Pour pallier cette chute d'adhérence avec l'épaisseur, un préchauffage du substrat à 175°C avant l'élaboration du revêtement s'est révélé être bénéfique, puisqu'en plus de favoriser l'adhésion des particules à la surface du substrat, synonyme d'augmentation de l'épaisseur du revêtement, il accroît l'adhérence de ce dernier [SUO12]. Le préchauffage du substrat engendre une élévation de sa température de surface, ce qui favorise la pénétration de la première couche de particules déposées.

Un substrat d'aluminium 2024-T3 revêtu par de l'aluminium pur 1050 et élaboré sur un substrat sablé avec et sans préchauffage est, ici, étudié. Ce préchauffage de surface du substrat s'effectue préalablement à la construction du revêtement. Sur la Figure 6-15b et la Figure 6-15c, l'épaisseur déposée est effectivement plus élevée de manière significative lorsqu'un préchauffage du substrat est réalisé. Les premières particules

déposées s'ancrent plus facilement dans un substrat chauffé, donc plus mou. La construction du revêtement est ainsi accélérée. Les mesures d'adhérence par choc laser et par traction par plots collés sont entreprises afin d'établir l'influence du préchauffage. Les premières couches de particules sont déposées sur une surface plus chaude qui favorise leur déformation plastique et celle du substrat. Les liaisons particule-substrat sont d'autant plus fortes que la rugosité de l'interface est élevée. Ici, le sablage préalable du substrat favorise l'ancrage des particules. Ces dernières pénètrent plus profondément dans les vallées du substrat. L'adhérence du revêtement est, d'ailleurs, supérieure en comparaison ce celle du revêtement élaboré sans préchauffage. Les deux techniques de mesure d'adhérence démontrent l'effet bénéfique du préchauffage du substrat mais également du sablage (Figure 6-15a). Cette préparation de surface du substrat fait l'objet d'une étude plus approfondie dans le §3.2.

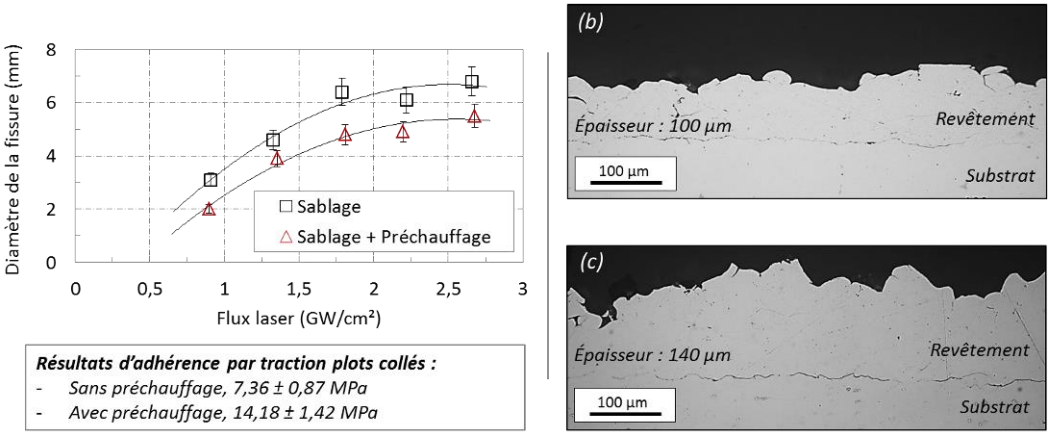


Figure 6-15 : (a) Mesures d'adhérence par choc laser (Centre des Matériaux) et plots collés (IRTES-LERMPS) des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés (b) sans préchauffage et (c) avec préchauffage, revêtus par de l'aluminium pur 1050 et observés optiquement en coupe.

3.2. Influence de la morphologie de surface du substrat

L'étude morphologique des surfaces rugueuses du Chapitre 4 (Partie 1, §4.3) a montré que les dimensions des vallées créées par sablage influençaient directement l'ancrage mécanique des particules (Chapitre 5, §4.3). Avec l'augmentation de l'ancrage mécanique des particules dans le substrat, un niveau d'adhérence supérieur entre le revêtement métallique et le substrat est attendu. La ductilité de l'aluminium pur 1050 projeté et les dimensions des vallées initiales pour un sablage grossier (Chapitre 4, Partie 1, §4.2) permettent une hausse significative de la surface de contact particules-substrat et, a fortiori, de l'adhésion [EBN11].

3.2.1. Effet de la rugosité de l'interface

Les résultats des courbes LASAT-2D montrent une réduction systématique de la taille de la fissure interfaciale lorsque le substrat est initialement plus rugueux (Figure 6-16), d'autant plus que les dimensions des vallées sont comparables au diamètre des particules projetées. La surface de contact élevée entre les particules déposées et le substrat nécessite alors une plus grande énergie pour être rompue. Si les vallées issues des sablages intermédiaires et grossiers, permettent aux particules de s'ancrer plus profondément dans le substrat, le sablage fin favorise l'étalement de particules de fort diamètre au détriment de leur pénétration (Chapitre 5, §4.3.1). En effet, le diamètre de fissure est très proche de celui du substrat n'ayant subi aucune préparation de surface. Les vallées de taille trop petites devant le diamètre des particules n'influencent pas l'adhésion des particules. Une différence significative existe entre les surfaces sablées grossièrement et celles

sablées finement. Les mécanismes d'adhésion particule-substrat sont donc directement liés à l'ancrage mécanique des particules, lui-même favorisé pour des vallées de dimensions similaires à celles des particules.

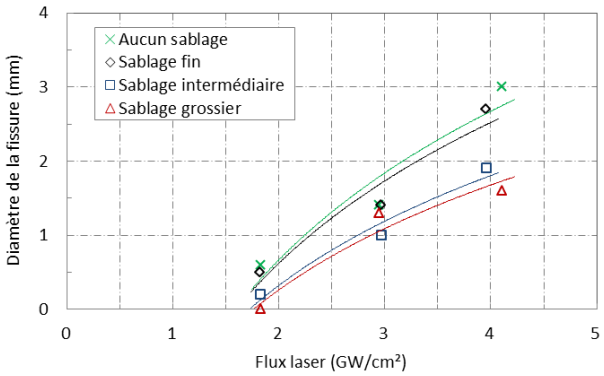


Figure 6-16 : Courbes LASAT-2D, pour différents états de surface du substrat d'aluminium 2024-T3 et un angle de projection de 90°.

Dans le Chapitre 3 (§1.1.3), les observations microstructurales des revêtements d'aluminium pur 1050, élaborés pour de faibles angles de projection, ont révélé un rendement de projection supérieur lorsqu'un sablage du substrat est réalisé. Les particules adhèrent davantage en s'enfonçant plus profondément. Le seuil d'adhésion des revêtements élaborés sous de faibles angles de projection, est décalé lorsque les substrats sont sablés préalablement donc rugueux. Cela est d'autant plus vrai que la rugosité de l'interface est élevée [BLO14]. La vérification de ce niveau d'adhérence permet d'estimer l'influence de cette rugosité initiale de surface sur l'adhérence finale du revêtement.

Sur la Figure 6-17, le diamètre des fissures est moindre lorsque le substrat est pré-sablé. Le décalage du seuil d'adhésion est, ici, mesuré par l'essai d'adhérence par choc laser. Une plus faible fissuration à l'interface revêtement-substrat pour de faibles angles de projection est mesurée pour les substrats sablés moyennement et ceux sablés grossièrement (Figure 6-17b et Figure 6-17c), en comparaison de celle mesurée pour un substrat sablé finement (Figure 6-17a). La morphologie de surface du substrat joue donc pleinement son rôle en modifiant la morphologie de l'interface. Elle permet ainsi aux particules de mieux adhérer au substrat (Chapitre 4, Partie 2, §3.2). Une meilleure adhésion des revêtements élaborés pour de faibles angles est mesurée lorsque les vallées de la surface du substrat sont comparables au diamètre des particules projetées (30 µm de diamètre moyen).

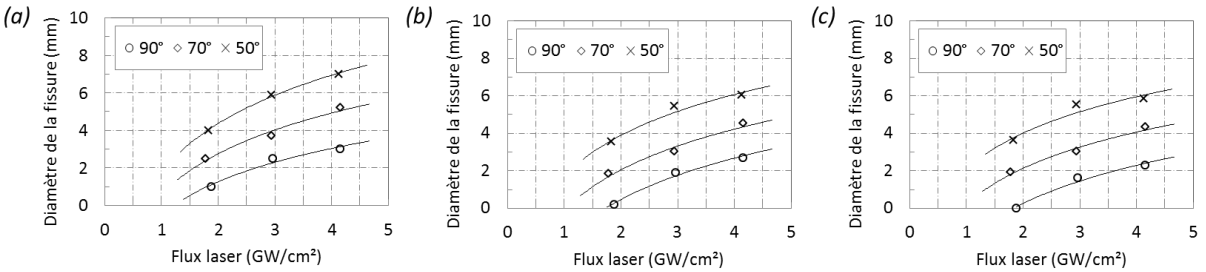


Figure 6-17 : Courbes LASAT-2D, pour différents angles de projection (90°, 70° et 50°) et différentes intensités de sablage de surface du substrat d'aluminium 2024-T3 : (a) sablage fin, (b) sablage intermédiaire et (c) sablage grossier.

3.2.2. Effet de la granulométrie de la poudre projetée

Les résultats par choc laser du §3.1.2 et du §3.2.1 ont montré que la faible rugosité, créée par un sablage fin du substrat, n'avait pas d'influence significative sur l'adhésion du revêtement en comparaison avec celle obtenue pour une projection sur un substrat sans préparation de surface. Comme illustré dans le

Chapitre 5 (§4.3.1), les particules de fort diamètre par rapport aux petites vallées de surface s'étalent à l'impact. Un ancrage mécanique accru des particules n'est donc pas possible et n'augmente pas l'adhérence du revêtement. L'influence du diamètre de la particule a été mis en évidence et a démontré que l'ancrage d'une particule n'est rendu possible que si les dimensions de la vallée qu'elle rencontre, sont comparables à sa taille (Chapitre 5, §4.3.1). Les revêtements, élaborés à partir de différentes poudres (10 et 30 µm de diamètre moyen), sont sollicités dynamiquement par choc laser afin d'établir l'influence de la granulométrie des particules sur leur ancrage mécanique dans le substrat sablé (Chapitre 3, §1.1.2).

Sur la Figure 6-18, les résultats de la sollicitation des substrats revêtus, en utilisant deux granulométries de poudres différentes, sont exposés. L'ancrage mécanique des particules, observé expérimentalement (Chapitre 3, §1.1.2) et numériquement (Chapitre 5, §4.3.2), démontre son influence sur l'adhésion des revêtements. En effet, pour un substrat sablé finement, la fissuration du revêtement, élaboré à partir de particules fines (Figure 6-18a), est significativement inférieure (revêtement plus adhérent) à celle obtenue pour un revêtement formé à partir de grosses particules (Figure 6-18b). Cet écart d'adhérence entre les granulométries de poudres est, en revanche, inexistant entre les revêtements déposés sur les autres substrats sablés et ceux bruts. Ces résultats confirment les conclusions avancées dans le Chapitre 5, à savoir que les particules n'écrasent pas les rugosités de dimensions comparables à leur diamètre. Autrement dit, une corrélation peut être établie entre la taille des particules et les dimensions des vallées d'une surface sablée.

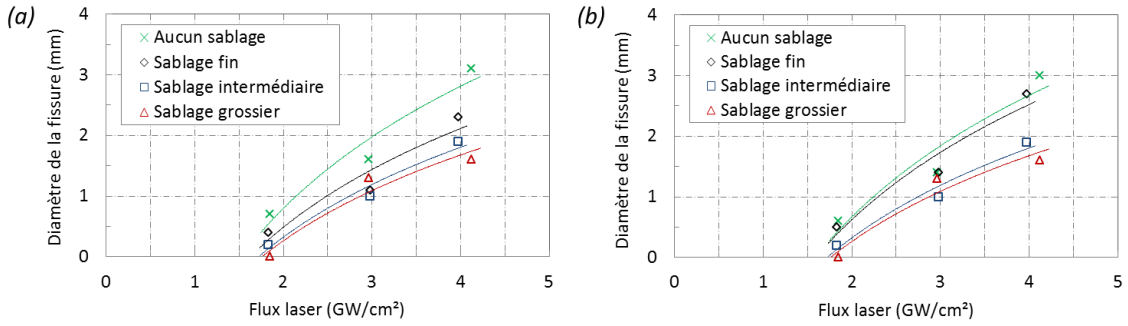


Figure 6-18 : Courbes LASAT-2D, pour différents états de sablage de la surface du substrat d'aluminium 2024-T3 et différentes granulométries de poudre : (a) 10 µm de diamètre moyen et (b) 30 µm de diamètre moyen.

3.3. Discussion sur l'adhérence des revêtements métalliques

Les études menées sur l'influence des paramètres d'élaboration des revêtements d'aluminium pur ont montré que l'empilement et la déformation plastique des particules régissaient le pouvoir adhérent du revêtement (§4.1.1). Les liaisons particule-substrat sont déterminantes dans l'adhésion du revêtement et sont influencées par les déformations respectives des particules et du substrat au moment de l'impact. En créant des aspérités par une préparation de surface du substrat, l'enchâssement des particules est favorisé, augmentant ainsi les contacts entre les particules déposées et le substrat. La captation des particules par le substrat y est plus forte. Cela se mesure particulièrement lorsque les particules sont projetées sur le substrat avec un faible angle de projection. Un décalage du seuil d'adhérence est alors mesuré. Les dimensions des rugosités et des particules sont également un paramètre déterminant puisqu'un ancrage plus élevé peut être mesuré par choc laser pour de petites particules sur une même topographie du substrat. Ces conclusions amènent à considérer la morphologie de l'interface et la taille des particules projetées comme des éléments majeurs caractérisant l'adhérence d'un revêtement.

4. Approche numérique des contraintes de traction à l'interface revêtement-substrat

Cette partie présente le modèle numérique utilisé pour la simulation de la propagation de l'onde par choc laser au cours de l'essai d'adhérence LASAT®. Les niveaux de contrainte, engendrés par le choc, sont déterminés afin d'atteindre le seuil de rupture de l'interface revêtement-substrat pour différentes densité de puissance laser.

4.1. Modèle de propagation de l'onde

La propagation de l'onde dans un matériau, régi par les dimensions géométriques de la cible (§2.1), a fait l'objet de nombreuses études visant à simuler les contraintes générées. Suivant le rapport L/d de la cible, les composantes de l'onde sont purement 1D ou 2D ou bien une combinaison des deux (§2.1). Développé au Laboratoire de Combustion et Détonique (ENSMA Institut P', Poitiers), le code hydrodynamique SHYLAC© décrit les mécanismes de propagation monodimensionnelle (1D) des ondes de choc dans un matériau. En appliquant un chargement mécanique ou énergétique sur une face du substrat, c'est-à-dire la première maille correspondant à la condition limite, les évolutions spatiale et temporelle de la pression et de la vitesse, par le calcul des variables thermodynamiques et cinétiques pour chaque pas de temps, sont établies [GUE10]. Cependant, la validité de cette méthode de calcul suppose de considérer des matériaux de faible épaisseur. Une représentation bidimensionnelle des sollicitations mécaniques par l'irradiation laser, plus représentative des phénomènes réels, a été entreprise dans la suite de l'étude.

4.1.1. Description du modèle bidimensionnel

Les essais d'adhérence par choc laser, appliqués au système revêtement-substrat, respectivement d'aluminium pur 1050 et d'aluminium 2024-T3, dont le rapport L/d est égal à 0,86 (Tableau 6-3), nécessitent l'utilisation de la modélisation bidimensionnelle (2D) de la propagation de l'onde. Cela afin de considérer les effets 1D et 2D de cette dernière. Les vitesses de déformation obtenues par un choc laser sont de l'ordre de 10^6 s^{-1}. Ainsi, les sollicitations mécaniques des matériaux, sous contrainte dynamique, sont ainsi retranscrites plus précisément grâce au logiciel Abaqus/Explicit© qui utilise la méthode des éléments finis (Chapitre 5, §1.1).

Le modèle utilisé est fondé sur celui développé par Guetta [GUE10] et Fabre [FAB13]. La calibration du modèle est réalisée au Centre des Matériaux de MINES ParisTech grâce à un modèle axisymétrique avec l'hypothèse d'une déformation plane des matériaux. Similaire aux équations utilisées dans le code de propagation d'onde monodimensionnelle, ce modèle simule le choc laser par l'application d'une pression de contact sur la surface du substrat (cas d'un choc en face arrière, c'est-à-dire du côté du substrat). La distance d'application de cette contrainte est proportionnelle au diamètre de la tache focale choisi expérimentalement. En accord avec les observations métallographiques du §3, l'interface revêtement-substrat est défini comme la zone de fissuration, avec un critère de rupture de type « seuil de rupture » (§4.3.1).

Une calibration du profil temporel de choc par la source laser disponible au Centre des Matériaux a été réalisée [FAB13]. Ce profil est sensible aux conditions de choc, surtout le milieu de confinement [SOL02]. Une fois que l'évolution temporelle de la pression appliquée lors du choc a été vérifiée, une relation entre le flux laser appliqué et la pression de chargement générée à la surface de l'échantillon doit être effectuée. Des corrélations entre des résultats numériques et expérimentaux sur les pics de vitesse de l'onde ont été

entreprises et ont donné lieu à une relation d'équivalence entre la pression de chargement *P(GPa)* et la densité de puissance laser *F(GW/cm²)* (Eq. 6.1) [FAB13].

$$P(GPa) = 0{,}48 + 0{,}67 * F\left(GW/cm^2\right) \qquad \textit{(Eq. 6.1)}$$

De plus, cette pression de chargement doit également tenir compte de l'allure du profil spatial du choc appliqué. Arbitrairement, un signal de type sigmoïde a été choisi et exprimé par l'équation 6.2 [FAB13].

$$P\left(X, \lambda_g, R\right) = 1 - \frac{1}{1 + \exp\left(-\lambda_g * (X - R)\right)} \qquad \textit{(Eq. 6.2)}$$

Où :

- X est la distance du choc par rapport à l'axe ;
- λ_g est le coefficient de gain de la sigmoïde, dont la valeur retenue par Fabre [FAB13] est 3 en accord avec le profil des signaux de vitesses analysés ;
- R est le rayon de la tache laser focalisée à la surface du substrat.

4.1.2. Lois de comportement des matériaux et hypothèses de calcul

Les propriétés mécaniques du matériau sont sensibles aux vitesses de déformation qu'il subit [LEE00] [GRU09]. Suivant la durée de la sollicitation, la déformation du matériau est influencée. Cette particularité a, notamment, été mise en avant par Cuq-Lelandais [LEL10] pour le tantale soumis à de très hautes vitesses de déformation, de l'ordre de 10^6 s^{-1}. Entre un essai en traction quasi-statique, où la vitesse de déformation est proche de 10^{-4} s^{-1}, et une autre dynamique, la réponse en déformation du matériau varie. L'aluminium 2024-T3, qui compose le substrat, a été étudié et donne des limites d'élasticité sensiblement plus élevées pour de fortes vitesses de déformation (Tableau 6-4). Néanmoins, dans le modèle développé, les matériaux sont donc décrits par un comportement purement élastique et leur déformation plastique n'est pas prise en considération dans le modèle. De plus, contrairement aux simulations numériques d'impact à haute vitesse (Chapitre 5), le comportement thermique n'est pas intégré au modèle du fait de la faible intensité des chocs induits dans les matériaux [GUE10].

Tableau 6-4 : Limite d'élasticité de l'aluminium 2024-T3 pour différentes vitesses de déformation obtenues sous différents types de sollicitations.

Aluminium 2024-T3	***Vitesse de déformation (s^{-1})***	***Limite d'élasticité (MPa)***
Quasi statique [ROD11]	*10^{-4}*	*335*
Machine servo-hydraulique [SEI13]	*0,9*	*365*
Barres d'Hopkinson [SEI13]	*$1{,}09.10^4$*	*590*
Choc laser (ns)	*10^6*	*--- (Actuellement non étudié)*

La modélisation réalisée ne prend également pas en compte les variations de la microstructure des matériaux. En effet, le substrat laminé peut être source d'une anisotropie cristalline [BOL04] et, a fortiori, mécanique. L'intérêt tout particulier porté à l'influence de la rugosité de l'interface amène à ne pas tenir compte de cette anisotropie du substrat d'aluminium 2024-T3, même si des études ont déterminé son effet. Le revêtement est fortement écroui et, lui aussi, constitué de défauts qui fragilisent sa microstructure. Son impédance en est modifiée, limitant la propagation d'onde. Pour des revêtements présentant une certaine porosité et réalisé par projection plasma ou EB-PVD [FAB13], les ondes sont atténuées et leur vitesse de propagation est réduite [ARR04] [BOL04]. A l'inverse, les revêtements élaborés par cold spray présentent une

très faible porosité (< 1%), ce qui permet de considérer les propriétés du revêtement d'aluminium pur 1050 comme davantage isotropes (Tableau 6-5). La liaison entre le substrat et le revêtement est, quant à elle, supposée parfaite. Cette hypothèse est transcrite dans Abaqus/Explicit© par l'utilisation du module « Tie ».

Tableau 6-5 : Paramètres physiques utilisés pour la simulation de propagation d'onde bidimensionnelle [AUR99] [ARR04].

	Aluminium pur 1050	***Aluminium 2024-T3***
E, module d'élasticité (GPa)	*69*	*73*
v, coefficient de Poisson	*0,33*	*0,33*
G, module de cisaillement (GPa)	*25,9*	*27,6*
Z, impédance acoustique (Pa.s.m^{-1}) (10^7)	*1,7*	*1,7*

4.1.3. Morphologie de l'interface revêtement-substrat

Le modèle numérique, fondée sur une propagation d'onde bidimensionnelle, permet d'atteindre les contraintes localisées à l'interface revêtement-substrat. En comparaison avec les études menées sur la détermination de la contrainte à rupture sur des systèmes multicouches où l'interface est considérée parfaitement plane [BOL04] [GUE10] [LEL10] [FAB13], le procédé cold spray engendre des déformations plastiques dans le substrat, comme précisé dans le Chapitre 4 (Partie 2, §1.3). La propagation des ondes au contact des rugosités de l'interface a été étudiée et a montré des différences de comportement de l'onde par rapport aux interfaces lisses où les contraintes sont purement normales [BAR04]. En effet, la propagation de l'onde est perturbée, et de multiples réflexions ont lieu, modifiant ainsi son amplitude en favorisant des concentrations de contraintes [ARR04] [BOL04] et la formation de contrainte de cisaillement [BAR04].

Les résultats dimensionnels des rugosités de l'interface, issus de l'analyse de sa morphologie développée dans le Chapitre 4 (Partie 2, §3), sont utilisés dans le modèle numérique. L'objectif est d'évaluer l'influence de la morphologie de l'interface revêtement-substrat, avec ou sans préparation de surface par sablage, sur la propagation de l'onde et l'évolution de la contrainte. Le profil utilisé pour représenter la rugosité de l'interface, suite à une préparation de surface du substrat et aux déformations par cold spray, est identique à celui du Chapitre 5 (§4.1), c'est-à-dire de type sinusoïde. Les paramètres de ce dernier sont donnés par une amplitude a et une période λ, respectivement a = Hv/2 et λ = Lv. Les valeurs médianes de hauteur et de largeur des rugosités déterminées dans le Chapitre 4 (Partie 2, §3) impliquent de travailler avec des vallées dont l'amplitude est faible devant la largeur. Ce cas n'est pas propice à la détermination des effets macroscopiques de la rugosité de l'interface sur les mécanismes de propagation de l'onde. La hauteur de la vallée est donc volontairement accentuée, passant Hv de 3,5 à 10 µm et conservant Lv figée à 30 µm. Le rapport de la hauteur Hv par la largeur Lv est alors de trois.

Pour le profil de l'interface d'un revêtement déposé sur substrat brut, c'est-à-dire sans préparation de surface, seules les déformations du procédé cold spray sont considérées. Les résultats de l'analyse des interfaces (Chapitre 4, Partie 2, §3) ont mis en avant leur faible rugosité avec un rapport de la largeur par la hauteur de la vallée égal à dix, autrement très petit et assimilé à un plan. Cette interface est donc considérée comme plane dans la suite de l'étude. Deux niveaux de rugosité sont aussi étudiés, le cas d'une interface plane et celui d'une interface rugueuse, conformément aux différences d'états de surface définies dans l'étude menée.

4.1.4. Modélisation du choc laser pour le système revêtement-substrat

Deux modèles sont utilisés, un où l'interface est plane et l'autre où l'interface est rugueuse, représentant les déformations plastiques de l'interface par cold spray et par sablage du substrat. La pression de chargement, ou pression appliquée, est focalisée sur la face arrière du substrat où le diamètre du choc peut être choisi (Figure 6-19).

Le maillage du système revêtement-substrat doit être maîtrisé car la distance parcourue par l'onde pendant le pas de temps Δt doit être supérieure à la taille de maille. La précision des calculs est ainsi assurée. En utilisant la relation $d = v*t$, la célérité de l'onde dans l'aluminium, de l'ordre de 5400 m.s^{-1}, induit une taille de maille d'environ 270 nm pour un pas de temps fixé à 50 picosecondes (50.10^{-12} s). Les éléments utilisés pour les calculs sont de même type que ceux de la simulation d'impact du Chapitre 5, c'est-à-dire de type quadratiques (notés CAX4R dans Abaqus/Explicit©).

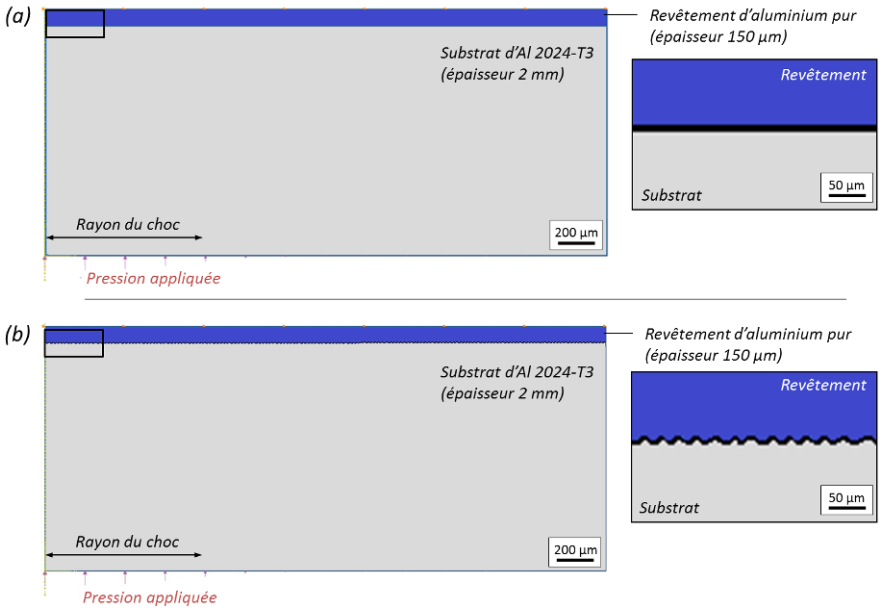


Figure 6-19 : Modèles numériques 2D maillés du système revêtement d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3, cas d'une interface (a) plane et (b) rugueuse, utilisés pour la simulation de la propagation d'onde par choc laser.

4.2. Contraintes de traction subies à l'interface revêtement-substrat

4.2.1. Déroulement de la propagation de l'onde

Les ondes de choc, associées aux effets 1D et 2D, se propagent dans le système de matériaux et se distinguent suivants trois types : une onde principale 1D planaire en compression, parallèle à la surface subissant le choc, et deux ondes semi-circulaires se situant en périphérie de l'onde principale 1D dont le centre est la bordure du choc. Celle se trouvant au-delà de la zone de choc est en compression tandis que la seconde, orientée vers l'axe du choc, est en traction. La Figure 6-20 illustre l'historique des contraintes dans le système de matériaux traversé par l'onde. La pression affichée est la pression au sein du matériau et traduit la force appliquée par l'onde de choc (Eq. 6.1). Volontairement, le coefficient de gain de la fonction sigmoïde est accentué et pris égal à 20 afin de mettre en évidence les ondes 2D qui sont atténuées pour des valeurs de gain plus faibles ($\lambda_g = 3$). Les variations de signe de la contrainte dans les matériaux sont ainsi étudiées plus précisément.

$$P = \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} \qquad \textit{(Eq. 6.1)}$$

A t = 140 ns, l'onde se propage dans le substrat d'aluminium 2024-T3 et se compose de l'onde 1D principale ainsi que de l'onde semi-circulaire 2D. Une fois l'interface revêtement-substrat franchie (t = 330 ns), l'onde en compression se réfléchit sur la face arrière de l'échantillon, c'est-à-dire à la surface du revêtement. L'onde devient alors une onde de traction (t = 360 ns). Pour le second passage de l'onde à l'interface, les effets de l'onde 2D en traction, sollicitent latéralement la zone contrainte et régissent la décohésion du système (t = 375 ns). La propagation se poursuit et une poche de compression est observée à l'arrière du front de l'onde principale 1D (t = 480 ns).

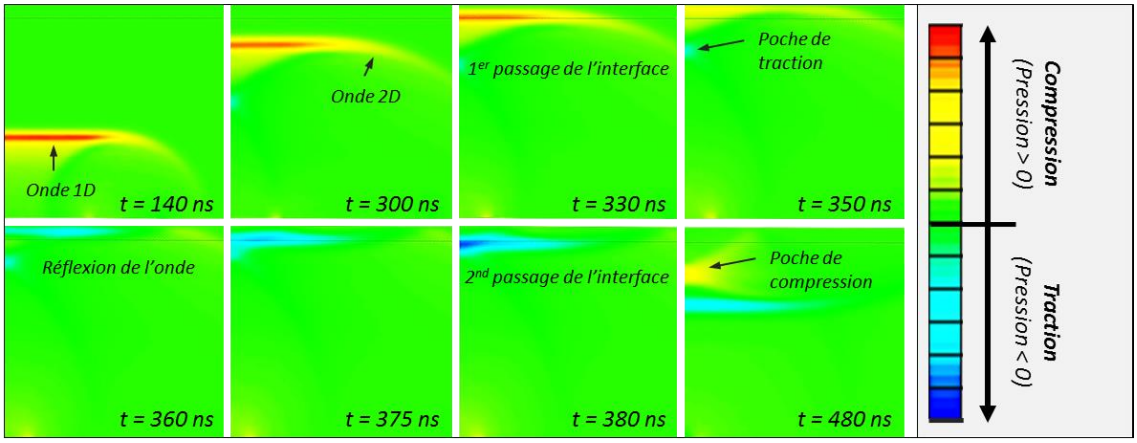


Figure 6-20 : Cartographies temporelles des contraintes des ondes de choc (L/d = 0,86) pour un système revêtement d'aluminium pur 1050 d'épaisseur 150 µm sur substrat d'aluminium 2024-T3 d'épaisseur 2 mm, pour des temps allant de t = 150 ns à t = 450 ns et un diamètre de choc de 2,5 mm.

4.2.2. *Influence du profil d'interface sur la pression maximale atteinte*

Une approche analytique des chocs bidimensionnels plans est réalisée dans cette partie afin d'étudier les transmissions d'ondes, les réflexions d'ondes et les détentes à l'interface plane et rugueuse. Des travaux précédents ont étudié le cas de ces interfaces sollicitées par choc laser et ont mis en évidence le rôle indéniable de cette rugosité sur l'ancrage mécanique et, a fortiori, l'adhérence [ARR04]. Les observations de l'interface rugueuse, après le choc laser, ont montré que l'amorçage de l'endommagement se produisait à des endroits précis, où le niveau de contrainte est maximal (Figure 6-21). Ces contraintes se décomposent suivant deux contributions : l'interface est sollicitée en traction-cisaillement et en traction pure. Ce résultat a apporté une réflexion sur l'endommagement des interfaces en fonction de leur géométrie.

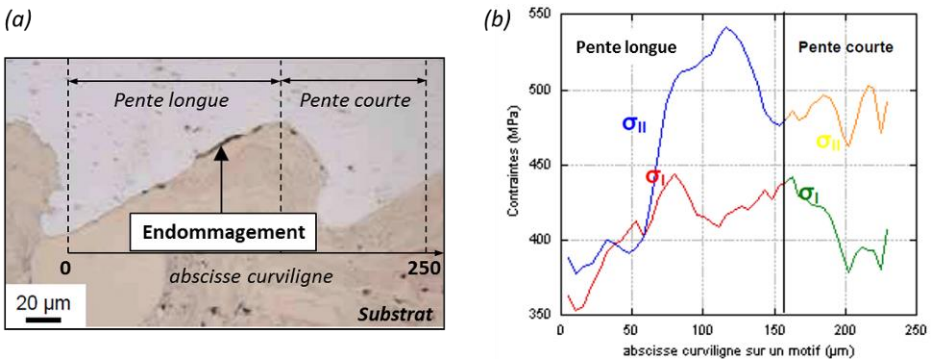


Figure 6-21 : (a) Image optique en coupe d'un substrat de cuivre revêtu par de l'aluminium après un choc laser de 2,38 GW.cm^{-2} avec un amorçage de la fissuration à l'interface rugueuse et (b) évolution spatiales des contraintes maximales de traction et de traction-cisaillement le long des pentes du profil rugueux de l'interface, choc de 1,35 GPa [ARR04].

En s'appuyant sur la méthode employée par Arrigoni [ARR04], des simulations de propagation d'onde sont réalisées sur un système revêtement-substrat dont l'interface est plane (Figure 6-22a) et rugueuse (Figure 6-22b). Le but est de comparer les niveaux de contraintes atteints localement en fonction de la morphologie de l'interface. Ces interfaces rugueuses sont modélisées par des profils équivalents (§4.1.3). Les valeurs de contraintes maximales sont relevées à l'interface revêtement-substrat pour différentes pressions de choc. En augmentant cette pression incidente, la contrainte mesurée à l'interface croît. L'onde 1D en traction traversant l'interface après sa réflexion sur la surface du revêtement, est principalement responsable des contraintes obtenues. Le profil de la contrainte interfaciale par rapport au centre du choc est ainsi déterminé. L'allure de ce profil n'est pas modifiée lorsque la pression incidente est élevée, seul le niveau de contrainte augmente. Enfin, la contribution des ondes 2D n'est pas négligeable, puisqu'elles permettent de réduire l'intensité de la contrainte au centre du choc.

Dans le cas d'une interface parfaitement plane, les pressions maximales calculées à l'interface, à pression de chargement équivalente, sont sensiblement plus faibles que pour des interfaces rugueuses. Les rugosités de l'interface jouent un rôle déterminant dans la propagation des pressions. Les multiples réflexions d'onde peuvent, entre autres, expliquer ce phénomène. Des concentrations de contraintes sont alors favorisées. De plus, les effets 2D de l'onde ne sont plus perceptibles et sont complètement atténués par la morphologie de l'interface. Entre une interface plane et rugueuse, une longueur équivalente est soumise à la pression de chargement du laser. Les rugosités de l'interface n'atténuent pas cette zone sollicitée dynamiquement. Les fluctuations de la pression maximale mesurée sont très présentes lorsque l'interface est rugueuse. Cela démontre la sensibilité de l'onde à la morphologie rencontrée lors de sa propagation dans le matériau. Les multiples réflexions de l'onde sont principalement responsables de ces variations.

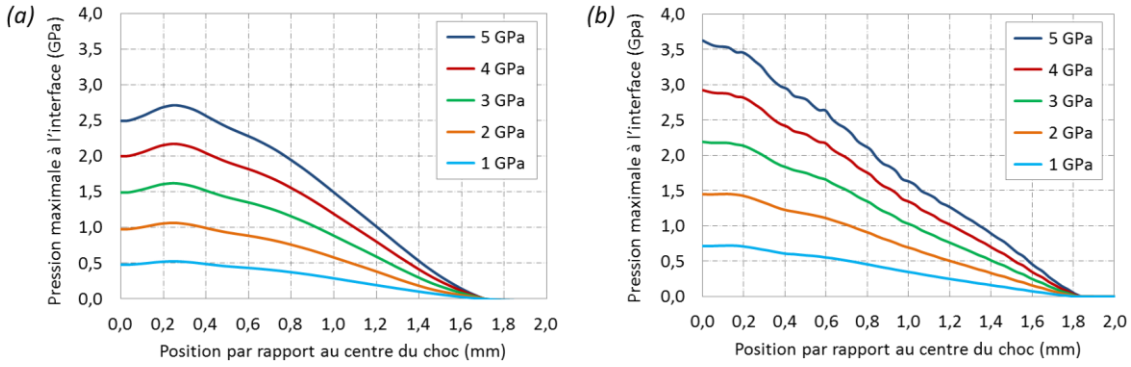


Figure 6-22 : Profils radiaux 1D des contraintes en traction le long de l'interface revêtement-substrat (a) plane et (b) rugueuse, pour des pressions maximales incidentes de choc allant de 1 à 5 GPa.

4.3. Décohésion de l'interface revêtement-substrat

4.3.1. Définition du critère de rupture

Pour simuler la fissuration de l'interface, plusieurs approches sont envisageables. De par les résultats de rupture obtenus dans le §3, l'endommagement est, a priori, ductile mais n'est, ici, pas considéré. Un seuil de contrainte de type « seuil de rupture » est alors envisagé. Ce critère de rupture permet de modéliser la fissuration observée sur les substrats d'aluminium 2024-T3 revêtus d'aluminium pur 1050.

4.3.2. Influence de la rugosité de l'interface revêtement-substrat

La simulation numérique de la propagation de l'onde, générée par le choc laser, a permis d'atteindre les pressions maximales en traction à l'interface revêtement-substrat. En superposant les résultats obtenus avec ceux déterminés par les essais expérimentaux, le modèle employé peut être validé. La courbe expérimentale choisie est celle de la fissuration de l'interface pour un revêtement d'aluminium pur 1050 déposé sur un substrat d'aluminium 2024-T3 et élaboré avec des paramètres de projection optimisés, c'est-à-dire une pression de gaz de 3 MPa et une température de gaz de 300°C. Une étude avec plusieurs valeurs de rupture est menée afin de mettre en avant l'évolution du diamètre de fissure en fonction de l'intensité du choc laser appliquée. Les seuils de rupture choisis varient de 0,5 à 2,0 GPa et le flux laser appliqué s'étend de 1 à 7 GW.cm^{-2}, correspondant à une pression de chargement de 1 à 5 GPa.

Sur la Figure 6-23, les diamètres de fissures, obtenus numériquement, sont reportés pour chacun des critères de rupture en fonction de la pression du choc appliquée. Pour une interface plane, la puissance du laser nécessaire à la décohésion de l'interface est plus élevée que pour une interface rugueuse. Une même valeur de flux laser donne un seuil de rupture différent. La fissuration est moindre pour une interface rugueuse. Les résultats expérimentaux sont superposés aux courbes des seuils de rupture et renseignent sur le niveau d'adhérence des revêtements ainsi que sur les effets de la morphologie de l'interface. Les courbes expérimentales et celles obtenues numériquement sont très proches. Un seuil de rupture peut alors être associé à chacune d'entre elles. Pour la courbe expérimentale, illustrée sur la Figure 6-23, le seuil de rupture du revêtement est déterminé. Lorsque le substrat n'est pas sablé et que la morphologie de son interface n'est le fruit que des déformations plastiques par cold spray, alors le seuil de rupture est plus faible : 0,5 GPa (Figure 6-23a). A l'inverse, pour une interface davantage rugueuse, issue d'un pré-sablage grossier du substrat, la contrainte à rupture est nettement plus élevée (1 GPa, Figure 6-23b). Parce que l'étude porte essentiellement sur l'influence de la rugosité de l'interface, la même démarche serait à envisager pour d'autres courbes expérimentales mettant en jeu les effets des paramètres de projection.

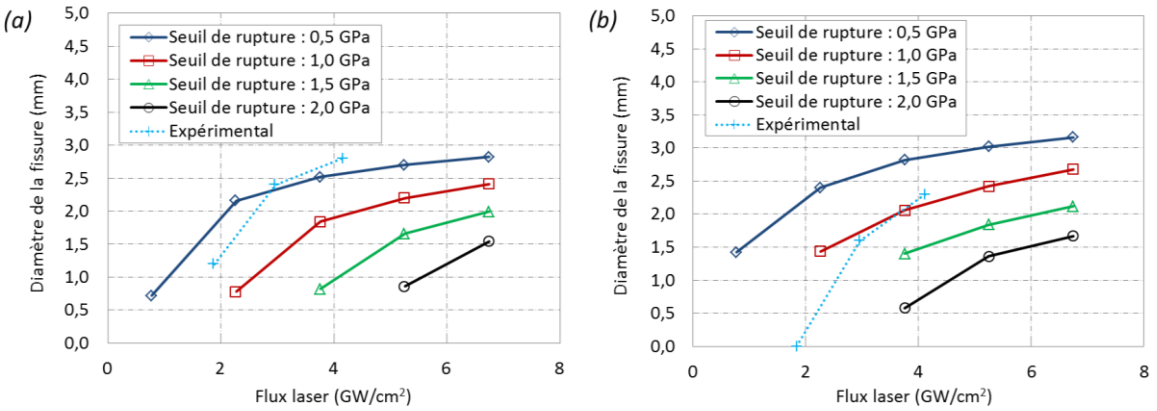


Figure 6-23 : Evolution du diamètre de fissure à l'interface revêtement-substrat (a) plane et (b) rugueuse, en fonction du flux laser appliqué à l'échantillon, pour différents seuils de rupture et corrélation avec les diamètres de fissure mesurés expérimentalement.

4.3.3. Conclusion sur la fissuration interfaciale par choc laser

Le modèle numérique choisi pour la simulation de la propagation de l'onde dans le système revêtement-substrat a permis de révéler l'influence de la rugosité de l'interface sur les niveaux de contraintes atteints localement. En augmentant la puissance du choc laser appliquée sur la face arrière de l'échantillon, la fissuration à l'interface est favorisée. Par l'établissement d'un critère de rupture, des courbes mettant en

corrélation le diamètre de fissure et le flux laser ont pu être comparées à celles obtenues expérimentalement. La robustesse du modèle a, ainsi, pu être éprouvée. En effet, la superposition de ces courbes a mis en évidence le rôle déterminant du profil d'interface sur sa fissuration.

4.4. Discussion sur le modèle numérique

Avec la mise en évidence de l'influence du profil d'interface sur le niveau de contrainte mesurée à l'interface revêtement-substrat, le modèle numérique employé a permis d'étudier le rôle de la morphologie de l'interface sur l'adhérence du revêtement. Si, à l'échelle globale, les rugosités ont un effet sur la pression maximale relevée à l'interface, localement, les effets modélisés ne sont pas bien identifiés. Une étude plus approfondie, menée sur les variations d'amplitude et d'espace d'une rugosité périodique pourrait mettre en avant les mécanismes de réflexions et de transfert des ondes et de superposition de contraintes s'y produisant. A l'image des travaux menés par Arrigoni [ARR04], l'évolution des composantes des contraintes permettrait de déterminer le type de contrainte appliquée localement et d'en extraire les zones sensibles de l'interface. En effet, la localisation de l'amorçage de la fissuration est un point majeur dans la compréhension des mécanismes de rupture associés à une interface rugueuse. Pour approfondir et aller au-delà d'un profil d'interface de type sinusoïdal (ou équivalent), l'injection d'un profil réel issu de l'observation optique en coupe amènerait à considérer des morphologies différentes. Des rugosités avec des arêtes vives et des pentes raides apporteraient davantage de renseignements sur la propagation de l'onde.

Les simulations numériques de propagation d'une onde ont été réalisées pour un revêtement considéré comme homogène avec des propriétés considérées elles aussi comme isotropes. Même si en cold spray les revêtements élaborés possèdent très peu de porosité, les pores présents contribuent à dévier l'onde incidente en créant de multiples réflexions. De plus, la dureté mesurée dans l'épaisseur du revêtement et dans celle du substrat (Chapitre 2, §2.1.3) pourrait être prise en considération dans le modèle. En effet, l'écrouissage des matériaux, suivant les différentes orientations, serait un phénomène à intégrer dans le but d'évaluer son effet sur la propagation de l'onde et la pression maximale relevée à l'interface revêtement-substrat.

Enfin, des seuils de rupture ont pu être identifiés en fonction de l'état de surface du substrat avant projection. La fissuration interfaciale revêtement-substrat a été déterminée pour différents flux laser et à donné lieu à une courbe d'évolution qui a pu être comparée à celle obtenue expérimentalement. Les valeurs de seuil vont de 0,5 GPa à 1 GPa, respectivement pour un substrat initialement brut et un autre préalablement sablé. D'un ordre de grandeur supérieur aux valeurs de rupture déterminées par l'essai de traction par plots collés, dû à la sollicitation dynamique des matériaux, l'influence de la topographie du substrat, déjà mise en évidence par l'essai plots collés, a pu être confortée par l'essai LASAT®.

5. Corrélation entre les résultats d'adhérence et la morphologie de l'interface

La construction d'un revêtement par cold spray est le résultat de l'empilement de particules qui, selon leurs conditions d'impact avec le substrat, sont plus ou moins déformées. En fonction de la morphologie des particules et des paramètres du procédé, la microstructure et l'épaisseur du revêtement obtenu varient. Des porosités interparticulaires (Chapitre 3, §2.1) et des rebonds (Chapitre 3, §3.1), conduisant à une chute du rendement, sont observés dans certains cas. La sollicitation mécanique et dynamique par choc laser des échantillons revêtus a révélé des réponses du système revêtement-substrat sensiblement différentes suivant les conditions d'élaboration de ces revêtements.

La fissuration se propageant à l'interface revêtement-substrat de manière systématique (Chapitre 6, §3.1), le rôle déterminant de l'interface sur l'adhérence est mis en évidence. La morphologie de l'interface influe sur le diamètre de fissure mesuré donc sur la cohésion entre le revêtement et le substrat. Deux contributions sont responsables de cette morphologie de l'interface : celle du procédé cold spray avec ses déformations plastiques induites par les impacts particules-substrat et celle d'une modification topographique du substrat avant projection (Chapitre 2, §3.1). Dans l'étude menée, le choix de la préparation de surface par sablage est retenu pour créer des rugosités à la surface du substrat.

Globalement, l'augmentation de la rugosité de l'interface revêtement-substrat augmente la cohésion entre les particules déposées et le substrat. Une plus grande énergie est alors nécessaire pour rompre cette interface. Une relation entre l'adhérence du revêtement et la morphologie de l'interface peut donc être établie.

5.1. Influence des paramètres cold spray sur les déformations de l'interface revêtement-substrat

Les mécanismes de déformation des particules sont régis par leurs conditions d'impact sur le substrat. La vitesse et la température de la particule dépendent des paramètres du procédé cold spray. Même si la dureté des matériaux joue un rôle dans l'intensité des déformations de la particule et du substrat (Chapitre 1, §4.2), des phénomènes physiques se produisent et permettent à la particule d'adhérer. Les jets de matière, observés en périphérie de la particule, illustrent les déformations intenses provoquées par le choc avec le substrat. Ce dernier est, selon sa dureté, déformé par la formation de bourrelets de matière (Chapitre 3, §3.3). Ils sont d'autant plus prononcés que l'angle d'incidence de la particule avec le substrat est faible. Dans cette partie, l'étude porte sur l'impact de particules sur substrat plan.

5.1.1. Influence de la pression et de la température de gaz

Les déformations du système particule-substrat résultent de la compétition entre les effets de la vitesse d'impact de la particule et de sa température. Au même titre que la pression, la température de gaz détermine la vitesse des particules. L'élévation de la température de gaz contribue principalement à l'échauffement de la particule. Pour de hautes températures de projection à vitesse de particules constante, l'étalement de la particule est favorisé par son ramollissement, au détriment de sa pénétration dans le substrat (Chapitre 5, §3.1.1). Pour une température de projection donnée, une augmentation de la vitesse de la particule, combinée à une hausse de la pression de gaz, permet un enfoncement plus élevé de celle-ci dans le substrat (Figure 6-24a). De plus, les échauffements localisés à l'interface modifient la morphologie du

système particule-substrat en générant des déplacements de matière. Ces derniers favorisent l'ancrage mécanique de la particule dans le substrat (Chapitre 5, §1.2). En sollicitant les interfaces obtenues à haute pression et à haute température de gaz, la fissuration est sensiblement limitée. En effet, la plus forte pénétration des particules dans le substrat ainsi que les liaisons métallurgiques favorisées par les températures atteintes localement (Chapitre 5, §3.3), entraînent une hausse de l'adhérence des revêtements (Chapitre 6, §3.1.1).

5.1.2. *Influence de l'angle de projection des particules*

La surface de contact entre le substrat et la particule déposée, responsable d'une forte adhérence (Chapitre 6, §3.1.2), dépend des composantes de la vitesse d'impact de la particule. Ces composantes, tangentielle et normale, évoluent en fonction de l'angle d'incidence de la particule avec le substrat. Régissant le frottement de la particule avec le substrat, la composante tangentielle particulièrement élevée pour de faibles angles de projection, ne favorise pas la pénétration de la particule (Chapitre 5, §3.1.3). Le rebond est plus probable pour cette condition d'impact (Chapitre 3, §3.3.2). De plus, l'empilement des particules y engendre une très faible surface de contact revêtement-substrat, ce qui se traduit par une rupture à plus faible énergie de l'interface (Chapitre 6, §3.1.2). A l'inverse, la composante normale contribue fortement à ancrer la particule dans le substrat, ce qui accroît la surface de contact du système (Figure 6-24b). L'adhérence y est sensible et donne des résultats bien meilleurs pour des projections réalisées à 90° ou du moins très proches de la normale (Chapitre 6, §3.1.2).

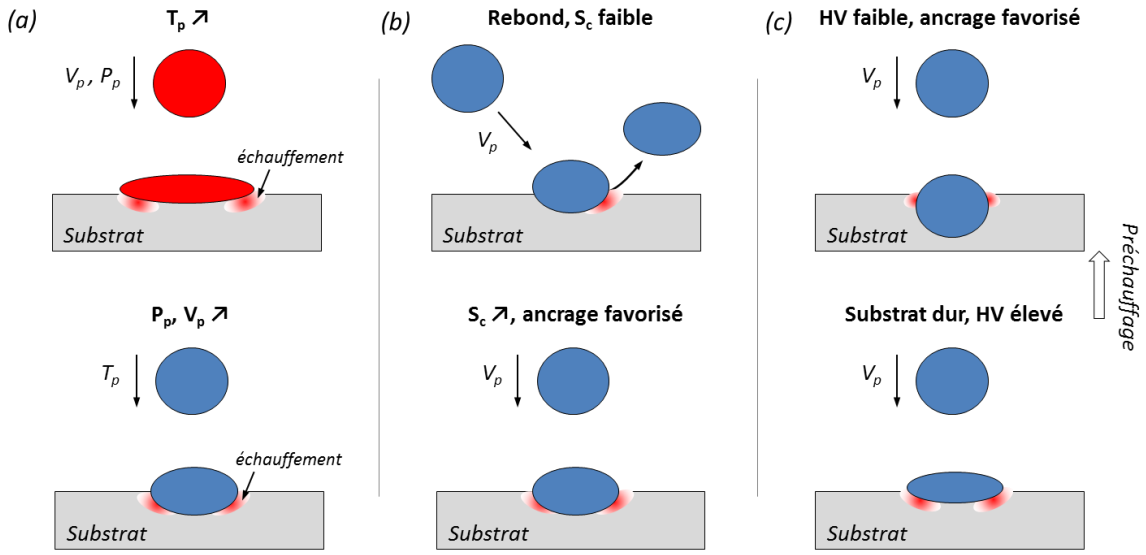


Figure 6-24 : Représentation schématique des mécanismes de déformation de la particule et du substrat brut en fonction (a) de la température de la particule, élevée (en haut) et basse (en bas), (b) de l'angle d'incidence de la particule avec le substrat, faible (en haut) et élevé (en haut) et (c) de la dureté du substrat, mou (en haut) et dur (en bas).

5.1.3. *Influence de la température du substrat*

La résistance mécanique du substrat est déterminante dans les déformations plastiques des matériaux au moment de l'impact. Lorsque la dureté du substrat diminue, la pénétration des particules projetées à sa surface devient favorisée (Chapitre 7, §1.2.3.4). En effectuant un préchauffage du substrat, la température à sa surface est élevée et permet de le rendre plus sensible aux déformations. Les particules heurtent alors un matériau plus mou où les pénétrations sont accrues (Figure 6-24c). Des liaisons,

majoritairement de types mécanique se créent et améliorent la cohésion du système revêtement-substrat. Il s'agit du mécanisme d'ancrage mécanique des particules (Chapitre 6, §3.1.3).

5.2. Influence de la modification topographique de surface du substrat sur la morphologie de l'interface revêtement-substrat

La surface, initialement plane, du substrat se déformant plastiquement sous l'effet des premiers impacts de particules projetées, il n'est, a priori, pas nécessaire de créer artificiellement une rugosité pour que les particules adhèrent. Cette configuration est surtout vérifiée lorsque la dureté du substrat est relativement comparable à celle de la poudre (§5.1, Figure 6-24 et Chapitre 7, §1.2.3.4). Dans le cas d'une projection sur substrat plus dur que les particules projetées, les déformations sont plus faibles et l'ancrage des particules est limité. Le choix s'est donc porté sur un pré-sablage de surface du substrat afin de favoriser le contact entre les particules et le substrat.

5.2.1. Influence de la granulométrie des particules abrasives par sablage

Les multiples impacts de particules abrasives forment des rugosités à la surface du substrat d'aluminium 2024-T3 dont la géométrie est aléatoire. Néanmoins, les dimensions peuvent être contrôlées par la taille des particules. En augmentant la granulométrie de ces particules, les dimensions des rugosités deviennent plus grandes (Chapitre 3, §1.1). Les effets directs de cette modification de topographie du substrat sont (1) l'augmentation de la surface de contact et (2) la création de rugosités favorable à l'ancrage des particules. Si de grosses particules abrasives accroissent sensiblement la surface de contact, cette évolution ne se vérifie plus au-delà d'une certaine granulométrie. Un phénomène de lissage est observé qui atténue les rugosités créées (Chapitre 4, Partie 1, §1.2.2). Le sablage perd alors son efficacité et son intérêt. Les rugosités de surface sont caractérisées par leurs dimensions, une largeur et une hauteur. La méthode pour les déterminer est décrite dans le Chapitre 4 (Partie 1, §4.2.1). Une granulométrie fine de particules abrasives engendre des rugosités de faibles amplitudes alors qu'une taille plus grossière permet d'augmenter la hauteur de ces rugosités.

Lors de la formation d'un revêtement sur substrat rugueux et davantage écroui (Chapitre 2, §3.1.4), les particules d'aluminium sont mieux retenues par la surface. Les rebonds sont moins nombreux, notamment pour de faibles angles de projection (Chapitre 3, §1.1.3). Des déformations plastiques de la particule et du substrat se produisent et permettent aux particules de s'ancrer dans les rugosités de la surface (Figure 6-25a). Cependant, cet ancrage de la particule est dépendant des dimensions de la rugosité relativement à celle de la particule. Une petite rugosité percutée par une grosse particule est complètement déformée et n'a plus l'effet escompté.

5.2.2. Influence de la granulométrie des particules projetées par cold spray

Lorsque les particules tombent sur les rugosités du substrat sablé, la déformation plastique, engendrée par la vitesse de l'impact, atténue l'amplitude de ces rugosités. Ce phénomène est d'autant plus marqué que la particule est grande en comparaison avec la taille de la rugosité. Pour de grosses particules sur de petites rugosités, l'interface résultant de l'impact est similaire à celle obtenue pour une projection sur un substrat lisse (Chapitre 4, Partie 1, §4.3). Cette notion est, par ailleurs, développée dans le §4.3 du Chapitre 4. L'étalement de la particule est prédominant devant sa pénétration dans le substrat. Un effet d'amortissement

de la particule par les micro-rugosités est, d'ailleurs, mesuré (Chapitre 5, §4.3.2). La morphologie du substrat rugueux est fortement modifiée par l'écrasement de ces micro-rugosités (Figure 6-25b, en haut).

A l'inverse, des particules de diamètre comparable aux dimensions des rugosités pénètrent davantage dans le substrat (Figure 6-25b, en bas). La surface de contact entre la particule et le substrat est augmentée (Chapitre 5, §4.2.2) et l'ancrage accru de la particule (Chapitre 3, §3.2). La baisse de l'angle de projection met en évidence ce phénomène de captation de particules par les rugosités du substrat de dimensions comparables (Chapitre 3, §1.1.3). Les essais d'adhérence ont démontré le rôle majeur des dimensions respectives de la rugosité et de la particule. Sur des surfaces sablées finement, les petites particules pénètrent profondément dans le substrat, au même titre que les grosses particules dans les rugosités de surfaces sablées moyennement et grossièrement (Chapitre 3, §1.1.2 et Chapitre 5, §4.3.1). La fissuration interfaciale est sensiblement réduite lorsque les dimensions des particules et des rugosités sont similaires, grâce à l'ancrage mécanique favorisé (Chapitre 6, §3.2.2).

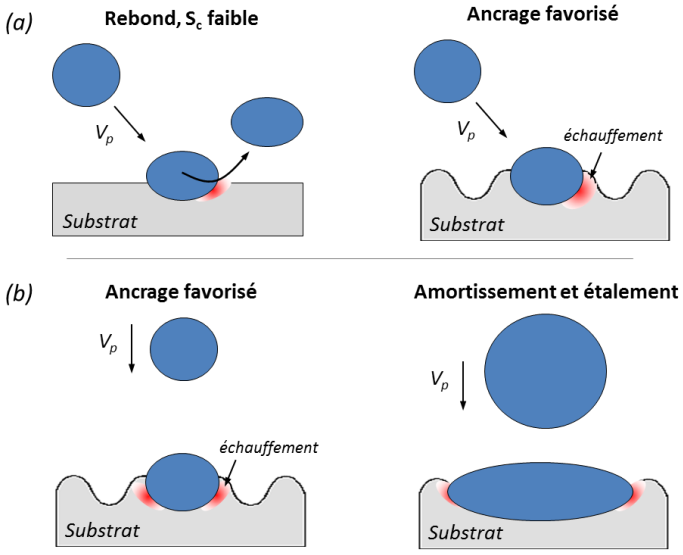


Figure 6-25 : Représentation schématique des mécanismes de déformation de la particule et du substrat en fonction (a) de l'angle d'incidence de la particule avec le substrat plan (à gauche) et rugueux (à droite) et (b) du diamètre de la particule comparativement aux dimensions des rugosités du substrat, petite particule (à gauche) et grosse particule (à droite).

Conclusion sur l'adhérence des revêtements

Les essais d'adhérence par choc laser ont permis de caractériser le système revêtement-substrat. La fissuration a été observée à l'interface et a été quantifiée afin d'évaluer l'influence des différentes configurations. Les effets de la préparation de surface du substrat, de la température et de la pression de gaz et de l'angle de projection ont, notamment, pu être révélés. Les paramètres et les conditions de projection ont montré des effets majeurs sur la décohésion du revêtement. Deux contributions influent sur l'adhérence des revêtements :

- ***Microstructurale :*** la déformation plastique des particules. Les paramètres de projection (température et pression de gaz) modifient sensiblement la déformation des particules et la compacité du revêtement. Pour de faibles angles d'incidence, l'orientation des particules par rapport à la surface du substrat conduit à un mauvais étalement des particules qui s'enchevêtrent en laissant apparaître des porosités. De plus, la composante normale de la vitesse des particules est réduite et leur pénétration dans le substrat est diminuée.

- ***Morphologique :*** l'interface revêtement-substrat. Lorsque le substrat présente une certaine rugosité, les vallées, à sa surface, captent les particules qui s'ancrent plus profondément dans le substrat. Cela est vrai si les dimensions des vallées sont de taille comparable au diamètre des particules qu'elles rencontrent. Les vallées jouent le rôle d'amortisseur favorisant l'ancrage mécanique des particules. Pour de faibles angles de projection, la rugosité du substrat permet de retenir les particules qui adhèrent au substrat. Par une déformation plastique de la particule et du substrat et un enchâssement des particules dans le substrat, la surface de contact entre les particules et le substrat est alors augmentée et nécessite une plus grande énergie pour être rompue.

Les essais LASAT®, associés à la mesure numérique de l'adhérence par simulation, ont permis de corréler, notamment, la morphologie de l'interface et le niveau d'adhérence du revêtement. Un seuil de rupture a pu ainsi être identifié et a permis de mettre en évidence la valeur d'adhérence par choc laser des revêtements d'aluminium pur 1050 déposés sur un substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de la morphologie de l'interface. Le modèle numérique, développé pour des systèmes bicouches revêtement-substrat, a permis de prendre en compte le caractère rugueux de l'interface revêtement-substrat en considérant les effets de rugosité sur la propagation de l'onde. Cette technique de détermination de l'adhérence des revêtements, élaborés par cold spray, doit conforter les résultats d'essais traditionnels d'adhérence par traction plots collés (Chapitre 7, §1.1.4 et §1.2.3). En effet, même si les valeurs après une sollicitation dynamique sont nettement supérieures et, a priori, incomparables à celles obtenues par l'essai classique [ARR06], des tendances identiques sont attendues. Ces tendances mettent en avant les effets significatifs de la morphologie de l'interface sur la fissuration et, a fortiori, sur l'adhérence du revêtement.

Références bibliographiques

[AND70] ANDERHOLM N.C., *Laser-generated stress waves*, Applied Physics Letters, 16(3), 1970, p. 113-114

[ARR04] ARRIGONI M., *Influence de la rugosité, porosité et de l'épaisseur sur des cibles bimatériaux soumises au procédé LASAT (LASer Adhérence Test)*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, Décembre 2004

[ARR06] ARRIGONI M., BARRADAS S., BRACCINI M., DUPEUX M., JEANDIN M., BOUSTIE M., BOLIS C. and BERTHE L., *A comparative study of three adhesion tests (EN 582, similar to ASTM C633– LASAT (LAS Adhesion Test), and Bulge and Blister Test) performed on plasma sprayed copper deposited on aluminium 2017 substrates*, Journal of Adhesion Science and Technology, 20, 2006, p. 471-487

[AUR99] AUROUX E., BOUSTIE M., ROMAIN J.P., *Improvement of the laser spallation technique using an amplifying layer. Experimental and numerical approach*, in: Shock Compression of Condensed Matter, 1999, ed. M.D. Furnish, L.C. Cjhabildas, R.S. Hixson, AIP, 2000, p. 1211-1214

[BAR04] BARRADAS S., JEANDIN M., ARRIGONI M., BOUSTIE M., HE H.L., BOLIS C., BERTHE L., *Study of adhesion of PROTAL® copper coating of Al 2017 using the LAser Shock Adhesion Test (LASAT)*, Journal of Materials Science, 39(8), 2004, p. 2707-2716

[BLO14] BLOCHET Q., DELLORO F., N'GUYEN F., BORIT F., JEANDIN M., *Influence of spray angle on cold spray with Al for the repair of aircraft components*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2014, 21-23 May, Barcelona, Spain, 2014, DVS, p. 69-74

[BOL02] BOLIS C., BERTHE L., BOUSTIE M., ARRIGONI M., JEANDIN M., BARRADAS S., *Développements du test d'adhésion par choc laser (LASAT)*, in: Proceedings Matériaux 2002, 21-25 Octobre, Tours, 2002

[BOL04] BOLIS C., *Étude numérique et expérimentale de la séparation par chocs brefs d'interface de revêtements multicouches. Application au test d'adhérence par chocs laser*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, Décembre 2004

[BOU99] BOUSTIE M., AUROUX E., ROMAIN J.-P., BERTOLI A., MANESSE D., *Determination of the bond strength of some microns coatings using the laser shock technique*, European Physical Journal Applied Physics, 5, 1999, p. 149-153

[CHA74] CHAPMAN B. N., *Thin-film adhesion*, Journal of Vaccum Science and Technology, 11, 1974, p. 106-113

[CHR12] CHRISTOULIS D.K., JEANDIN M., IRISSOU E., LEGNOUS J.-G., KNAPP W., *Laser-assisted cold spray (LACS)*, Chapter 5, D.C. Dumitras, In: NdYAG laser, InTech, 2012, p. 59-96

[COT88] COTTET F., NG A., DA SILVA L., MARTY L., *Spallation under the action of a laser induced shock wave*, Journal de Physique, C3, 49, 1988, p. 419-424

[EBN11] EBNESAJJAD S., Handbook of adhesives and surface preparation, Technology, Applications and Manufacturing, Elsevier, 2011

[FAB13] FABRE G., *Influence des propriétés optiques et de l'endommagement de barrières thermiques EB-PVD pour la mesure d'adhérence par choc laser LASAT-2D*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Décembre 2010

[FAR07] FARRIER L.M., *Influence of surface roughness on the specular reflectance of low gloss coatings using bidirectional reflectance measurements*, Report AFRL-ML-WP-TM-2007-4019, Air Force Research Laboratory, 2007

[GRU09] GRUNSCHEL S.E., *Pressure-shear plate impact experiments on high-purity aluminum at temperatures approaching melt*, PhD Thesis, Brown University, May 2009

[GUE10] GUETTA S., *Influence des conditions d'impact sur l'adhérence de cuivre projeté dynamiquement que de l'aluminium*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Février 2010

[GUP90] GUPTA V., ARGON A.S., CORINE J.A. et al., *Measurement of interface strength by laser-pulse-induced spallation*, Materials Science and Engineering A, 126, 1990, p. 105-117

[GUP92] GUPTA V., ARGON A.S., PARKS D.M. et al., *Measurement of interface strength by a laser spallation technique*, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 40, 1992, p. 141-180

[GUP93] GUPTA V., YUAN J., *Measurement of interface strength by the modified laser spallation technique*, II. Applications to metal/ceramic interfaces, Journal of Applied Physics, 74(4), 1993, p. 2397-2404

[GUP94] GUPTA A., *Novel pulsed laser deposition approaches*, in: Pulsed Laser Deposition of Thin-films, ed. D.B. Chrisey, G.K. Hubler, Wiley, 1994, p. 265-291

[JOH83] JOHNSON G., COOK W., *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, Hague, Netherlands, 1983, p. 541-547

[JOH93] JOHNSON G., *Material characterization for warhead computations*, Progress in Astronautics and Aeronautics, 155, 1993, p. 165-197

[LEE00] LEE W.-S., SUE W.-C., LIN C.-F., WU C.-J., *The strain rate and temperature dependence of the dynamic impact properties of 7075 aluminium alloy*, Journal of Materials Processing Technology, 100(1-3), 2000, p. 116-122

[LEL10] CUQ-LELANDAIS J.P., *Étude du comportement dynamique de matériaux sous choc laser sub-picoseconde*, Thèse de doctorat, ENSMA-Poitiers, 2010

[MOR14] MORIDI A., HASSANI GANGARAJ S.M., VEZZU S., GUAGLIANO M., *Number of passes and thickness effect on mechanical characteristics of cold spray coating*, Procedia Engineering, 74, 2014, p. 449-459

[ROD11] RODRIGUEZ-MARTINEZ J.A., RUSINEK A., ARIAS A., *Thermo-viscoplastic behaviour of 2024-T3 aluminium sheets subjected to low perforation at different temperatures*, Thin-Walled Structures, 49(7), 2011, p. 819-832

[SEI13] SEIDT J.D., GILAT A., *Plastic deformation of 2024-T351 aluminium plate over a wide range of loading conditions*, International Journal of Solids and Structures, 50, 2013, p. 1781-1790

[SOL02] SOLLIER A., *Etude des plasmas générés par interaction laser-matière en régime confiné. Application au traitement des matériaux par choc laser*, Thèse de doctorat, Université de Versailles, Saint-Quentin-En-Yvelines, 2002

[SUO12] SUO X.K., YU M., LI W.Y., PLANCHE M.P., LIAO H.L., *Effect of substrate preheating on bonding strength of cold-sprayed Mg coatings*, Journal of Thermal Spray Technology, 21(5), 2012, p. 1091-1098

[VOS78] VOSSEN J.L., *Measurement of film-substrate bond strength by Laser spallation, adhesion measurement of thin films, thick films, and bulk coatings*, ASTM STP 640, ed. K.L Mittal, American Society for Testing and Materials, 1978, p. 122-133

[WAN04] WANG L., BIAN X., LIU J., *Discontinuous structural phase transition of liquid metals and alloys*, Physics Letters A, 326, 2004, p. 429-435

[XIO15] XIONG Y., ZHUANG W., ZHANG M., *Effect of the thickness of cold sprayed aluminium alloy coating on the adhesive bond strength with an aluminium alloy substrate*, Surface & Coatings Technology, 270, 2015, p. 259-265

Chapitre 7 : Extension de l'étude à d'autres matériaux : application industrielle à la réparation de pièces en alliages légers

SOMMAIRE

CHAPITRE 7 : EXTENSION DE L'ETUDE A D'AUTRES MATERIAUX : APPLICATION INDUSTRIELLE A LA REPARATION DE PIECES EN ALLIAGES LEGERS 249

INTRODUCTION 253

1. EXTENSION DE L'ETUDE A D'AUTRES SYSTEMES DE MATERIAUX 253

1.1. ETUDE DE SYSTEMES REVETEMENT-SUBSTRAT HOMOGENES METAL-METAL 253
1.1.1. Détermination des paramètres de projection 253
1.1.2. Etude microstructurale des revêtements et étude morphologique de l'interface 255
1.1.3. Diffusion localisée à l'interface revêtement-substrat 257
1.1.4. Adhérence des revêtements 258
1.1.5. Conclusion sur les systèmes revêtement-substrat homogènes 262

1.2. ETUDE DE SYSTEMES REVETEMENT-SUBSTRAT HETEROGENES METAL-CERAMIQUE 262
1.2.1. Choix des paramètres de projection 263
1.2.2. Définition de l'interface composite 264
1.2.3. Adhérence des revêtements composites Al-SiC 267
1.2.4. Conclusion sur les propriétés des revêtements composites Al-SiC 273

2. RECHARGEMENT DES COMPOSANTS ET SES APPLICATIONS 274

2.1. REPARATION PAR LE PROCEDE COLD SPRAY 274
2.1.1. Contexte industriel 274
2.1.2. Méthodes de réparation existantes 274
2.1.3. Rechargement métallique d'un composant endommagé 275
2.1.4. Caractéristiques du revêtement métallique 276

2.2. PROJET C-SAR (« COLD-SPRAY FOR ADVANCED REPAIR ») 279
2.2.1. Contexte et enjeux 279
2.2.2. Différents types d'applications et de rechargements 280
2.2.3. Propriétés microstructurale et mécanique des revêtements 283
2.2.4. Détermination de l'adhérence des revêtements 283

2.3. PROCESSUS DE RECHARGEMENT D'UN DEFAUT 284
2.3.1. Analyse morphologique et topographique de la pièce endommagée 284
2.3.2. Etapes de rechargement envisagées 285
2.3.3. Température de la pièce en cours de rechargement 286
2.3.4. Résultats de la réparation dimensionnelle 286
2.3.5. Bilan sur le rechargement d'une pièce endommagée 287

CONCLUSION DE L'INFLUENCE DES MATERIAUX SUR L'ADHERENCE DES REVETEMENTS 288

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 289

Introduction

En étudiant les effets de la morphologie de l'interface revêtement-substrat, les déformations induites par la préparation de surface par sablage et celles générées par le procédé cold spray ont été mises en évidence et corrélées à l'adhérence des revêtements (respectivement chapitre 4 et chapitre 6). La sensibilité du substrat et des particules à la déformation plastique a ainsi été révélée. Leurs duretés se sont avérées être un critère majeur. Ce chapitre a deux objectifs : le premier est de proposer une étude avec des systèmes de matériaux différents, utilisés dans le secteur aéronautique dont les propriétés mécaniques sont variantes et influent potentiellement sur leurs déformations plastiques à l'impact. Le second objectif est de présenter les applications industrielles du rechargement par cold spray en proposant une stratégie de réparation de pièces en alliages légers.

La première partie se concentre sur la nature chimique et la dureté respective des matériaux vis-à-vis de la morphologie de l'interface et de l'adhérence des revêtements. Pour cela, des systèmes revêtement-substrat homogènes (métal-métal) et hétérogènes (métal - composite) sont étudiés. Dans la seconde partie, les objectifs des industriels pour la réparation par cold spray de pièces à géométrie plus ou moins complexes, sont décrits. Enfin, une gamme, non exhaustive, est présentée pour réparer une pièce en alliage léger.

1. Extension de l'étude à d'autres systèmes de matériaux

1.1. Etude de systèmes revêtement-substrat homogènes métal-métal

L'objectif de cette étude est de réaliser des projections en utilisant des couples poudre / substrat différents de ceux étudiés dans les chapitres précédents. Une corrélation, entre la nature chimique du système, les duretés respectives du revêtement et du substrat, et l'adhérence des revêtements obtenus par cold spray, est visée. De par la dureté différente des matériaux, les déformations plastiques à l'interface particules-substrat, dues au sablage du substrat et au procédé cold spray, sont étudiées.

1.1.1. Détermination des paramètres de projection

1.1.1.1. Matériaux de différentes compositions chimiques

Les paramètres et les conditions de projection pour les projections d'aluminium pur 1050 sur substrats d'aluminium 7040 et de magnésium G-Z4TR, sont identiques à ceux du couple d'aluminium 1050 sphérique (revêtement) sur le substrat d'aluminium 2024-T3 présenté dans le Chapitre 3. Le Tableau 7-1 résume ces paramètres issus d'une phase d'optimisation.

Tableau 7-1 : Paramètres et conditions de projection pour l'élaboration de revêtements d'aluminium pur 1050 sphérique sur substrats d'aluminium 7040 et de magnésium G-Z4TR.

Pression du gaz cold spray (MPa)	*3,0*	*Vitesse de rotation du plateau ($tr.min^{-1}$)*	*8*
Température du gaz cold spray (°C)	*300*	*Pas (mm)*	*1*
Nature du gaz cold spray / porteur	*N_2 / N_2*	*Vitesse d'éclairement horizontale ($mm.s^{-1}$)*	*200*
Débit du gaz cold spray ($m^3.h^{-1}$)	*75,5*	*Vitesse d'éclairement verticale ($mm.s^{-1}$)*	*50*
Débit du gaz porteur ($m^3.h^{-1}$)	*3,8*	*Angle de projection (°)*	*90*
Distance de projection (mm)	*30*	*Nombre de passages de la buse*	*1-2*
Débit massique de poudre ($g.min^{-1}$)	*22*	*Type de buse*	*33 PBI*

1.1.1.2. Matériaux de composition chimique identique

Dans cette partie, l'étude d'un système revêtement-substrat de même composition chimique est réalisée. Les projections d'aluminium 2024 sur un substrat d'aluminium 2024-T4 sont réalisées par le laboratoire Veneto Nanotech basé en Italie dans le cadre d'une collaboration entre laboratoires. Le but est de comparer l'essai d'adhérence dynamique par choc laser (LASAT®) à celui quasi-statique par traction plots collés. Une série de pions revêtus y ont été élaborés pour être sollicités par choc laser au Centre des Matériaux. Le but est d'apporter un éclairage sur l'adhérence de ces revêtements en parallèle de l'essai classique par plots collés réalisé, quant à lui, chez Veneto Nanotech.

Les revêtements sont réalisés par cold spray avec l'utilisation d'une buse polymère de type PBI (Chapitre 2, §1.3). La morphologie du substrat ainsi que certains paramètres de projection, comme la pression et la température de gaz, sont étudiés. La morphologie des substrats d'aluminium 2024-T4 est modifiée par un sablage très grossier. Plus précisément, des particules de corindon de 1200 µm de diamètre moyen sont utilisées. Plusieurs autres paramètres sont, quant à eux, figés. Notamment, l'angle de projection fixé à 90° par rapport à la surface du substrat. Le gaz principal de projection et le gaz porteur sont tous les deux composés d'azote (N_2). Le Tableau 7-2 donne les paramètres figés pour cette étude.

Tableau 7-2 : Paramètres et conditions de projection figés pour l'élaboration de revêtements d'aluminium 2024 déposés sur substrats d'aluminium 2024-T4.

Vitesse de rotation du plateau (tr.min^{-1})	***Nature des gaz***	***Débit du gaz porteur (m^3.h$^{-1)}$***	***Préchauffage du substrat***	***Angle de projection (°)***	***Distance de projection (mm)***
3,5	*N_2*	*3,5*	*Aucun*	*90*	*20*

Une étude de variation des paramètres de projection est réalisée et consiste à évaluer l'influence de la température et de la pression de gaz sur l'adhérence des revêtements. La morphologie du substrat est également étudiée. Le Tableau 7-3 résume l'ensemble des paramètres variables de projection. En jouant sur la vitesse d'éclairement, la quantité de poudre déposée varie. Pour des projections réalisées à faibles températures (200-250°C), le rendement est bas. Une diminution de la vitesse d'éclairement permet de pallier cet effet. Cette vitesse est, néanmoins, faible en comparaison de celle utilisée précédemment (Chapitre 3, §1, Tableau 3-1). La forte épaisseur du revêtement visée après un surfaçage du substrat explique ce choix.

Tableau 7-3 : Paramètres de projection variables pour l'élaboration de revêtements d'aluminium 2024 déposés sur substrats d'aluminium 2024-T4.

Sablage du substrat	***Température du gaz cold spray (°C)***	***Pression du gaz cold spray (MPa)***	***Débit de gaz (m^3.h^{-1})***	***Vitesse d'éclairement (mm.s^{-1})***	***Epaisseur du revêtement (µm)***
Non	*350*	*3,75*	*126*	*17*	*500*
Oui	*350*	*3,75*	*126*	*19*	*500*
Oui	*350*	*3,00*	*126*	*13-11*	*500*
Oui	*300*	*3,00*	*126*	*9*	*500*
Oui	*250*	*3,00*	*126*	*12*	*250*
Oui	*200*	*3,00*	*126*	*8*	*250*

1.1.2. Etude microstructurale des revêtements et étude morphologique de l'interface

1.1.2.1. Revêtement ductile sur substrat ductile

Les microstructures des revêtements d'aluminium pur 1050 déposés sur un substrat de magnésium G-Z4TR, de dureté 55 $HV_{0,001}$, révèlent une densité comparable à celle des revêtements d'aluminium mesurée dans le Chapitre 3 (§2.3.2.2). Quelques porosités sont présentes mais demeurent peu nombreuses (Figure 7-1). Une augmentation du rendement est mesurée entre le revêtement réalisé sur un substrat brut et sur celui sablé. Les rugosités de surface favorisent l'ancrage des particules dans le substrat. Cet ancrage est accompagné d'une déformation plastique du substrat au moment de l'impact. Le caractère rugueux de l'interface est sensiblement accru lorsque le substrat est préalablement sablé.

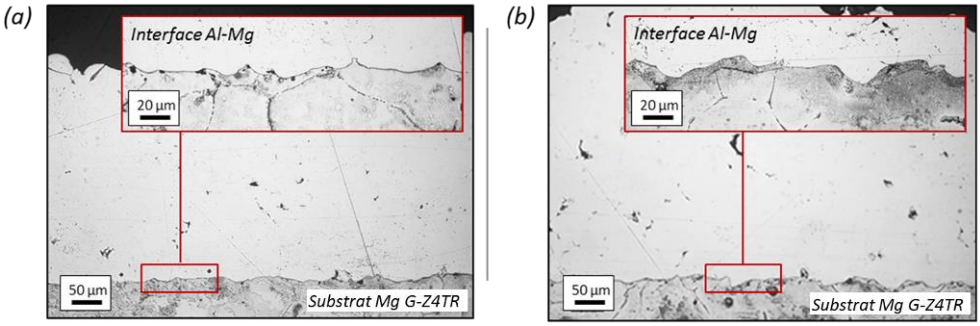


Figure 7-1 : Images optiques en coupe, avec une attaque chimique « Keller », d'un revêtement d'aluminium pur 1050 déposé sur un substrat de magnésium G-Z4TR, et de l'interface revêtement-substrat (a) sans un pré-sablage du substrat et (b) avec pré-sablage du substrat.

1.1.2.2. Revêtement ductile sur substrat plus dur

La déformation plastique du substrat, occasionnée par cold spray et le sablage du substrat, est influencée par la dureté de ce dernier. La rugosité de l'interface pour le substrat initialement brut, est plus faible pour un substrat dur, en comparaison d'un autre plus mou (Figure 7-1a et Figure 7-2a).

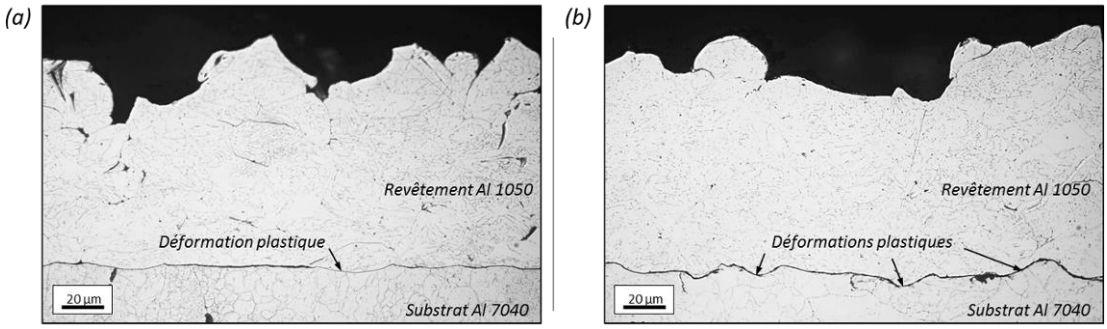


Figure 7-2 : Images optiques en coupe, après attaque chimique « Keller », d'un revêtement d'aluminium pur 1050 déposé sur un substrat d'aluminium 7040 : (a) sans un pré-sablage du substrat et (b) avec pré-sablage du substrat.

Des revêtements d'aluminium pur 1050 sont élaborés sur des substrats d'aluminium 7040 de dureté relativement élevée : 145 $HV_{0,001}$ (Figure 7-2). A titre de comparaison, le substrat ductile présenté au §1.1.2.1, a une dureté trois fois plus faible. La densité du revêtement est très élevée quel que soit l'état de surface initiale du substrat. Une attaque chimique permet de révéler l'interface revêtement-substrat, qui est peu

déformée pour un substrat initialement brut (Figure 7-2a). Par contre, le substrat est sablé, les rugosités à l'interface sont plus prononcées mais restent faibles (Figure 7-2b).

1.1.2.3. Revêtement dur sur substrat dur

Une dureté élevée des matériaux accroît l'écrouissage du substrat et des particules déposées [GIR14]. Par l'élaboration d'un revêtement d'aluminium 2024 sur substrat d'aluminium 2024-T4, les déformations sont analysées. Pour obtenir un revêtement dense et adhérent, une variation des paramètres de projection est envisagée (§1.1.1.2), il s'agit d'une phase d'optimisation.

Comme présenté dans le Chapitre 3 (§2.1.2), le taux de rebond varie en fonction de la température et de la pression de gaz. La Figure 7-3 montre les microstructures en coupe des revêtements d'aluminium 2024. En mesurant l'épaisseur de ces revêtements, la détermination du rendement de projection renseigne sur les meilleurs paramètres nécessaires à l'obtention de revêtements adhérents et épais. Une forte adhésion des particules est, ici, recherchée.

Pour une température de gaz relativement faible, la vitesse des particules est moindre et la vitesse critique, nécessaire à la cohésion particule-particule et particule-substrat, n'est pas atteinte. Les rebonds de particules sont ainsi augmentés. Révélée par une attaque chimique, la déformation des particules déposées est mise en évidence. Ces dernières y sont faiblement déformées (Figure 7-3, en haut à gauche) en comparaison de celles projetées sur le substrat avec une vitesse plus grande (Figure 7-3, en bas à droite). Ce même phénomène est observé lorsque la pression de gaz est relativement basse (Chapitre 3, §2.1.1).

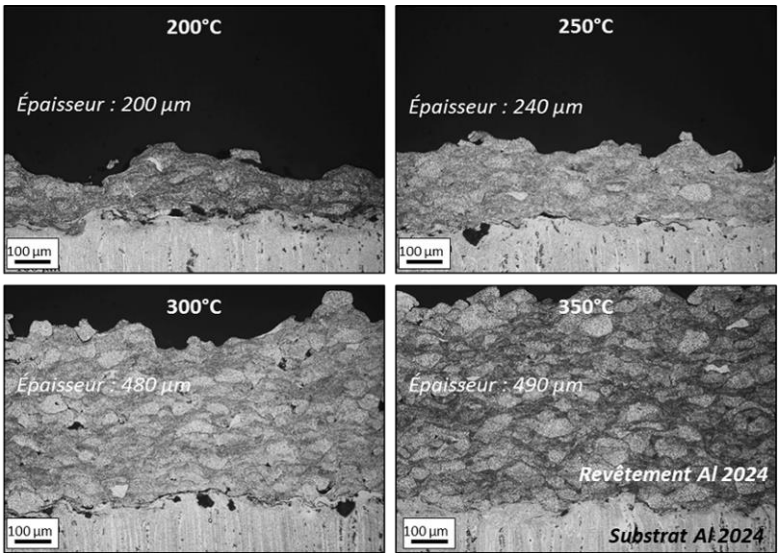


Figure 7-3 : Images optiques en coupe, obtenues après attaque chimique « Keller », des revêtements d'aluminium 2024 élaborés avec une température de gaz de : 200°C, 250°C, 300°C et 350°C, déposés sur un substrat d'aluminium 2024-T4 sablé.

Pour une température et une pression de gaz élevées, respectivement 350°C et 3,75 MPa, la microstructure du revêtement est dense et la déformation des particules est très forte (Figure 7-4). L'élaboration d'un revêtement d'aluminium 2024 sur un substrat 2024 sablé démontre, à nouveau, l'intérêt de la préparation de surface par sablage vis-à-vis de l'adhérence des particules. L'étude d'un sablage très grossier avait été menée par l'utilisation de particules abrasives de 1400 µm de diamètre moyen (Chapitre 4, Partie 1, §1.2). Le phénomène de lissage de la surface sablée avait alors été mis en évidence (Chapitre 4, Partie 1, §2.2.2). La rugosité du substrat avant la projection y est, certes, élevée mais comparable à celle obtenue pour des particules de corindon de 700 µm (Chapitre 3, §1.1.2).

La morphologie de l'interface revêtement-substrat varie sensiblement avec la préparation de surface du substrat. La dureté relativement élevée du substrat ne permet pas à la rugosité d'interface d'être atténuée par l'impact des particules. De grandes rugosités sont présentes et permettent aux particules de s'ancrer profondément dans le substrat. Un ancrage mécanique fort y est, d'ailleurs, observé. Cette contribution dans l'adhérence du revêtement s'accompagne de liaisons chimiques, dites métallurgiques, et est partiellement étudiée pour l'impact sur des rugosités.

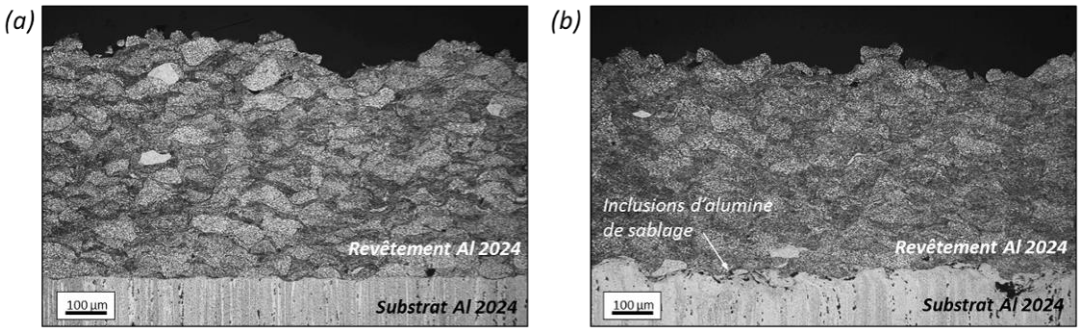


Figure 7-4 : Images optiques en coupe, obtenues après attaque chimique « Keller », des revêtements d'aluminium 2024 déposés, avec une pression de 3,75 MPa et une température de 350°C, sur un substrat d'aluminium 2024-T4 avec des états de surface (a) brut et (b) sablé.

1.1.3. Diffusion localisée à l'interface revêtement-substrat

Comme présentées dans le Chapitre 1 (§1.1.2), des échauffements, localisés à l'interface particule-particule et particule-substrat, ont lieu et peuvent conduire à une fusion locale du matériau. La température atteinte localement favorise la diffusion donc les liaisons chimiques. Ces dernières participent fortement à l'adhérence du revêtement. Cette configuration implique de considérer deux types d'adhérences : l'ancrage mécanique à l'échelle globale (Chapitre 1, §2.3.2.1) et les liaisons intermétalliques à l'échelle locale (Chapitre 1, §1.1.3).

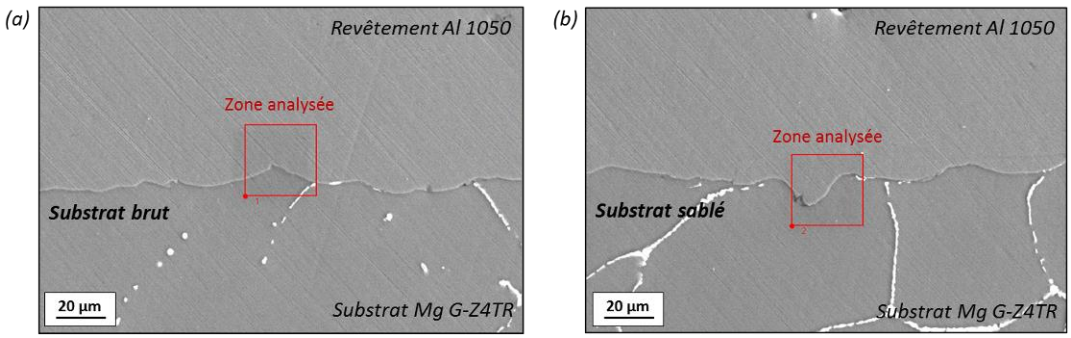


Figure 7-5 : Images MEB en coupe, obtenues en électrons secondaires, de l'interface d'un revêtement d'aluminium pur 1050 et d'un substrat de magnésium G-Z4TR (a) brut et (b) sablé, avec une mise en évidence des zones analysées chimiquement, symbolisées par les rectangles rouges.

A l'image des travaux réalisés par Wang [WAN12], une analyse chimique WDS de l'interface revêtement-substrat est réalisée sur un substrat initialement brut (Figure 7-5a) et un autre initialement sablé moyennement (Figure 7-5b). La cartographie d'une zone de l'interface permet de révéler le contraste chimique des phases en présence. La pertinence de cette analyse d'une potentielle interdiffusion ne peut se faire que sur des matériaux chimiquement différents pour des raisons de contrastes chimiques.

Les résultats de l'analyse WDS semblent montrer la présence d'une diffusion à l'interface revêtement-substrat (Figure 7-6). La diffusion paraît avoir lieu aussi bien du magnésium dans l'aluminium que de l'aluminium dans le magnésium. L'épaisseur de la zone d'interdiffusion est estimée entre 3 et 4 µm (Figure 7-6b et c). Les conditions d'élaboration du revêtement ainsi que la nature chimique des matériaux mettent en évidence la présence de cette diffusion très localisée. Cette dernière pourrait, néanmoins, être attribuée à un effet de beurrage au cours de la préparation métallographique de l'échantillon. De plus, la rugosité apportée par le sablage du substrat, qui favorise l'élévation locale de la température, ne semble pas avoir d'effet sur l'épaisseur de la zone d'interdiffusion (Figure 7-6b et Figure 7-6c, brut et sablé). Seul l'ancrage de la particule à l'air d'être favorisé par la présence de la rugosité. Le sablage du substrat ne permet pas d'accroître l'affinité des matériaux d'un point de vue de la diffusion. Toutefois, cette affinité chimique peut être localement dépendante de l'intensité du cisaillement et de l'échauffement lors de l'impact. Une analyse approfondie par MET de l'interface revêtement-substrat permettrait de caractériser l'influence de la rugosité sur l'interdiffusion des matériaux et d'écarter l'effet potentiel du beurrage. Enfin, la présence locale d'oxygène à l'interface revêtement-substrat est observée (Figure 7-6d). Ce phénomène n'est pas propre à la zone du substrat puisqu'on le retrouve en analysant le revêtement, où de l'oxygène est présent à l'interface particule-particule. La préparation métallographique de l'échantillon peut être responsable de cette inclusion d'oxygène aux interfaces. Ces dernières, relativement molles, sont plus sensibles à l'agglomération de résidus de polissage (SiO_2 par exemple). Une étude plus poussée permettrait d'affirmer la provenance de l'oxygène et d'en caractériser la contribution sur la diffusion et, a fortiori, sur l'adhérence du revêtement.

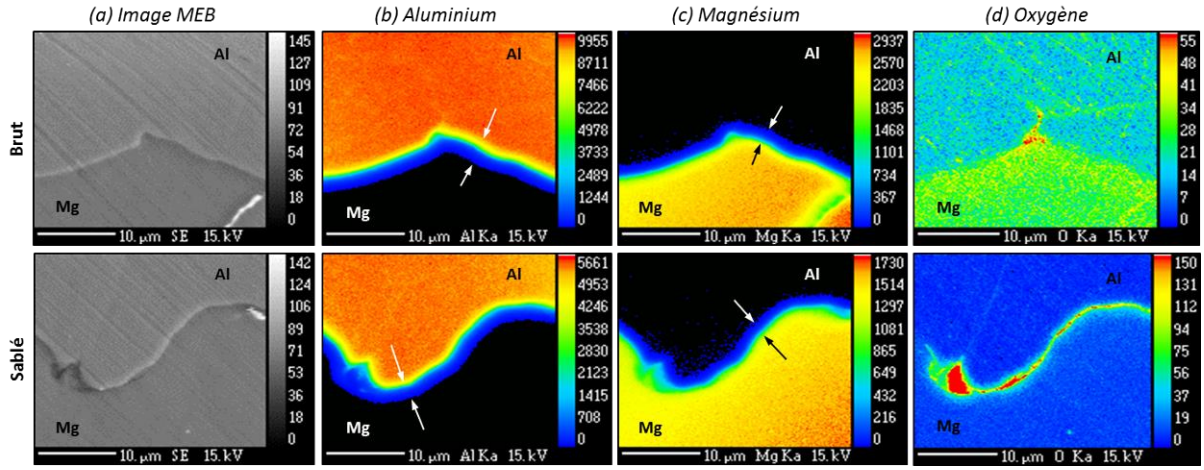


Figure 7-6 : Cartographies chimiques issues de l'analyse WDS de l'interface d'un revêtement d'aluminium pur 1050 sur un substrat de magnésium G-Z4TR, dont l'état de surface avant projection est brut (en haut) et sablé (en bas) : (a) image MEB, (b) teneur en Al, (c) teneur en Mg et (d) teneur en O.

1.1.4. Adhérence des revêtements

1.1.4.1. Influence de la dureté du substrat

Plus le substrat est mou, plus la pénétration de la particule est favorisée. L'interface revêtement-substrat est caractérisée par des ancrages qui se produisent en nombre le long de l'interface. L'objectif de cette partie de l'étude est de mettre en évidence l'influence de la dureté du substrat sur la morphologie d'interface donc sur l'adhérence du revêtement. Les expériences sont menées sur les substrats bruts de magnésium G-Z4TR, d'aluminium 7040 et 2024 (-T3 et -T4), dont les duretés sont respectivement de 55, 145 et 155 $HV_{0,001}$. Les revêtements métalliques sont élaborés à partir de la poudre sphérique d'aluminium pur 1050

(Chapitre 2, §1.1.1.1) et de la poudre d'aluminium 2024 (Chapitre 2, §1.1.1.2). Les conditions de projection sont identiques pour l'ensemble des couples revêtement-substrat, la pression de gaz est égale à 3 MPa, la température de gaz de 300°C et la distance de projection vaut 30 mm.

Des mesures de dureté sont réalisées dans l'épaisseur du revêtement et du substrat afin d'établir l'influence de sa dureté sur celle du revêtement d'aluminium (Figure 7-7). Une zone d'écrouissage est mise en évidence sur une épaisseur d'environ 80 µm. Ce durcissement se produit dans le substrat et dans le revêtement, comme précisé dans le Chapitre 3 (§2.1.3). Bien que les substrats possèdent des duretés très différentes, celle du revêtement d'aluminium pur 1050 est similaire lorsqu'il est déposé sur les substrats magnésium et de l'ordre de 55-60 $HV_{0,001}$. Néanmoins une légère augmentation de la dureté du revêtement est mesurée pour un substrat d'aluminium 2024-T3, le plus dur. En ce qui concerne le substrat de magnésium, il joue le rôle d'amortisseur et les particules sont moins écrouies lors de l'impact. Une projection d'aluminium 2024 sur un substrat d'aluminium 2024-T4, a été réalisée en parallèle et montre un écrouissage particulièrement élevé puisque la dureté de la poudre, initialement de 95 $HV_{0,001}$, se retrouve à 145 $HV_{0,001}$ dans le revêtement voire 160 $HV_{0,001}$ à proximité de l'interface. Le revêtement et le substrat ont une dureté relativement proche. L'influence de la dureté de la poudre, comparativement à celle du substrat est un facteur déterminant dans les déformations à l'impact.

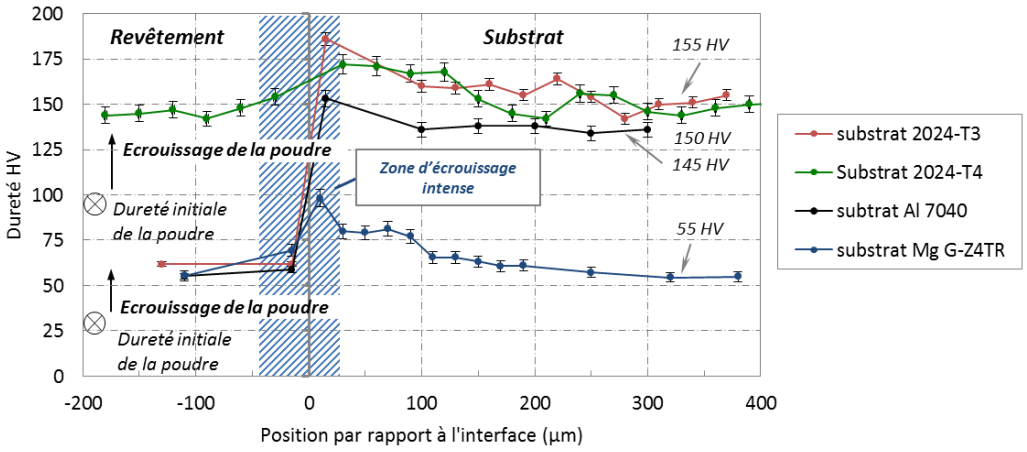


Figure 7-7 : Profils de dureté du système revêtement-substrat, depuis la surface du revêtement d'aluminium pur 1050 et d'aluminium 2024 jusque dans les substrats bruts d'aluminium 2024-T3, 2024-T4 et 7040-T6 et de magnésium G-Z4TR.

Sur la Figure 7-8, la pénétration des particules d'aluminium pur 1050 est particulièrement élevée dans le substrat de magnésium (Figure 7-8a) en comparaison de ceux d'aluminium 7040 et 2024-T3 (Figure 7-8b et Figure 7-8c). La dureté, plus élevée de ces substrats d'aluminium, ne favorise pas leur déformation plastique à l'impact ni la pénétration des particules. Ces dernières se déforment de manière privilégiée du fait de leur dureté bien plus faible. Les analyses précédentes ont montré que la pénétration des particules dans le substrat était accentuée lorsque la dureté du substrat devenait plus faible. Des essais d'adhérence par choc laser, en plus d'essais par plots collés, permettent de caractériser l'influence de la dureté du substrat.

Sur la Figure 7-9, la fissuration des interfaces obtenue après l'essai par choc laser est plus faible pour le revêtement d'aluminium pur 1050 déposé sur le substrat de magnésium. Ce résultat est confirmé par l'essai d'adhérence par plots collés. Lorsque le matériau est mou, les particules pénètrent plus profondément, avec la même énergie, dans le substrat. Ainsi, l'ancrage des particules est favorisé et l'adhérence en est influencée. Avec un rapport de trois entre la dureté de ces alliages d'aluminium et celle du magnésium, la valeur

d'adhérence est multipliée par deux. La dureté du substrat a donc un effet majeur sur la pénétration donc l'adhérence du revêtement.

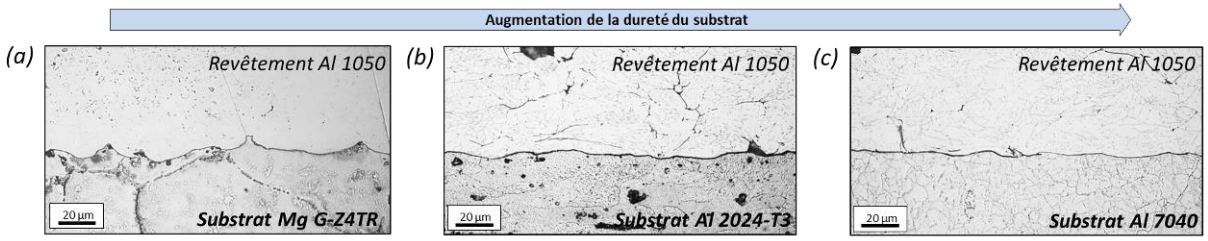


Figure 7-8 : Images optiques des interfaces des substrats bruts (a) de magnésium G-Z4TR, (b) d'aluminium 2024-T3 et (c) d'aluminium 7040 revêtus par de l'aluminium pur 1050, obtenues après une attaque chimique « Keller », montrant l'influence de la dureté du substrat sur la pénétration des particules.

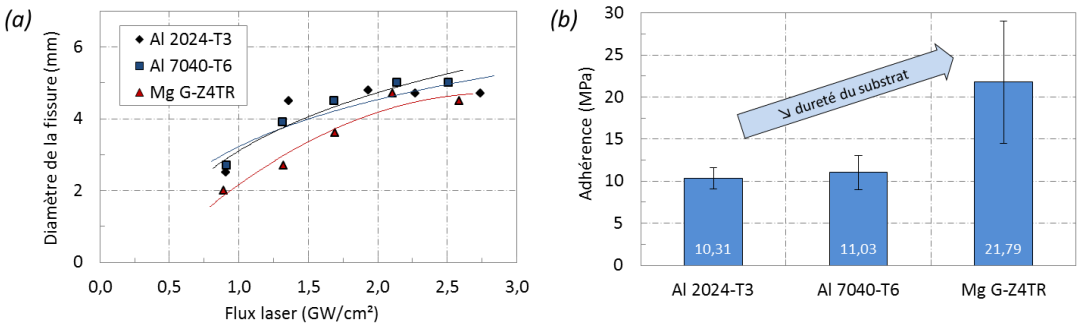


Figure 7-9 : Résultats d'adhérence déterminés (a) par choc laser et (b) par traction de plots collés, des revêtements d'aluminium pur 1050 déposés sur substrats bruts de magnésium G-Z4TR, d'aluminium 2024-T3 et 7040-T6, montrant l'influence de la dureté du substrat pour des paramètres de projection fixés.

1.1.4.2. Effet de la préparation de surface du substrat et de la température de gaz

Réalisée au sein du laboratoire Veneto Nanotech (Italie), une mesure d'adhérence des revêtements par plots collés est effectuée en fonction de leurs paramètres d'élaboration. L'objectif est d'évaluer l'influence de la température et de la pression de gaz, et du sablage du substrat sur l'adhérence des revêtements. Les échantillons revêtus se présentent sous la forme de pions cylindriques de 25,4 mm de diamètre (1 pouce) et de 10 mm d'épaisseur. Pour les essais d'adhérence par choc laser (LASAT®), réalisés au Centre des Matériaux, les substrats sont rectifiés géométriquement par usinage en épaisseur après projection. La nouvelle épaisseur est la même que celle de l'ensemble des échantillons des précédentes études (Chapitre 6, §3), soit 2 mm. Les résultats donnés sur la Figure 7-10 expriment l'adhérence mesurée et moyennée de ces revêtements, déposés sur un substrat d'aluminium 2024-T4 sablé, en fonction des paramètres et des conditions de projection.

La température de gaz a un effet significatif sur l'adhérence du revêtement. Une augmentation de l'adhérence du revêtement est relevée lorsque la température augmente. Les particules se déforment davantage sous l'effet de la chaleur interne et adhèrent davantage à la surface du substrat. L'élévation de température des particules en vol permet une augmentation significative de leur vitesse donc de leur ancrage dans le substrat. Néanmoins, la température a pour effet de réduire la résistance mécanique du matériau, le rendant plus mou. Les déformations de la particule et du substrat sont donc régies par ces deux effets : ancrage et résistance mécanique.

Comme la température, la pression de gaz a une influence majeure sur l'adhérence du revêtement. En passant d'une pression de 3 MPa à une pression de 3,75 MPa, le niveau d'adhérence est accru d'un tiers. L'adhérence du revêtement passe ainsi de 30 à 40 MPa.

L'influence majeure du sablage du substrat est mise en évidence. Sans sablage préalable, la rupture de l'interface se produit à 17 MPa alors qu'un sablage lui permet d'atteindre 40 MPa. L'intérêt de la rugosité de surface générée par sablage est, de nouveau, démontré et notamment dans le cas d'une projection de poudre dure sur substrat dur. La cohésion entre la première couche de particules déposées et le substrat d'aluminium est considérablement améliorée. L'ancrage mécanique des particules, favorisé par le sablage du substrat, est le mécanisme d'adhésion contribuant majoritairement à l'augmentation de l'adhérence du revêtement.

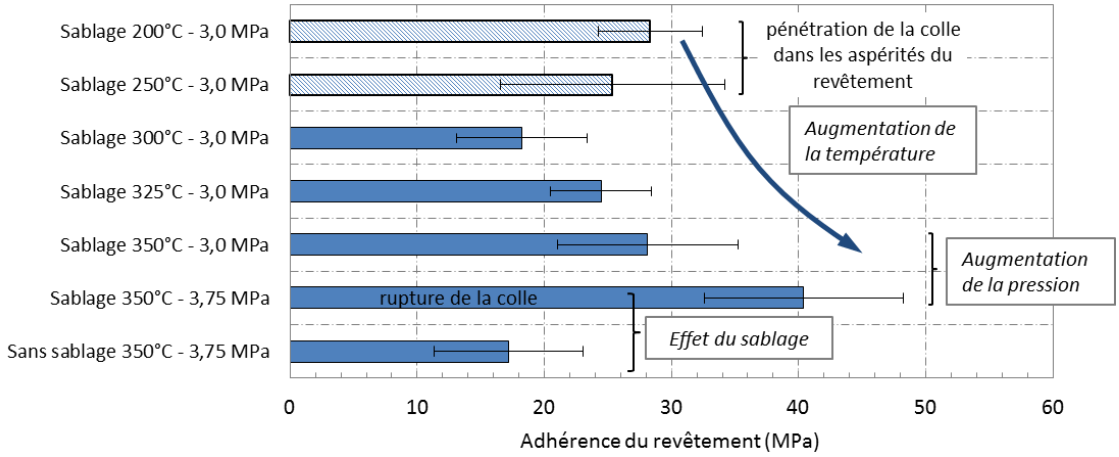


Figure 7-10 : Résultats d'adhérence déterminés par traction plots collés des revêtements d'aluminium 2024 déposés sur substrats d'aluminium 2024-T4 en fonction de la température de gaz, de la pression de gaz et du pré-sablage du substrat.

Sur la Figure 7-11, les résultats d'adhérence obtenus après une série de choc laser sur les substrats d'aluminium 2024-T4 revêtus montrent, comme pour l'essai par plots collés, l'influence des paramètres d'élaboration des revêtements. La fissuration à l'interface est fortement dépendante de la déformation plastique des particules. Cette dernière est largement influencée par la température du gaz cold spray (Figure 7-11a).

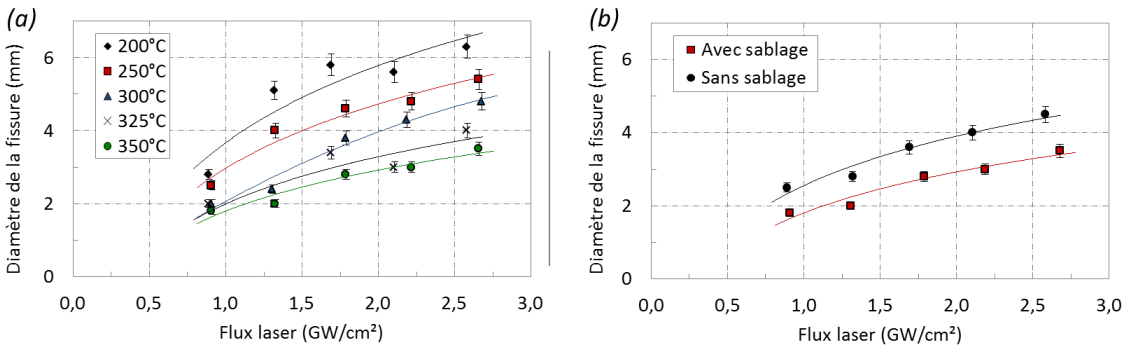


Figure 7-11 : Résultats d'adhérence déterminés par choc laser sur des revêtements d'aluminium 2024 déposés sur substrats d'aluminium 2024-T4 en fonction (a) de la température de gaz, pression fixée à 3 MPa avec un sablage du substrat et (b) du sablage du substrat, température de gaz fixée à 350°C et pression de gaz de 3,75 MPa.

Un très faible diamètre de fissure est mesuré pour un revêtement élaboré sous une température de 350°C, en comparaison de celui réalisé à 200°C. L'influence bénéfique du sablage est largement confortée. En effet, un diamètre de fissure d'environ 500 micromètres plus petit est mesuré pour un revêtement déposé sur un substrat sablé (Figure 7-11b). La forte rugosité de l'interface favorise la pénétration des particules dans le substrat, ce qui accroît sensiblement sa résistance donc son adhérence (Figure 7-4).

1.1.5. Conclusion sur les systèmes revêtement-substrat homogènes

L'étude de couples de matériaux chimiquement différents a permis de mettre en évidence le rôle de la dureté du substrat et de la poudre projetée sur les déformations plastiques engendrées au moment de l'impact. Plus le substrat est dur, en comparaison avec la poudre, plus l'écrouissage des particules est élevé et la rugosité à l'interface faible. La déformation plastique du substrat est favorisée lorsque sa dureté est basse ou similaire à celle de la poudre. Ce cas est particulièrement vérifié pour une projection d'aluminium pur 1050 sur un substrat de magnésium. L'impact de particules conduit à une interface plus déformée où les particules s'ancrent plus profondément dans le substrat. L'adhérence du système en est fortement améliorée.

Ce phénomène d'ancrage peut être accentué par l'utilisation d'une poudre plus dure comme, par exemple, lors de la projection de particules indéformables de céramique. Le procédé cold spray étant fondé sur la déformation plastique des particules, une poudre céramique est difficilement projetable seule car très peu déformable, même si l'utilisation de poudre nanométrique pourrait permettre aux particules de former un revêtement [YAM10]. Les mécanismes en jeu sont alors totalement différents de ceux identifiés pour des projections de poudres métalliques notamment. Un mélange avec une poudre ductile est alors envisagé.

1.2. Etude de systèmes revêtement-substrat hétérogènes métal-céramique

Les revêtements composites à matrice métallique sont recherchés pour leurs bonnes propriétés tribologiques dans les secteurs de l'aéronautique et de l'automobile. La projection plasma est le premier procédé de projection thermique à avoir élaboré des revêtements composites : mélange de magnésium et de carbure de silicium. Les observations ont montré que l'homogénéité des particules céramiques dans la matrice permettait une tenue mécanique ainsi qu'une résistance à l'usure bien meilleure que pour un revêtement de magnésium pur [ROD09] et d'aluminium pur [TOR10]. Une relation entre l'adhérence du revêtement, plus élevée du fait de la plus faible mobilité des dislocations, et sa dureté a, d'ailleurs, été établie [GUP01].

Présentées dans le Chapitre 2 (§1.1.1.2), les différentes méthodes d'élaboration des poudres composites projetées par cold spray influent sur la microstructure des particules de poudre [GRI15]. L'élaboration de revêtements composites par cold spray a été étudié avec, notamment, la projection du mélange aluminium (Al-12Si) et carbure de silicium [SAN08]. Des revêtements très denses et homogènes ont pu être obtenus. Si une particule de SiC sur deux n'adhère pas, la proportion de SiC reste élevée dans le mélange. Celle-ci améliore considérablement la dureté du revêtement qui augmente de 30% pour 10% de SiC en volume dans la matrice d'aluminium, et de 86% pour 20% de SiC. De plus, l'adhérence des revêtements est directement influencée par le pourcentage volumique de SiC dans la matrice. Une diminution de l'adhérence a été mesurée avec l'augmentation de la fraction de SiC, dans l'étude de Sansoucy [SAN08]. Enfin, la présence trop élevée de particules de céramique à l'interface revêtement-substrat entraîne une chute du nombre de points d'accrochage mécanique. La microstructure des particules composites est directement liée au procédé

d'élaboration de la poudre Composite à Matrice Métallique, CMM, (Annexe A, §1.1.2) et est déterminante pour l'adhérence du revêtement formé.

1.2.1. Choix des paramètres de projection

Les paramètres de projection des revêtements composites Al-SiC sont judicieusement choisis par une optimisation et un état de l'art sur la projection de poudre composite par cold spray [SAN08] [YU13] [YU14]. Le Tableau 7-4 résume les paramètres retenus pour l'élaboration de revêtements Al-SiC. Pour les projections d'aluminium pur, la température de gaz joue un rôle déterminant dans le rendement de projection, la microstructure et la dureté des revêtements (Chapitre 3, §2.1). En cold spray, les particules de SiC sont d'autant plus abrasives qu'elles sont dures et anguleuses. Le rendement de projection en est aussi sensiblement modifié et diminué. Une température de gaz plus élevée est préconisée pour que l'enfoncement et l'encastrement des particules dures dans la matrice d'aluminium, plus molle, se fassent préférentiellement à un matériau plus dur [YU13]. Mais une projection à des températures trop élevées (600°C) abaisse significativement la dureté du revêtement. Un compromis est alors nécessaire. Les projections sont effectuées à l'aide d'une buse en carbure de tungstène (24 TC) moins sensible à l'abrasion mécanique et à la température. Les caractéristiques de cette buse ont été décrites dans le Chapitre 2 (§2.1.3).

Tableau 7-4 : Paramètres de projection pour l'élaboration de revêtements CMM (Al-SiC) sur substrats d'aluminium 7040 et de composites à matrice métallique 2009 + SiC.

Procédé d'élaboration des poudres CMM	***Mélange***	***Mécano-synthèse***	***Mécano-fusion***
Pression du gaz cold spray (MPa)	*2,8*	*2,8*	*2,8*
Température du gaz cold spray (°C)	*500*	*500*	*500*
Nature du gaz cold spray / porteur	*N_2 / N_2*	*N_2 / N_2*	*N_2 / N_2*
Débit du gaz cold spray ($m^3.h^{-1}$)	*79,3*	*-*	*-*
Débit du gaz porteur ($m^3.h^{-1}$)	*3,2*	*-*	*-*
Distance de projection (mm)	*30*	*30*	*30*
Débit massique de poudre ($g.min^{-1}$)	*10,5*	*-*	*-*
Vitesse de rotation du plateau ($tr.min^{-1}$)	*2*	*-*	*-*
Pas (mm)	*1*	*2*	*2*
Vitesse d'éclairement horizontale ($mm.s^{-1}$)	*200*	*150*	*150*
Angle de projection (°)	*90*	*90*	*90*
Nombre de passages de la buse	*2*	*2*	*2*
Type de buse	*24 TC*	*SiC OUT-1*[1]	*SiC OUT-1*

Dans la suite de l'étude, les revêtements composites Al-SiC élaborés à partir des différentes poudres et de différentes techniques : mélange mécanique, mécano-synthèse et mécano-fusion, sont analysés (Chapitre 2, §1.1.1.3). L'objectif est de mesurer l'influence de la microstructure des particules composites sur l'adhérence et les mécanismes mis en jeu au moment de l'impact. L'influence de la préparation de surface du substrat est également étudiée, tout comme la granulométrie des renforts céramiques ainsi que la dureté du substrat. Les différentes préparations de surface du substrat sont réalisées par abrasion mécanique (sablage) et par chauffage de la surface. Cette dernière est réalisée sans poudre par la simple projection de gaz chaud via un passage de la buse au-dessus du substrat. Une pénétration plus élevée de la particule a été mise en avant, favorisant ainsi son ancrage dans le substrat [YU13-2]. L'analyse thermique du substrat, suite au passage de la buse sans projection de poudre, a été étudiée et présentée dans le §4.3.3 du Chapitre 3.

[1] Buse céramique en carbure de silicium avec un rapport d'expansion de 5,6.

1.2.2. Définition de l'interface composite

1.2.2.1. Déformation mécanique du substrat

Projetées avec une énergie cinétique élevée, les particules et le substrat se déforment au moment de l'impact. Les déformations sont d'autant plus élevées que la dureté des matériaux est faible. Quatre cas d'étude se présentent :

- Particule « dure » sur substrat « dur », les deux matériaux sont faiblement déformés ;
- Particule « dure » sur substrat « mou », le substrat s'écrouit fortement ;
- Particule « molle » sur substrat « dur », la particule se déforme intensément ;
- Particule « molle » sur substrat « mou », le système se déforme peu.

Pour simplifier l'étude de la morphologie de l'interface lors d'une projection de particules de SiC sur un substrat d'aluminium, l'impact d'une particule dure sur un substrat mou est, ici, étudié. La particule de SiC est alors assimilée à une bille sphérique dure et indéformable. L'énergie mécanique E_m de la particule est égale à son énergie cinétique E_c puisque, dans le cas d'une vitesse très élevée (≈ 650 $m.s^{-1}$), l'énergie potentielle liée à la gravité E_{pp} (= m.g.z) est négligeable (V_p^2 est très grand devant z). La pénétration de la particule de SiC dans le substrat d'aluminium dépend donc de plusieurs paramètres : la vitesse et le diamètre de la particule, la dureté et la morphologie du substrat et de la particule.

Pour associer un modèle de déformation et en prédire le comportement, l'étude s'est portée sur l'essai de dureté Brinell (HB) qui se rapproche d'un impact de corps dur sur une cible plus molle. Ce modèle de déformation se restreint, néanmoins, à l'étude d'une particule sphérique indéformable. En effet, une bille en acier (ou en tungstène) à laquelle est appliquée une force F, est placée à la surface d'un substrat. Les dimensions de l'empreinte, après la pénétration de la bille dans le substrat, y sont mesurées (diamètre moyen d) et la dureté du substrat est identifiée. L'équation Eq. 7.1, permettant l'obtention de la valeur de dureté HB, met en lien l'énergie conférée à une particule (associée à sa vitesse), son diamètre D_p et sa profondeur de pénétration h_p dans le substrat.

$$HB = \frac{2 \cdot F}{g \cdot \pi \cdot D_p \sqrt{D_p - (D_p{}^2 - d^2)}} \qquad \textit{(Eq. 7.1)}$$

La force extérieure F appliquée à la particule doit être associée à une vitesse donc à une énergie cinétique. Le théorème de la variation de l'énergie cinétique, mettant en jeu une masse m en translation entre deux points A et B, énonce que la différence d'énergie cinétique entre ces points est égale au travail W_{AB} des forces extérieures. Dans le cas d'une particule en mouvement, son énergie cinétique au moment de l'impact est considérée nulle et le travail W_{AB} égal au déplacement de la particule à l'impact, c'est-à-dire à la profondeur de pénétration h_p dans le substrat (Figure 7-12). La force devient alors égale à E_c/h_p (Eq. 7.2).

$$HB = \frac{E_c}{g \cdot \pi \cdot D_p \cdot h_p \sqrt{D_p - (D_p{}^2 - d^2)}} \qquad \textit{(Eq. 7.2)}$$

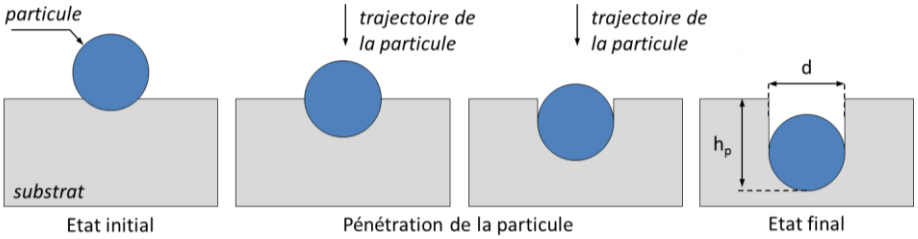


Figure 7-12 : Evolution temporelle de la pénétration d'une particule dure de SiC dans un substrat relativement plus mou, en aluminium.

La relation entre le diamètre de l'empreinte d, la profondeur de pénétration h_p et le diamètre D_p de la particule, est déterminée par l'Eq. 7.3. L'équivalence entre les duretés HB et HV est rendue possible grâce à la norme ASTM E140 (ISO 18265) dans le cas de matériaux à base aluminium. Le graphique présenté en Figure 7-13 donne l'évolution de la profondeur de pénétration h_p de la particule en fonction de son diamètre D_p et de la dureté HB du substrat.

$$h_p = \frac{2 \cdot E_c}{g \cdot \pi \cdot D_p \cdot HB} \qquad \textit{(Eq. 7.3)}$$

L'évolution de la profondeur de pénétration de la particule en fonction de son diamètre évolue proportionnellement à $1/D_p^{1/2}$, et peut se définir suivant différentes aires où le comportement mécanique de la particule varie fortement à l'impact. En traçant h_p en fonction de la dureté HV du substrat, trois domaines sont identifiés (Figure 7-13) :

- Domaine 1 : zone de déformation intense ;
- Domaine 2 : zone transitoire ;
- Domaine 3 : zone de durcissement.

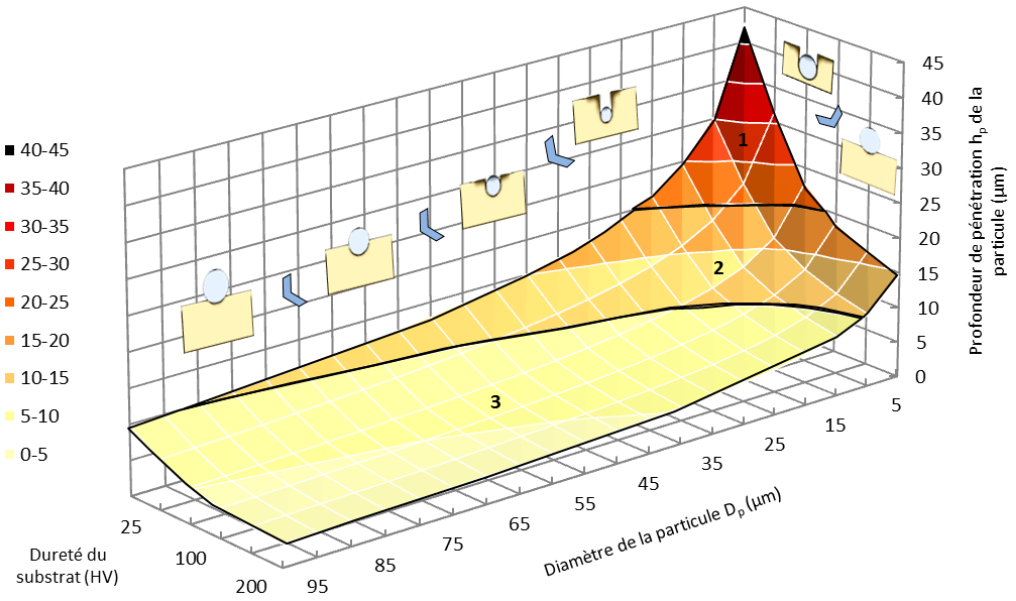


Figure 7-13 : Evolution de la profondeur de pénétration h_p de la particule en fonction de son diamètre D_p (sphérique et indéformable) et de la dureté HV du substrat pour une vitesse de particule de 650 $m.s^{-1}$.

Plus le diamètre de la particule est petit, meilleure est sa pénétration dans les matériaux de faibles duretés (domaine 1). La résistance par frottement y est limitée et la forte ductilité du substrat favorise considérablement son enfoncement mécanique. A l'inverse, lorsque la particule devient plus grossière, la réaction du substrat est plus grande et la pénétration est réduite. Pour un impact sur des matériaux très durs, la profondeur de pénétration de la particule avoisine 5 µm quel que soit le diamètre de la particule (domaine 3). Les particules de diamètre compris entre 10 et 25 µm apportent un comportement transitoire à sa pénétration : les phénomènes de frottement, sous forme d'échauffements périphériques, deviennent alors une contribution non négligeable (domaine 2).

1.2.2.2. Surface de contact particule-substrat

Les particules de SiC pénètrent dans le substrat, plus mou, et forment une nouvelle interface, appelée surface de contact S_c. Cette surface est proportionnelle à la pénétration des particules dans l'épaisseur du substrat et est favorable à une adhérence du revêtement plus élevée (Figure 7-14). De même, la section maximale de la particule dans un plan parallèle au plan de surface du substrat, notée S_i, donne la surface du substrat déformée par la particule. Elle est considérée comme la surface initiale du substrat qui reçoit la particule. Deux cas se présentent selon le type de surface considéré :

Surface de contact, S_c :

- $0 < hp \leq D_p$, pénétration partielle de la particule dans le substrat, $S_c = \pi.D_p.h_p$;
- $h_p \geq D_p$, pénétration totale de la particule dans le substrat, S_c maximale : $S_c = \pi.D_p^2$;

Surface du substrat déformée par la particule, S_i :

- $0 < h_p \leq D_p/2$, S_i dépendante de h_p, $S_i = \pi.h_p.(D_p-h_p)$;
- $h_p \geq D_p/2$, S_i maximale, $S_i = \pi.D_p^2/4$;

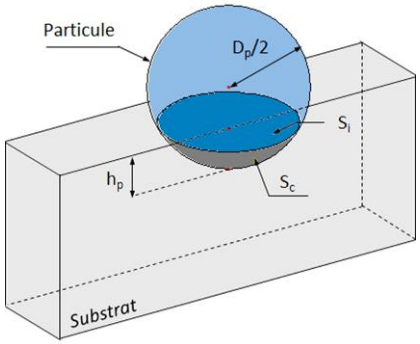


Figure 7-14 : Schématisation d'une particule de SiC ancrée dans un substrat d'aluminium, notion de surface de contact, S_c et de surface du substrat déformée par la particule, S_i.

La surface de contact S_c représente la calotte sphérique de la particule en contact avec le substrat (Figure 7-14). La détermination de la profondeur de pénétration de la particule permet d'établir l'évolution du rapport S_c sur S_i. Cette relation donne la fraction de surface additionnelle relative, S_a, à l'interface particule-substrat. Il s'agit de comparer la surface avant l'impact de la particule de SiC (S_i) et après l'impact (S_c) de manière à quantifier le gain surfacique obtenu. Ce dernier peut expliquer en partie l'augmentation de l'adhérence du revêtement. Si la particule est entièrement encastrée dans le substrat pour de faibles diamètres et de faibles duretés, cette tendance s'atténue très rapidement avec l'augmentation du diamètre de la particule et de la dureté du substrat. Un rapport de 4 est mesuré lorsque la particule est totalement enfoncée (la surface de la sphère est quatre fois supérieure à l'aire du disque de la particule) tandis qu'un ratio compris entre 1 et 1,5 s'observe au-delà de D_p égal à 45 µm.

La surface de contact est donc sensiblement accrue pour de petites particules de SiC (D_p < 25 µm) et est d'autant plus élevée que la dureté du substrat est faible. En travaillant avec des granulométries de carbure de silicium dont le d(0,5) avoisine 20 µm, les variations de h_p et de S_a en fonction de la dureté du substrat sont déterminées (Figure 7-15).

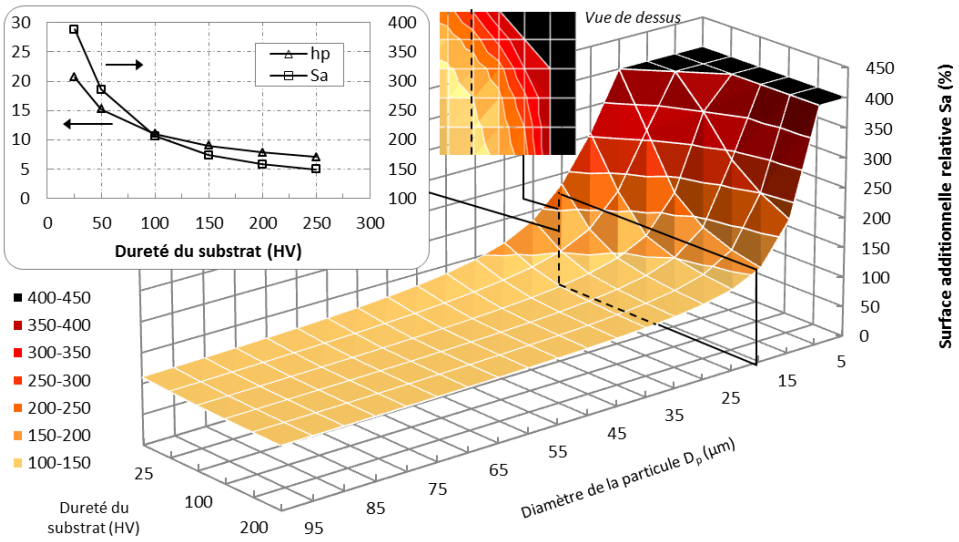


Figure 7-15 : Evolution de la surface additionnelle relative S_a en fonction du diamètre D_p de la particule (sphérique et indéformable) et de la dureté HV du substrat pour une vitesse de particule de 650 m.s^{-1}.

1.2.3. Adhérence des revêtements composites Al-SiC

La détermination de l'évolution de la surface de contact entre les particules dures (SiC) et la matrice d'aluminium amène à caractériser l'adhésion des revêtements. Les paramètres influents sont multiples et pour certains déjà étudiés : le taux de renforts dans la matrice [YAN09] [YU12] [YU14] et la température du gaz cold spray [YU12]. Les effets de la répartition spatiale des particules de SiC dans la matrice métallique ont montré que les propriétés mécaniques des CMM étaient améliorées lorsqu'il y avait une homogénéité du revêtement [SEE97]. Néanmoins, des paramètres et des conditions de projection restent non traités. Cette partie propose d'étudier ces différents facteurs en apportant des éléments de réponse sur le comportement mécanique des revêtements CMM élaborés par cold spray.

1.2.3.1. Influence de la fraction volumique des renforts SiC

La fraction volumique de céramique modifie sensiblement la microstructure du revêtement [YU12] et le comportement mécanique de l'ensemble [YAN09] [YU14]. Si la fraction volumique de SiC dans la poudre initiale varie avec celle contenue dans le revêtement, les particules de SiC déforment plastiquement les particules d'aluminium, favorisant ainsi l'écrouissage de la matrice et une augmentation relative de la dureté du revêtement. Maîtriser le pourcentage de renforts SiC dans la poudre est donc primordial, deux cas sont identifiés [YU12] :

- De 0 à 25%, une augmentation de la déformation des particules métalliques est constatée ;
- De 25 à 40%, une diminution de la surface de contact entre les particules d'aluminium et une augmentation de la fissuration dans le revêtement sont observées.

La zone de contact interparticulaire caractérise les liaisons physiques des particules entre elles, donnant ainsi son intégrité au revêtement. Aux environs de 20% volumique de SiC dans la matrice, le seuil d'adhérence est maximal (140 $HV_{0,001}$), même si une fraction plus élevée apporte une dureté du revêtement supérieure. Pour maîtriser le taux de renforts, il est nécessaire de maîtriser ce dernier avant et après projection. En effet, les rebonds sont nombreux et se comportent différemment suivant le pourcentage de SiC dans la matrice [YAN09] [YU12] [YU14]. Par une analyse en micro-tomographie X ou par analyse d'image de coupes métallographiques, la fraction de renforts SiC peut être déterminée dans le revêtement.

1.2.3.2. Influence de la microstructure des poudres

Dépendant directement de la microstructure du revêtement, la cohésion interparticulaire est optimale dès lors que les déformations plastiques sont suffisantes et que l'homogénéité de l'ensemble revêtement-substrat est respectée.

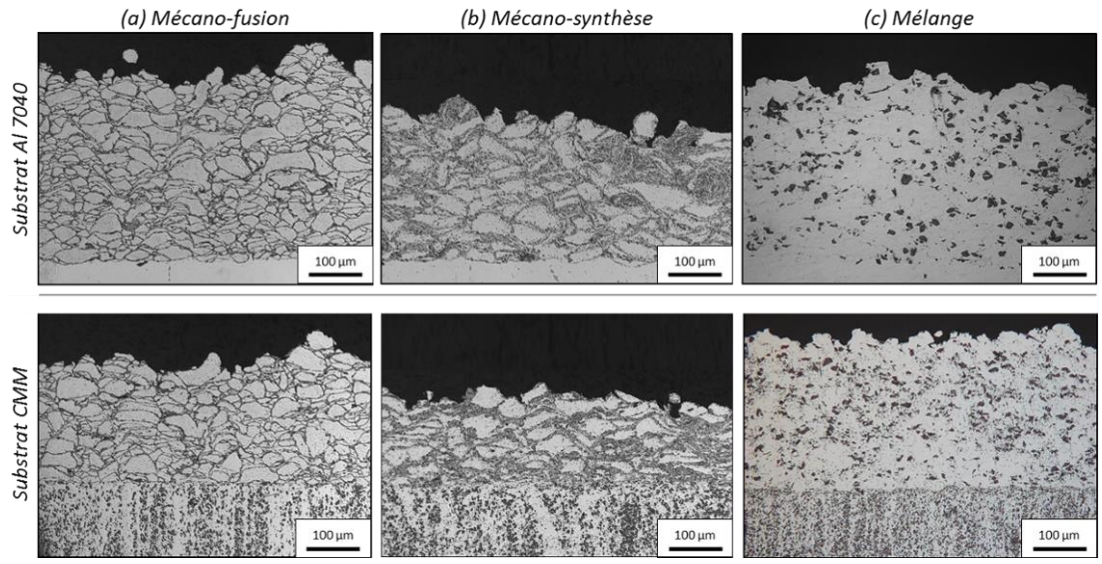


Figure 7-16 : Images MEB en coupe, obtenues en électrons secondaires des revêtements composites d'Al-SiC déposés par cold spray sur un substrat brut d'aluminium 7040 (en haut) et de CMM (en bas), influence du procédé d'élaboration des poudres CMM.

Les micrographies des revêtements composites révèlent que les procédés d'élaboration des poudres par mécano-fusion et par mécano-synthèse conduisent à des revêtements denses, où la présence de particules de SiC se concentrent à la périphérie des particules CMM (Figure 7-16a et Figure 7-16b). C'est un point majeur dans le comportement mécanique du revêtement. En effet, les particules composites sont liées entre elles majoritairement par des grains de SiC dont la très faible déformabilité est associée à une plus grande sensibilité à rupture. Le mélange Al-SiC donne une bonne homogénéité spatiale des particules céramiques dans la matrice (Figure 7-16c). Des points d'ancrage entre les particules d'aluminium de la poudre composite sont présents dans toute l'épaisseur du revêtement mais également à l'interface revêtement-substrat.

La différence de microstructure des revêtements composites induit des variations significatives dans les niveaux d'adhérence mesurés. Les résultats de la Figure 7-17 montrent que l'agglomération des particules de SiC, en périphérie des particules d'aluminium, fragilise considérablement l'interface revêtement-substrat. Les valeurs d'adhérence données sont celles obtenues pour des revêtements élaborés à partir des paramètres et des conditions de projection optimisés. Ces mesures ont été établies suite à des essais d'adhérence par plots collés réalisés par le laboratoire IRTES-LERMPS (Belfort, France).

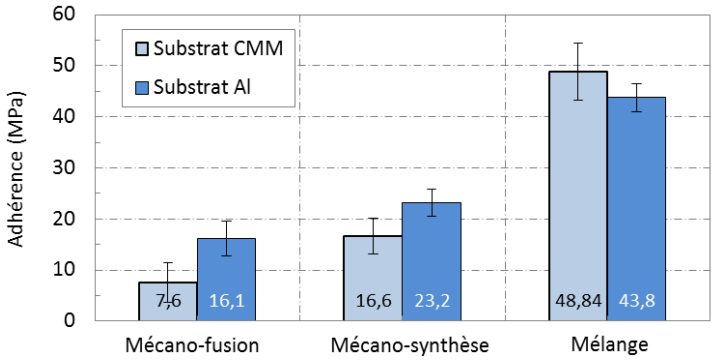


Figure 7-17 : Résultats d'adhérence mesurés par traction plots collés en fonction du procédé d'élaboration de la poudre CMM, pour deux types de substrats : CMM (aluminium 2009 + SiC) et aluminium 7040.

1.2.3.3. *Influence de la granulométrie des particules de SiC*

La Figure 7-18a donne les résultats d'adhérence par choc laser sur des revêtements CMM, où le diamètre des particules de SiC varie. La granulométrie a un effet sur l'adhérence du revêtement : les fissurations interfaciales, mesurées après le choc laser, sont proches, mais montrent une différence notable pour des granulométries de SiC plus fines. Cette observation est confirmée par les essais de plots collés (Figure 7-18b). Une augmentation de l'adhérence est remarquée avec la réduction du diamètre des particules de SiC.

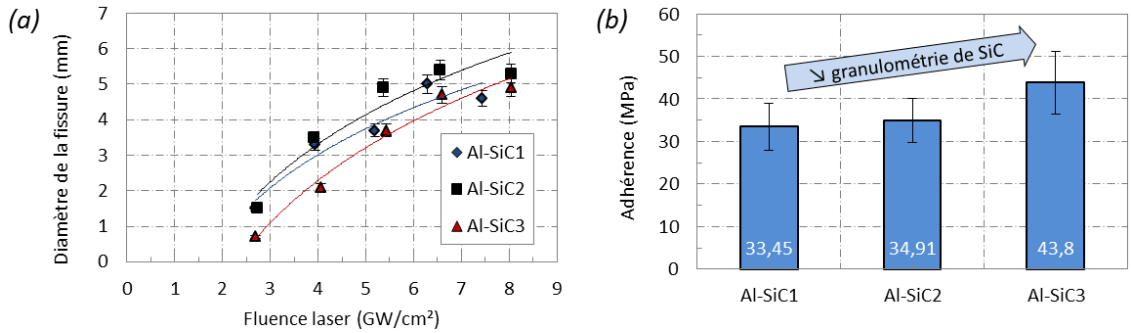


Figure 7-18 : Résultats d'adhérence des revêtements composites Al-SiC, déposés sur un substrat d'aluminium 7040, en fonction de la granulométrie du SiC, mesurés (a) par choc laser et (b) par traction plots collés.

De plus, pour rompre l'interface, l'adhérence des revêtements composites a nécessité une force plus élevée et un flux laser plus intense, respectivement lors de l'essai par plots collés et lors de l'essai LASAT®. Cette adhérence est conditionnée par l'enfoncement des particules au moment de l'impact. L'effet de la dureté du substrat est donc posé, et s'avère être un facteur déterminant dans le comportement des particules céramiques à l'impact. Ces particules semblent donc jouer le rôle de points d'ancrage, plutôt que de points de fragilisation, à l'interface revêtement-substrat. Elles confèrent une plus grande surface de contact donc un seuil de rupture adhésive plus élevé. Dans la précédente partie, la surface de contact des particules a été déterminée comme proportionnelle au carré de son diamètre, malgré une pénétration réduite lorsque le rayon de la particule croît. La granulométrie de la poudre de carbure de silicium est ainsi directement liée aux liaisons à d'interface, créées par cold spray. Néanmoins, une trop grande taille de particules de SiC peut engendrer une hétérogénéité dans le revêtement, ce qui n'est pas propice à une meilleure adhérence.

Sur la Figure 7-19, les microstructures des revêtements CMM, élaborés à partir de poudres composites avec, pour chacune d'entre elles, une taille de SiC différentes : SiC1, SiC 2 et SiC3, respectivement 26, 21 et 15 µm de diamètre moyen, sont exposées. A l'interface revêtement-substrat, l'ancrage des particules de SiC se produit. La particule pénètre plus ou moins profondément dans le substrat en fonction de sa taille.

Son enfoncement est de l'ordre de la moitié de son diamètre. Plus la particule est grosse, plus sa pénétration est élevée et, a fortiori, sa surface de contact S_c avec le substrat est grande.

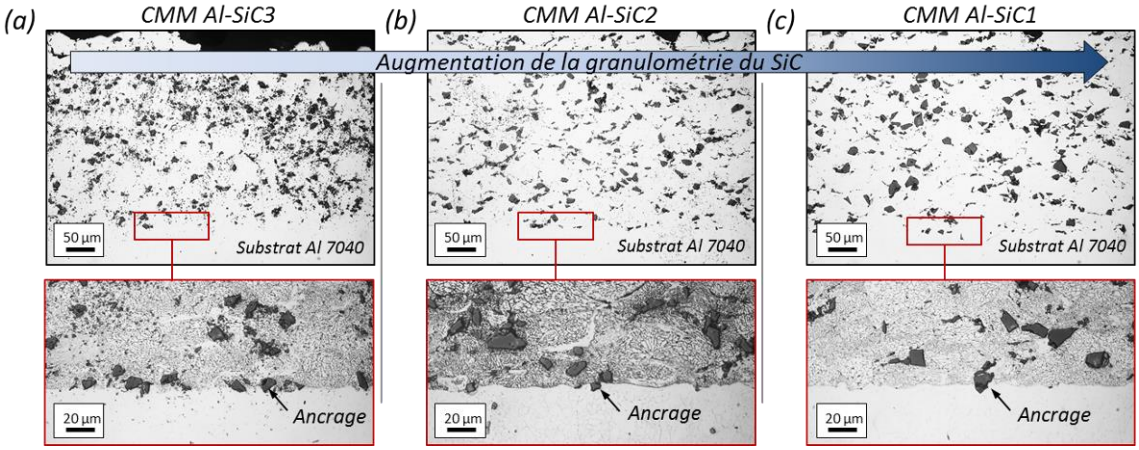


Figure 7-19 : Images optiques en coupe, sans attaque chimique (en haut) et avec attaque chimique « Keller » (en bas) des revêtements composites CMM élaborés à partir d'une poudre d'Al-SiC sur un substrat d'aluminium 7040 et dont la granulométrie des particules de SiC, d(0,5), varie : (a) 15 µm, (b) 21 µm et (c) 26 µm.

1.2.3.4. Influence de la dureté du substrat avant projection

Les déformations plastiques des matériaux sont influencées par la résistance mécanique de ces derniers au moment de l'impact. La dureté du substrat est, ici, étudiée à travers l'élaboration de revêtements CMM sur substrats composites et d'aluminium 7040.

Les duretés respectives des substrats composites et d'aluminium 7040 sont données sur la Figure 7-20 en fonction de la position par rapport à l'interface revêtement-substrat. Dans le revêtement, la dureté est mesurée dans la matrice d'aluminium 2009. D'ailleurs, une faible différence entre la dureté du revêtement et celle du substrat est mesurée. Lorsque les particules heurtent un matériau très dur, leur écrouissage est plus intense et leur dureté plus élevée. La dureté du substrat influence également la pénétration des particules projetées. L'ancrage mécanique des particules est favorisé lorsque les particules arrivent sur un substrat plus mou.

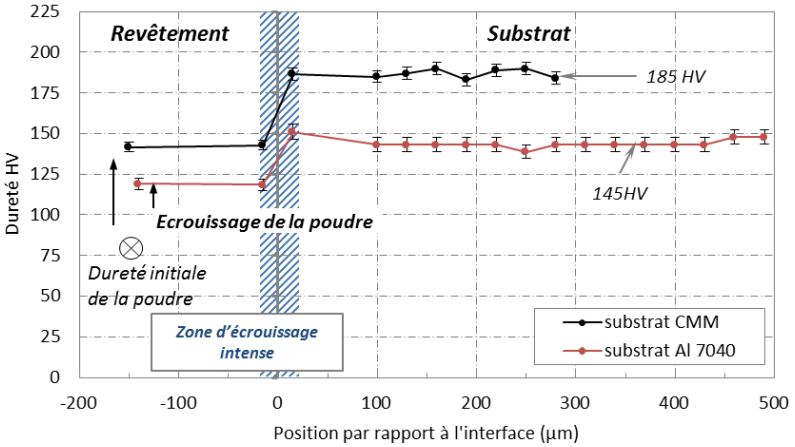


Figure 7-20 : Profils de dureté du système revêtement-substrat, depuis la surface des revêtements composites d'Al-SiC jusque dans les substrats bruts d'aluminium 7040 et de CMM.

Sur la Figure 7-21, les microstructures des revêtements composites, aux interfaces, sont mises en évidence. Les particules de SiC pénètrent plus profondément dans le substrat d'aluminium 7040, plus mou. Les renforts de SiC, contenus dans le substrat CMM et de très faible granulométrie, limitent fortement la

pénétration des particules projetées, d'autant plus que leur diamètre est élevé. Les déformations à l'interface ne sont pas pour autant réduites, le substrat composite, dans son ensemble, est particulièrement déformé.

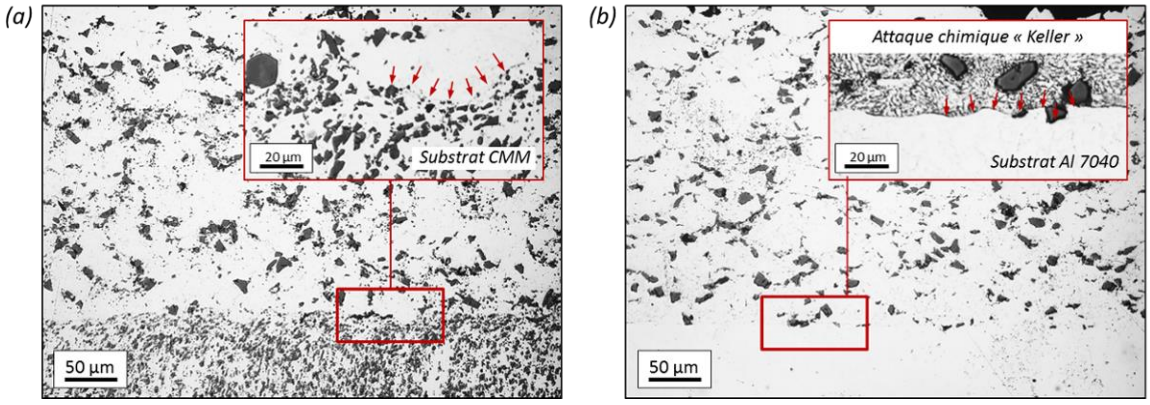


Figure 7-21 : Images optiques en coupe des revêtements composites d'Al-SiC déposés par cold spray sur un substrat brut (a) de CMM et (b) d'aluminium 7040, montrant l'influence de la dureté du substrat sur la déformation à l'interface, les flèches rouges indiquant le profil de l'interface revêtement-substrat.

Des mesures d'adhérence sont réalisées et donnent des résultats très proches pour les deux types de substrats (Figure 7-22). Si une adhérence légèrement meilleure pour le substrat CMM est mesurée par l'essai plots collés, l'essai par choc laser ne permet pas de distinguer ces deux substrats. Des observations de l'interface revêtement-substrat après rupture pourraient renseigner sur le rôle des renforts SiC.

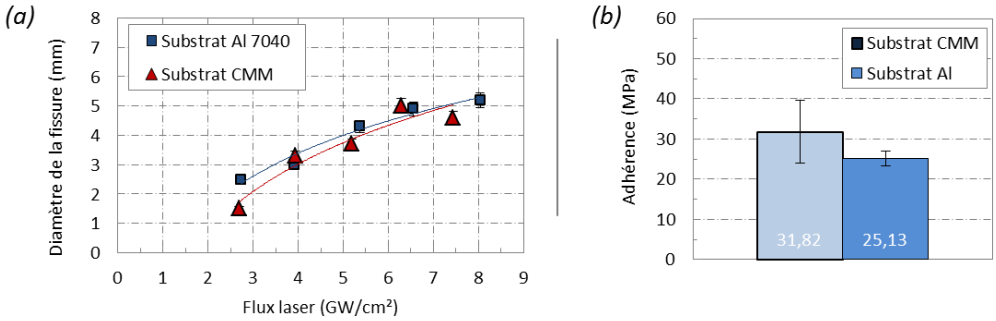


Figure 7-22 : Résultats d'adhérence des revêtements composites Al-SiC, déposés sur un substrat brut d'aluminium 7040 et de CMM, influence de la dureté du substrat, mesurés (a) par choc laser et (b) par traction plots collés.

Les essais par traction plots collés donnent des faciès de rupture où le décollement se produit bien à l'interface revêtement-substrat. En fonction de l'adhérence des particules avec le substrat, la rupture évolue. Sur un substrat dur CMM, le renfort céramique est arraché de la surface et laisse un vide dans le substrat (Figure 7-23a). A l'inverse, lorsque la particule de SiC adhère plus fortement au substrat mou d'aluminium 7040, la rupture se produit entre la matrice d'aluminium et les renforts du revêtement (Figure 7-23b). La dureté du substrat influe donc sur la pénétration des particules. Pour un substrat d'aluminium 7040, sa plus faible dureté permet aux particules de SiC de s'y ancrer plus profondément et d'y rester après une sollicitation en traction.

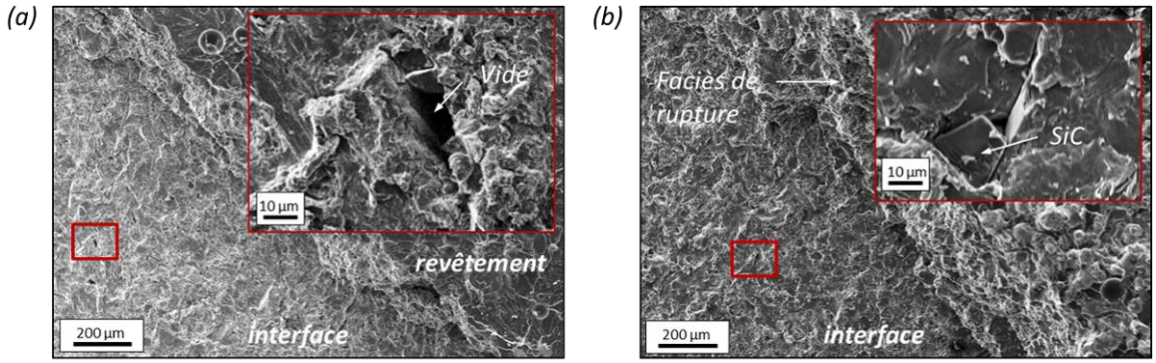


Figure 7-23 : Images MEB en vue de dessus, obtenues en électrons secondaires, des faciès de rupture des revêtements d'Al-SiC déposés sur substrats (a) de CMM et (b) d'aluminium 7040.

1.2.3.5. *Influence de la préparation de surface du substrat*

Si la microstructure des particules de SiC, composant le revêtement CMM, influence l'adhérence de ce dernier (§1.2.3.2), la préparation de surface du substrat est étudiée afin de déterminer son rôle potentiel. Les microstructures des revêtements CMM, localisées à l'interface, montrent une morphologie de l'interface plus ou moins rugueuse (Figure 7-24).

Le sablage permet, en comparaison du substrat brut (Figure 7-21), de créer des rugosités à la surface du substrat. Les particules projetées viennent s'y loger en déformant plastiquement ces rugosités. Ce phénomène se vérifie pour les particules d'aluminium de la matrice, plus molles, qui épouse la morphologie de surface. Quant à l'étape de préchauffage (Figure 7-24, en bas), elle n'a pas d'effet sur la topographie de la surface, mais l'échauffe. La déformation plastique du substrat est ainsi favorisée. La pénétration des particules, notamment de SiC, dans le substrat est augmentée et la morphologie de l'interface est modifiée.

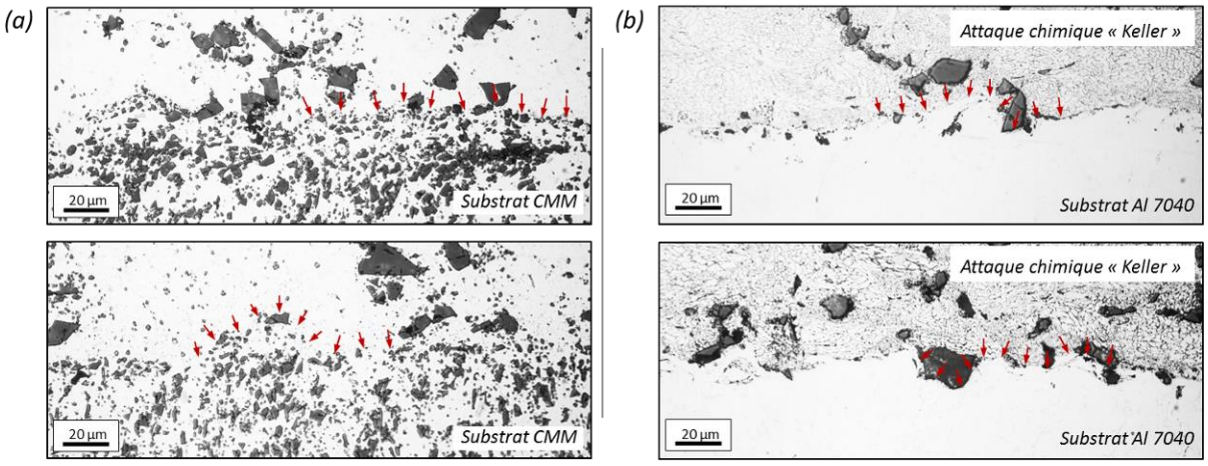


Figure 7-24 : Images optiques en coupe des revêtements d'Al-SiC déposés sur substrats (a) de CMM et (b) d'aluminium 7040, dont la surface a été préparée avant projection : par sablage (en haut) et par sablage + préchauffage (en bas), les flèches rouges indiquant le profil de l'interface revêtement-substrat.

Des mesures par choc laser, confortées par les résultats des essais par plots collés, sur les revêtements CMM composés de particules de SiC de granulométrie intermédiaire (SiC2), sont effectuées (Figure 7-25). Le sablage de surface n'a que peu d'effet, voire aucun, sur l'adhérence du revêtement. A l'inverse, la combinaison d'un sablage du substrat et d'un préchauffage de sa surface, améliore sensiblement l'adhérence revêtement-substrat.

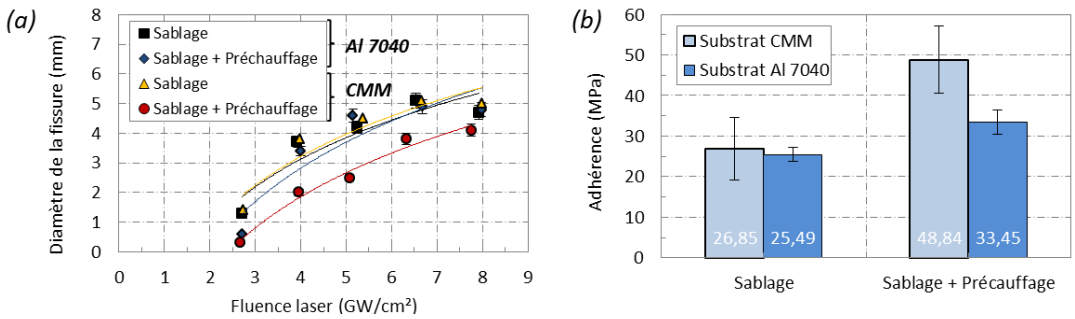


Figure 7-25 : Résultats d'adhérence mesurés (a) par choc laser et (b) par traction plots collés des revêtements composites d'Al-SiC déposés sur substrats de CMM, dont la surface a été préparée avant projection : par sablage et par sablage + préchauffage.

1.2.4. Conclusion sur les propriétés des revêtements composites Al-SiC

Dans le §1.1, l'influence majeure de la dureté des matériaux a été révélée à travers une étude des déformations plastiques du substrat et de l'ancrage des particules. En augmentant cette dureté, de la poudre et du substrat, le comportement du système à l'impact est modifié.

Les renforts SiC présents dans la poudre composite sont indéformables. Seule l'énergie cinétique entre en jeu pour leur pénétration dans le substrat. Plus la dureté de ce dernier est élevée, plus la pénétration de la particule est faible. Il en est de même lorsque le diamètre de la particule croît. Cet ancrage de la particule est proportionnel à la surface de contact avec le substrat. L'adhérence du système peut ainsi être favorisée.

La répartition des renforts SiC dans la poudre composite CMM a été étudiée, révélant ainsi la fragilité des interfaces particule-particule de SiC obtenue dans le cas de poudre élaborée par mécano-fusion et par mécano-synthèse. Un revêtement composite, élaboré à partir d'un mélange de poudre, permet une homogénéité des renforts SiC dans la matrice d'aluminium et augmentant ainsi son adhérence. En effet, des points d'accrochage, formés par les particules de SiC, permettent de lier plus fortement le revêtement et le substrat. Cette augmentation de l'adhérence n'est, cependant, pas vérifiée lorsque le substrat est sablé où une stabilisation du niveau d'adhérence est mesurée. Seul un préchauffage du substrat permet d'accroître significativement l'adhérence du système.

Dès lors qu'une gamme de matériaux, aux duretés et aux compositions chimiques différentes, a été étudiée, les paramètres d'obtention de revêtements adhérents, denses et épais sont identifiés. La réalisation d'un revêtement sur une pièce, afin d'en restaurer ses propriétés, est donc envisageable et constitue une des applications possibles du procédé cold spray.

2. Rechargement des composants et ses applications

2.1. Réparation par le procédé cold spray

L'élaboration de revêtements par cold spray est déjà démontrée depuis plusieurs années avec l'obtention de revêtements denses et adhérents [FAU14]. Différentes applications sont recherchées pour satisfaire les besoins des industriels. Une application innovante du cold spray est la réparation de composants endommagés. Un secteur d'activité fortement intéressé, l'aéronautique procède, actuellement, au remplacement des pièces endommagées. Une solution moins coûteuse et relativement rapide serait de restaurer les dimensions ainsi que les propriétés (mécaniques, tribologiques, etc.) de ces composants. Le cold spray est, notamment, connu pour sa capacité à élaborer des revêtements de forte épaisseur pouvant atteindre plusieurs centimètres. Un des avantages de cette technique de réparation réside dans l'obtention de revêtements épais sur des surfaces géométriquement complexes. Cette géométrie particulière conduit à s'interroger sur la microstructure et la construction du revêtement.

2.1.1. Contexte industriel

Au cours de leur utilisation, les composants métalliques ou composites subissent des sollicitations. L'endommagement occasionné se présente sous forme de rayures, de piqûres ou encore de déformations plastiques. Les dimensions des pièces sont donc dégradées et la pièce doit être restaurée dans sa géométrie et ses propriétés intrinsèques pour un fonctionnement optimal. Actuellement, beaucoup de composants sont directement remplacés car les solutions de réparation existantes ne sont pas suffisamment performantes ou pas applicables du fait de la trop haute température d'application qui les déforme. La géométrie souvent complexe des pièces, élaborées via des procédés particuliers, implique un remplacement onéreux qui oblige les industriels à développer des solutions efficaces.

2.1.2. Méthodes de réparation existantes

Aujourd'hui, des technologies de réparation d'alliages légers existent. Mais, présentant toutes des limites, elles ne répondent que partiellement aux besoins. La méthode par collage de cales et celle par frettage par bagues s'avèrent des solutions coûteuses : le pré-usinage nécessaire, assez profond, est limité par les impératifs de tenue de la pièce. Le nombre de réparations réalisables sur la pièce est alors limité. De plus, le coût de fabrication des frettes en acier est élevé et cette solution ne contribue pas aux gains de masse recherchés. Le rebouchage par des résines non structurales est une solution à basses performances qui ne permet ni de regagner, ni d'allonger la durée de vie des pièces et dont certains produits sont touchés par la réglementation européenne REACH[1].

Des techniques conférant des propriétés satisfaisantes sont utilisées. La réparation par soudage est, toutefois, difficile à mettre en œuvre sur des pièces équipées. La réparation par projection plasma de NiAl 5% ou par projection flamme fil d'AlSi 6% sur pièces à base d'aluminium concerne, quant à elle, des rechargements de faibles épaisseurs. Enfin, l'utilisation de la projection flamme fil de ZnAl 15% sur pièces à base de magnésium nécessite une sous-couche d'accrochage. En synthèse, les principales contraintes des technologies de réparations actuelles sont les suivantes :

[1] Registration, Evaluation, Authorization and restriction of CHemicals.

- Performances insuffisantes : la performance mécanique des zones réparées est inférieure à celle de la pièce neuve, ce qui restreint les réparations aux zones peu chargées de la pièce ;
- Nombre de réparations limité ;
- Limitations géométriques : la complexité de la géométrie des pièces limite les zones accessibles aux réparations classiques ;
- Mise en œuvre complexe : la mise en œuvre des procédés nécessite une préparation lourde de la pièce (le traitement doit être réalisé sur la pièce nue) ;
- Coût de mise en œuvre élevé (conséquence principale du point précédent).

Ces limitations induisent un nombre élevé de rebuts de pièces manufacturées, parmi les plus complexes donc les plus coûteuses.

2.1.3. Rechargement métallique d'un composant endommagé

Le processus de réparation est de plus en plus envisagé pour parer l'usure prématurée ou un endommagement des pièces. Le relatif faible coût et l'industrialisation du procédé sont visés. Le monde de l'industrie s'intéresse à l'utilisation de procédé permettant de générer des revêtements denses, l'objectif étant d'approcher au mieux les propriétés du matériau massif à réparer. La projection dynamique par gaz froid apparaît être une solution envisageable.

2.1.3.1. Revêtements à fonction dimensionnelle

Une étude, déjà ancienne maintenant, portant sur la réparation de moule pour l'industrie a mis en exergue les bénéfices du cold spray [LEE07]. Réalisés en aluminium 6061-T6, les moules endommagés par la fatigue thermique et l'érosion, nécessitent une réparation pour être à nouveau utilisables (Figure 7-26). Une gamme de réparation a été entreprise pour restaurer les dimensions du moule et lui rendre sa fonctionnalité. Un rechargement de matière a été réalisé sur la partie endommagée de la pièce et a été suivi d'un usinage permettant d'atteindre les cotes finales du moule.

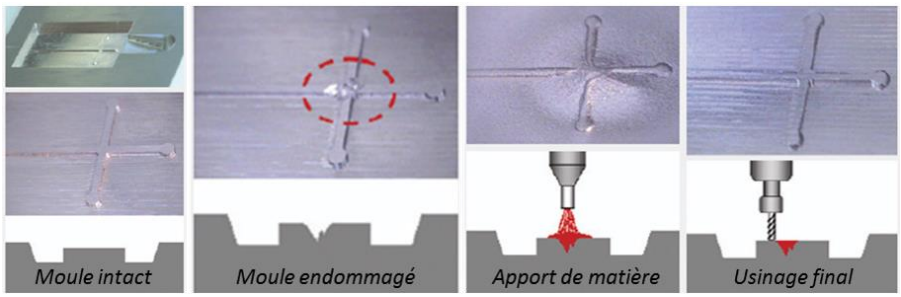


Figure 7-26 : Etapes du processus de réparation du moule par cold spray et ré-usinage de la pièce [LEE07].

Le revêtement déposé à la surface du moule a été analysé afin de vérifier, notamment, sa microstructure et son adhésion. Après une attaque chimique, les éléments constituant les différentes couches ont été mis en évidence (Figure 7-27). L'observation en coupe a révélé un revêtement dense ainsi qu'une interface revêtement-substrat continue, sans porosité, composée d'oxyde d'aluminium.

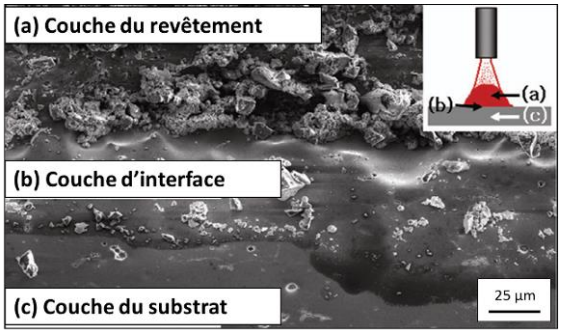


Figure 7-27 : Micrographie en coupe du moule réparé : (a) revêtement (b) interface revêtement-substrat et (c) substrat [LEE07].

2.1.3.2. Revêtements à fonction protectrice

Parce que la fonctionnalité des revêtements diffère suivant l'application, la restauration géométrique s'accompagne, dans certains cas, d'une fonction de protection. En effet, du fait de l'endommagement mécanique d'une pièce, la couche de protection contre la corrosion est partiellement détruite et nécessite une réparation. Un revêtement métallique élaboré par cold spray basse pression est envisagé. Une pièce en aluminium 2024-T3 protégée par une couche d'aluminium pur d'environ 80 µm a été étudiée [YAN14]. Le schéma en coupe de ce composant endommagé est représenté en Figure 7-28.

Réparer une zone de ce type ne peut se faire qu'en réalisant un revêtement dont les dimensions sont plus grandes que la zone à restaurer. Le remplissage de la cavité et le ré-usinage de l'échantillon sont illustrés sur la Figure 7-29.

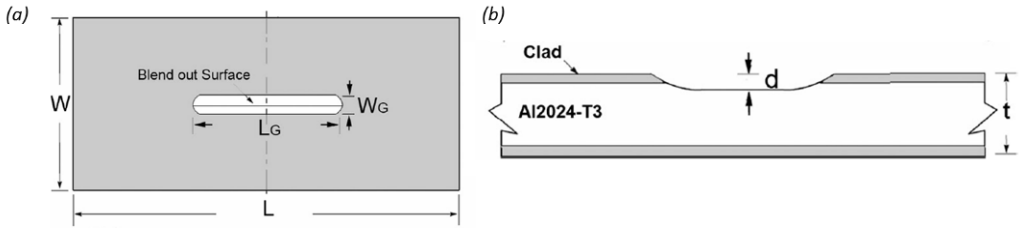


Figure 7-28 : Représentation schématique de la couche protectrice d'aluminium pur endommagée : (a) vue de dessus et (b) vue en coupe [YAN14].

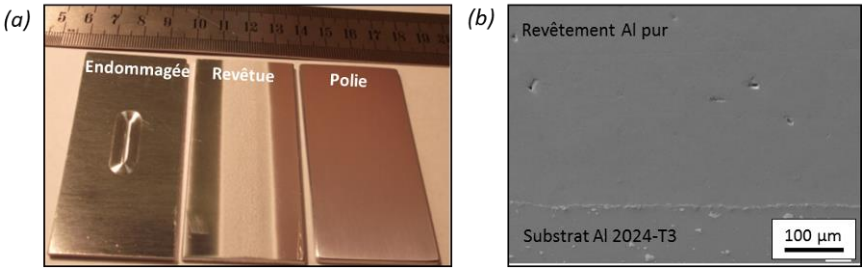


Figure 7-29 : (a) Etapes de réparation de l'éprouvette d'aluminium 2024-T3, endommagée, revêtue puis polie et (b) image MEB en coupe, en électrons secondaires, de l'interface d'aluminium pur et du substrat d'aluminium 2024-T3 [YAN14].

2.1.4. Caractéristiques du revêtement métallique

2.1.4.1. Résistance à l'usure

Pour s'assurer que le revêtement d'aluminium possédait bien les propriétés satisfaisantes, plusieurs essais mécaniques peuvent être effectués. En revenant au cas de la réparation du moule (§2.1.3.1), la résistance à l'usure, le module d'élasticité ou encore la dureté Vickers ont été analysés par Lee [LEE07]. Ce dernier a conclu en soulignant l'élaboration d'un revêtement aux propriétés d'usure meilleures que celles du

matériau massif d'origine (Figure 7-30). Le procédé cold spray a permis la formation d'un revêtement satisfaisant mécaniquement, même si une étude de fatigue thermique resterait à mener.

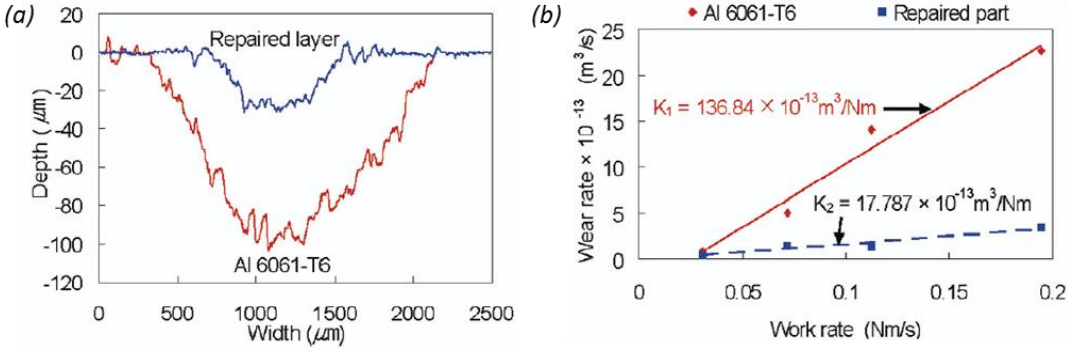


Figure 7-30 : Profils (a) d'usure et (b) de perte volumique subie suite à un essai d'usure réalisé sur le matériau brut et sur le matériau réparé par cold spray [LEE07].

Pour une application tout autre, la défense américaine entreprend des recherches dans la réparation de pièces aéronautiques soumises à des problèmes de corrosion majeurs. Les travaux conduits par Jones [JON11], ont pour objectif une substitution aux matériaux composites collés [BAK88] [BAK02], actuellement utilisés pour limiter les phénomènes de fatigue sur des composants structuraux. Des travaux ont donc étudié les revêtements de magnésium et de composite d'aluminium-alumine élaborés par cold spray pour ce même type d'application (Figure 7-31).

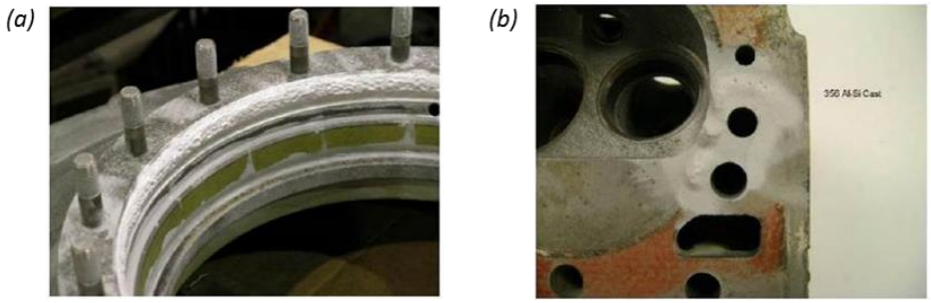


Figure 7-31 : Exemples de pièces réparées par cold spray : (a) revêtement de magnésium sur substrat de magnésium pour une pièce d'hélicoptère et (b) revêtement d'Al-Al_2O_3 sur substrat d'Al-Si 356 constituant le bloc moteur [JON11].

2.1.4.2. Tenue en fatigue

Sur les mêmes pièces, des éprouvettes d'aluminium 2024-T3, sollicitées mécaniquement en traction, ont été réalisées [JON11] afin de mettre en évidence le comportement du revêtement élaboré par cold spray en fatigue. Pour accroître la tenue en fatigue de l'échantillon, et limiter les phénomènes de fissuration, un revêtement d'aluminium 7075 d'un millimètre d'épaisseur a été déposé de part et d'autre de l'éprouvette (Figure 7-32). Un grand nombre de cycles (11100 et 56100, respectivement en Figure 7-33a et Figure 7-33b) a été effectué sur les éprouvettes afin de déterminer l'intérêt du renfort par cold spray.

Ce type de sollicitation mécanique a été mis en avant par de faibles contraintes mesurées (zones bleues), et ce, malgré l'augmentation du nombre de cycle. Le phénomène de fatigue a induit des contraintes dans le matériau : ce dernier est générateur de fissurations ou de microfissurations. Les travaux de Jones [JON11] ont également mis en avant l'évolution des fissures générées pendant l'allongement suivant le

nombre de cycle imposé. Cet essai a permis de mettre en évidence le rôle du revêtement d'aluminium 7075 vis-à-vis de la croissance des fissures. Le revêtement n'a été déposé que sur une section de la surface. Le revêtement élaboré cold spray conserve son intérêt pour de petites surfaces (cas de la réparation locale) puisqu'il limite considérablement la propagation de fissures.

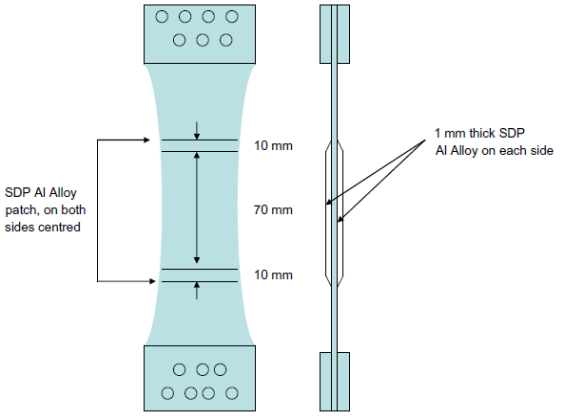


Figure 7-32 : Eprouvettes en aluminium 2024-T3 sollicitées en traction avec l'ajout d'un revêtement d'aluminium élaboré par cold spray [JON11].

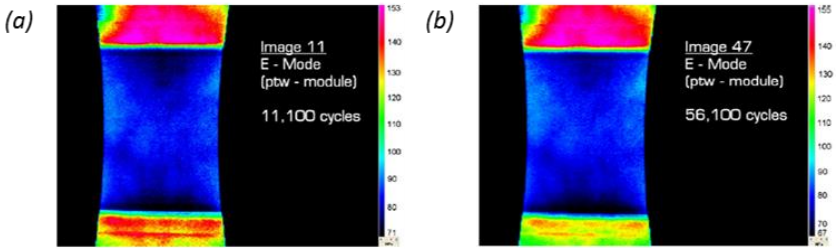


Figure 7-33 : Contraintes en MPa dans l'éprouvette d'aluminium 2024-T3 revêtue, dont le revêtement est élaboré par cold spray (zone bleue) pour : (a) 11 100 cycles et (b) 56 100 cycles [JON11].

2.1.4.3. Résistance à la corrosion

Les revêtements d'aluminium pur déposés sur substrats d'aluminium 2024-T3 et élaborés par cold spray, sur une pièce d'aéronef endommagée (§2.1.3.2) [YAN14], doivent résister, dans certains cas, à la corrosion par piqûres. Pour cela, des essais en brouillard salin et en bain corrosif, entre autre, ont été réalisés sur des éprouvettes. Les essais ont été effectués sur les échantillons avec et sans réparation afin d'évaluer les performances du revêtement. A travers les essais réalisés, la réparation a montré des comportements tout à fait satisfaisants : le revêtement ne présentait aucune trace de piqûre ni même d'endommagement (Figure 7-34).

De plus, la dureté du revêtement réalisé par cold spray a été mesurée légèrement supérieure à celle de la couche protectrice initiale du substrat. Cela est attribué aux fortes déformations des premières particules d'aluminium déposées (Chapitre 3, §2.1.3 et Chapitre 7, §1.1.4.1). En effet, en effectuant des mesures de dureté en surface du revêtement, c'est-à-dire avant le ré-usinage de la pièce, des valeurs similaires à celles de la pièce sont déterminées. L'intérêt du procédé cold spray pour la réparation de composants métalliques est confirmé par les nombreux essais de caractérisation des revêtements. Les propriétés microstructurales de ces derniers permettent d'atteindre une résistance à la corrosion élevée ainsi qu'une bonne cohésion avec le substrat.

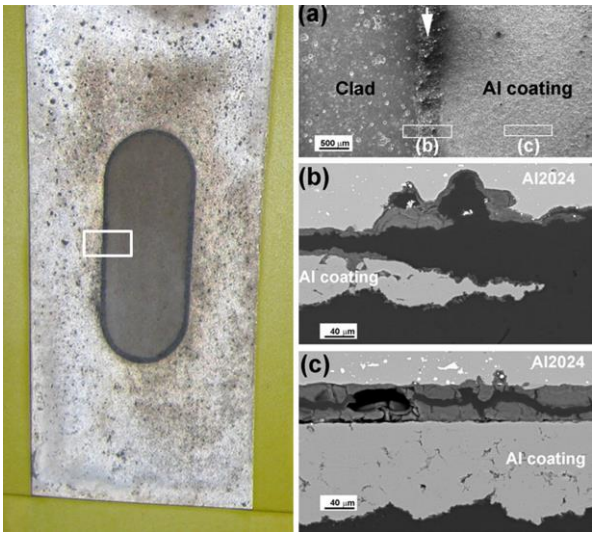


Figure 7-34 : Image de l'éprouvette réparée après une immersion pendant 480 h dans un bain corrosif, en vue de dessus (a gauche), (a) présence de corrosion par piqûre à la jonction revêtement/couche protectrice initiale, indiquée par la flèche blanche et (b et c) images MEB en coupe, en électrons secondaires, de cette jonction [YAN14].

2.2. Projet C-SAR (« Cold-Spray for Advanced Repair »)

2.2.1. Contexte et enjeux

Les alliages légers sont massivement introduits dans les constructions aéronautiques pour des exigences de gain en masse sur les structures et les pièces mécaniques. Leur utilisation, combinée à une optimisation de la conception des pièces, permet de disposer de produits satisfaisant les exigences de masse, de coût et de performance.

Trois principaux types d'alliages sont utilisés :

- Les alliages d'aluminium : différents alliages d'aluminium sont mis en œuvre sur les composants aéronautiques en fonction de leur mode d'élaboration : les alliages d'aluminium de fonderie (AS7G0.6), les ébauches forgées ou les demi-produits de forte épaisseur en alliages d'aluminium haute résistance des séries 2000 et 7000 ainsi que les tôles fines éventuellement plaquées de la série 2000 ;
- Les alliages de magnésium : utilisés sous forme coulée, ils connaissent un essor dans l'objectif de réduire la masse et d'améliorer la performance des aéronefs. Du fait de leur résistance particulièrement élevée, les alliages de magnésium rentrent dans la fabrication de composants aéronautiques complexes comme des carters de moteurs ou de boîtes de transmission ;
- Les matériaux composites à matrice métallique aluminium (CMM) : ce matériau, élaboré par métallurgie des poudres, est constitué d'une base aluminium renforcée par des particules de carbure de silicium. L'intérêt de ce type de matériau est de présenter une très bonne tenue en fatigue, une bonne tenue au fretting et un fort module pour une densité similaire à celle d'un alliage d'aluminium. Le CMM est largement utilisé sur les hélicoptères pour des pièces dynamiques fortement sollicitées de l'ensemble rotor depuis les années 90.

Actuellement, des techniques de réparation existent mais demeurent insuffisantes pour conférer aux composants les propriétés souhaitées. En effet, l'utilisation de résines ou de colles ne permet pas d'atteindre les exigences requises. La technologie de projection plasma, utilisée actuellement, opérant à température plus élevée, est onéreuse et lourde dans sa mise en œuvre. Enfin, la complexité géométrique des pièces endommagées est souvent le point critique des technologies de réparation existantes. A ce jour, aucune réparation performante sur les alliages CMM ni de solution de reconstruction des substrats en alliage de

magnésium n'a été trouvée. Enfin, dans de nombreux cas, les dommages induits par la corrosion atteignent une profondeur telle qu'il n'existe pas de solution de réparation, ce qui implique de remplacer la pièce usée par une pièce neuve. Ainsi, les dégradations subies par les alliages légers imposent parfois des opérations de maintenance non planifiées, coûteuses et qui diminuent la disponibilité du matériel en opération.

2.2.2. Différents types d'applications et de rechargements

Le projet C-SAR réunit différents industriels. Qu'il s'agisse des matériaux ou bien de la géométrie des défauts de pièces à restaurer, les configurations sont nombreuses. Les propriétés mécaniques, chimiques ou tribologiques attendues sont variées en fonction du matériau utilisé. Pour cela, trois objectifs principaux se distinguent suivant le rôle assuré par le revêtement.

2.2.2.1. Rechargement non structural

Sur les pièces en alliages légers, le procédé cold spray peut se positionner en tant que concurrent de techniques de réparation déjà existantes sur les zones peu sollicitées, comme le frettage ou le rebouchage. Il peut être une seule solution envisageable pour certaines zones qui sont les dernières causes de rebuts des pièces et qui ne seraient pas géométriquement compatibles avec les procédés classiques de réparation.

Le premier revêtement envisagé est un revêtement d'aluminium pur, à mettre en œuvre par cold spray sur les zones concernées de pièces usinées ou sur les parties courantes de pièces de fonderie en alliage d'aluminium ou de magnésium. Outre son adhérence, sa compacité et sa dureté, les principales caractéristiques attendues de ce revêtement d'aluminium pur se situent au niveau de sa résistance à la corrosion.

Le projet vise également à trouver une solution de rechargement des pièces en alliages de magnésium par un revêtement de nature chimique similaire à celle du substrat de base, c'est-à-dire à développer la projection de revêtements en alliage de magnésium. Par rapport à la réalisation d'un revêtement d'aluminium pur sur une pièce en magnésium, un revêtement en alliage de magnésium présente l'avantage d'être parfaitement compatible avec le matériau de base et permet donc de s'affranchir de la recherche d'une solution de protection compatible à la fois avec l'alliage de magnésium et celui d'aluminium.

2.2.2.2. Rechargement structural

L'objectif est, ici, de réaliser un revêtement susceptible de passer une partie des efforts appliqués sur la pièce. L'application du procédé sur des pièces plus fortement sollicitées en réparation de zones corrodées ou présentant des traces marquées d'usure sous petits débattements, est envisagée. Par exemple, sur des composants d'hélicoptères obtenus par fonderie d'alliage de magnésium ou sur des composants usinés en alliage d'aluminium. Les profondeurs de corrosion et d'usure relevées varient de 0,2 à 0,5 mm sur des faces d'attache d'équipements (pompes et servocommandes) (Cas 1, Figure 7-35a). La réparation de ces zones nécessite alors un revêtement d'épaisseur suffisante capable de tenir une partie des sollicitations s'appliquant à la pièce (Annexe B). Dans certains cas, une reconstruction de la géométrie de type collerette par cold spray est envisagée (Cas 2, Figure 7-35b).

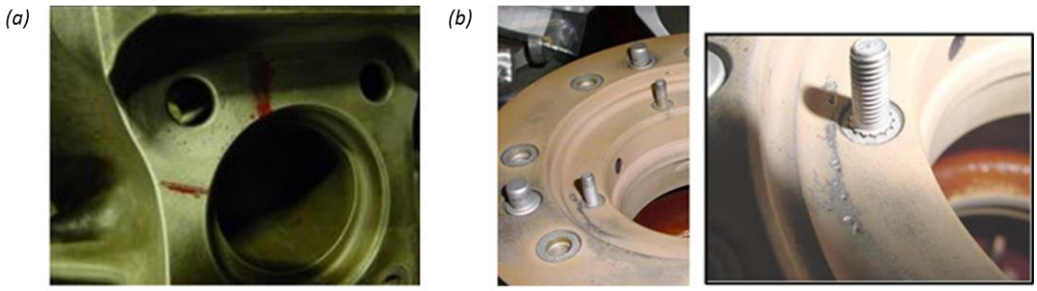


Figure 7-35 : (a) Cas 1, corrosion sur une zone d'attache d'une servocommande sur un carter en alliage de magnésium G-Z4TR et (b) Cas 2, carter en alliage de magnésium G-Z4TR avec la présence de traces de corrosion [CSA12].

Le procédé présente un intérêt particulier en réparation à prendre en compte dès la conception des pièces. Dans un contexte de gain de masse toujours plus exigeant, le cold spray se pose en procédé idéal de remplacement des frettages successifs par frettes acier en présentant un double avantage : (1) la limitation des épaisseurs nécessaires et (2) la réduction de la masse des pièces réparées. En effet, à la différence du baguage, le revêtement ne nécessite pas d'enlèvements de matière successifs pour sa propre réparation (Cas 3, Figure 7-36). Les zones concernées par les réparations peuvent donc être de grands diamètres intérieurs, des zones d'attaches plates et des voiles minces d'épaisseur inférieure à 4 mm. Un autre aspect du projet porte sur l'optimisation des performances mécaniques (statiques et dynamiques) des revêtements, et ce pour de fortes épaisseurs, afin de répondre au cas de pièces fortement sollicitées.

Figure 7-36 : Plateau cyclique en alliage d'aluminium avec la présence de traces de corrosion et de fretting (à gauche et au centre), à droite, réparation actuelle par frettage : ajout d'une bague en acier, cas 3 [CSA12].

Enfin, il s'agira de trouver une solution pour la réparation ou la récupération de pièces en CMM. Généralement complexes et à forte valeur ajoutée, elles sont fabriquées par métallurgie des poudres et aucune solution de réparation structurale n'existe à ce jour : le procédé cold spray permet de réaliser des revêtements multiphasés, dont on attend également des performances fonctionnelles en résistance à l'usure (Figure 7-37).

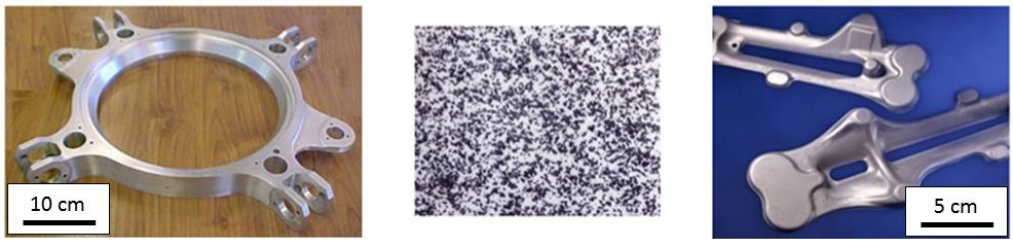


Figure 7-37 : Plateau cyclique (à gauche) et manchons (à droite) en CMM aluminium 2009 + 15% SiC, dont une image optique, en coupe, du matériau est présentée au centre [CSA12].

Avec l'exigence et le développement des matériaux légers et de haute résistance dans les secteurs de la défense et de l'aérospatiale, la fabrication de composites à matrice métallique à base d'alliages d'aluminium et de renforts, tels que Al_2O_3 ou SiC, représente un grand intérêt grâce à leurs excellentes propriétés combinatoires physiques et chimiques. Par rapport aux méthodes traditionnelles de fabrication de CMM, notamment en coulée, en extrusion, par métallurgie des poudres ou par projection thermique, le procédé cold spray permet d'éviter les défauts comme la porosité, le retrait, les inclusions d'oxydes et la dégradation de la phase de renfort. Cela influence significativement le volume et les propriétés du revêtement. Outre l'amélioration de la compacité des revêtements grâce à l'effet de l'impact des particules dures, la particule de renfort céramique peut également contribuer à augmenter la dureté, l'adhérence, la résistance à la traction et la résistance à l'usure du revêtement CMM.

2.2.2.3. Fonctionnalisation de la surface

Le revêtement d'aluminium pur envisagé pour du rechargement non structural se prête également à des applications hors du domaine de la réparation. En effet, certains éléments des avions d'affaires font aujourd'hui appel à l'utilisation d'alliages légers plaqués pour remplir une fonction esthétique très appréciée des clients : les bords d'attaque des voilures et les entrées d'air de moteur doivent présenter un aspect brillant (Figure 7-38). Ce revêtement d'aluminium pur assure aussi une fonction de protection contre la corrosion. Pour autant, l'utilisation de ces placages impose de nombreuses précautions de manutention et de protections temporaires, tout au long du processus de fabrication, afin d'éviter de générer des rebuts ou au mieux des retouches locales. Durant l'utilisation en service, l'entretien de ces surfaces est onéreux et réalisé grâce à des retouches par des procédés de type DALIC[1] (traitement de la corrosion, de l'usure, de l'abrasion et de la réparation d'impacts, de rayures, de fuites ou de chocs), puis finalisé par un polissage.

Un des objectifs du projet consiste à valider une solution de revêtement par cold spray. Ce revêtement interviendrait le plus tard possible dans le processus de réalisation, et aurait le mérite de pouvoir être robotisé donc applicable à des surfaces relativement grandes et complexes. Il s'agira de reproduire un revêtement qui ait les mêmes fonctionnalités concernant la tenue à la corrosion et l'aspect esthétique (après polissage miroir). Des fonctionnalités supplémentaires telles que l'amélioration de la tenue à la rayure en faisant appel à des revêtements plus évolués, pourront être ultérieurement visées par le procédé.

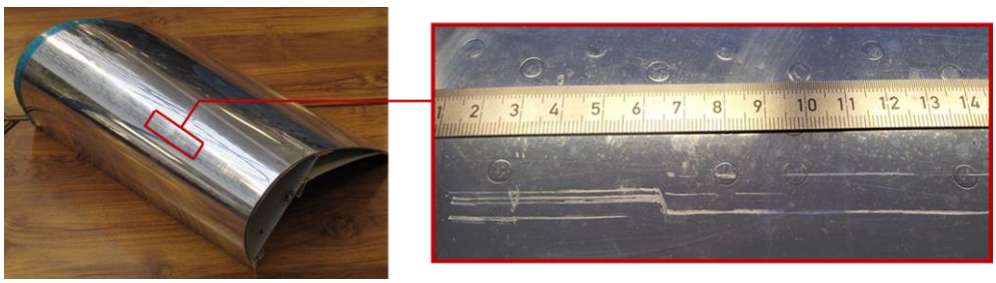


Figure 7-38 : Traces d'usure par impact en vol et au cours de la maintenance sur un bord d'attaque en aluminium 2024-T3 plaqué par de l'aluminium pur 1050, d'épaisseur 80-100 µm [CSA12].

[1] Procédé commercial d'électrolyse sélective sans immersion dans lequel un dispositif anodique imprégné d'électrolyte est déplacé sur la pièce.

2.2.2.4. Configurations des matériaux envisagées dans la réparation de pièces

Les différentes applications présentent un niveau d'innovation variable, le développement de certaines applications ayant déjà été ancré dans le secteur aéronautique. Les applications les plus novatrices sont la mise au point de la réparation de composites à matrice métallique ainsi que la projection de magnésium. Les différents couples revêtement-substrat sont donnés avec leurs applications envisagées dans le Tableau 7-5. L'intégralité des matériaux utilisés dans le projet et leur fonction y est résumée.

Tableau 7-5 : Configurations des matériaux revêtement-substrat envisagées dans le cadre du projet C-SAR.

	Aluminium Pur 1050	***Alliage Al 5000/6000***	***5000/6000 + SiC***	***Alliage Mg G-Z4TR***
Aluminium fonderie (AS7G0.6)	*Rechargement non structural*	*Rechargement structural*	-	-
Aluminium forgé (7040)	*Rechargement non structural*	*Rechargement structural*	*Fonction tribologique*	-
Aluminium laminé (2024)	*Fonction protection type placage*	-	-	-
Aluminium CMM (2009 + 15% SiC)	-	-	*Rechargement structural*	-
Magnésium fonderie (G-Z4TR)	*Rechargement non structural*	*Rechargement structural*	-	*Rechargement non structural*

2.2.3. Propriétés microstructurale et mécanique des revêtements

Les caractéristiques des revêtements sont soumises à un cahier des charges précis où certaines limitations sont déterminantes dans la qualité du revêtement. L'épaisseur, la densité de la microstructure, l'adhérence et les éventuelles traces de polluants sont autant de critères de validité pour les revêtements déposés par cold spray sur les pièces endommagées nécessitant une remise en état.

2.2.4. Détermination de l'adhérence des revêtements

Outre sa microstructure très dense, le système revêtement-substrat doit être le plus adhérent possible afin de satisfaire les exigences industrielles. Classiquement, l'essai d'adhérence par traction plots collés est utilisé pour solliciter les interfaces revêtement-substrat et ainsi déterminer le seuil d'adhérence du revêtement (Chapitre 1, §1.3.2). En complément de cet essai, la technique par choc laser, sollicitation différente du matériau, est envisagée. Se produisant sur un temps extrêmement court (quelques nanosecondes), le choc laser est un essai dynamique (Chapitre 1, §1.3.1), alors que l'essai classique est, quant à lui, quasi-statique (Chapitre 1, §1.3.2). Tous les deux amènent à des valeurs d'adhérence d'ordre de grandeur littéralement différent (Chapitre 6, §4) et ne peuvent être comparé directement (Chapitre 7, §1.1.4). Dans un premier temps, comparer les techniques entre elles et confirmer la résistance à la décohésion des revêtements est nécessaire. Méthode non classique, l'essai LASAT® est utilisé pour conforter les observations et les mesures issues des essais de traction par plots collés, réalisées par le laboratoire IRTES-LERMPS (Belfort-France).

2.3. Processus de rechargement d'un défaut

Dans cette partie, une restauration des dimensions d'une pièce endommagée est envisagée par cold spray. L'objectif est de démontrer la capacité du procédé à réparer une zone géométriquement affectée. Pour cela, une démarche de réparation est proposée et le revêtement déposé est analysé.

2.3.1. Analyse morphologique et topographique de la pièce endommagée

La réparation d'un bord d'attaque (§2.2.2.3) présentant des rayures à sa surface est réalisée. Cette pièce est composée de deux matériaux distincts (Figure 7-39a) : une tôle en aluminium 2024-T3, de 2 à 3 millimètres d'épaisseur, revêtue par une couche protectrice d'aluminium pur 1050. Suivant les zones analysées, cette couche varie entre 30-40 et 80-100 µm. Après endommagement en vol ou lors la maintenance, des rayures sont présentes sur la couche d'aluminium pur (Figure 7-39b). Leurs dimensions sont identifiées et caractérisées par des observations optiques. Elles sont relativement larges : 200 µm environ. Leur profondeur est variable et atteint quelques microns.

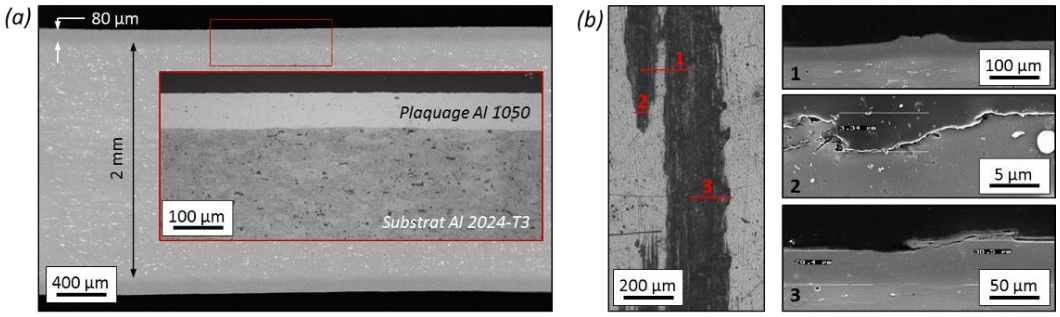


Figure 7-39 : Microstructure de la tôle d'aluminium 2024-T3 avec un plaquage d'aluminium pur 1050, (a) sans endommagement, images en coupe obtenue : au MEB par électrons secondaires et en MO avec une attaque chimique « Keller » (au centre) et (b) avec un endommagement image en vue de dessus en MO (à gauche) et en coupe au MEB dans différentes zones de la rayure (à droite).

Une analyse profilométrique de ces rayures permet d'obtenir une meilleure visualisation et d'appréhender leur recouvrement (Figure 7-40). Les mesures effectuées sur la topographie de surface du bord d'attaque endommagé montrent des rayures orientées préférentiellement (Figure 7-40, en haut à droite). Cette analyse renseigne sur la stratégie à adopter pour combler ces défauts. Cette orientation préférentielle sera utilisée pour la formation du revêtement.

Les rayures sont caractérisées par leurs dimensions. L'analyse de la surface met en évidence les déplacements de matière occasionnés par les rayures de la couche d'aluminium pur 1050. Ces déplacements sont plus ou moins prononcés et atteignent jusqu'à 10 µm de hauteur (Figure 7-40, en bas). La géométrie des rayures, associées à des vallées, est très variable. Certaines sont larges et de faible hauteur, à l'inverse, d'autres sont étroites et d'amplitude plus élevée. Le profil de la surface rayée s'associe à des pentes relativement marquées. Cette surface est celle que les particules vont rencontrer au début du processus de réparation par cold spray. L'angle d'incidence entre l'axe de projection et le plan de la surface varie en fonction de la zone heurtée par la particule. L'étude, consistant à évaluer l'influence de cet angle de projection sur la déformation et la pénétration des particules dans le substrat rugueux (Chapitre 3, §1.1.3), est donc justifiée par ce cas réel.

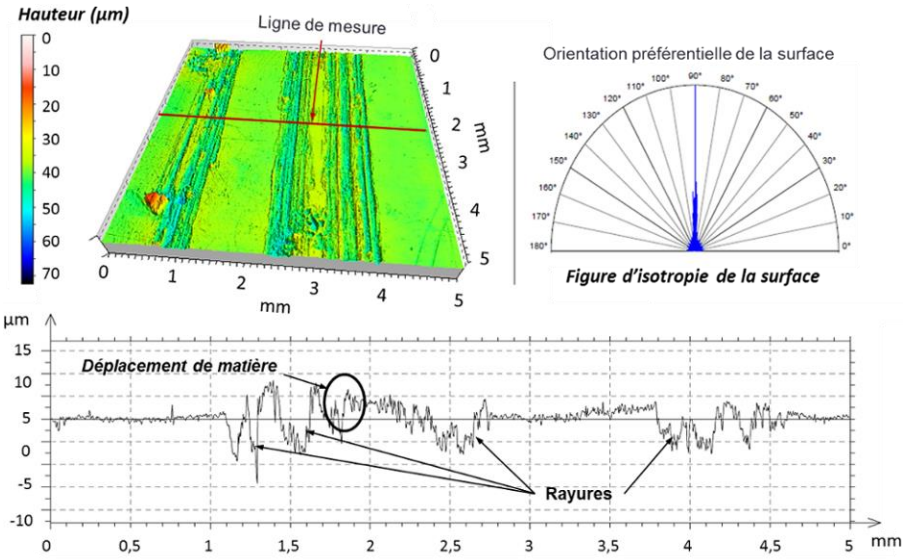


Figure 7-40 : Analyse profilométrique 1D et 2D du bord d'attaque endommagé, présence de multiples rayures impliquant des déplacements de matière en périphérie de la trace laissée par la rayure.

2.3.2. Etapes de rechargement envisagées

Pour restaurer la géométrie initiale de la pièce, un recouvrement des rayures est envisagé en élaborant un revêtement du même matériau que la couche protectrice en aluminium pur. La poudre d'aluminium pur 1050 sphérique donnant lieu à un revêtement dense et adhérent (Chapitre 3, §2.2) est utilisée pour cette réparation. L'opération s'effectue suivant un seul passage de la buse étant donné la faible profondeur à combler et le débit élevé de la poudre. Les paramètres et les conditions de projection utilisés pour ce rechargement (Tableau 7-6) sont issus de la phase d'optimisation réalisée dans le Chapitre 3 (§2.1).

Tableau 7-6 : Paramètres et conditions de projection pour l'élaboration de revêtements d'aluminium pur 1050 sur un substrat d'aluminium pur sphérique 1050 pour le rechargement des rayures des bords d'attaque.

Pression du gaz cold spray (MPa)	*3,0*	*Vitesse de rotation du plateau (tr.min^{-1})*	*8*
Température du gaz cold spray (°C)	*300*	*Pas (mm)*	*1*
Nature du gaz cold spray / porteur	*N_2 / N_2*	*Vitesse d'éclairement horizontale (mm.s^{-1})*	*200*
Débit du gaz cold spray (m^3.h^{-1})	*75,5*	*Vitesse d'éclairement verticale (mm.s^{-1})*	*50*
Débit du gaz porteur (m^3.h^{-1})	*3,8*	*Angle de projection (°)*	*90*
Distance de projection (mm)	*30*	*Nombre de passages de la buse*	*1*
Débit massique de poudre (g.min^{-1})	*22*	*Type de buse*	*33 PBI*

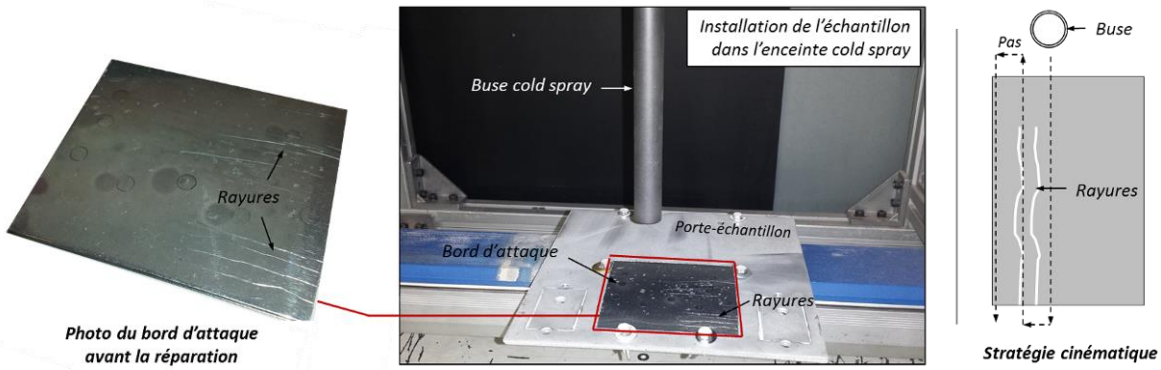


Figure 7-41 : Installation de la pièce à réparer dans l'enceinte cold spray et stratégie cinématique pour le recouvrement des rayures du bord d'attaque.

La partie du bord d'attaque est fixée sur le porte-échantillon de l'enceinte cold spray (Figure 7-41, à gauche). Un programme de surfaçage de l'échantillon est réalisé afin de tenir compte des dimensions de la zone à revêtir. Ici, la surface revêtue se résume à un surfaçage de la surface endommagée, dont la largeur permet de recouvrir les rayures. La stratégie cinématique envisagée est illustrée sur la Figure 7-41, à droite.

2.3.3. Température de la pièce en cours de rechargement

Pendant le rechargement par cold spray, le flux de gaz chauffe sensiblement la pièce en aluminium et l'énergie thermique associée est transmise dans l'épaisseur du matériau. Dans le Chapitre 3 (§4.3), des mesures de température ont été réalisées et ont montré que l'épaisseur du revêtement, la température de gaz et le nombre de passages de la buse avaient une influence sur la température maximale mesurée à la surface non revêtue du substrat (face arrière). Pour une température de gaz de 300°C, une température maximale, de l'ordre de 170°C, est atteinte au centre de la tache de projection. Etant donné que les matériaux utilisés pour le rechargement du bord d'attaque sont identiques à ceux employés pour les analyses thermiques des substrats du Chapitre 3, les résultats obtenus sont valables pour cette application.

2.3.4. Résultats de la réparation dimensionnelle

Afin d'assurer le remplissage des rayures par les particules et de caractériser la microstructure du revêtement, des observations optiques en coupe sont réalisées (Figure 7-42). La couche protectrice d'aluminium pur 1050 est déformée suite aux impacts du cold spray. Ces déformations vont jusqu'à quelques micromètres créant une rugosité à l'interface revêtement-pièce à réparer. Dans cette application, le cas où la couche protectrice est partiellement endommagée est celui privilégié par les industriels. En effet, si la rayure atteint le substrat d'aluminium 2024-T3, alors aucune réparation n'est envisagée. La réparation s'effectue donc uniquement sur la couche protectrice d'aluminium pur. Une projection du même matériau amène à considérer l'impact de particules molles sur un substrat mou (la couche protectrice). Dans cette configuration de matériaux, les déformations au moment des impacts sont plus élevées et la préparation de surface par sablage n'a pas de réelle nécessité. Ainsi, pour l'étude de la réparation du bord d'attaque, aucun sablage n'est réalisé préalablement à la réparation par cold spray.

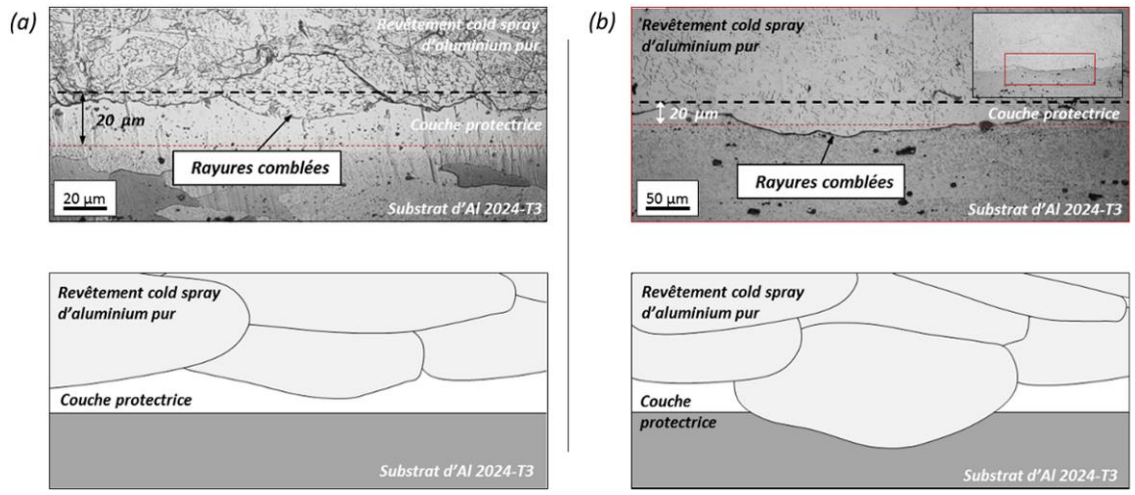


Figure 7-42 : Images optiques en coupe, obtenues avec une attaque chimique « Keller » (en haut) et représentation schématique (en bas) de l'endommagement présent sur un bord d'attaque en aluminium 2024-T3 protégé par une couche d'aluminium pur d'environ 20 µm d'épaisseur et comblées par un revêtement d'aluminium pur 1050, (a) partiel de la couche protectrice et (b) traversant la couche protectrice.

Dans le cas où la rayure ne parvient pas jusqu'au substrat d'aluminium 2024-T3 (Figure 7-42a), les particules déforment légèrement la couche protectrice d'aluminium pur. Lorsque la profondeur des rayures est faible (jusqu'à 10 µm), les déformations engendrées par les impacts de particules projetées effacent le profil observé après l'endommagement (§2.3.1, Figure 7-40). Ce dernier, initialement présent en surface du substrat, est comblé par les particules d'aluminium projetées par cold spray. L'interface entre le revêtement et la couche protectrice ne présente pas de porosité ni de décohésion qui laisseraient à penser que l'adhérence est mauvaise.

Pour une rayure, dont la profondeur engendre une mise à nu du substrat en aluminium 2024-T3 (Figure 7-42b), les particules projetées par cold spray la remplissent et sont directement en contact avec le substrat. L'intégrité de la couche protectrice est rompue sur une longueur correspondant à la largeur de la rayure. La forte densité du revêtement et la formation d'une interface parfaitement continue permettent d'obtenir les propriétés de la couche protectrice endommagée. Le recouvrement du substrat, sensible à la corrosion, est alors réalisé. Cette configuration de matériau, revêtement mou sur un substrat plus dur, nécessiterait, à l'image de l'étude menée dans le Chapitre 3, un sablage du substrat d'aluminium 2024-T3.

2.3.5. Bilan sur le rechargement d'une pièce endommagée

Le procédé cold spray a révélé sa capacité à restaurer (récupérer) les dimensions d'un composant même si celles-ci sont faibles. Le remplissage des rayures a été réalisé avec la formation d'un revêtement dense et, a priori, adhérent. L'intégrité de la couche protégeant le substrat de la corrosion a donc été rétablie.

Après rechargement des défauts par de l'aluminium, une rectification géométrique de la pièce est nécessaire. Le revêtement est déposé sur une surface qu'il convient de ré-usiner par une technique définie par les industriels. La fonction de cette pièce étant la protection contre la corrosion et l'aspect esthétique avec une surface polie miroir, un polissage très fin est envisagé. Cette opération n'a pas été réalisée dans cette étude.

Conclusion de l'influence des matériaux sur l'adhérence des revêtements

Dans ce chapitre, une étude sur les déformations plastiques des matériaux en fonction de leurs duretés respectives a été menée. Le but était d'établir une corrélation entre la résistance mécanique des matériaux (poudre projetée et substrat) et la rugosité de l'interface revêtement-substrat. La détermination de l'adhérence des revêtements a permis de vérifier le rôle majeur de la morphologie de l'interface (§1.1.4). Pour cela, différentes configurations de matériaux ont été étudiées : les systèmes métal-métal (§1.1) et métal-céramique (§1.2). En complément de cette démarche, un processus de rechargement a été entrepris afin d'évaluer la capacité du procédé cold spray à restaurer les propriétés originelles d'une pièce endommagée (§2.3).

En choisissant des substrats purement métalliques, dont les duretés sont suffisamment différentes, l'influence de leur résistance mécanique sur la pénétration des particules projetées et de la préparation de surface du substrat a été mise en évidence (§1.1.2). La morphologie de l'interface a révélé qu'une dureté élevée du substrat, en comparaison de celle de la poudre, permettait d'écrouir davantage les splats. Le phénomène inverse se produit lorsque le substrat devient relativement mou, les particules pénètrent plus profondément dans le substrat. Les déformations plastiques de l'interface sont régies par cette dureté des matériaux, générant ainsi une rugosité d'interface plus ou moins prononcée.

Les mesures d'adhérence des revêtements, par choc laser, confortées par les essais de traction par plots collés, ont révélé deux mécanismes au moment de l'impact des particules (§1.1.4). Un écrouissage des particules est favorisé pour une projection sur substrat plus dur que la poudre : les liaisons sont alors davantage chimiques que mécaniques. Un ancrage accru des particules lors de l'impact se produit sur un substrat de dureté équivalente à celle de la poudre. Pour augmenter la pénétration des particules dans un substrat plus dur que la poudre, une nouvelle configuration de matériaux a été envisagée : la projection d'une poudre composite CMM.

L'association d'une poudre métallique (aluminium) et d'une autre céramique (SiC) apporte à considérer les particules dures de carbure de silicium, jouant le rôle de renforts, comme des points d'ancrages du revêtement. Ces particules, indéformables, pénètrent plus facilement dans le substrat, même si celui-ci est dur (§1.2.2). Elles créent des rugosités qui permettent aux particules d'aluminium projetées en même temps que celles de SiC, d'être fortement déformées lorsqu'elles entrent en collision avec les particules de SiC déjà déposées. L'adhérence des revêtements a, d'ailleurs, permis de mettre en avant le rôle de la granulométrie de ces renforts et de leur répartition spatiale dans la poudre (§1.2.3.2 et §1.2.3.3). Quant à l'effet de la préparation de surface du substrat, le sablage s'est révélé inopérant. Lorsque ce dernier est associé à un ramollissement du substrat par préchauffage, les renforts de SiC parviennent à pénétrer plus profondément dans le substrat. Un niveau d'adhérence, significativement plus élevé, a été mesuré (§1.2.3.5). Les mécanismes se produisant à l'interface dépendent donc fortement de la dureté du substrat qui régit, par ailleurs, la pénétration des particules.

Références bibliographiques

[BAK88] BAKER A.A., JONES R., Bonded repair of aircraft structure, Nijhoff, 1988

[BAK02] BAKER A.A., ROSE L.R.F., JONES R., Advances in the bonded composite repair of metallic aircraft structure, vol. I and II, Elsevier, 2002

[CSA12] Cold-Spray Advanced for Repair, Cahier des charges du projet, Octobre 2012

[FAU14] FAUCHAIS P.L. HEBERLEIN J.V.R., BOULOS M.I., Thermal Spray Fundamentals – From Powder to Part, Springer, 2014

[GIR14] GIRAUD D., *Etude des composantes mécanique et métallurgique dans la liaison revêtement-substrat obtenue par projection dynamique par gaz froid pour les systèmes « aluminium/polyamide 6,6 » et « titane/TA6V »*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Juin 2014

[GUP01] GUPTA M., SRIVATSAN T.S., *Interrelationship between matrix microhardness and ultimate tensile strength of discontinuous particulate-reinforced aluminum alloy composites*, Materials Letters, 51, 2001, p. 255-261

[GRI15] GRIGORIEV S., OKUNKOVA A., SOVA A., BERTRAND P., SMUROV I., *Cold spraying: from process fundamentals towards advanced applications*, Surface & Coatings Technology, 268, 2015, p. 77-84

[JON11] JONES R., MATTHEWS N., RODOPOULOS C.A., CAIRNS K., PITT S., *On the use of supersonic particle deposition to restore the structural integrity of damaged aircraft structures*, International Journal of Fatigue, 33, 2011, p. 1257-1267

[LEE07] LEE J. C., KANG H. J., CHU W. S., AHN S. H., *Repair of Damaged Mold Surface by Cold-Spray Method*, Annals of the CIRP, 56 (1), 2007, p. 577-580

[MAT93] MATSUMOTO Y., HIROTA K., YAMAGUCHI O., et al., *Mechanical properties of hot isostatically pressed zirconia-toughened alumina ceramics prepared from coprecipitated powders*, Journal of the American Ceramic Society, 76, 1993, p. 2677-2680

[ROD09] RODRIGO P., CAMPO M., TORRES B., ESCALERA M.D., OTERO E., RAMS J., *Microstructure and wear resistance of Al-SiC composites coatings on ZE41 magnesium alloy*, Applied Surface Science, 255, 2009, p. 9174-9181

[TOR10] TORRES B., GARRIDO M.A., RICO A., RODRIGO P., CAMPO M., RAMS J., *Wear behaviour of thermal spray Al/SiCp coatings*, Wear, 268, 2010, p. 828-836

[SAN08] SANSOUCY E., MARCOUX P., AJDELSZTAJN L., JODOIN B., *Properties of SiC-reinforced aluminum alloy coatings produced by the cold gas dynamic spraying process*, Surface & Coatings Technology, 202, 2008, p. 3988-3996

[VIL10] VILLAFUERTE J., *Current and future applications of cold spray technology, Recent trends in cold spray technology: Potential applications for repair of military hardware*, NATO RTO-MP-AVT-163, 2010, p. 1–14

[WAN12] WANG Q., BIRBILIS N., ZHANG M.-X., *On the formation of a diffusion bond from cold-spray coatings*, Metallurgical and Materials Transactions A, 43, 2012, p. 1395-1399

[YAM10] YAMADA M., ISAGO., NAKANO H., FUKUMOTO M., *Cold spraying of TiO_2 photocatalyst coating with nitrogen process gas*, Journal of Thermal Spray Technology, 19(6), 2010, p. 1218-1223

[YAN14] YANDOUZI M., GAYDOS S., GUO D., GHELICHI R. and JODOIN B., *Aircraft skin restoration and evaluation*, Journal of Thermal Spray Technology, 23(8), December 2014, p. 1281-1290

[YU13-1] YU M., LI W.-Y., SUO X.K., LIAO H.L., *Effects of gas temperature and ceramic particle content on microstructure and microhardness of cold sprayed SiCp/Al 5056 composite coatings*, Surface & Coatings Technology, 220, 2013, p. 102-106

[YU13-2] YU M., LI W.-Y., WANG F.F., SUO X.K., LIAO H.L., *Effect of particle and substrate preheating on particle deformation behavior in cold spraying*, Surface & Coatings Technology, 220, 2013, p. 174-178

[YU14] YU M., SUO X.K., LI W.Y., WANG Y.Y., LIAO H., *Microstructure, mechanical property and wear performance of cold sprayed Al5056/SiCp composite coatings: Effect of reinforcement content*, Applied Surface Science, 289, 2014, p. 188-196

Conclusion générale et Perspectives

Conclusion générale

L'étude présentée dans ce mémoire a permis d'appréhender les mécanismes de liaison entre un revêtement élaboré par cold spray et son substrat dont la topographie de surface avait été préalablement modifiée. Si l'ancrage mécanique, régissant pour partie l'adhérence d'un revêtement, est favorisé pour une projection de matériau plus dur que le substrat lisse, il est présent pour un impact de particule molle sur un substrat plus dur sablé, mais n'est, à ce jour, que partiellement étudié. Une modification morphologique de la surface avant la projection a pour effet d'encourager cet ancrage mécanique. Un couple métal-métal dont les matériaux étaient l'aluminium pur 1050 pour le revêtement et l'aluminium 2024-T3 pour le substrat, a été choisi pour étudier les mécanismes se produisant à l'interface revêtement-substrat. *In fine*, l'adhérence entre les matériaux a été déterminée en fonction de la morphologie de l'interface avec une mise en relief des influences topographiques.

Synthèse des résultats de l'étude

Une étude préliminaire a été menée pour caractériser les matériaux. La microstructure, la granulométrie et la morphologie des poudres ont été analysées. La détermination des propriétés mécaniques des poudres et des substrats a été entreprise afin de comparer les duretés respectives du couple de matériaux. De plus, des montages et des méthodes d'essais (projection sur plans inclinés, préparation de surface des substrats par sablage notamment) ont été développés pour évaluer l'influence de certains paramètres.

Après la caractérisation des matériaux, la formation de revêtements métalliques par cold spray a été entreprise. Si les résultats de la bibliographie sont parfois contradictoires sur le rôle du sablage en cold spray, son intérêt est, ici, démontré. En conférant aux substrats métalliques des rugosités variées, une gamme granulométrique des particules projetées a été choisie. Ce choix a servi de justification à la création de surfaces morphologiquement différentes par l'utilisation de plusieurs granulométries de corindon de sablage. Deux poudres de tailles sensiblement différentes, ont été projetées : un diamètre moyen de 10 µm pour la plus fine et de 30 µm pour la plus grossière. L'influence des paramètres de projection, tels que la pression et la température de gaz mais également l'angle de projection, a été mise en évidence (Chapitre 3, §2). Les rendements de projection et la microstructure des revêtements ont été étudiés montrant de grandes variations.

Si le cœur des travaux de la thèse a utilisé des moyens expérimentaux (mesure de la vitesse des particules par DPV 2000 et de la température de la face arrière du substrat par thermocouples), une étude numérique a été réalisée pour atteindre les paramètres physiques liés à la morphologie de surface, ce qui ne pouvait être envisagé expérimentalement. La détermination des paramètres d'impact a été entreprise afin de mettre en avant les déformations plastiques (Chapitre 3, §4). Pour appréhender les mécanismes de liaison entre la particule et le substrat, une analyse topographique originale des surfaces par un dimensionnement des rugosités, a été menée. L'étude de la rugosité de surface a, ensuite, été le fil conducteur de cette thèse qui s'est attelée à deux notions : la topographie de surface du substrat et la morphologie de l'interface revêtement-substrat.

Topographie de surface

Les projections entreprises sur des surfaces dont la morphologie a, notamment, été modifiée par sablage, ont engendré une nouvelle topographie du substrat. Les particules projetées sont sensibles à cette dernière. C'est pourquoi, une étude sur la caractérisation de la surface sablée a été menée afin de déterminer les mécanismes d'adhésion des particules projetées par cold spray (Chapitre 4, Partie 1). Les déformations plastiques du substrat, engendrées par le sablage, confèrent un profil aléatoire, complexe à aborder. Une identification des paramètres de rugosité a été réalisée et l'analyse a consisté à dimensionner chacune des rugosités générées par le sablage du substrat. Le développement d'une technique d'identification des rugosités, fondée sur les variations spatiales du profil d'une surface, a ainsi été entrepris.

La déformation plastique des matériaux a été considérée afin de déterminer la sensibilité de la particule projetée et du substrat, lors d'un impact sur substrat rugueux. Les dimensions des rugosités se sont avérées être un critère déterminant pour la morphologie finale des particules déposées. Un filtre morphologique a été développé et a permis d'établir une relation entre le diamètre de la particule projetée et les dimensions des rugosités du substrat. Des paramètres médians de la surface rugueuse ont, ainsi, pu être extraits en fonction du niveau de filtre utilisé. Pour de grosses particules, les petites rugosités ne sont pas prises en compte. A l'inverse, les très petites particules sont influencées par les rugosités de surface les plus réduites. La notion de surface vue par la particule a ainsi été introduite.

Morphologie de l'interface

Une analyse des profils de l'interface revêtement-substrat a permis de mettre en évidence les mécanismes se produisant lors de l'impact des particules sur un substrat rugueux (Chapitre 4, Partie 2). L'évolution du profil de surface a pu être suivie pour différentes conditions d'impact. Les effets de l'angle de projection et de rugosités créées par sablage du substrat ont été identifiés. Les particules sont captées par les rugosités de la surface. Ce phénomène a été particulièrement vérifié pour des projections réalisées sous faibles angles. Une corrélation a pu être établie entre le profil de surface du substrat avant projection et le profil de l'interface, c'est-à-dire après l'élaboration du revêtement.

La simulation de l'impact d'une particule d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 a permis d'étudier la morphologie finale de l'interface particule-substrat (Chapitre 5, §4). Les déformations plastiques locales ont été mises en évidence et corrélées avec les dimensions des rugosités rencontrées par la particule. L'intérêt de l'emploi d'un filtre pour prédire la rugosité vue par la particule, a pu être démontré par la comparaison des déformations plastiques dans le système particules-substrat. Cette opération a été réalisée en mettant en parallèle les résultats de l'impact d'une particule sur un substrat à la rugosité réelle (cas expérimental) sur un autre à la rugosité dite équivalente vue par la particule (cas numérique).

Adhérence des revêtements et morphologie de surface

Une étude sur l'influence des rugosités du substrat a été menée. L'objectif était d'établir un lien entre la morphologie de l'interface et l'adhérence du revêtement (Chapitre 6, §5). Régie par les liaisons générées entre le substrat et la première couche des particules déposées, l'adhérence résulte de liaisons métallurgiques et/ou mécaniques. Ces dernières ont été particulièrement étudiées. Deux éléments peuvent influencer l'adhérence du revêtement : la microstructure du revêtement et la morphologie de l'interface. Des paramètres de projection non optimisés conduisent à des porosités et une faible déformation plastique de la particule et

du substrat, c'est-à-dire une microstructure du revêtement non idéale. Dans ce cas, la rupture de l'interface est facilitée et le niveau d'adhérence bas. La morphologie de l'interface est, quant à elle, régie par la rugosité du substrat avant projection. La captation des particules, associée à un plus faible taux de rebond, par les rugosités a été mise en évidence, notamment, pour de faibles angles de projection. De plus, la pénétration des particules dans le substrat est plus élevée, augmentant, ainsi, la surface de contact du système. Enfin, les essais LASAT® ont permis de mettre au jour une corrélation entre la morphologie de l'interface et le niveau d'adhérence. Un seuil de rupture a été déterminé numériquement pour des interfaces rugueuses et comparé aux résultats expérimentaux.

L'élaboration de revêtements par cold spray a été réalisée avec des matériaux dont les duretés, du substrat et de la poudre, sont relativement différentes. Une analyse des interfaces revêtement-substrat a révélé le rôle majeur des caractéristiques mécaniques des matériaux sur les déformations plastiques et sur la morphologie de l'interface (Chapitre 7, §1 et §2). Deux mécanismes ont pu être identifiés en fonction de la dureté respective des matériaux : un fort écrouissage de la particule sur un substrat plus dur qu'elle, et une pénétration accrue de la particule dans un substrat mou. Dans ce dernier cas, l'amortissement de la particule est élevé, ce qui favorise l'ancrage des particules et augmente l'adhérence des revêtements. Lorsque le substrat est dur, en comparaison avec la poudre projetée, les ancrages sont limités. Par un sablage du substrat, l'enchâssement des particules peut être amélioré. La projection de poudre composite (aluminium et renforts SiC), a montré le rôle déterminant des renforts pour la création des rugosités. Ces dernières améliorent sensiblement l'accrochage mécanique des particules plus molles qui se déforment intensément lors de l'impact.

Perspectives de l'étude

Elaboration de revêtements d'aluminium

Des revêtements métalliques denses ont été obtenus grâce à l'optimisation des paramètres et des conditions de projection. L'effet bénéfique d'une préparation de surface par sablage a été mis en avant (Chapitre 3, §1.1). Les mécanismes d'adhésion, se produisant lors de l'impact des particules, sur les rugosités générées par ce procédé sont complexes à interpréter. Une modification morphologique de la surface par la formation de motifs périodiques, dont les dimensions peuvent être maîtrisées par structuration laser, amènerait une compréhension plus précise des phénomènes. Les déformations du système particule-substrat ne seraient pas perturbées par les micro-rugosités dont la contribution demeure difficile à appréhender.

Les projections ont été réalisées pour des températures relativement faibles (300°C) car limitées par la buse polymère utilisée. L'utilisation d'une buse à géométrie identique, résistant à des températures plus hautes, peut être envisagée tout en maintenant une vitesse de particules très élevée. Un matériau avec une capacité calorifique plus faible permettrait d'élaborer des revêtements encore plus denses et plus épais.

Analyse morphologique de la surface et des interfaces

La méthode entreprise pour caractériser morphologiquement les surfaces aléatoires et les interfaces est limitée par la procédure d'isolement des rugosités déterminantes pour la déformation des matériaux (Chapitre 4, Partie 1, §4.1). En filtrant les rugosités du profil, seules les variations spatiales de deux vallées successives sont prises en compte. L'amélioration de cette méthode permettrait de considérer les micro-variations du profil. Celui-ci pourrait, d'ailleurs, être obtenu de manière bien plus représentative à l'interface revêtement-substrat par microtomographie, une technique, certes, assez lourde dans sa mise en œuvre mais efficace. Une analyse de l'interface pourrait ainsi être envisagée pour isoler le profil 2D séparant le revêtement de son substrat. En travaillant avec des matériaux à base d'aluminium chimiquement proches, une infiltration de gallium permettrait de distinguer ce profil.

Simulation numérique d'impact

Le modèle développé pour la simulation de l'impact d'une particule sur un substrat a dû faire appel à plusieurs hypothèses et approximations dans la méthode de calcul (Chapitre 5, §1.1.3). Par exemple, la prise en compte des propriétés mécaniques réelles du revêtement et non pas celles du matériau massif, pourraient apporter plus de précisions dans les résultats obtenus.

La limitation du modèle de Johnson-Cook, pour des vitesses de déformation très élevées (de 10^7 à 10^9 s^{-1}), a déjà été évoquée dans plusieurs travaux et pourrait être résolue par l'utilisation de modèles plus adaptés [JEU08]. De plus, la prise en compte des coefficients matériaux utilisés pour la poudre sont ceux obtenus sur des matériaux massifs. Leur microstructure est éloignée de celle d'une poudre atomisée. Des mesures de nanoindentation seraient un moyen de déterminer des coefficients plus proches de la réalité que ceux actuellement utilisés.

D'un point de vue morphologique, trois points pourraient être améliorés par rapport au modèle numérique utilisé dans cette thèse. Le premier d'entre eux porte sur la morphologie finale du système

particule-substrat qui serait modifiée par l'intégration d'un critère d'adhérence. Le rebond systématique de la particule serait ainsi évité et la déformation plastique pleinement considérée.

Le deuxième consisterait à déposer une particule sur différentes zones de la surface rugueuse et ne se limiterait pas au cas idéal et restreint d'un impact dans le creux d'une rugosité.

Enfin, le troisième est l'utilisation de modèles d'empilement évolués fondés sur la morphologie mathématique [DES13] [DEL15] permettant de simuler des impacts multiples. La déformation plastique engendrée par les particules adjacentes à celle déposée initialement conduirait à un regard global sur les mécanismes d'impact et d'empilement. Le passage de l'échelle micrométrique (celle de la particule) à l'échelle macroscopique (celle du revêtement) permettrait de déterminer la morphologie de l'interface revêtement-substrat. Cette approche aurait pour but d'évaluer l'influence de la rugosité initiale du substrat sur l'ancrage mécanique des particules et la construction du revêtement.

Par le choix délibéré de n'étudier que la contribution mécanique de l'adhérence des particules, les mécanismes physico-chimiques ont été mis de côté même si indirectement ils lui sont liés. Par projection sur des rugosités comme sur une surface plane, des déformations intenses ainsi que des échauffements locaux particulièrement élevés, provoqués par les frottements particule-substrat, ont pu être mesurées. Les aspects physico-chimiques des liaisons particules-substrat seraient alors mis en avant. Une étude, utilisant notamment les résultats des impacts réalisés numériquement, sur les phénomènes favorisant les liaisons métallurgiques pourrait être menée. Un complément à l'étude réalisée sur la morphologie des interfaces revêtement-substrat, serait alors obtenu.

Essai d'adhérence par choc laser

La fissuration de l'interface suite au passage de l'onde générée par le choc laser dépend fortement de la rugosité de l'interface revêtement-substrat (Chapitre 6, §4). Considérer cette rugosité dans la simulation de l'essai d'adhérence permettrait de comprendre les mécanismes de propagation de l'onde au contact d'une interface rugueuse. Des travaux avaient déjà évoqué ce phénomène en mettant en avant des concentrations de contraintes [ARR04] et des réflexions d'onde [BAR04] localisées, sans toutefois approfondir ces mécanismes et leurs influences respectives sur la fissuration de l'interface.

Perspectives industrielles

Les duretés respectives de la poudre et du substrat sont également un point majeur qu'il conviendrait de prendre en compte. L'adhérence étant régie, notamment, par la pénétration des particules dans le substrat, ce paramètre est déterminant pour évaluer l'intérêt d'une préparation de surface du substrat. En cold spray, cette modification morphologique de surface est, en particulier, préconisée lorsqu'un matériau relativement mou est projeté sur un substrat plus dur. Dans ce dernier cas, une corrélation entre la granulométrie des particules projetées par cold spray et les dimensions des rugosités générées par sablage du substrat a été mise en évidence. La prise en considération systématique de la taille des poudres projetées serait à effectuer lorsque les revêtements sont élaborés sur des surfaces rugueuses. Pour maximiser l'adhérence du revêtement, cette préconisation devrait être retenue par les industriels par une caractérisation

topographique des surfaces rugueuses. Ces dernières pourraient être modifiées géométriquement par d'autres techniques de préparation de surface, comme la structuration par laser.

L'obtention de revêtements denses a été démontrée dans l'étude par la détermination de paramètres et de conditions optimisés. Pour assurer leur maintien tout au long du processus de rechargement de la pièce endommagée, une robotisation du procédé cold spray serait à envisager. L'angle de projection ainsi que la distance de projection seraient alors maintenus à des niveaux permettant la formation de revêtements compacts avec un haut rendement.

La construction du revêtement par cold spray a été étudiée dans le Chapitre 3 et a permis de révéler sa microstructure. Un gradient de porosité a été mis en évidence et peut, dans certains cas, s'avérer être une propriété inacceptable. Une montée en épaisseur serait alors obligatoire pour l'obtention de revêtements denses et homogènes. Pour pallier cet effet, une densification des couches déjà déposées pourrait être envisagée. L'exemple de la co-projection de carboglace détaillé dans le Chapitre 3 (§1.2) est une voie à explorer. Des études ont été dans ce sens, notamment celle de Luo [LUO15] par un grenaillage *in situ* au procédé cold spray pour l'élaboration de revêtements métalliques. Comme pour l'utilisation de carboglace, la densification et la réduction du taux de rebond ont été démontré. Cette configuration de projection pourrait tout à fait être entreprise dans l'industrie, directement sur pièce. Toutefois, pour ce qui est du grenaillage, une vérification de son influence sur les contraintes induites dans le matériau serait à préconiser.

Références

[ARR04] ARRIGONI M., *Influence de la rugosité, porosité et de l'épaisseur sur des cibles bimatériaux soumises au procédé LASAT (LASer Adhérence Test)*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, Décembre 2004

[BAR04] BARRADAS S., JEANDIN M., ARRIGONI M., BOUSTIE M., HE H.L., BOLIS C., BERTHE L., *Study of adhesion of copper coating obtained by laser-Assisted plasma spraying-PROTAL(r) using the LAser Shock Adhesion Test (LASAT)*, Journal of Materials Science, 39(8), 2004, p. 2707-2716

[DEL15] DELLORO F. *Méthodes morphologiques et par éléments finis combinées pour une nouvelle approche de la modélisation 3D du dépôt par projection dynamique par gaz froid (« cold spray »)*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Juillet 2015

[DES13] DESCURNINGES L.-L., *Influence de l'oxydation des particules de poudres de tantale sur les propriétés des dépôts cold spray*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Décembre 2013

[JEU08] JEUNECHAMPS P., *Simulation numérique, à l'aide d'algorithmes thermomécaniques implicites, de matériaux endommageables pouvant subir de grandes vitesses de déformation. Application aux structures aéronautiques soumises à impact*, Thèse de doctorat, Université de Liège, 2008

[LUO15] LUO X.-T., LI C.-X., YANG G.-J., LI C.-J., *Development of the microstructure and mechanical properties of cold-sprayed IN718 alloy coating by a novel in-situ shot peening process*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2015, 11-14 May, Long Beach, California, DVS, 2015, p. 293-298

Annexes de l'étude

SOMMAIRE

ANNEXES DE L'ETUDE 299

ANNEXE A. MATERIAUX METALLIQUES ET COMPOSITES 303

A.1. POUDRES METALLIQUES ET COMPOSITES 303
A.1.1. Elaboration des poudres 303
A.1.2. Caractérisation des poudres 305
A.1.3. Microstructure des poudres composites 306
A.1.4. Oxydation des poudres 307
A.2. SUBSTRATS METALLIQUES ET COMPOSITES 307
A.2.1. Microstructure et élaboration 307
A.2.2. Propriétés mécaniques et physiques des substrats de l'étude 310
A.3. CONTRAINTES RESIDUELLES DANS UN MATERIAU SABLE 311

ANNEXE B. FABRICATION ADDITIVE PAR COLD SPRAY 315

B.1. MONTAGE EXPERIMENTAL ET CONDITIONS DE PROJECTION 315
B.2. ANALYSE MORPHOLOGIQUE ET MICROSTRUCTURALE DES REVETEMENTS 315
B.2.1. Observations macroscopiques des revêtements 315
B.2.2. Etude microstructurale des revêtements 318
B.2.3. Analyse en dureté du système revêtement-substrat 320
B.2.4. Conclusion et perspectives 320

ANNEXE C. EFFET DE L'ANGLE DE PROJECTION SUR LA GEOMETRIE DE LA TACHE DE PROJECTION 321

C.1. DIMENSION DE LA TACHE DE PROJECTION 321
C.2. VARIATION DE LA DISTANCE DE PROJECTION 325

ANNEXE D. INFLUENCE DE L'ANGLE DE PROJECTION SUR LA VITESSE DES PARTICULES 327

D.1. EVOLUTION DES COMPOSANTES DE LA VITESSE 327
D.2. SEUIL D'ADHESION DES PARTICULES 327

ANNEXE E. CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LE REVETEMENT APRES UN ESSAI D'ADHERENCE PAR CHOC LASER 329

E.1. SYSTEME REVETEMENT-SUBSTRAT AVANT LE CHOC LASER 329
E.2. ETUDE DU REVETEMENT D'ALUMINIUM APRES LE CHOC LASER 330

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES 331

Annexe A. Matériaux métalliques et composites

A.1. Poudres métalliques et composites

A.1.1. Elaboration des poudres

A.1.1.1. Elaboration d'une poudre métallique

Initialement à l'état massif, c'est-à-dire en barre ou en cylindre, le matériau est mis à l'état liquide puis par passage dans une buse sous pression, la matière est transformée en fines gouttelettes. Dans la chambre d'atomisation, un séchage par convection a lieu et refroidit considérablement les particules qui deviennent solides (Figure A-1).

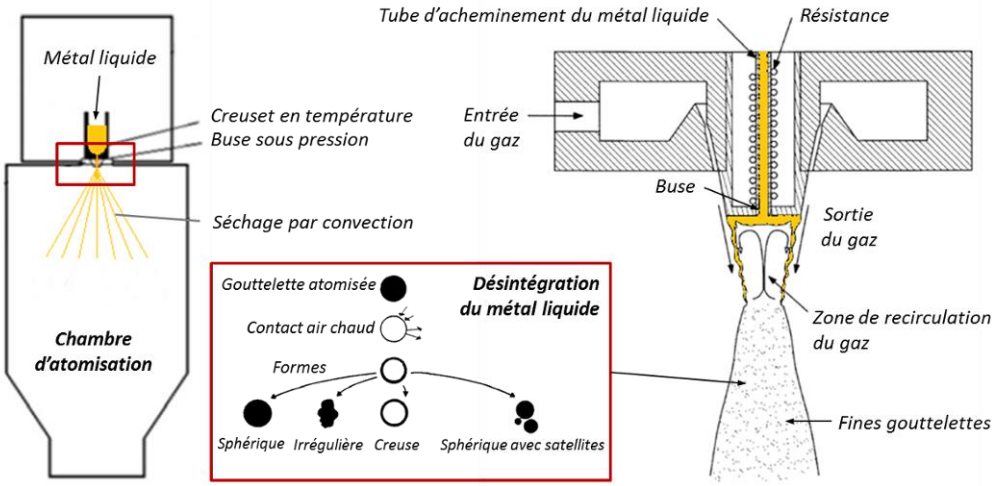


Figure A-1 : Procédé d'atomisation d'une poudre métallique sous gaz [MAS91] [UNA06] [YAN10].

A.1.1.2. Elaboration d'une poudre composite

Différents procédés existent pour élaborer des poudres composites dont le but est d'améliorer les propriétés, notamment tribologiques, de la matrice. La microstructure des poudres est changée et influence, ainsi, la morphologie du revêtement [GRI15]. Le mélange de poudres par frittage ou par formage à chaud (extrusion ou laminage) permet de s'affranchir de la mouillabilité des matériaux [UOZ06]. Dans notre cas, l'élaboration de la poudre composite s'effectue par association de matériaux pulvérulents : l'aluminium (matrice) et le carbure de silicium (renforts céramiques). Trois procédés peuvent être employés.

Poudre obtenue par voie de mécano-synthèse

La mécano-synthèse est un procédé consistant à élaborer des composés de toutes sortes, intermétalliques [ZAM87], nitrures [CHO94], ioniques [MAT93] et composites [CIZ94], à l'état solide de tailles microniques ou submicroniques. Une action mécanique peut être nécessaire pour former le composé, par exemple un broyage. Cette technique par broyage à haute énergie a pour but de réduire la taille des particules mais aussi de mélanger intimement plusieurs composés (Figure A-2). Dans certains cas, une réaction chimique et des transformations de phases opèrent. Cette opération se réalise à l'aide d'un broyeur dont il existe différentes déclinaisons : système vibrant, tournant ou planétaire. Associées à des billes, les poudres sont

animées d'un mouvement général d'entraînement mécanique ou de rotation, où les quantités d'énergie mises en jeu varient.

Les paramètres du broyeur mécanique utilisé pour l'étude sont présentés dans le Tableau A-1. Une énergie de broyage suffisante implique que la proportion de billes dans le broyeur ne doit pas occuper une fraction trop élevée du volume de la jarre. En pratique, un tiers du volume est rempli par les billes.

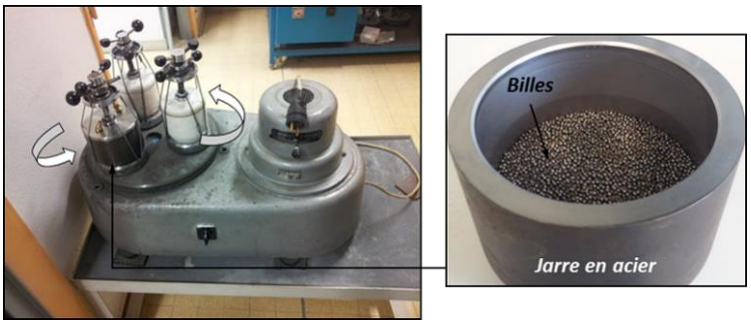


Figure A-2 : Broyeur pour la mécano-synthèse, équipement LIFCO Industries.

Tableau A-1 : Paramètres de broyage mécanique pour l'élaboration de poudres composites Al-SiC.

Type de jarre	*Acier inoxydable*
Atmosphère de broyage	*Argon*
Nature des billes / diamètre (mm)	*Alumine / 4,5 – 5,5*
Vitesse de broyage (tours.min^{-1})	*200*
Rapport massique billes / poudre	*10 / 1*
Durée du broyage (min)	*20*

Poudre élaborée par voie de mécano-fusion

La mécano-fusion est un procédé qui permet l'enrobage de particules de poudre par une poudre relativement plus fine dans le but de lui conférer des propriétés différentes. Comme pour la mécano-synthèse, les deux poudres sont intimement mélangées et la plus fine vient recouvrir l'autre – pour former un revêtement à sa surface – par la combinaison de forces de compression, de friction et de cisaillement [JAY09]. Des échauffements se produisent, permettant l'augmentation de l'adhésion des deux poudres (Figure A-3). Une cire organique est souvent utilisée pour favoriser l'agglomération des particules fines en surface. L'équipement NOBILA-130© de LIFCO Industries est utilisé pour l'élaboration des poudres composites d'aluminium enrobées par du SiC. Les paramètres de fonctionnement sont résumés dans le Tableau A-2.

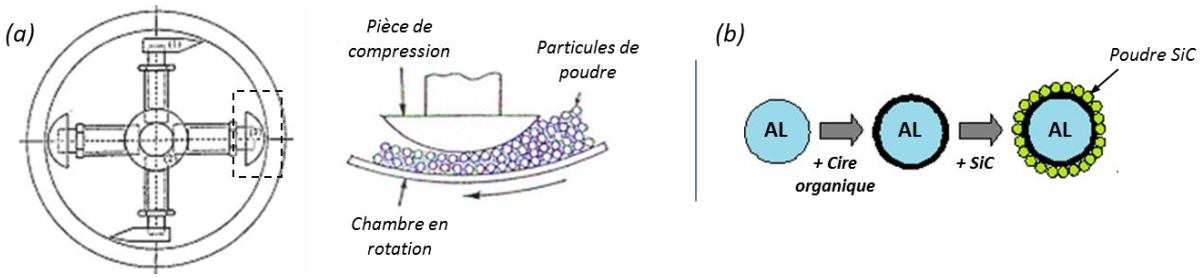


Figure A-3 : (a) Principe de la mécano-fusion et (b) Etapes de la fabrication d'une poudre composite Al-SiC.

Tableau A-2 : Paramètres du procédé de mécano-fusion pour l'élaboration des poudres composites Al-SiC.

Puissance (kW)	*5,5*
Refroidissement / température (°C)	*Eau / 20*
Atmosphère d'enrobage	*Argon*

Poudre élaborée par voie du mélange

Une fois la détermination de la fraction volumique ou massique des renforts effectuée, la méthode de préparation de la poudre composite par mélange mécanique s'effectue à l'aide d'un turbula Bioengineering Inversina© (ou mélangeur tridimensionnel) (Figure A-4). Les poudres constituant respectivement la matrice et les renforts céramiques sont injectées dans un récipient. Ce dernier est hermétiquement fermé et placé sur le système mobile à trois axes. Selon la théorie du retournement géométrique de Paul Schatz[1], la rotation, la translation et l'inversion sont mêlées pour effectuer le mélange des poudres. L'opération a lieu durant plusieurs heures dans une enceinte protégée des polluants volatiles (poussières). Les poudres sont ainsi mélangées afin d'obtenir une très bonne homogénéité. Utilisées pour leurs propriétés intrinsèques, les poudres composites sont de plus en plus intéressantes. Dans notre cas, les aspects tribologiques sont déterminants et l'inclusion de particules de carbure de silicium dans une matrice d'aluminium est envisagée.

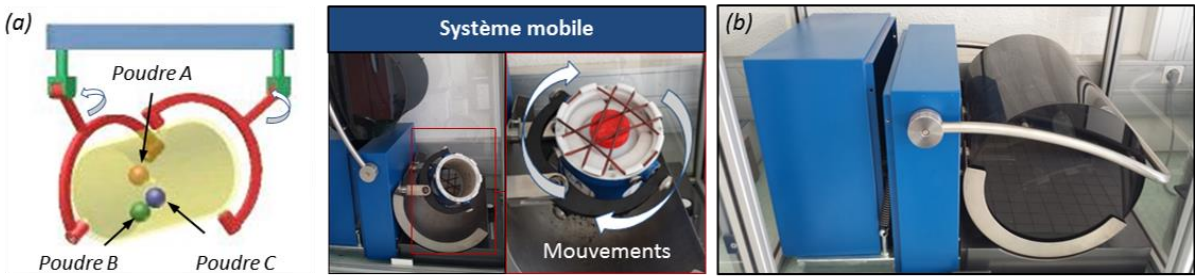


Figure A-4 : (a) Système et mouvements mécaniques et (b) enceinte du turbula (mélangeur de poudres).

A.1.2. Caractérisation des poudres

Les résultats de la caractérisation de la poudre d'aluminium 2024 élaborée par TLS ont été réalisés grâce à des moyens optiques. L'appareil Morphologi G3© a permis de caractériser précisément la taille des particules et leur morphologie. Pour cela, un grand nombre de particules sont analysées et les données collectées, issues de l'observation optique de chaque particule, sont moyennées dans le but d'obtenir une statistique des résultats : environ 50 000 particules composent l'échantillon. Le Tableau A-3 résume les valeurs caractéristiques de la poudre : sa granulométrie (Figure A-5a) et sa morphologie (Figure A-5b).

Tableau A-3 : Valeurs caractéristiques associées à la granulométrie et à la morphologie de la poudre d'aluminium 2024.

	Diamètre (µm)	***Diamètre équivalent (µm)***	***Circularité***	***Convexité***	***Solidité***	***Aspect Ratio***	***Elongation***
D[v, 10]	*32,73*	*30,21*	*0,80*	*0,95*	*0,94*	*0,70*	*0,02*
D[v, 50]	*62,49*	*67,52*	*0,95*	*0,98*	*0,98*	*0,88*	*0,12*
D[v, 90]	*106,36*	*97,64*	*0,99*	*0,99*	*0,99*	*0,98*	*0,30*

[1] Inventeur suisse qui mit en place dès 1929 la théorie, portant son nom, sur l'inversion géométrique.

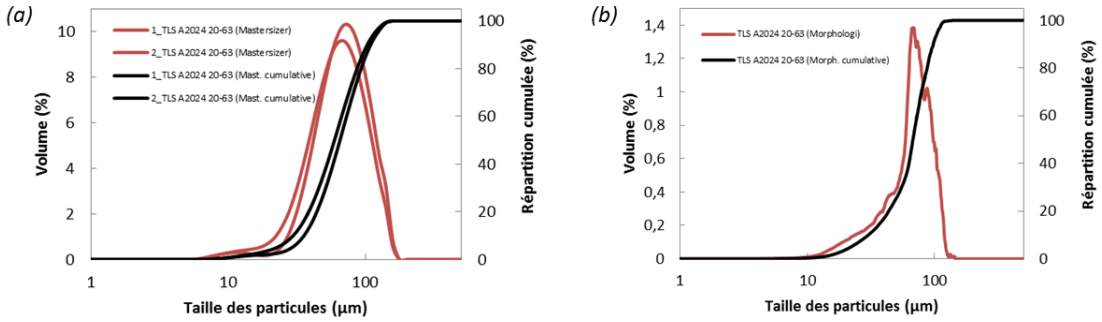


Figure A-5 : Répartition (a) granulométrique et (b) morphologique de la poudre d'aluminium 2024.

A.1.3. Microstructure des poudres composites

Les observations en microscopie optique et au MEB de la poudre d'aluminium 2009 (Figure A-6) montrent quelques particules allongées, même si la majorité est sphérique. Cette poudre est dite sphéroïdale. L'imagerie en coupe de ses particules fait apparaître de nombreux joints de grains très proches les uns des autres. Quant aux particules de SiC, très anguleuses, elles possèdent une granulométrie resserrée en comparaison de celle de l'aluminium. Différents grades de poudres sont étudiés afin d'évaluer l'influence potentielle de la taille des particules sur les propriétés du revêtement.

De nombreuses études ont été menées pour connaître l'effet de la fraction volumique des renforts céramiques dans une matrice d'aluminium ductile (CMM) sur les propriétés mécaniques et tribologiques du revêtement [DIL15]. Il en résulte que cette fraction en SiC ne doit pas être trop élevée, ni trop faible, si l'on souhaite maintenir les propriétés supplémentaires apportées par ces renforts. Autour de 15% en volume, les renforts céramiques jouent pleinement leur rôle de cohésion de la matrice en générant une résistance optimale à l'usure et aux frottements. Cette répartition volumique sera notée par la suite : Al (1-x) – (x) SiC, où x désigne la fraction volumique (en %) de SiC dans la matrice. Les industriels préconisent, d'ailleurs, cette répartition volumique de SiC dans leurs pièces CMM.

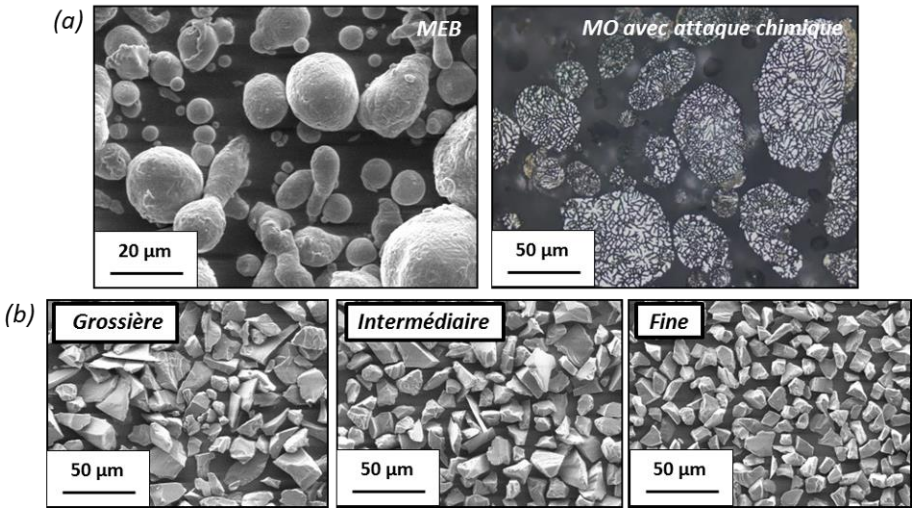


Figure A-6 : (a) Images MEB en électrons secondaires (à gauche) et MO avec attaque chimique « Keller » (à droite) de la poudre d'aluminium 2009 et (b) images MEB en électrons secondaires des poudres de SiC de différents grades : grossier, intermédiaire et fin.

A.1.4. Oxydation des poudres

L'aluminium pur 1050, employé lors de cette étude, ne présente aucun élément d'alliage (série des 1000 présentée dans le §2.1.1.2) et est utilisé pour protéger contre la corrosion. L'oxydation de l'aluminium se traduit par la formation d'une couche protectrice d'alumine Al_2O_3 en surface, qui limite le phénomène de corrosion.

Une étude de l'oxydation des poudres d'aluminium par la technique de Diffraction des Rayons X (DRX) ne permet pas de mettre en avant une éventuelle couche d'oxyde en surface des particules (Figure A-7). En effet, si la couche d'oxyde est présente, son épaisseur est de l'ordre du nanomètre [DES13], c'est-à-dire, trop fine pour être détectée. Son identification nécessiterait des techniques plus pointues. L'étude ne s'attarde pas sur les effets de l'oxydation des particules sur le comportement à l'impact. Néanmoins, des travaux ont montré des influences de la couche d'oxyde sur la tenue mécanique des revêtements de tantale [DES13].

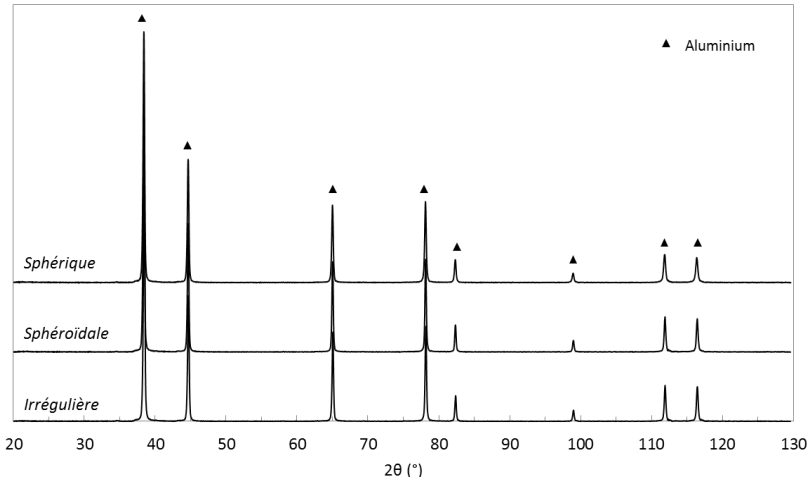


Figure A-7 : Diffractogrammes X de la poudre d'aluminium pur 1050 pour différentes morphologies : sphérique, sphéroïdale et irrégulière.

A.2. Substrats métalliques et composites

A.2.1. Microstructure et élaboration

A.2.1.1. Aluminium 2024-T3

La Figure A-8 illustre la microstructure de l'aluminium 2024-T3 dont la morphologie allongée et orientée des grains est caractéristique des matériaux métalliques issus du processus de laminage. La structure est de type alvéolaire où deux phases en présence sont identifiées : une très claire, Al, et l'autre plus sombre, $CuAl_2$. Une microstructure identique est observée proche de la surface et à cœur du matériau. Les taches noires sont des résidus de polissage, plus précisément des particules de SiC qui se sont logées dans la phase Al, la plus molle. Il n'y a pas de gradient de dureté dans l'épaisseur du substrat. Les deux phases observées révèlent, cependant, des duretés différentes.

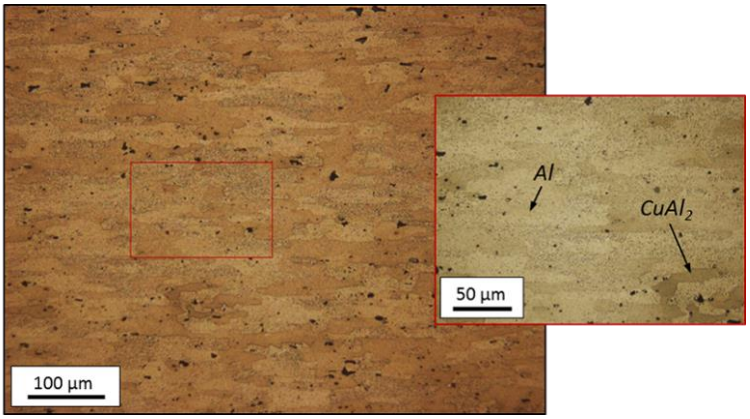


Figure A-8 : Images optiques en coupe de la microstructure de l'aluminium 2024-T3 observée après attaque chimique « Keller ».

A.2.1.2. Aluminium 2024-T4

Chimiquement proche de l'aluminium 2024-T3, seul le traitement thermique change où l'écrouissage après la trempe est supprimé (Figure A-9a). Deux phases sont identifiables sur l'image optique en coupe (Figure A-9b), Al et $CuAl_2$. Une orientation préférentielle est observée, dans l'axe de projection. La dureté du substrat a été mesurée et estimée à 140 $HV_{0,001}$ à cœur.

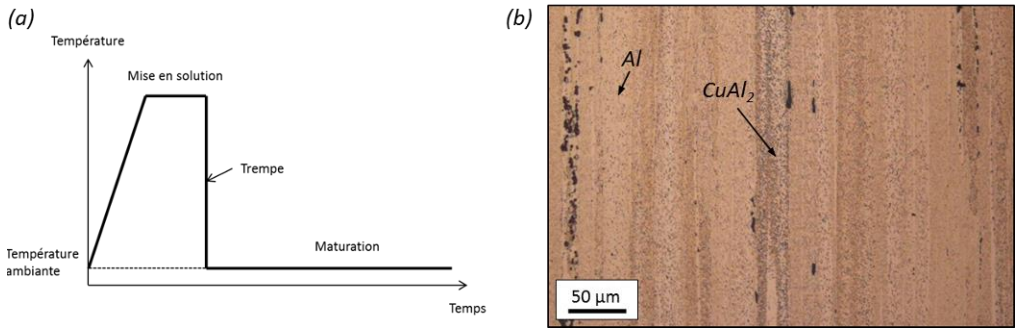


Figure A-9 : (a) Traitement thermique de type T4 et (b) image optique en coupe, obtenue après attaque chimique « Keller » de la microstructure de l'aluminium 2024-T4.

A.2.1.3. Aluminium 7040-T6

Les alliages de la série des 7000 sont issus d'un développement engagé à la fin des années 1930 et plus récent que la série des 2000. Faisant l'objet d'intenses recherches métallurgiques, depuis 30 ans, en vue de leurs applications dans la construction aéronautique, ils y occupent aujourd'hui une place privilégiée. Il existe deux groupes d'alliages dans cette famille : sans cuivre et avec cuivre. Laminé, puis traité thermiquement (Figure A-10), le matériau présente une microstructure raffinée avec des grains d'aluminium de très petites dimensions (Figure A-11). Les éléments d'alliage, Mg et Zn, sont identifiables et plus grossiers. L'analyse par DRX a révélé un composé bi-phasique $MgZn_2$.

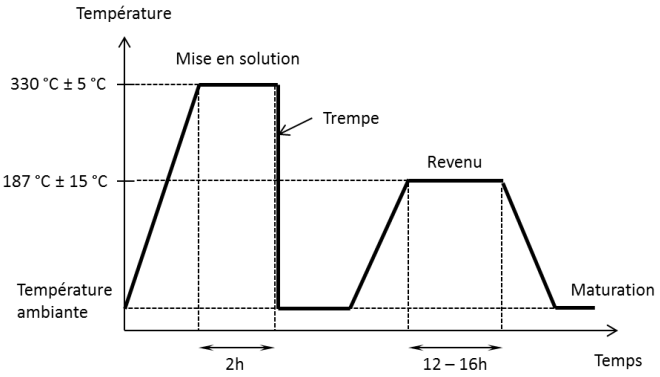


Figure A-10 : Traitement thermique de type T6 réalisé pour l'aluminium 7040 et le magnésium G-Z4TR.

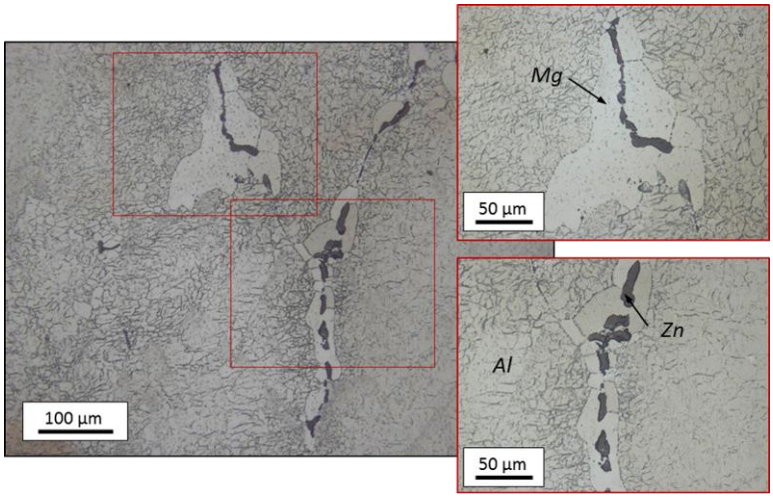


Figure A-11 : Images optiques en coupe de la microstructure de l'aluminium 7040-T6, observée après attaque chimique « Keller ».

A.2.1.4. Magnésium de type G-Z4TR

Comme pour l'aluminium 7040, un traitement thermique de type T6 est réalisé afin d'accroître les propriétés mécaniques du magnésium G-Z4TR (Figure A-10). Sur les observations en coupe du substrat, la microstructure laisse apparaître des grains de magnésium grossiers avec une structure de type alvéolaire (Figure A-12). Le frontière inter-grain, épaisse de 3 µm environ, correspond à la phase MgZn.

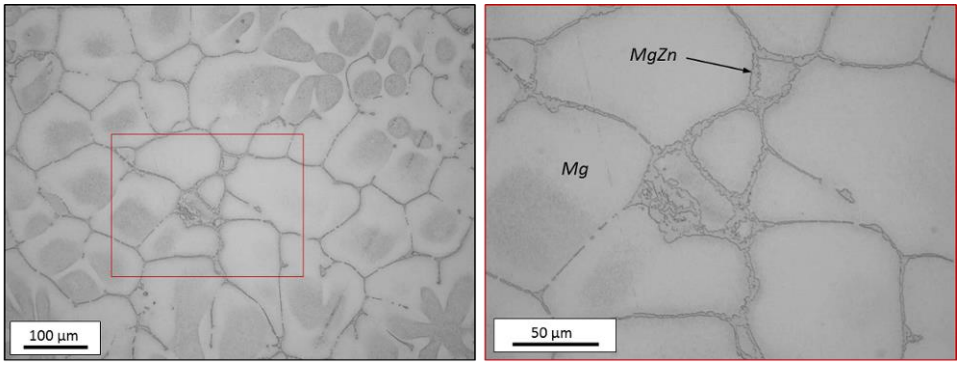


Figure A-12 : Images optiques en coupe de la microstructure du magnésium G-Z4TR, observée après attaque chimique « Keller ».

A.2.1.5. Alliage d'aluminium et renforts SiC

L'intérêt de ces matériaux est de présenter une très bonne tenue en fatigue, une bonne tenue en usure de contact (fretting) et un fort module pour une densité similaire à celle d'un alliage d'aluminium classique. Largement utilisé pour les hélicoptères, le CMM rentre dans la composition des pièces dynamiques fortement sollicitées de l'ensemble rotor. Sa dureté très élevée et la présence des renforts de SiC lui confère une excellente résistance à l'usure et aux frottements.

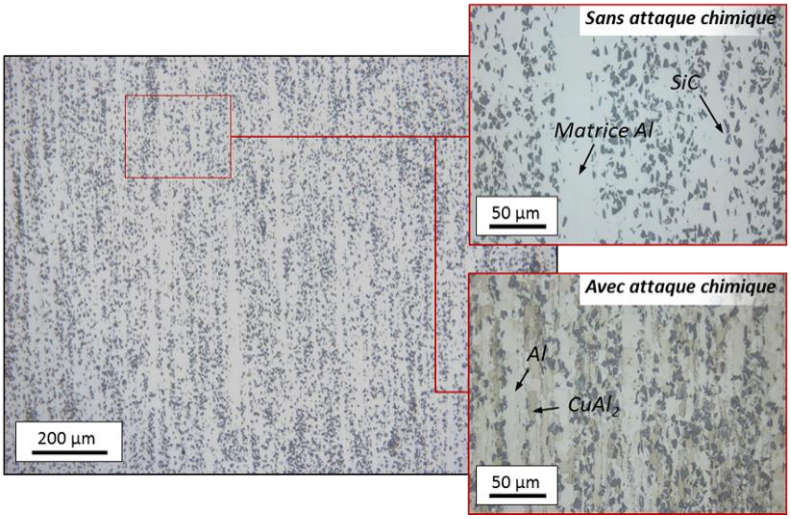


Figure A-13 : Images optiques en coupe de la microstructure du composite Al-SiC, matrice d'aluminium 2009 et renforts de carbure de silicium, observée avant et après attaque chimique « Keller ».

La taille des renforts est petite et avoisine 5 µm. La répartition est homogène dans l'épaisseur du substrat malgré une orientation préférentielle observée. Cette dernière est due au procédé d'élaboration du substrat CMM. L'analyse par DRX et l'attaque chimique révèlent plusieurs phases : Al, SiC et $CuAl_2$ (Figure A-13). Pour la matrice aluminium, on retrouve les mêmes phases que pour le substrat d'aluminium 2024-T3 (même famille). Seuls les renforts de carbure de silicium sont ajoutés.

A.2.2. Propriétés mécaniques et physiques des substrats de l'étude

Si le principal substrat de l'étude est l'aluminium 2024-T3, les substrats de magnésium G-Z4TR, CMM (Al-SiC) et d'aluminium 7040 sont étudiés et se distinguent par leurs natures chimiques, leurs propriétés mécaniques et physiques. L'application industrielle étant différente pour chacun d'entre eux, les sollicitations en service varient. Si les alliages d'aluminium ont un module d'élasticité élevé, celui de l'alliage de magnésium est bien moindre (Tableau A-4). A l'inverse, celui du CMM (Al-SiC) est bien plus élevé. La malléabilité du magnésium G-Z4TR est symbolisée par une faible dureté HB ainsi qu'une faible résistance mécanique R_m. La déformation plastique du matériau sous des sollicitations mécaniques élevées est donc favorisée.

Tableau A-4 : Propriétés mécaniques et physiques des substrats d'aluminium, de magnésium et composite.

Désignation	**Al 7040-T6**	**Al 2024-T3**	**Al 2009 + 15%SiC**	**Mg G-Z4TR**
Standard	AIMS 03-02-019	ASNA 3012	ASNA 6118	ASNA 6133
Caractéristiques mécaniques				
Rm (MPa)	≥ 475	≥ 435	≥ 480	≥ 190
Rp0.2 (MPa)	≥ 425	≥ 310	≥ 350	≥ 140
A% (%)	≥ 7	≥ 15	≥ 5	≥ 2.5
Dureté (HB)	140	100	160	55 - 70
Caractéristiques physiques				
λ ($W.m^{-1}.K^{-1}$)	157	121	120 – 140	109
α (10^{-5} K^{-1})	2,17	2,31	1,90	2,70
Cp ($J.kg^{-1}.K^{-1}$)	963	874	830	960
Tf (°C)	490 - 630	500 - 638	570 – 660	510 - 640
E (GPa)	68-72	73	91-93	44

A.3. Contraintes résiduelles dans un matériau sablé

Dans le cas où des particules solides sont envoyées à relativement haute vitesse à la surface d'un échantillon, des contraintes sont induites. Plus précisément, des forces de compression sont générées par les multiples impacts mécaniques et entraînent des contraintes résiduelles dans le matériau. La force induite par les particules est distribuée de manière homogène sur l'ensemble de la surface de l'échantillon. Néanmoins, s'agissant de la contrainte locale, elle n'est pas identique en tout point. En effet, si l'on applique la relation liant la contrainte et la force appliquée, la surface joue un rôle. Cette dernière n'est pas la même que l'on se place en bord d'échantillon ou au centre. La surface aux extrémités est divisée par deux par rapport au centre de la pièce. La contrainte y est donc plus forte, et plus précisément le double en comparaison au centre de l'échantillon. En traçant l'évolution de la contrainte appliquée (en MPa) en fonction de l'endroit où l'on se place sur l'échantillon (Figure A-14), un bombé de la surface est présent. Lorsque les dimensions de la pièce sont suffisamment grandes, l'effet de ces contraintes résiduelles est bien visible puisqu'une déformation du matériau est présente.

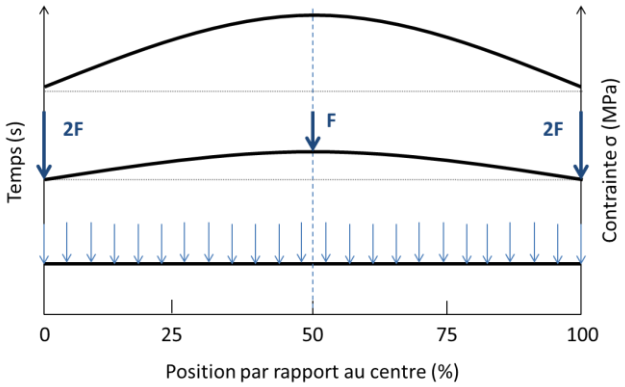


Figure A-14 : Evolution de la contrainte résiduelle au cours du temps en fonction de la position par rapport au centre de l'échantillon sablé.

L'échantillon présente un moment fléchissant nul mais est géométriquement modifié. La Figure A-15 schématise la résultante en déformation suite à l'impact de particules à la surface S_1 d'un matériau. L'équilibre entre les contraintes de compression et de traction, représentées ici en rouge, est respecté. Ce phénomène est d'autant plus marqué que les dimensions de l'échantillon sont grandes. Il peut être intéressant de

quantifier cette déformation en vue d'une application industrielle du procédé. Dans le cas d'un rechargement de la surface d'un composant, celui-ci doit conserver ses propriétés mécaniques mais aussi ses caractéristiques géométriques. Les contraintes sont telles que la déformation est plastique et ne peut être atténuée voire annulée que si de nouvelles contraintes sont appliquées. Pour restaurer la géométrie initiale de la pièce, des forces, suffisamment élevées et de sens opposées à celles actuellement présentes au sein du matériau contraint, doivent induites.

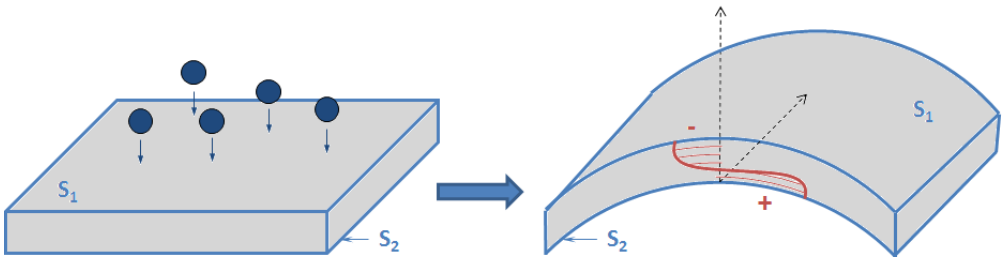


Figure A-15 : Schéma des contraintes résiduelles présentes dans le matériau suite à l'impact de particules abrasives (sablage), les contraintes de compression et de traction sont représentées en rouge.

Une solution à l'atténuation de cette déformation par les contraintes résiduelles pourrait être un traitement mécanique de la face opposée S_2, celle n'ayant subi aucun impact. Pour cela, un sablage de cette surface est effectué et permet d'apporter de nouvelles contraintes dans le matériau. L'effet attendu est l'atténuation de la flexion de l'échantillon puisque l'effort appliqué est précisément opposé au précédent.

L'exemple, illustré en Figure A-16, donne les résultats obtenus suite à l'application de cette solution. Un substrat d'aluminium 2024-T3 de dimension 180 x 180 x 2 mm^3 est revêtu par de l'aluminium pur 1050 élaboré par cold spray, dont l'épaisseur est d'environ 350 µm. Le revêtement est homogène sur l'ensemble de la surface et comme annoncé précédemment, l'échantillon a fléchi et s'est déformé plastiquement sous l'effet de la construction du revêtement. Afin de mesurer l'effet du sablage de la face opposée, une mesure de la flèche est effectuée à l'aide d'un appareil de mesure bidimensionnelle. Les résultats sont obtenus par une analyse en profilométrie optique de la surface, plus précisément en analysant la longueur du substrat dans le sens de la courbure.

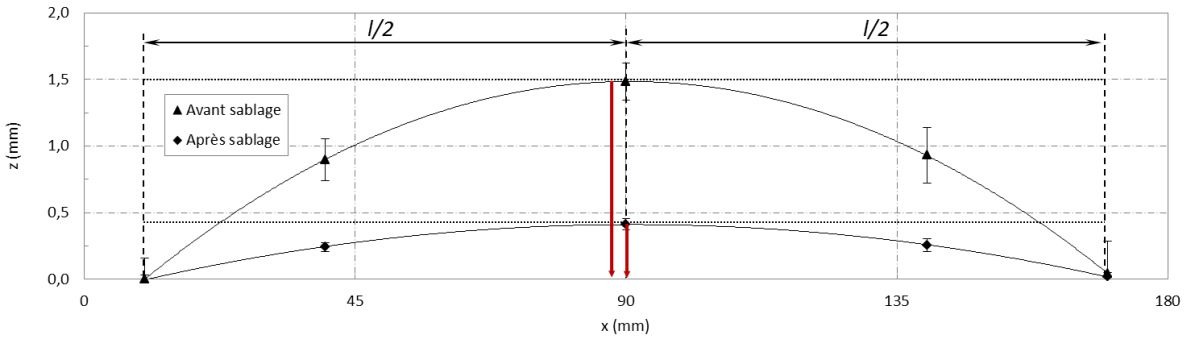


Figure A-16 : Profil 1D de la surface avant et après le sablage de la face opposée pour un échantillon de relatives grandes dimensions, la flèche de la courbure est représentée par une flèche rouge pour les deux cas.

Des mesures sont réalisées avant et après sablage de la face opposée et montrent une nette amélioration du profil de surface. Dans le cas initial (avant le sablage de la face opposée), une flèche de 1,50

mm est mesurée, alors qu'après l'étape de sablage, la flèche n'est que de 400 µm. La réduction de la courbure est de l'ordre de 400% (autrement dit la courbure est divisée par 4) et démontre l'intérêt majeur du traitement mécanique de la face opposée pour atténuer l'effet obtenu après la projection de particules abrasives par sablage. Les nouvelles contraintes résiduelles conférées au matériau permettent d'annihiler une grande partie de celles présentes suite à la projection de particules par le sablage de la surface destinée à être revêtue. On notera, par ailleurs, que la courbure de l'échantillon est mesurée dans le sens perpendiculaire au sens de la vitesse d'éclairement des particules.

En raisonnant désormais sur des échantillons de taille moindre (50 x 30 x 2 mm^3), le profil de la surface, occasionné par la projection de particules d'aluminium, est déterminé. La déformation plastique du substrat peut ainsi être quantifiée. Sur la Figure A-17, les mesures de la courbure de l'échantillon avant et après sablage de la face opposée sont illustrées. Le but est d'atténuer voire d'annuler la déformation initiale. La courbure de la surface est atténuée par le sablage et la flèche mesurée passe de 150 µm à 90 µm. Même si les contraintes résiduelles, ne sont pas totalement compensées, l'effet du sablage de la face opposée est significatif et permet une réduction significative de la courbure de la surface.

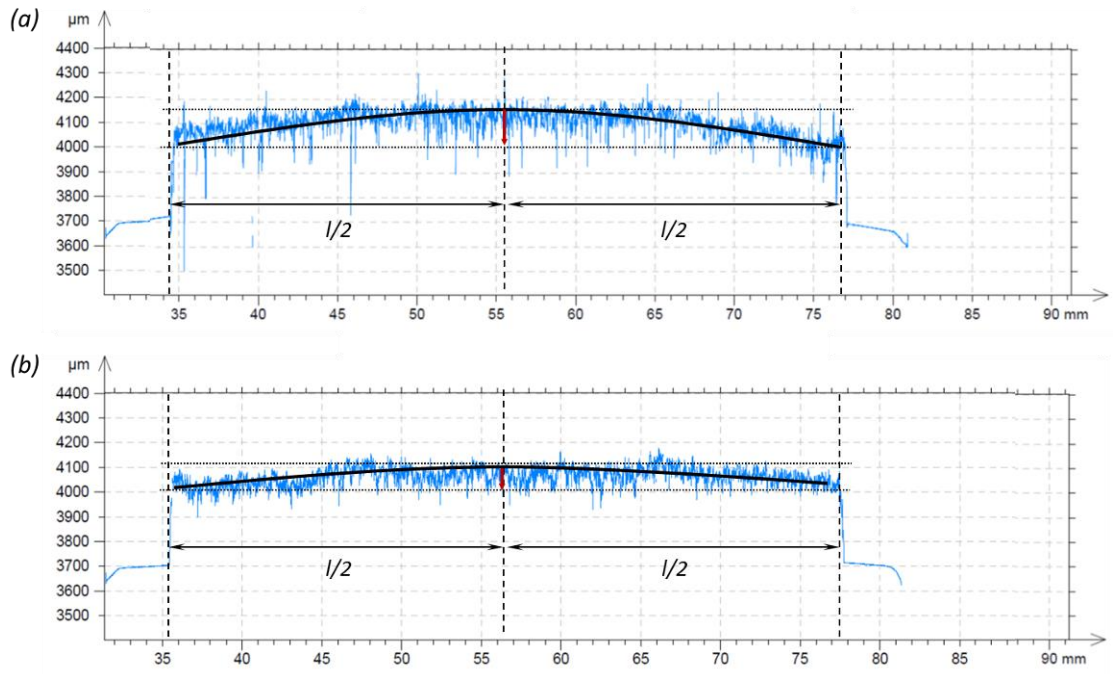


Figure A-17 : Profils 1D de la surface de la face opposée de l'échantillon (a) avant (b) après le sablage pour un échantillon de relatives petites dimensions, la flèche de la courbure est représentée par une flèche rouge pour les deux cas.

Annexe B. Fabrication additive par cold spray

B.1. Montage expérimental et conditions de projection

Pour élaborer des revêtements épais tout en maintenant une vitesse de balayage identique à celle du Chapitre 3, quelques ajustements ont été faits sur l'inclinaison de la buse (Figure B-1). La projection a lieu sur substrats fixes. Le pistolet cold spray, dans sa configuration inclinée, est utilisé et effectue une série de passages au-dessus du substrat. Les angles de projection s'étendent de 45° à 90° afin de mettre en évidence l'influence de cet angle dans le cas de fortes épaisseurs de revêtements déposées. Le Tableau B-1 résume les conditions ainsi que les paramètres de projection utilisés.

Figure B-1 : Dispositif expérimental pour la réalisation de cordon de projection de forte épaisseur avec pour objectif, l'effet de l'angle de projection sur la microstructure du revêtement, les flèches noires illustrent le mouvement du porte-échantillon par rapport à la buse de projection.

Tableau B-1 : Paramètres de projection pour une projection inclinée, cas d'un cordon de projection de forte épaisseur.

Pression du gaz principal (MPa)	*3 MPa*
Température du gaz principal (°C)	*300*
Type de gaz principal / porteur	*N_2 / N_2*
Distance de projection (mm)	*30*
Vitesse d'éclairement ($mm.s^{-1}$)	*200*
Nombre de passages de la buse	*100*
Angle de projection (°)	*90 à 45*
Débit de poudre	*26 $g.min^{-1}$*

B.2. Analyse morphologique et microstructurale des revêtements

B.2.1. Observations macroscopiques des revêtements

Le revêtement obtenu se présente sous la forme d'un pentaèdre dont l'une de ses faces est en contact avec celle du substrat d'aluminium 2024-T3 (Figure B-2, à gauche et au centre). La géométrie du revêtement se caractérise par une hauteur H et une largeur L. Pour déterminer la symétrie du cordon de projection, cette dernière est divisée en deux sous-largeurs, L1 et L2. Un rapport R peut alors être défini (Eq. B.1).

$$R = \frac{L1}{L2} \qquad \textit{(Eq. B.1)}$$

Deux zones distinctes sont identifiables sur la vue en coupe du revêtement (Figure B-2, à droite) : la partie gauche associée au bord d'attaque des particules et la partie droite au bord de fuite. Dans la première, la distance de projection entre la sortie de la buse et les particules déposées se réduit avec la construction du revêtement. Cela est d'autant plus marqué que l'angle de projection est faible. La formation d'un mur caractérise la géométrie du revêtement.

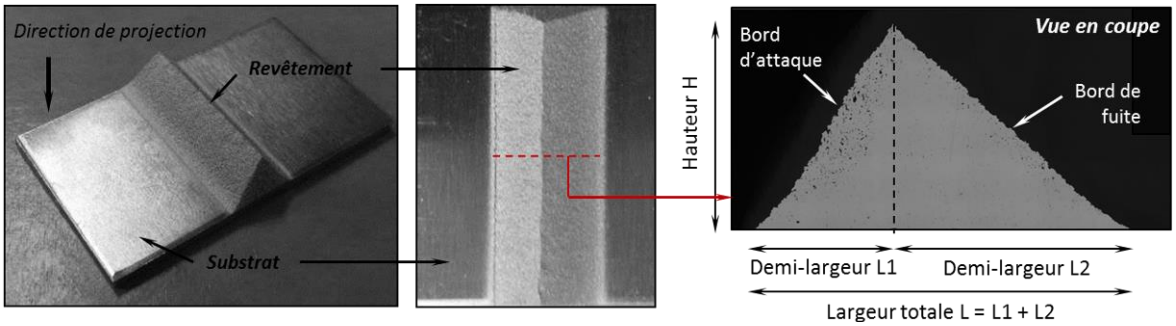


Figure B-2 : Photographies d'un cordon de projection de forte épaisseur observé respectivement en perspective (à gauche), en vue de dessus (au milieu) et en vue de profil au MEB (à droite) pour un angle de projection de 90°.

Une mesure des dimensions du cordon de projection est réalisée en fonction des conditions d'impact des particules, plus précisément en fonction de l'angle de projection. Comme précisé sur la Figure B-2, le rapport R, la largeur L et la hauteur H sont illustrés pour un substrat initialement brut et un sablé moyennement. Sur la Figure B-3a, le rapport R croît avec l'augmentation de l'angle de projection, mais une dissymétrie est observée pour une projection à 90°. En théorie, pour une incidence normale, le rapport R vaut 1, c'est-à-dire, L1 = L2. Quant aux dimensions géométriques du cordon de projection, issues de l'expérimental, la Figure B-3b montre l'évolution de la largeur L et de la hauteur H en fonction de l'angle de projection. La largeur L ne varie que très peu en fonction de l'angle de projection. A l'inverse, la hauteur H chute très rapidement quand l'angle de projection devient faible. Ces évolutions de la hauteur H et de la largeur L sont sensiblement équivalentes entre un substrat préalablement brut et un sablé moyennement. Contrairement à une projection de faible épaisseur (Chapitre 3, §2.3.1), la présence d'un revêtement en-dessous de 60° est observée. En effet, les projections réalisées sous un angle de projection de 50° et de 45° présentent un revêtement d'environ 2 mm d'épaisseur. La multiplication du nombre de passages de la buse permet la formation d'un revêtement en surface du substrat.

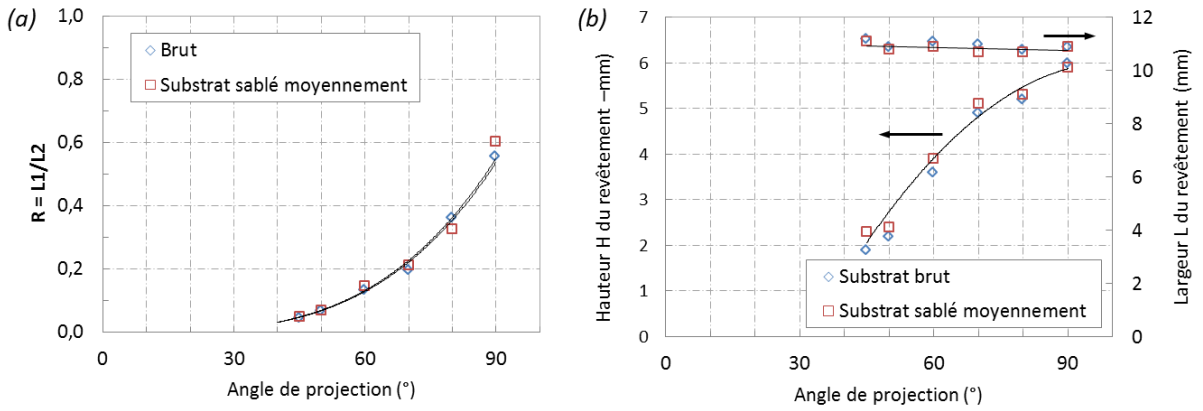


Figure B-3 : Evolution des dimensions géométriques du cordon de projection (a) du rapport R = L1/L2 et (b) de la largeur L et de la hauteur H du cordon, en fonction de l'angle de projection.

Une nette diminution de l'épaisseur ainsi qu'une dissymétrie du cordon de projection pour des faibles angles de projection sont observées. La Figure B-4 montre cette évolution en fonction de l'angle de projection. La largeur et la hauteur du cordon varient avec la diminution de l'incidence des particules avec le substrat. La vitesse tangentielle devient alors non négligeable et les rebonds deviennent de plus en plus nombreux.

En s'éloignant de l'angle d'incidence normal, une nouvelle zone en périphérie du revêtement se distingue. Il s'agit d'un état de surface grenaillé où les particules d'aluminium sont venues rebondir sans adhérer. Cette zone, sous forme de bandes, est d'autant plus large que l'angle entre la buse cold spray et la surface du substrat est faible. Cette zone est particulièrement visible pour des projections réalisées à 50° et 45°. Dans ce dernier cas, la largeur de la zone de rebonds peut atteindre 3 mm. En effet, les dimensions de ces bandes sont différentes suivant en fonction de la zone observée : dans la partie la plus proche ou celle la plus éloignée par rapport à la sortie de la buse de projection.

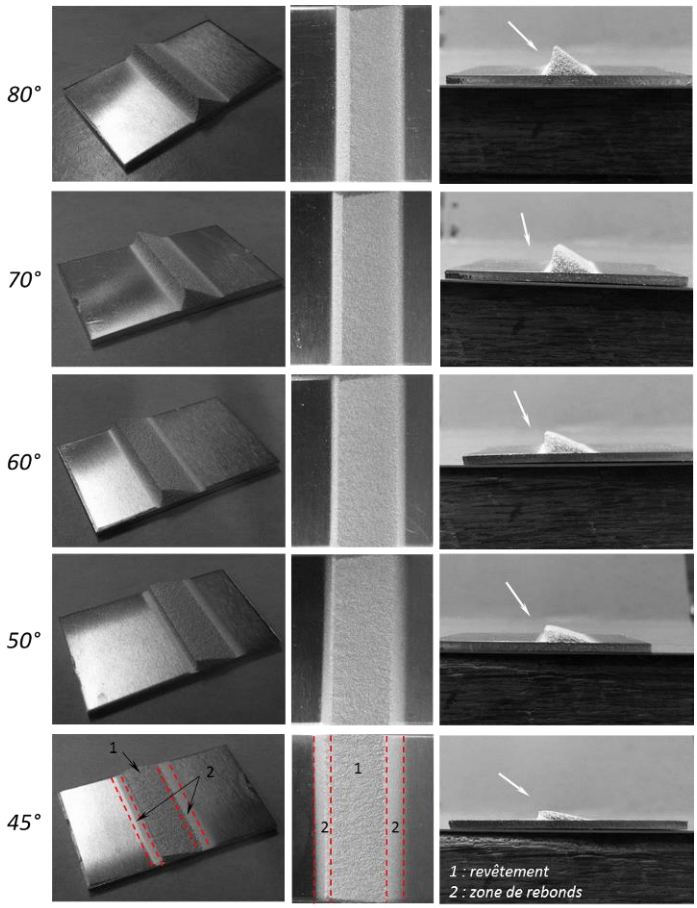


Figure B-4 : Photographies des cordons de projection de forte épaisseur observés respectivement en perspective (à gauche), en vue de dessus (au milieu) et en vue de profil (à droite) pour différents angles de projection, les flèches blanches représentent la direction de vitesse des particules projetées.

La Figure B-5 illustre le rendement relatif du revêtement issu de la réalisation des cordons de projection d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3. La première conclusion, issue des observations macroscopiques, est la chute progressive du rendement avec la baisse de l'angle de projection. Comme pour le cas d'un cordon de faible épaisseur (Chapitre 3, §2.3.1.1) ou bien d'un surfaçage du substrat (Chapitre 3, §2.3.2.1), trois zones différentes sont identifiables à partir des résultats obtenus. La première d'entre elles est un domaine de projection où aucune particule n'adhère au substrat (c'est-à-dire une zone de rebond), la deuxième est une zone dite de transition où se mêlent les rebonds et les accrochages de particules. Enfin la troisième est le domaine où un maximum de particules déposées est atteint (c'est-à-dire que le

rendement est maximal). Le premier domaine n'est pas explicitement identifiable puisque des particules adhèrent pour une projection à 45°. La zone dite de rebond ne peut donc pas être déterminée précisément en fonction de l'angle de projection. La zone de transition se situe, quant à elle, entre 45° (et moins) et 80°. Le rendement y est, certes, faible mais relativement élevé. Enfin, le rendement maximal est atteint dans le cas d'une projection à 90°, c'est-à-dire pour une incidence normale à la surface du substrat. Néanmoins, pour une telle projection, une décohésion du revêtement est observée. Tout en maintenant l'épaisseur déposée, il serait bon de privilégier l'élaboration de revêtements sous un angle plus faible, 80° ou moins, de sorte à conserver l'adhérence.

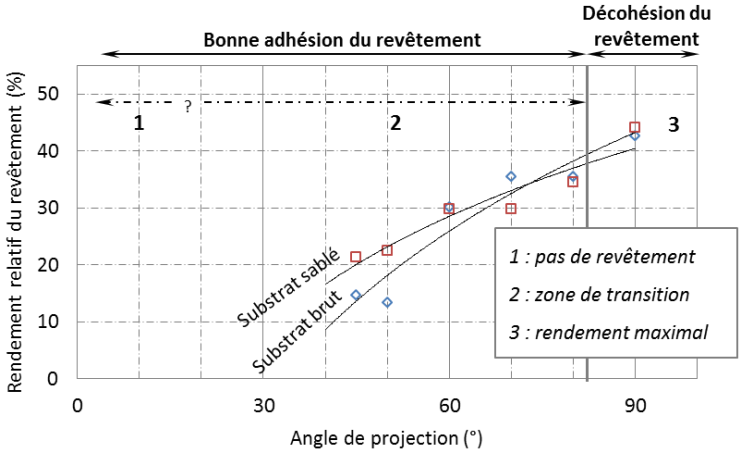


Figure B-5 : Evolution du rendement de projection en fonction des angles de projection.

B.2.2. Etude microstructurale des revêtements

Les échantillons dont le substrat d'aluminium 2024-T3 est, soit à l'état brut, soit sablé, sont observés en microscopie optique (Figure B-6). Une coupe transverse des revêtements permet d'étudier leur microstructure et les limites de la projection inclinée par rapport à la surface du substrat dans le cas de fortes épaisseurs déposées.

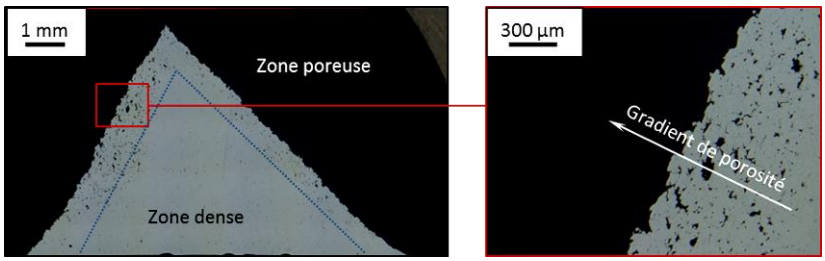


Figure B-6 : Images optiques en coupe d'un cordon de projection réalisé avec une incidence à 90° (a) vue d'ensemble (b) zone poreuse en surface.

L'effet de la préparation de surface sur le rendement de projection et la microstructure du revêtement est analysé. Le cordon de projection réalisé à 90° avec cent passages de la buse, par ailleurs très dense, révèle une décohésion à l'interface revêtement-substrat et montre une quasi-symétrie du revêtement. Une zone très poreuse en se rapprochant des dernières couches déposées est observée. Un gradient de porosité peut être identifié entre le cœur du cordon de projection et les derniers passages effectués. Un phénomène de tassement des couches déjà déposées se produit au cours de la construction du revêtement, ce qui permet d'obtenir un revêtement très dense à cœur et relativement poreux en périphérie.

L'influence des conditions de projection sont étudiées et notamment les effets de l'angle d'incidence des particules et de la préparation de surface. Les observations optiques en coupe permettent d'extraire les influences directes sur la microstructure et l'adhésion des revêtements avec le substrat. Le cordon de

projection est considérablement réduit en épaisseur lorsque l'angle de projection diminue. D'un point de vue microstructural, la zone périphérique normale à l'axe de projection est très dense. Cette observation est particulièrement visible pour de faibles angles. Plusieurs points sont marquants :

Microstructure du revêtement

Une forte densité, à cœur du revêtement, pour des projections jusqu'à 70° est observée. La zone dense devient plus petite avec la chute de l'angle de projection, laissant place à une zone poreuse, identifiable en périphérie du cordon de projection. La zone dense, délimitée par les lignes en pointillés bleus, se décale vers le bord d'attaque du revêtement. A l'inverse, les porosités s'accumulent au niveau du bord de fuite. Le revêtement devient de plus en plus poreux.

Adhésion revêtement-substrat

L'adhésion du revêtement est très faible pour une projection à 80 et 90°. Une décohésion du revêtement après le polissage de ce dernier est révélée (Figure B-7, 1ère ligne) et la rupture totale de l'interface en cours de projection est observée (Figure B-7, 2ème ligne), respectivement pour un angle de projection de 80 et 90°. L'expérience a été menée deux fois et les résultats sont similaires. Il semblerait qu'en cours de projection, le revêtement déposé finisse par se décoller du substrat. Le nombre élevé de passages de la buse pourrait être une des causes de ce phénomène. Les contraintes résiduelles plus élevées au sein du revêtement pourraient également expliquer cette décohésion brutale. Aucune décohésion du revêtement n'est observée à partir de 70° et pour des angles de projection plus faibles.

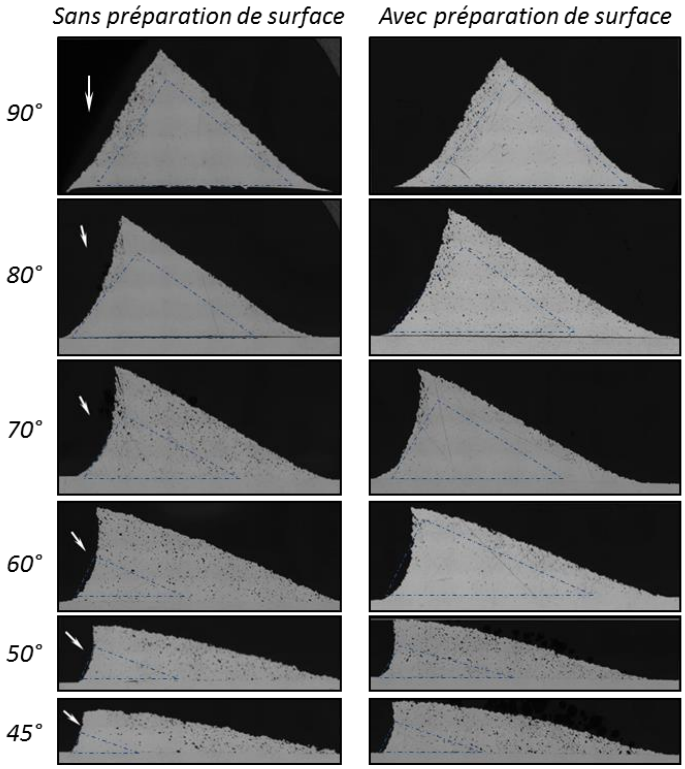


Figure B-7 : Images optiques en coupe des cordons de projection élaborés sous différents angles d'incidence sur un substrat sans préparation de surface (à gauche) et pré-sablé (à droite), les flèches blanches indiquent la direction de projection des particules par cold spray, la zone du revêtement la plus dense est délimitée par les lignes en pointillés bleus.

B.2.3. Analyse en dureté du système revêtement-substrat

Des mesures de nanodureté sont réalisées dans l'épaisseur des échantillons, plus particulièrement dans le substrat et le revêtement (Figure B-8a). L'objectif est d'estimer l'évolution de la dureté en fonction de la position par rapport à l'interface revêtement-substrat. Les effets de l'angle de projection et de la préparation de surface du substrat sont ainsi mis en évidence.

Les résultats de la Figure B-8b montrent que la dureté des revêtements est fortement dépendante des conditions d'impact des particules de poudres projetées. Lorsque le revêtement est élaboré avec un angle de projection très faible (45°), sa microstructure poreuse, synonyme de très faibles déformations plastiques des particules, induit une dureté sensiblement équivalente à celle de la poudre libre, c'est-à-dire avant la projection. Autrement dit, l'écrouissage des particules est extrêmement réduit. En revanche, cet écrouissage est plus prononcé pour des projections réalisées sous 60 et 70° d'incidence. La dureté est presque multipliée par deux, ce qui traduit les limites de la projection inclinée.

De plus, une différence sensible est mesurée entre les revêtements déposés sur un substrat initialement plan et un autre préalablement sablé. En effet, la dureté est plus élevée pour un substrat sablé, ce qui laisserait penser que l'écrouissage des particules est plus intense.

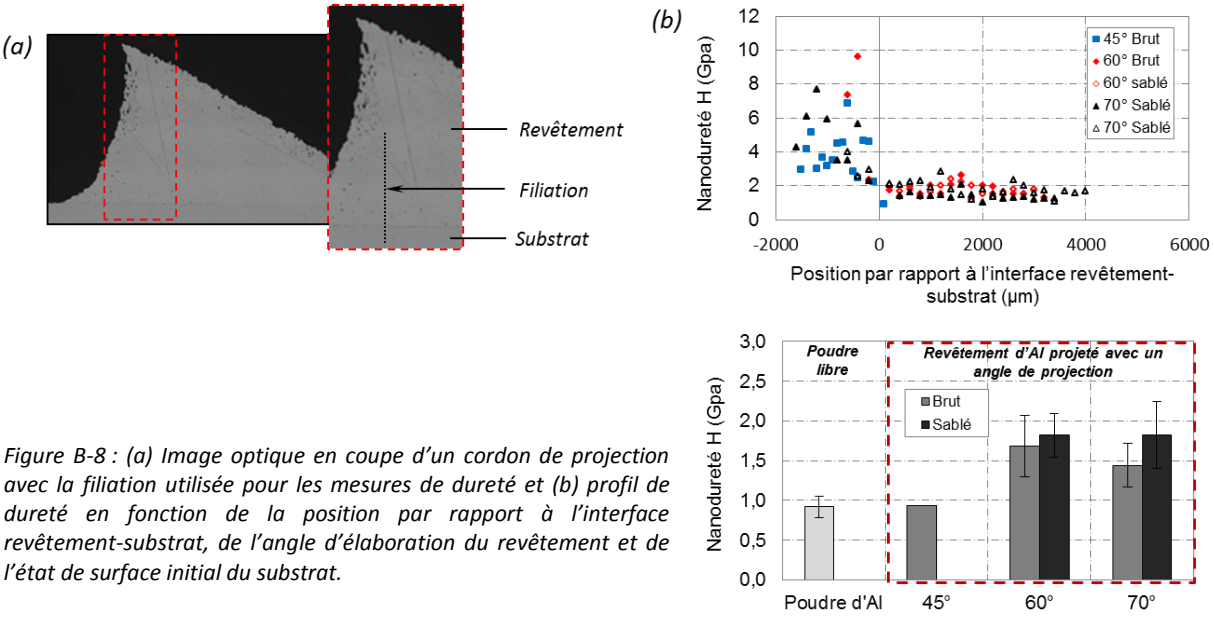


Figure B-8 : (a) Image optique en coupe d'un cordon de projection avec la filiation utilisée pour les mesures de dureté et (b) profil de dureté en fonction de la position par rapport à l'interface revêtement-substrat, de l'angle d'élaboration du revêtement et de l'état de surface initial du substrat.

B.2.4. Conclusion et perspectives

L'élaboration de revêtements denses et très épais (plusieurs millimètres) a été réalisée et a démontré les capacités du procédé cold spray dans l'apport de matière sur des épaisseurs très élevées. Des variations microstructurales ont pu être mises en évidence avec l'angle de projection et la préparation de surface du substrat. Notamment, la dureté plus élevée des revêtements déposés sur un substrat préalablement sablé et l'accumulation des contraintes résiduelles au sein du revêtement, responsables de sa décohésion pour des angles proches de 90°.

Les variations de la microstructure des revêtements pourraient être caractérisées par la détermination du taux de porosité et l'évaluation de leur adhésion avec le substrat. Enfin, l'élaboration de revêtements très épais, homogène sur l'intégralité de la surface du substrat permettrait de pallier les phénomènes de bords. Le gradient de porosité serait alors atténué, voire éliminé.

Annexe C. Effet de l'angle de projection sur la géométrie de la tache de projection

En considérant un substrat quelconque sur lequel des particules de poudre sont projetées, les paramètres géométriques, susceptibles de varier en fonction de l'inclinaison de la buse cold spray, sont étudiés. Dans le cas où l'angle de projection varie entre 30° et 90°, différents paramètres sont amenés à évoluer. En effet, pour une distance de projection d_p constante, la surface interceptée, qui correspond à l'intersection entre le flux de particules et le substrat, modifie les conditions d'impact des particules projetées. Enfin, les influences directes de ces paramètres sur la microstructure du revêtement pourront être corrélées avec les mécanismes d'adhérence et de rebonds des particules.

Le schéma de la Figure C-1 illustre une projection sous un angle θ. La zone éclairée par le flux de particules issu de la buse est nommée spot ou tache de projection. La zone d'impact des particules, situées dans le plan de projection (z 0 x) suivant l'axe x, en fonction de l'angle de projection, sera étudiée, tout comme la largeur de la tache de projection suivant l'axe y. Avec un tel système, une distribution de la distance de projection, donc de la microstructure, est attendue suivant le point du spot où l'on se place. Un des objectifs serait d'avoir une distribution spatiale de la distance de projection sur l'ensemble de la tache de projection.

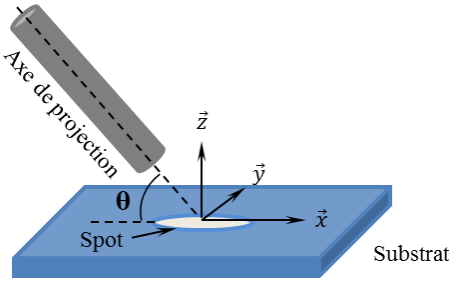


Figure C-1 : Schéma de principe d'une projection inclinée sous un angle θ suivant les trois directions de l'espace.

C.1. Dimension de la tache de projection

Pour l'obtention des formules permettant de mesurer l'influence de l'angle de projection sur les paramètres géométriques du spot de particules, le schéma en Figure C-2 est utilisé et présente les dimensions et les paramètres pris en compte dans le calcul. L'objectif est de déterminer les longueurs X_1 et X_2 en fonction de l'angle de projection θ. Ces longueurs correspondent aux demi-spots dans le plan d'inclinaison de la buse. Plusieurs étapes sont nécessaires à l'obtention de la longueur de la tache de projection. Il faut considérer la géométrie et prendre en compte les paramètres que l'on connaît.

$$X_1(\theta,d) = x_1(\theta,d) + \frac{z(\theta)}{2} \qquad \textit{(Eq. C.1)}$$

$$X_2(\theta,d) = x_2(\theta,d) + \frac{z(\theta)}{2} \qquad \textit{(Eq. C.2)}$$

Or, la longueur z(θ) est connue et déterminée par l'Eq. C.3 :

$$z(\theta) = \frac{\phi_{sortie}}{\cos(\pi/2 - \theta)} \qquad \textit{(Eq. C.3)}$$

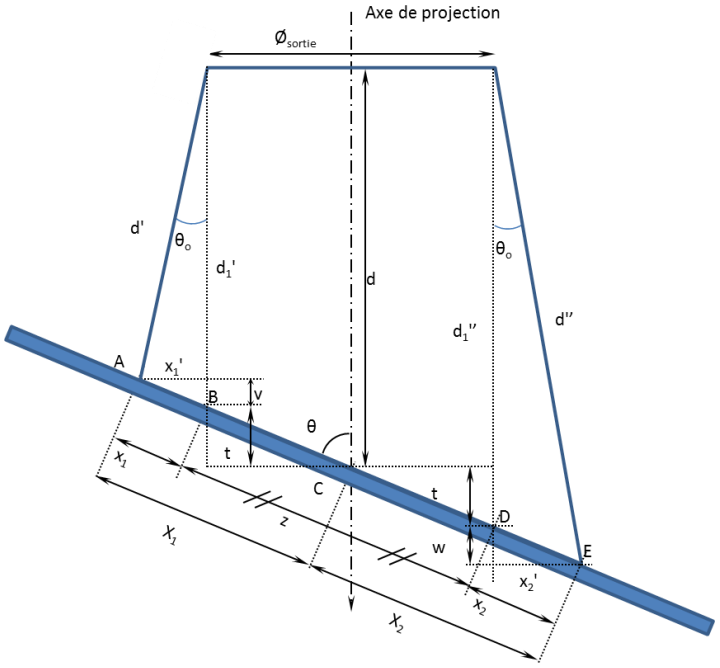


Figure C-2 : Schéma du flux de particules et de la zone d'impact du substrat générée par la buse, dimensions de la tache de projection.

La longueur $t(\theta)$ se calcul par l'Eq. C.4:

$$t(\theta) = \frac{\phi_{sortie} * \tan(\pi/2 - \theta)}{2} \qquad \textit{(Eq. C.4)}$$

La détermination des distances $x_1(\theta)$ et $y_1(\theta)$ peut alors être réalisée. Ces longueurs représentent les dimensions de la zone périphérique du jet. Elles s'expriment suivant θ et en fonction de $x_1'(\theta)$ et $x_2'(\theta)$ (Eq. C.5).

$$\sin(\theta) = \frac{x_1'(\theta,d)}{x_1} = \frac{x_2'(\theta,d)}{x_2} \qquad \textit{(Eq. C.5)}$$

Le calcul des longueurs $v(\theta)$ et $w(\theta)$ permettent d'accéder aux valeurs $x_1'(\theta)$ et $x_2'(\theta)$ (Eq. C.6 et Eq. C.7).

(Eq. C.6) $v(\theta) = x_1' * \tan(\pi/2 - \theta)$ $w(\theta) = x_2' * \tan(\pi/2 - \theta)$ *(Eq. C.7)*

Par ailleurs, une relation liant d(θ), t(θ), v(θ) et l'angle θ_1 peut être établie (Eq. C.8) :

$$\tan(\theta_1) = \frac{x_1'}{d(\theta) - t(\theta) - v(\theta)} = \frac{x_2'}{d(\theta) + t(\theta) + w(\theta)} \qquad \textit{(Eq. C.8)}$$

D'où, par (Eq. C.4), (Eq. C.6) et (Eq. C.7), les longueurs $x_1'(\theta)$ et $x_2'(\theta)$ sont déterminées :

$$x_1'(\theta,d) = \frac{\tan(\theta_1) * \left[d - \phi_{sortie}/2 * \tan(\pi/2 - \theta)\right]}{1 + \tan(\pi/2 - \theta) * \tan(\theta_1)} \qquad \textit{(Eq. C.9)}$$

$$x_2'(\theta,d) = \frac{\tan(\theta_1) * \left[d + \phi_{sortie}/2 * \tan(\pi/2 - \theta)\right]}{1 - \tan(\pi/2 - \theta) * \tan(\theta_1)} \qquad \textit{(Eq. C.10)}$$

Les valeurs $x_1(\theta)$ et $y_1(\theta)$ sont obtenues en fonction de θ et de la distance de projection d en utilisant l'Eq. C.5 :

$$x_1(\theta,d) = \frac{\tan(\theta_0)*\left[d-\phi_{sortie}/2*\tan(\pi/2-\theta)\right]}{\sin(\theta)*\left[1+\tan(\pi/2-\theta)*\tan(\theta_0)\right]} \qquad \textit{(Eq. C.11)}$$

$$y_1(\theta,d) = \frac{\tan(\theta_0)*\left[d+\phi_{sortie}/2*\tan(\pi/2-\theta)\right]}{\sin(\theta)*\left[1-\tan(\pi/2-\theta)*\tan(\theta_0)\right]} \qquad \textit{(Eq. C.12)}$$

D'après les équations (Eq. C.3), (Eq. C.11) et (Eq. C.12), les longueurs des demi-spots $X_1(\theta)$ (Eq. C.13) et $X_1(\theta)$ (Eq. C.14) sont identifiées :

$$X_1(\theta,d) = \frac{\tan(\theta_0)*\left[d-\phi_{sortie}/2*\tan(\pi/2-\theta)\right]}{\sin(\theta)*\left[1+\tan(\pi/2-\theta)*\tan(\theta_0)\right]} + \frac{\phi_{sortie}}{2*\cos(\pi/2-\theta)} \qquad \textit{(Eq. C.13)}$$

$$Y_1(\theta,d) = \frac{\tan(\theta_0)*\left[d+\phi_{sortie}/2*\tan(\pi/2-\theta)\right]}{\sin(\theta)*\left[1-\tan(\pi/2-\theta)*\tan(\theta_0)\right]} + \frac{\phi_{sortie}}{2*\cos(\pi/2-\theta)} \qquad \textit{(Eq. C.14)}$$

En appliquant ces deux dernières formules pour les longueurs des deux demi-spots, leur évolution suivant θ et d peut être déterminée (Figure C-3). La valeur de θ_o est déterminée à partir des dimensions de la buse cold spray de type PBI utilisée (Chapitre 2, §2.1.3), plus précisément, θ_o = 1,1623° (=0,02029 rad). Les dimensions du spot à la surface du substrat amènent à considérer différentes distances de projection suivant la position où l'on se trouve à partir du centre du spot.

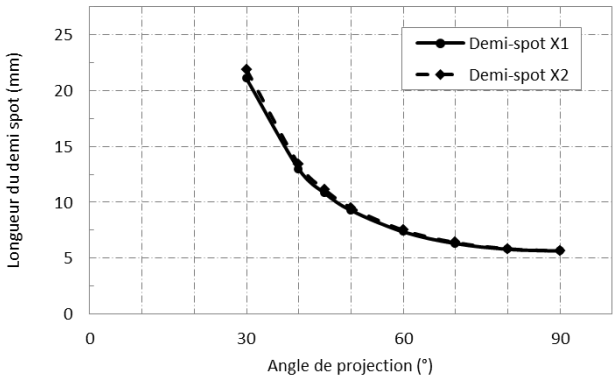


Figure C-3 : Evolution de la longueur du demi-spot en fonction de l'angle de projection.

En considérant une projection normale à la surface, le spot obtenu est un disque ayant pour rayon r_x égal à 5,66 mm. Le rayon suivant l'axe y est inchangé alors que le rayon suivant l'axe x vaut :

$$r_x(\theta) = \frac{X_1(\theta)+X_2(\theta)}{2} \qquad \textit{(Eq. C.15)}$$

Le spot est alors une ellipse définie par les paramètres a et b, respectivement le demi-grand axe (suivant l'axe x) et le demi-petit axe (suivant l'axe y). Le centre C' de cette ellipse est différent du point C, point suivant l'axe x où la distance de projection d est fixée. Le graphe de la Figure C-4 montre le décalage ε entre

ces deux points. Les coefficients a et b sont connus pour chacune des ellipses générées sous différents angles de projection (Eq. C.16 et Eq. C.17).

$$a(\theta) = \frac{X_1(\theta) + X_2(\theta)}{2} = r_x(\theta) \quad \text{(Eq. C.16)} \qquad b(\theta) = constante \quad \text{(Eq. C.17)}$$

Une représentation de la géométrie des spots de projection est ainsi obtenue. Les géométries sont résumées dans le graphe de la Figure C-5.

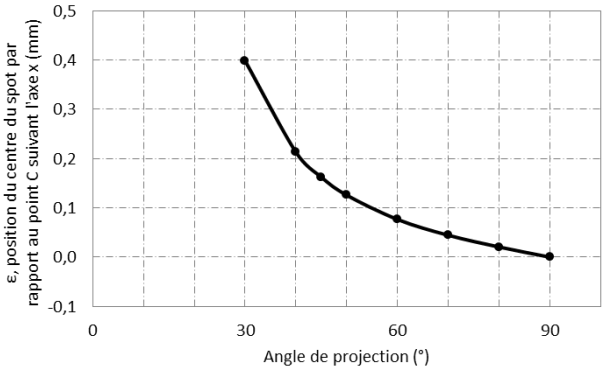


Figure C-4 : Evolution du décalage ε entre le centre de projection C et le centre de l'ellipse générée C'.

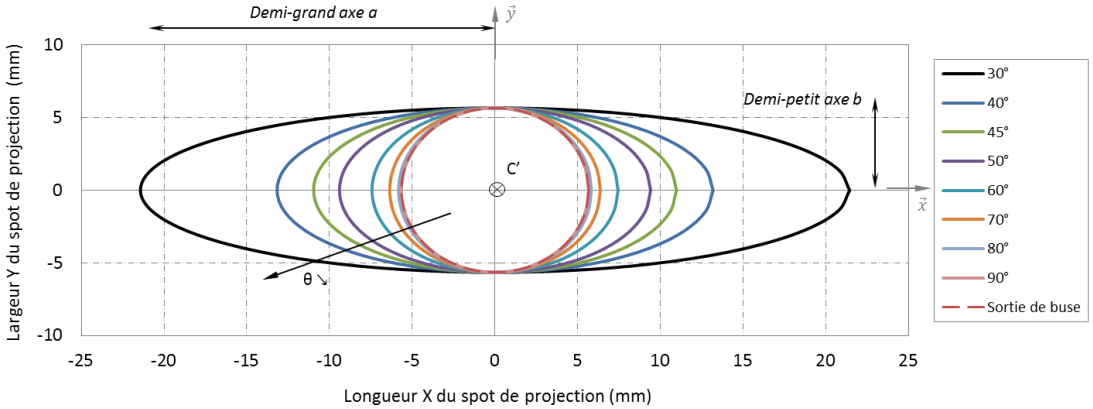


Figure C-5 : Contours des spots de projection générés pour différents angles de projection.

La surface du substrat recouverte par le flux de particules peut alors être déduite, pour chacun des angles de projection, en connaissant l'expression de l'aire d'une ellipse ξ (Eq. C.18, Figure C-6). La surface est multipliée par 4 entre une projection normale au substrat et une projection inclinée à 30° par rapport à la surface du substrat. Une différence significative se produit à partir de 70° d'inclinaison. De plus, l'augmentation entre 40° et 30° est très marquée puisqu'elle est de l'ordre de 75 %. Néanmoins, une surface plus grande n'est pas nécessairement synonyme de meilleur rendement, tout dépend des conditions d'impact des particules projetées.

$$\xi = \pi * a(\theta) * b(\theta) \quad \text{(Eq. C.18)}$$

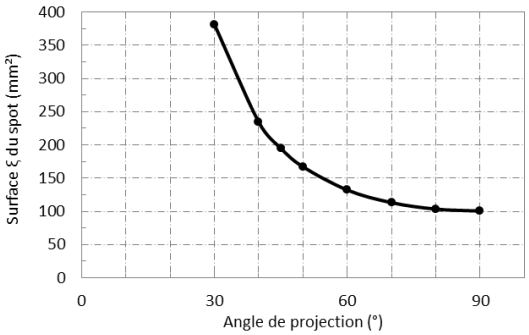


Figure C-6 : Evolution de la surface recouverte en fonction de l'angle de projection.

C.2. Variation de la distance de projection

En se focalisant sur la périphérie du spot, l'évolution des distances de projection par rapport au substrat en fonction de θ peut être donnée par l'Eq. C.19.

$$\sin(\theta_0) = \frac{x_1^{'}(\theta,d)}{d^{'}(\theta)} = \frac{x_2^{'}(\theta,d)}{d^{''}(\theta)} \qquad \textit{(Eq. C.19)}$$

Par l'Eq. C.5, les distances de projection d'(θ) et d''(θ) sont déterminées (respectivement Eq. C.20 et Eq. C.21) :

(Eq. C.20) $$d^{'}(\theta) = \frac{\sin(\theta)}{\sin(\theta_0)} * \left(X_1(\theta,d) - \frac{z(\theta)}{2} \right)$$ $$d^{''}(\theta) = \frac{\sin(\theta)}{\sin(\theta_0)} * \left(X_2(\theta,d) - \frac{z(\theta)}{2} \right)$$ *(Eq. C.21)*

Graphiquement, l'évolution de la distance de projection au centre du flux de particules et à sa périphérie suivant θ peut être suivie (Figure C-4). Pour de faibles angles de projection (30°), la distance entre la sortie de la buse et la surface du substrat oscille entre + 25% et – 30%. Le revêtement est donc obtenu sous différentes conditions de projection. En périphérie du jet de particules, la distance de projection est sensiblement différente du centre du jet. Une étude de la microstructure du revêtement doit être menée pour évaluer cette influence de l'angle de projection, particulièrement pour de faibles angles de projection. Pour suivre l'évolution de la distance de projection sur l'ensemble de la longueur du spot de projection et plus seulement au centre ainsi qu'aux extrémités, il faut associer en chaque point une distance de projection en fonction de l'angle de projection. Des différents points judicieusement choisis pour ce cas d'étude sont représentés. Le point A, représente l'endroit où la distance de projection d'(θ) est la plus faible. Le point C, fixe, est le point central du spot dont la distance de projection vaut d. Quant au point E, il symbolise l'endroit où la distance de projection d''(θ) est la plus élevée. Enfin, les points B et D sont des points intermédiaires servant à tracer avec suffisamment de préciser l'évolution de la distance de projection en fonction de la position par rapport au centre du spot (Figure C-7). Plus précisément :

- Au point B : la distance de projection associée est $d_B(\theta)$ et donnée par l'Eq. C.22 :

$$d_B(\theta) = d_1^{'}(\theta) = d^{'}(\theta) * \cos(\theta_0) \qquad \textit{(Eq. C.22)}$$

- Au point D : la distance de projection associée est $d_D(\theta)$ et donnée par l'Eq. C.23 :

$$d_D(\theta) = d_1^{''}(\theta) = d^{''}(\theta) * \cos(\theta_0) \qquad \textit{(Eq. C.23)}$$

Le graphe suivant (Figure C-8) met en évidence cette variation de distance le long du spot de projection. Un écart d e distance de projection est mesurable pour chaque angle θ. Les dimensions du spot généré par le flux de particules évoluent donc dans le plan de projection (x 0 y) suivant l'axe x en fonction de l'angle de projection. La longueur du spot est augmentée lorsque la projection est éloignée de la normale à la surface du substrat. Plus particulièrement, pour de faibles angles de projection, l'écart entre la distance de projection au centre du spot et la périphérie du jet de particules est très élevé.

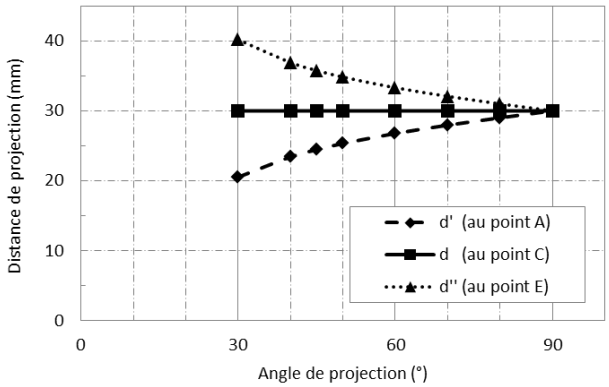


Figure C-7 : Evolution de la distance de projection en fonction de l'angle de projection en périphérie et au centre du spot.

Désormais, l'analyse se porte sur ce qui se passe suivant l'axe y, c'est-à-dire perpendiculairement à l'axe x. En se plaçant suivant l'axe y, le profil de la distance de projection est illustré en Figure C-9. Même en changeant l'angle de projection, les distances de projection entre la sortie de la buse et la surface du substrat demeurent constantes. La variation observée pour la distance de projection dans le cas d'une projection normale à la surface est infime et ne concerne que les extrémités du flux de particules. Cette différence est directement liée à la géométrie de la buse et plus particulièrement à la partie divergente.

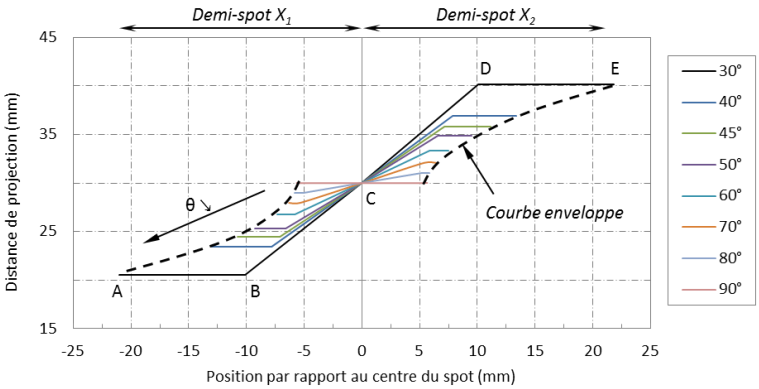


Figure C-8 : Evolution de la distance de projection en fonction de l'angle de projection le long de la tache de projection.

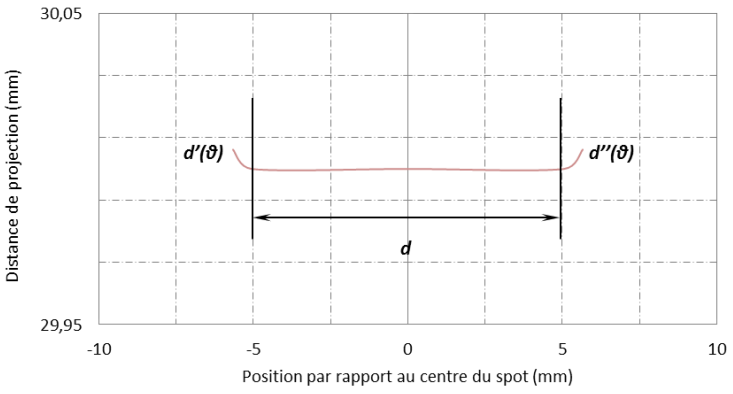


Figure C-9 : Evolution de la distance de projection en fonction de l'angle de projection suivant l'axe y pour une projection à 90°.

Annexe D. Influence de l'angle de projection sur la vitesse des particules

Le principe du procédé cold spray repose sur la déformation plastique des particules projetées. Pour cela, il est nécessaire qu'elles atteignent une vitesse suffisamment élevée pour adhérer au substrat au moment de l'impact, c'est-à-dire supérieure à la vitesse critique V_{cr} (Chapitre 1, §2.2.3.1). Lorsque la projection a lieu perpendiculairement à la surface du substrat, la vitesse des particules ne présente qu'une seule composante : la vitesse normale V_n. L'objectif de cette étude est de déterminer l'évolution des composantes normale et tangentielle de la vitesse en fonction de l'angle d'incidence des particules.

D.1. Evolution des composantes de la vitesse

Lorsque la particule percute le substrat, elle y pénètre plus ou moins profondément et les déformations plastiques s'accompagnent d'un retour élastique susceptible de faire rebondir la particule. Dans ce dernier cas, il n'y a pas adhésion et la particule est éjectée par rebond. La vitesse est décomposée suivant deux vecteurs, la partie normale et la partie tangentielle (Figure D-1a). La première conditionne l'enfoncement de la particule dans le substrat et la seconde traduit directement les frottements entre les deux surfaces considérées, celle de la particule et du substrat. Ces phénomènes de friction apportent une érosion de la surface du substrat, ce qui modifie les propriétés morphologique ou mécanique, notamment, de la surface.

Pour une projection inclinée par rapport à la surface, la déformation plastique est modifiée tout comme l'ancrage mécanique, nécessaire à la cohésion du système particule-substrat. Les composantes de vitesse évoluent en fonction de l'angle d'incidence de la particule, ce qui traduit une modification sensible à l'impact vis-à-vis de la pénétration dans le substrat et du rebond de la particule. La Figure D-1b montre la variation de chacune de ces composantes suivant l'angle de projection θ. La vitesse normale, prise comme vitesse de référence pour la détermination de la vitesse critique, est divisée par deux entre une projection à 90° et une autre réalisée à 30°.

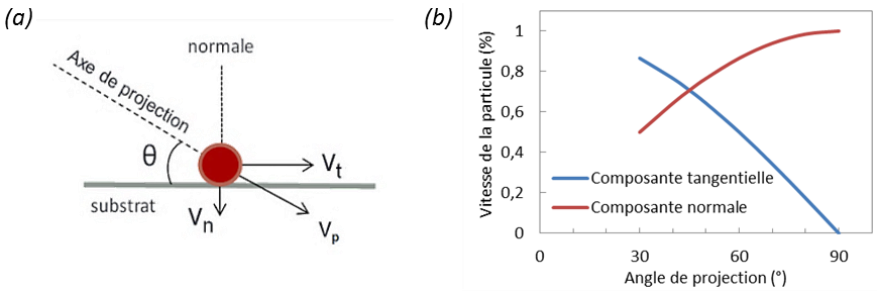


Figure D-1 : (a) Composantes de vitesse d'une particule : V_n, vitesse normale et V_t, vitesse tangentielle et (b) évolution de composantes de la vitesse en fonction de l'angle de projection.

D.2. Seuil d'adhésion des particules

La vitesse critique, définie dans la bibliographie (Chapitre 1, §2.2.3.1), fait état d'une particule heurtant un substrat avec une incidence normale, c'est-à-dire perpendiculaire à la surface du substrat. Dès lors que la vitesse de la particule n'a plus une seule composante mais deux, la vitesse normale et la vitesse tangentielle, alors une modification de cette vitesse critique a lieu. En effet, les frottements conférés à la

particule dans le cas d'une incidence différente de 90° impliquent une augmentation de la vitesse critique. La Figure D-2 montre ce phénomène observé et mesuré pour des projections faisant varier l'angle de projection. L'ancrage mécanique et la pénétration de la particule dans le substrat sont régis par la composante normale de la vitesse. Pour obtenir un enfoncement similaire de la particule, la vitesse doit alors être sensiblement accrue.

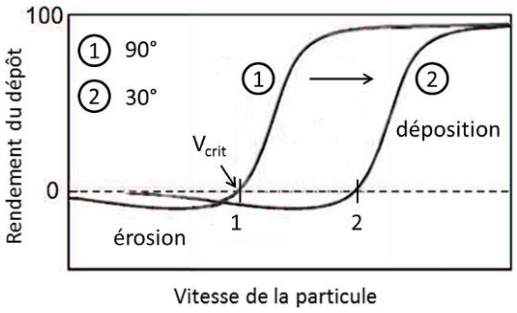


Figure D-2 : Influence de l'angle de projection sur la vitesse critique des particules.

Annexe E. Contraintes résiduelles dans le revêtement après un essai d'adhérence par choc laser

Tout comme les revêtements élaborés par la projection thermique classique, des contraintes internes aux revêtements obtenus par cold spray demeurent. Différentes contributions forment les contraintes résiduelles dans le revêtement et le substrat :

- Les contraintes de compression induites par la forte vitesse d'impact des particules. On parle de phénomène de grenaillage de la surface : phénomène largement prédominant en projection dynamique à froid ;
- Les contraintes thermiques introduites par la différence de coefficient de dilatation thermique entre les deux matériaux (substrat et revêtement) sont négligeables lors du procédé cold spray ;
- Les contraintes dues au phénomène de retrait des particules après impact. Ce dernier est bien moins marqué qu'en projection thermique et contribue très faiblement aux contraintes résiduelles du système.

Lorsque le matériau est sollicité mécaniquement, son niveau de contrainte évolue. Le Chapitre 6 étudie l'adhésion des revêtements par la méthode du choc laser. Cette dernière engendre des déformations plastiques dans le revêtement. Un cloquage plus ou moins prononcé peut se produire. L'étude s'attelle à analyser le niveau de contrainte dans le revêtement avant et après un choc laser. L'objectif étant d'étudier la relaxation des contraintes une fois la décohésion du revêtement réalisée.

E.1. Système revêtement-substrat avant le choc laser

Différentes techniques existent pour mesurer et quantifier les contraintes résiduelles dans les revêtements obtenus par cold spray. Des méthodes de mesure destructives et non destructives ont été utilisées. Les travaux de Luzin [LUZ11] et de Choi [CHO07] mettent en avant l'utilisation de la méthode par diffraction neutronique qui ne détruit pas les échantillons d'aluminium analysés. Elle permet de déterminer l'évolution des contraintes résiduelles à travers l'épaisseur du revêtement mais également au sein du substrat (Figure E-1).

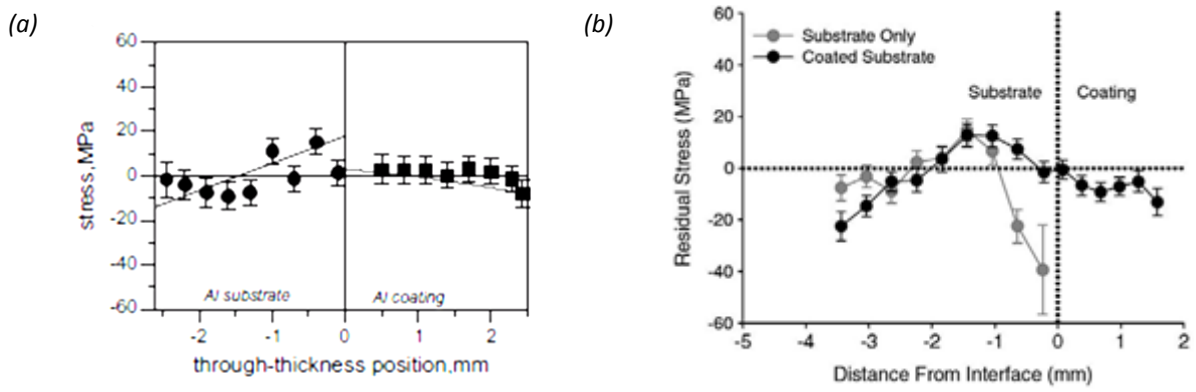


Figure E-1 : Distribution des contraintes résiduelles dans un revêtement d'aluminium déposé sur substrat d'aluminium, (a) sans préparation de surface [LUZ11] et (b) sablé [CHO07].

Un profil de contrainte (traction / compression) est alors établi pour être interprété en fonction de l'état de surface initial du substrat. La formation du revêtement sur une surface sablée permet d'atténuer

significativement les contraintes de compression induites par la préparation de surface par sablage. Les contraintes à l'interface sont désormais quasiment nulles.

E.2. Etude du revêtement d'aluminium après le choc laser

Afin d'estimer l'influence de la décohésion entre le revêtement et son substrat sur l'état de contrainte au sein du matériau, des analyses en DRX sont réalisées. Une comparaison entre une zone du revêtement non irradiée et une autre présentant un bombé suite au choc laser est entreprise (Figure E-2). La mesure est limitée par la technologie de détermination des contraintes utilisée. En effet, la surface analysée n'est pas plane et nécessiterait un appareillage plus pointu pour donner des valeurs plus fines. Cette étude est là pour mettre en avant les phénomènes mécaniques se produisant localement lors de la rupture de l'interface revêtement-substrat.

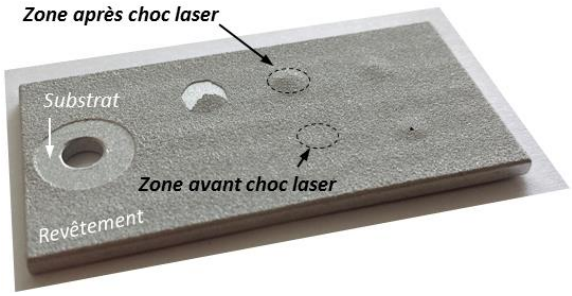


Figure E-2 : Echantillon d'aluminium 2024-T3 revêtu par de l'aluminium pur 1050 et identification des zones irradiées suite aux chocs lasers et celles saines, c'est-à-dire n'ayant subies aucune sollicitation.

En comparant la largeur à mi-hauteur (FWHM[1]) du pic le plus haut du diffractogramme X du revêtement, une léger décalage est déterminé. Cet écart, expliqué au Chapitre 2 (§4.5), renseigne sur le niveau de contrainte du système analysé. A son état brut de projection, c'est-à-dire avant le choc laser, le revêtement est contraint en compression de l'ordre de -20 ± 3 MPa. Sur la zone choquée, la contrainte déterminée est de -14 ± 5 MPa. Il semblerait qu'il y ait moins de contraintes en surface du revêtement dans la zone du bombé (Figure E-3). Le passage de l'onde et la rupture de l'interface amènent à penser qu'une relaxation des contraintes se produit libérant ainsi une partie de la compression intrinsèque au revêtement.

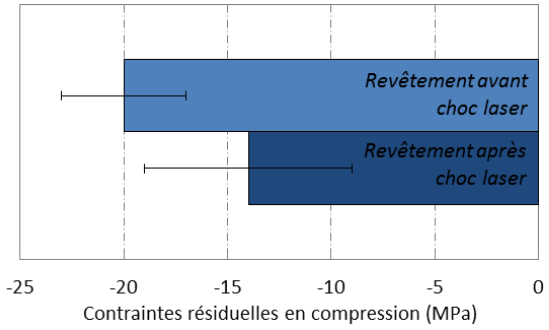


Figure E-3 : Contraintes résiduelles en compression dans le revêtement d'aluminium pur 1050 déposé sur un substrat d'aluminium 2024-T3 avant et après une sollicitation dynamique par choc laser.

[1] Full Width at Half Maximum.

Références bibliographiques

[CHO94] CHOU Y.S., GREEN D.J., *Processing and mechanical properties of a silicon carbide platelet/alumina matrix*, Journal of the European Ceramic Society, 14, 1994, p. 303-311

[CHO07] CHOI W.B., LI L., LUZIN V., NEISER R. et al, *Integrated characterization of cold sprayed aluminium coatings*, Acta Materialia, 55(3), 2007, p. 857-866

[CIZ94] CIZERON G., *Métallurgie des poudres*, La revue de métallurgie CIT 5, 1994, p. 683-692

[DES13] DESCURNINGES L.-L., *Influence de l'oxydation des particules de poudres de tantale sur les propriétés des dépôts cold spray*, Thèse de doctorat, MINES ParisTech, Décembre 2013

[DIL15] DILER E.A., GHIAMI A., IPEK R., *Effect of high ratio of reinforcement particle size to matrix powder size and volume fraction on microstructure, densification and tribological properties of SiCp reinforced metal matrix composites manufactured via hot pressing method*, International Journal of Refractory Metal and Hard Materials, 52, 2015, p. 183-194

[FUK06] FUKANUMA H., OHNO N., SUN B., HUANG R., *In-flight particle velocity measurements with DPV-2000 in cold spray*, Surface and Coatings Technology, 201, 2006, p. 1935-1941

[GRI15] GRIGORIEV S., OKUNKOVA A., SOVA A., BERTRAND P., SMUROV I., *Cold spraying: from process fundamentals towards advanced applications*, Surface & Coatings Technology, 268, 2015, p. 77-84

[JAY09] JAY F., *Des particules revêtues aux matériaux massifs : synthèse par mécano-fusion et dépôt chimique en phase vapeur, caractérisation et étude de l'oxydation à haute température*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2008

[LUZ11] LUZIN V., SPENCER K., ZHANG M.-X., *Residual stress and thermo-mechanical properties of cold spray metal coatings*, Acta Materialia, vol. 59, 2011, p. 1259–1270

[MAS91] MASTERS K., Spray Drying Handbook, 5th ed., Longman Scientific & Technical, October 1991

[MAT93] MATTSSON L., WAGBERG P., *Assessment of surface finish on bulk scattering materials: a comparison between optical laser stylus and mechanical stylus profilometers*, Precision Engineering, 15(3), 1993, p. 141-149

[UNA06] UNAL R., *The influence of the pressure formation at the tip of the melt delivery tube on tin powder size and gas/melt ratio in gas atomization method*, Journal of Materials Processing Technology, 180, 2006, p. 291-295

[UOZ06] UOZUMI H., KOBAYASHI K., MASUDA C., YOSHIDA M., *Fabrication process of carbonaceous fiber reinforced Al and/or Mg alloy(s) composite by squeeze casting*, Advanced Materials Research, 15-17, 2006, p. 209-214

[WU05] WU J., FANG H., YOON S., KIM H., LEE C., *Measurement of particle velocity and characterization of deposition in aluminum alloy kinetic spraying process*, Applied Surface Science, 252, 2005, p. 1368-1377

[YAN10] YANG M., DAI Y.-X., SONG C.-J., ZHAI Q., *Microstructure evolution of grey cast iron powder by high pressure gas atomization*, Journal of Materials Processing Technology, 210, 2010, p. 351-355

[ZAM87] ZAMBETAKIS J.L., GUILLE B., WILLER M., DAIRE M., *Mechanical properties of pressure-sintered Al_2O_3-ZrC composites*, Journal of Materials Science, 22, 1987, p. 1135-1140

Publications scientifiques

Publications avec comité de lecture

BLOCHET Q., DELLORO F., N'GUYEN F., JEULIN D., BORIT F., JEANDIN M., *Effect of the cold-sprayed aluminium coating-substrate interface morphology on bond strength for aircraft applications*, soumis à Journal of Thermal Spray Technology, 2015.

BLOCHET Q., GUIPONT V., VEZZU S., RECH S., BORIT F., JEANDIN M., *Study of the influence of coating-substrate interface morphology on bond strength using LASAT® ("LAser Shock Adhesion Test")*, pour être soumis à publication dans Surface & Coatings Technology, 2015.

Actes de congrès avec comité de lecture

BLOCHET Q., DELLORO F., BORIT F., JEANDIN M., ROCHE K., SURDON G., *Effect of spray parameters on the Al cold-sprayed for the repair of aircraft components*, 5th Rencontres Internationales sur la Projection Thermique (RIPT) 2013, 11-13 December, Limoges, 2013.

BLOCHET Q., DELLORO F., N'GUYEN F., BORIT F., JEANDIN M., *Influence of spray angle on cold spray with Al for the repair of aircraft components*, in: Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2014, 21-23 May, Barcelona, DVS, 2014, p. 69-74.

Influence de la rugosité de surface du substrat sur l'adhérence de revêtements à base d'aluminium élaborés par projection dynamique par gaz froid (« cold spray »)

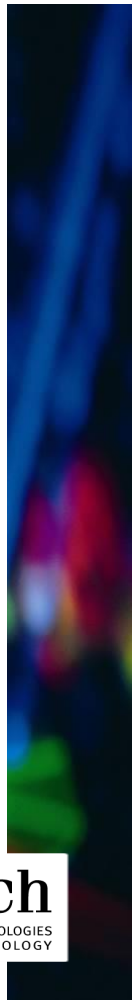
RESUME : Le principe du procédé cold spray réside dans la projection de poudres à haute vitesse sur un matériau, le substrat. La formation d'un revêtement plus ou moins dense à sa surface passe par l'adhérence et l'empilement des particules projetées. Un des domaines d'application d'un tel procédé est la réparation de composants métalliques ou composites utilisés dans le secteur aéronautique. Les particules et le substrat adhèrent par différents mécanismes, notamment mécaniques. Les duretés respectives des matériaux et la topographie de surface du substrat influent sur l'intensité de cet ancrage mécanique. Cette étude permet de statuer sur ces deux contributions. Pour cela, des systèmes purement métalliques et composites aux propriétés mécaniques différentes sont choisis. Le dépôt de particules sur des surfaces rugueuses est étudié à travers l'élaboration de revêtements d'aluminium pur sur substrats d'alliage d'aluminium plus durs. Des mécanismes de déformation plastique et d'empilement sont analysés par construction de revêtements d'Al-SiC sur aluminium. L'élaboration de ces revêtements passe par l'optimisation de nombreux paramètres liés au procédé et à la nature des matériaux (température, pression, granulométrie). Les conditions d'impact des particules sont également déterminées par l'emploi de techniques mesurant la vitesse des poudres projetées (DPV 2000), la température du substrat par thermocouples et la température des particules par simulation numérique. L'ancrage mécanique des particules est analysé par observation en coupe de l'interface revêtement-substrat. Le gradient de dureté est également quantifié. Une analyse de la morphologie des surfaces sablées est réalisée afin de corréler la granulométrie des particules aux dimensions de rugosité mesurées. Un modèle d'impact par simulation numérique est mis en place pour étudier les déformations plastiques des interfaces en fonction de la topographie de surface. Enfin, des essais d'adhérence par choc laser (LASAT®) sont entrepris afin d'identifier le rôle de la rugosité d'interface sur les seuils de rupture déterminés numériquement.

Mots-clés : Cold Spray, revêtement, adhérence, aluminium, composite, topographie de surface, rugosité, simulation, éléments finis, réparation.

Influence of substrate surface roughness on cold-sprayed coating-substrate bond strength in aluminum-based systems

ABSTRACT: The cold spray process is based on high-speed spraying of a powder onto a substrate. The formation of a more or less dense coating depends on sprayed particle adhesion and coating build-up. The repair of metallic or composite aircraft / aerospace components is a recent application of cold spraying. The particle-substrate bond strength is due to various mechanisms, including mechanical anchoring. Substrate material hardness and surface topography governs the degree of mechanical anchoring. This thesis study is centered on the influence of these two contributions. Pure metallic and composite systems with different mechanical properties are selected. Particle deposition onto rough surfaces is investigated through the development of pure aluminium coating of harder aluminum alloy substrates. Plastic deformation and build-up mechanisms are studied for Al-SiC coatings onto ductile substrate. All the coatings resulted from an optimization stage where process parameters and materials properties are considered (gas temperature, gas pressure, particle size). Particle impact conditions are also determined by particle speed experimental measurements (using a DPV 2000 system). Substrate temperatures are determined using thermocouple and particle temperatures are studied by numerical simulation. Mechanical anchoring of particles is investigated by cross-section observation of the coating-substrate interface. Hardness gradient is also quantified. An analysis of sand-blasted surfaces morphology is performed to correlate particle size and roughness parameters. A model of particle impact is established from a finite element analysis of interface plastic deformation as a function of surface topography. Lastly, dynamic adhesion testing using a laser shock (LASAT®) are undertaken to study the potential role of interface roughness on the fracture thresholds in the light of a numerical analysis.

Keywords: Cold Spray, coating, bond strength, aluminum, metal-matrix composite, surface topography, roughness, finite element analysis, repair.



MINES ParisTech

ParisTech
INSTITUT DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES
PARIS INSTITUTE OF TECHNOLOGY