

## **Chapitre 2 : Matériaux, Procédés et Techniques de caractérisation**



## SOMMAIRE

<b>CHAPITRE 2 :</b>	<b>MATERIAUX, PROCEDES ET TECHNIQUES DE CARACTERISATION.....</b>	<b>51</b>
<b>INTRODUCTION .....</b>		<b>55</b>
<b>1. MATERIAUX.....</b>		<b>55</b>
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
<b>2. PROCEDE D'ELABORATION COLD SPRAY .....</b>		<b>63</b>
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
<b>3. TECHNIQUES DE PREPARATION DE SURFACE DU SUBSTRAT.....</b>		<b>69</b>
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

<b>4. CARACTERISATION DU REVETEMENT ET DU SUBSTRAT .....</b>	<b>78</b>
4.1. PREPARATION DES ECHANTILLONS.....	78
4.1.1. <i>Observation des échantillons en coupe</i> .....	78
4.1.2. <i>Observation des poudres enrobées</i> .....	78
4.2. ANALYSE ET OBSERVATION MICROSTRUCTURALE .....	78
4.2.1. <i>Moyens d'observation</i> .....	79
4.2.2. <i>Analyse de la microstructure du revêtement</i> .....	79
4.3. ANALYSE TOPOGRAPHIQUE DE SURFACE .....	81
4.4. DETERMINATION DE LA DURETE DES MATERIAUX.....	82
4.5. ETUDE DES CONTRAINTES RESIDUELLES .....	83
<b>CONCLUSION SUR LES MATERIAUX ET LA PREPARATION DES SURFACES.....</b>	<b>84</b>
<b>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>	<b>85</b>

## 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<sup>1</sup>. 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<sup>2</sup>. La première est composée de particules parfaitement sphériques alors que la deuxième, sphéroïdale, n'est que

<sup>1</sup> Fournisseur de poudres métalliques basé en Allemagne.

<sup>2</sup> 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  $\mu\text{m}$ . 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.

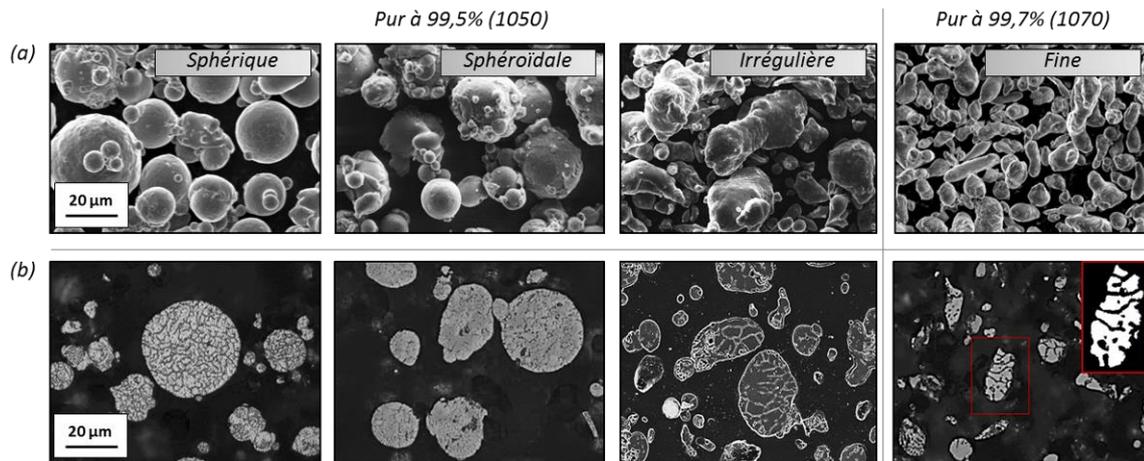


Figure 2-1 : Poudres d'aluminium pur 1050 et 1070 observées (a) en MEB, poudre libre et (b) en MO en coupe avec attaque chimique « Keller ».

#### 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 fournie par TLS-Germany<sup>3</sup>. 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, fournie par ECKA Granules, et de morphologie sphéroïdale ;
- La poudre de carbure de silicium (SiC) est fabriquée par le pôle Matériaux Céramique de Saint-Gobain<sup>4</sup>, avec une excellente résistance à l'oxydation, une très grande dureté et une morphologie anguleuse.

<sup>3</sup> Fabricant de poudre métallique basé en Allemagne.

<sup>4</sup> 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).

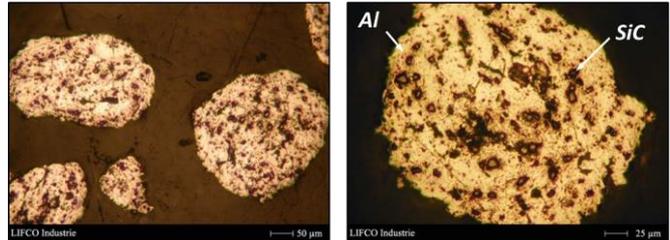


Figure 2-2: Microscopie optique en coupe des poudres composites Al-SiC élaborées par mécano-synthèse chez LIFCO Industries<sup>5</sup>.

### 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.

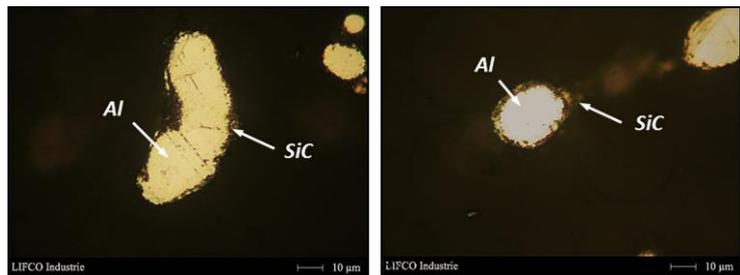


Figure 2-3: Microscopie optique en coupe des poudres composites Al-SiC élaborées par mécano-fusion chez LIFCO.

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.

<sup>5</sup> Entreprise réalisant des poudres et des traitements thermiques et de surface, Saint-Etienne (France).

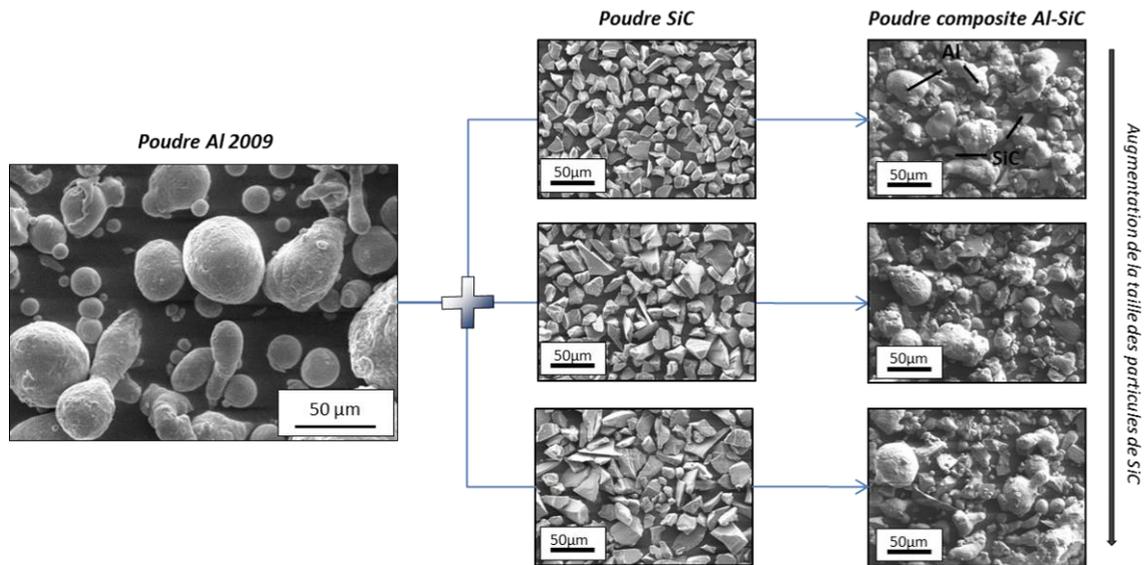


Figure 2-4 : Microscopie optique des poudres composites d'aluminium + 15% de SiC en volume élaborées par mélange au Turbula®, pendant 12 heures et par voie sèche.

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.

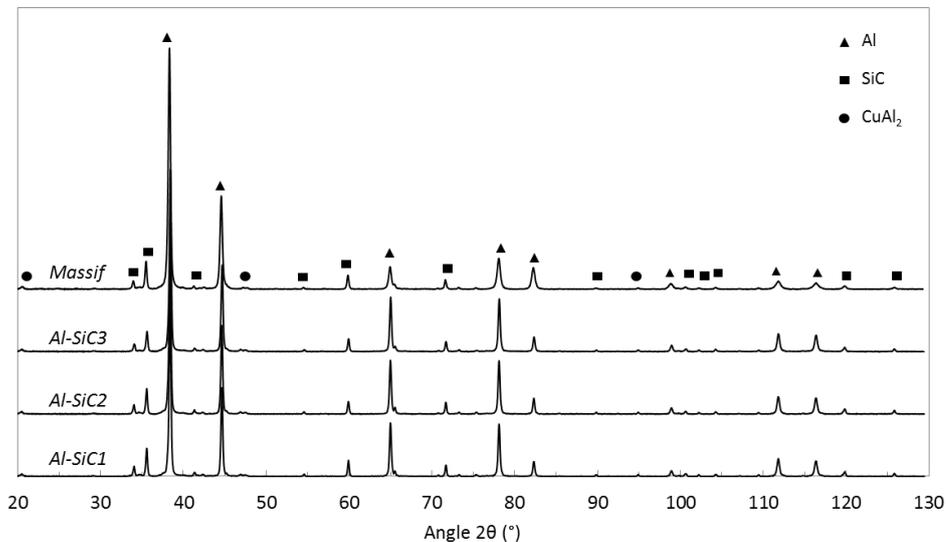


Figure 2-5 : Diffractogrammes X des poudres composites et du matériau massif d'aluminium-SiC.

### 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  $\gamma$  sont illustrées. Les valeurs caractéristiques de la granulométrie des poudres  $\gamma$  sont données : il s'agit du  $d(0,1)$ ,  $d(0,5)$  et  $d(0,9)$ .

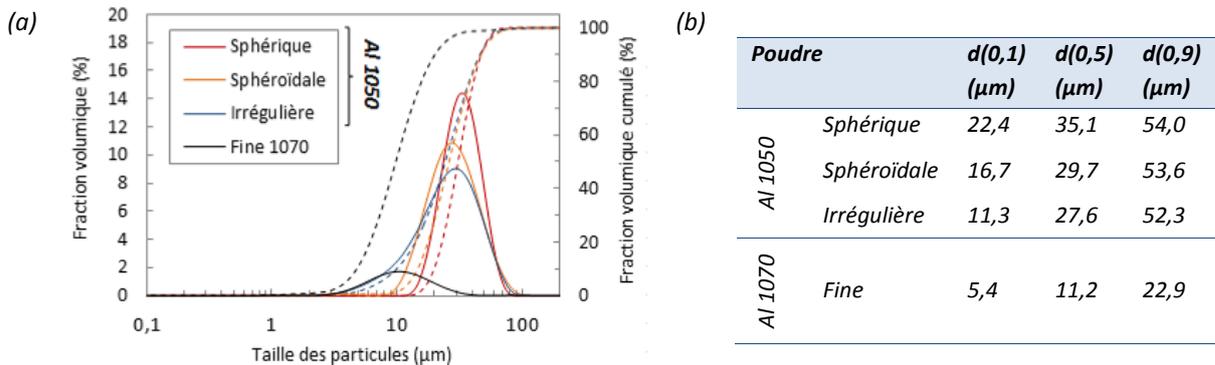


Figure 2-6 : (a) Répartition granulométrique en volume et (b) diamètres caractéristiques des poudres d'aluminium pur 1050 et d'aluminium pur 1070.

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

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 :  $d(0,1) = 30 \mu\text{m}$ ,  $d(0,5) = 62 \mu\text{m}$  et  $d(0,9) = 105 \mu\text{m}$ . 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  $\mu\text{m}$  et un  $d(0,9)$  égale à 91  $\mu\text{m}$ . Les différentes poudres de SiC donnent trois granulométries distinctes : une poudre relativement fine dont la taille est comprise entre 10 et 23  $\mu\text{m}$ , et une plus grossière qui s'étend de 16 à 40  $\mu\text{m}$ . La granulométrie intermédiaire est, quant à elle, comprise entre 12 et 35  $\mu\text{m}$ .

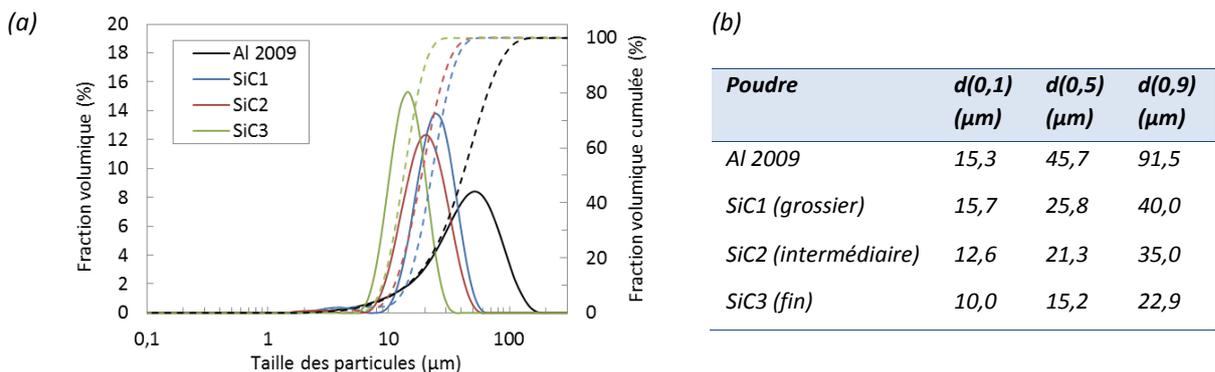


Figure 2-7 : (a) Répartition granulométrique en volume et (b) diamètres caractéristiques des poudres d'aluminium 2009 et de la poudre céramique SiC.

### 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	$N_2$	$97,8 \pm 2,1$	$1,85 \pm 0,20$
	Sphérique	Ar	$37,3 \pm 2,1$	$0,92 \pm 0,14$
Poudres d'aluminium pur 1050	Sphéroïdale	Ar	$39,8 \pm 1,6$	$0,90 \pm 0,08$
	Irrégulière	$N_2$	$25,8 \pm 1,8$	$0,67 \pm 0,09$
Poudres d'aluminium pur 1070	Colloïdale	$N_2$	$30,8 \pm 1,3$	$0,84 \pm 0,18$

#### 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<sub>0,001</sub> tandis que celle de la phase CuAl<sub>2</sub> est de 150 HV<sub>0,001</sub>. 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  $145 \pm 4$  HV<sub>0,001</sub>.

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  $55 \pm 3$  HV<sub>0,001</sub>. 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  $185 \pm 5 \text{ HV}_{0,001}$ . 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  $(\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_4)_n$ , 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<sup>3</sup>, 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<sup>2</sup> pour les dimensions maximales) mis en mouvement par un robot 2 axes dont la vitesse de déplacement peut atteindre 300 mm.s<sup>-1</sup>. 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<sup>3</sup>, possédant également une aspiration, est disponible (CAPS : « Control Atmospheric 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.

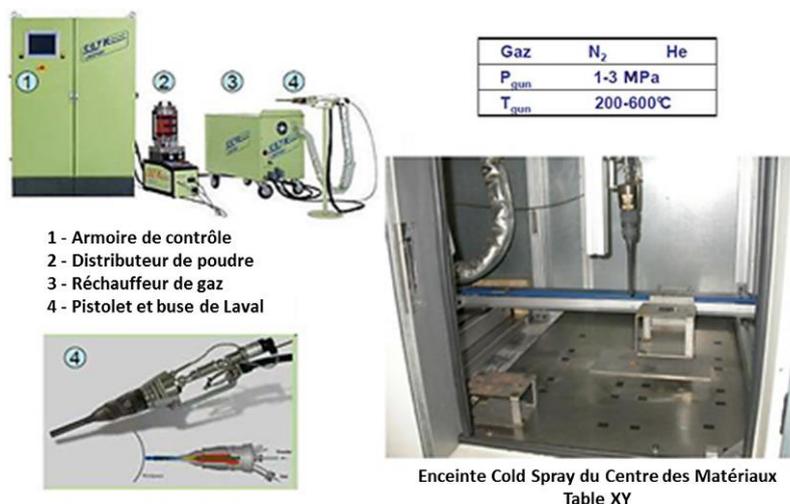


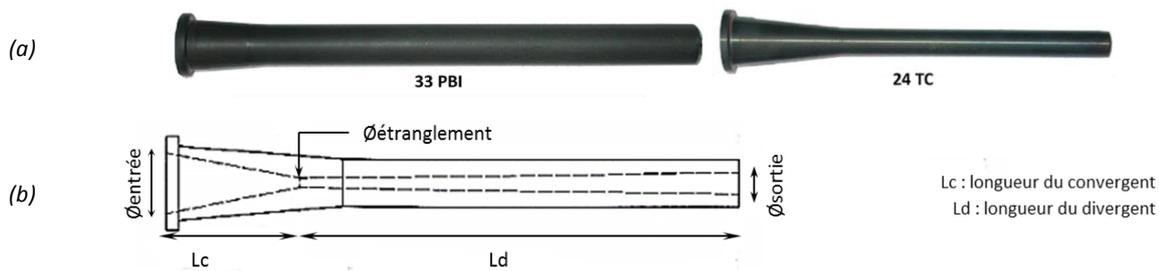
Figure 2-8 : Equipement de projection dynamique par gaz froid (cold spray) CGT Kinetics 3000.

#### 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.



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 $L_c$ (mm)	40,0	40,0
Longueur du divergent $L_d$ (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,  $\text{tr} \cdot \text{min}^{-1}$ )

### 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.

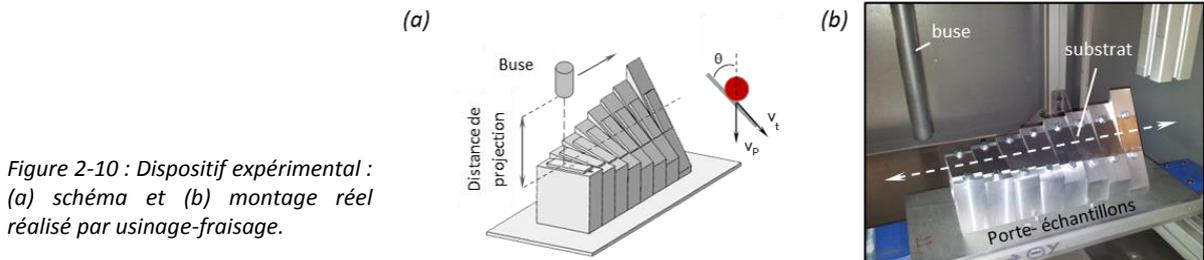


Figure 2-10 : Dispositif expérimental : (a) schéma et (b) montage réel réalisé par usinage-fraisage.

#### 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  $\theta$  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.

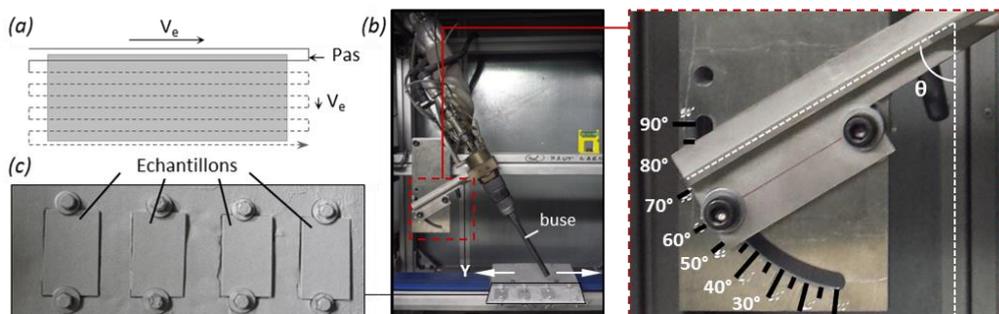


Figure 2-11 : Dispositif expérimental pour une projection inclinée, cas d'un surfaçage : (a) mouvement programmé du porte-échantillons, (b) montage avec variation de l'angle  $\vartheta$  et (c) substrats revêtus.

## 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 (référéncés 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<sup>®</sup> 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.

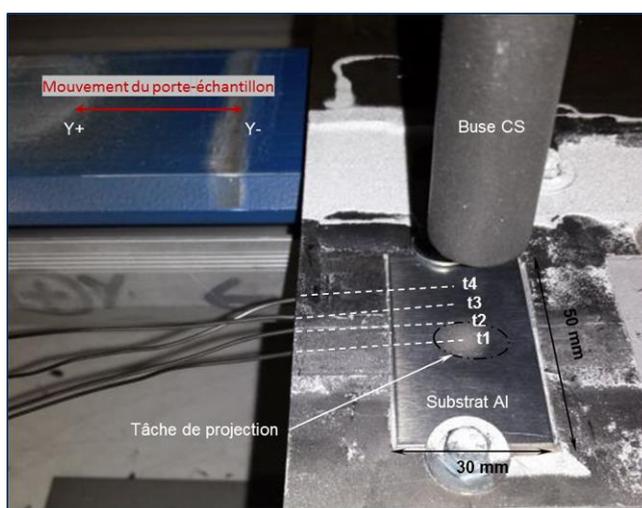


Figure 2-12 : Montage expérimental de mesure de température du substrat par thermocouples, depuis le centre du jet de projection jusqu'à sa périphérie et au-delà.

### 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 ( $\lambda$ ) 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.

	$\rho$ ( $\text{kg.m}^{-3}$ )	$c_p$ ( $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )	$\lambda$ ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ )	$D$ ( $10^{-6} \text{ m}^2.\text{s}^{-1}$ )
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  $\mu\text{m}$  dans le cas du cold spray, permet de remonter à la vitesse de la particule : le temps  $\Delta t$  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.

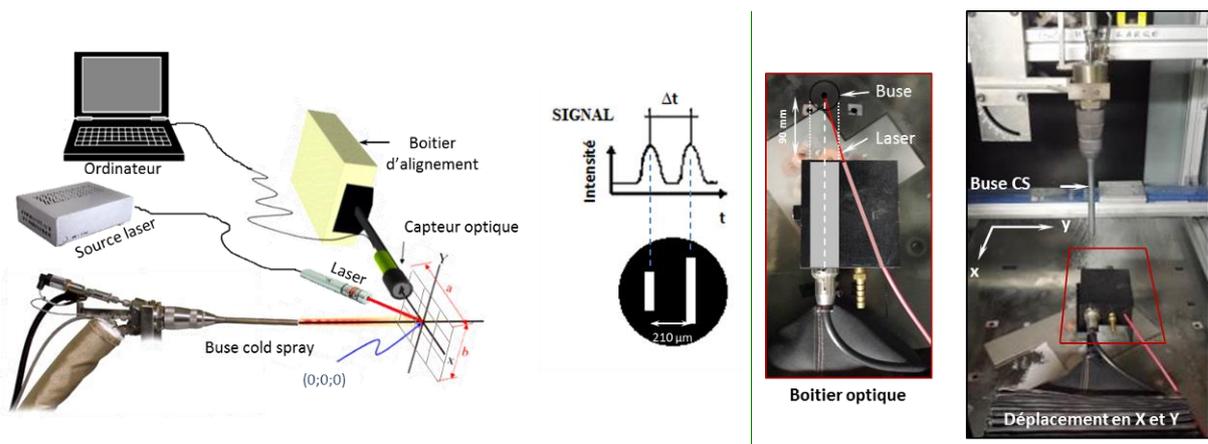


Figure 2-13 : Dispositif expérimental DPV 2000 associé à un système d'éclairage laser pour la détection des particules projetées par cold spray.

### 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 Helfrich [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.

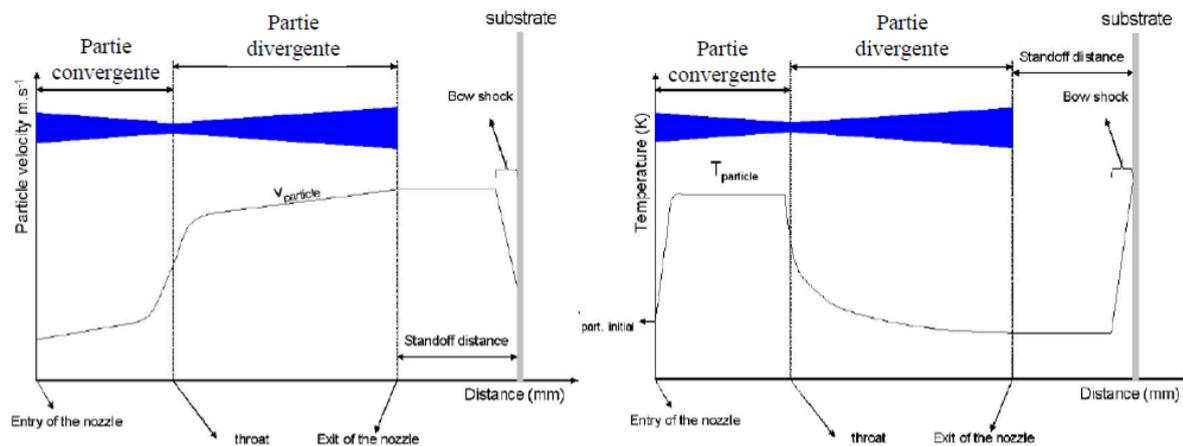


Figure 2-14 : Evolution de la vitesse (à gauche) et de la température (à droite) d'une particule et du gaz depuis son entrée dans la buse de projection jusqu'à son impact à la surface du substrat [KAI07].

### 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 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), la projection de carboglace et la réalisation de motifs réguliers, aux dimensions maîtrisées, par usinage.

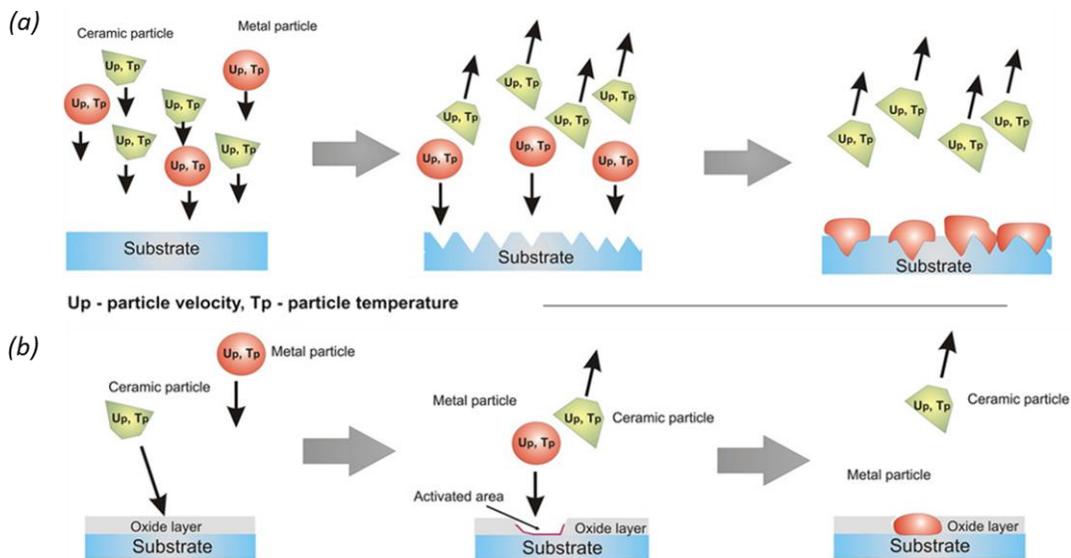


Figure 2-15 : Chemins possibles des mécanismes d'activation de surface par abrasion mécanique : (a) amélioration du profil de surface et (b) nettoyage de surface [GRI15].

#### 3.1. Projection de particules d'alumine

##### 3.1.1. Procédé de sablage de surface

Le sablage consiste à projeter des particules d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) 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<sup>®</sup> 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'écroutissage 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].

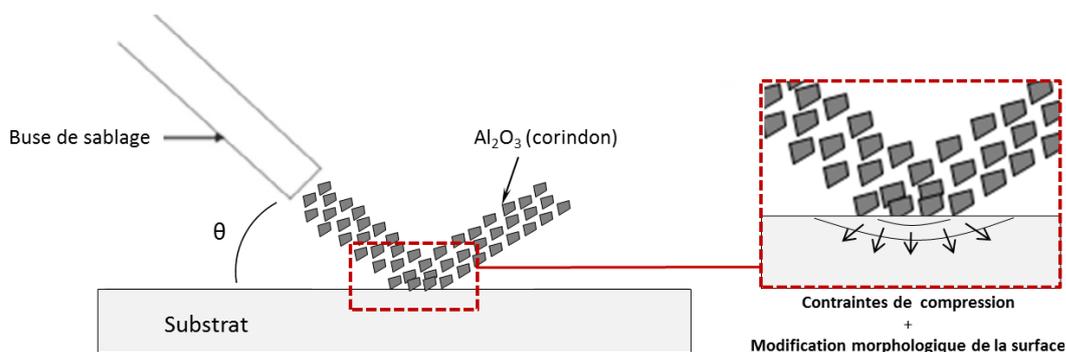


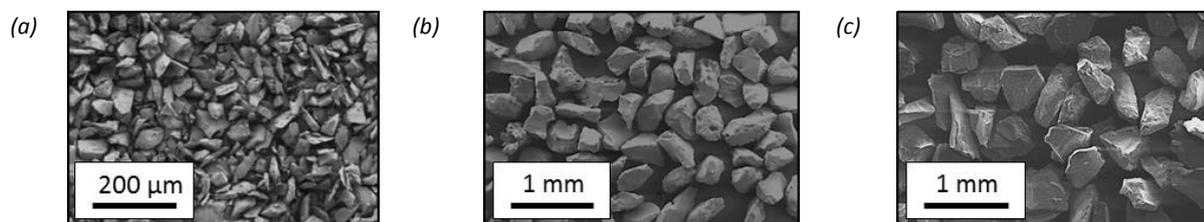
Figure 2-16 : Schéma de principe du procédé de sablage d'un substrat.

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

Type de corindon	Granulométrie théorique ( $\mu\text{m}$ )	Pression du sablage (MPa)	Distance de projection (mm)	Angle de projection de la buse ( $^\circ$ )	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 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) de diamètre moyen (a)  $62 \mu\text{m}$ , (b)  $300 \mu\text{m}$  et (c)  $700 \mu\text{m}$ .

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  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (99,6%) est mesurée ainsi que des infimes fractions de silice, d'oxyde de fer ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ), d'oxyde de titane ( $\text{TiO}_2$ ) et d'autres présents ( $\text{CaO}$ ,  $\text{MgO}$ , etc.).

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

Phase	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$\text{SiO}_2$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$\text{TiO}_2$	$\text{CaO}$	$\text{Na}_2\text{O}$	$\text{K}_2\text{O}$	$\text{MgO}$
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.

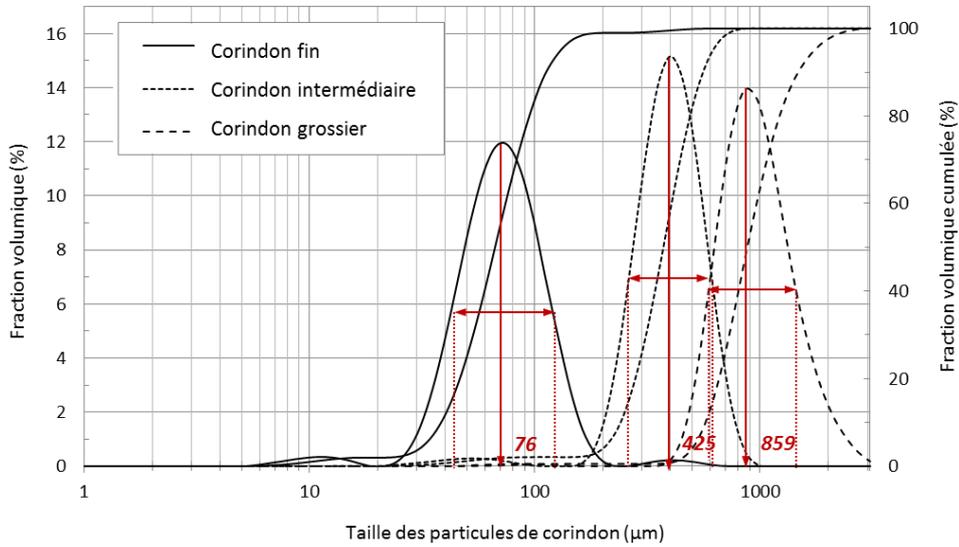


Figure 2-18 : Répartitions granulométriques des différents types de corindon (fin, intermédiaire et grossier) utilisés pour le sablage des substrats métalliques.

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<sub>0,001</sub>) 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<sub>0,001</sub>, 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.

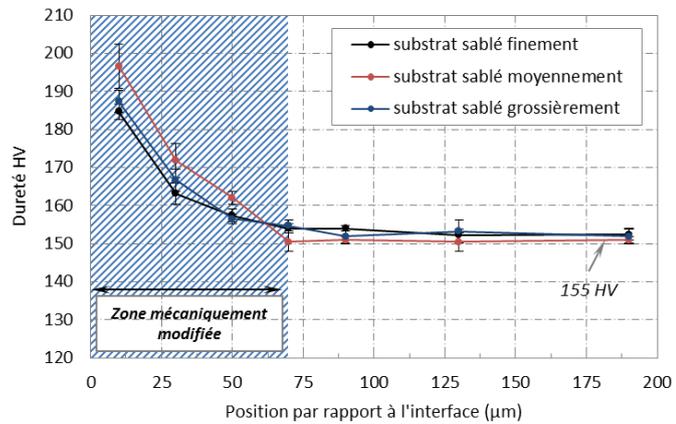


Figure 2-19 : Profils de dureté  $HV_{0,001}$  des substrats d'aluminium 2024-T3 sablés depuis la surface jusqu'à cœur du matériau.

### 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 grenillé. Cet état grenillé, 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<sup>1</sup>.

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	$-5 \pm 2$ MPa L0.282	-	-
Brut	$-49 \pm 26$ MPa L0.399	$-40 \pm 29$ MPa L0.393	0.648
Poli miroir	$+2 \pm 18$ MPa L0.399	$+9 \pm 18$ MPa L0.409	0.699
Sablé fin	$-191 \pm 20$ MPa L0.587	$-179 \pm 24$ MPa L0.583	1.066
	$-196 \pm 30$ MPa L0.596	-	-
Sablé moyennement	$-209 \pm 11$ MPa L0.604	$-205 \pm 20$ MPa L0.611	1.085
Sablé grossier	$-194 \pm 18$ MPa L0.636	$-172 \pm 23$ MPa L0.616	1.128
Grenillé	$-319 \pm 17$ MPa L0.692	Réf. Cetim $-315 \pm 10$	-

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

<sup>1</sup> 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.

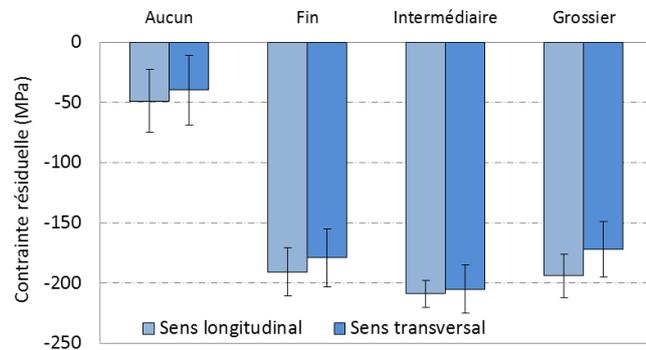


Figure 2-20 : Contraintes résiduelles dans les substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'intensité du sablage.

### 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  $\mu\text{m}^2$ ), 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.

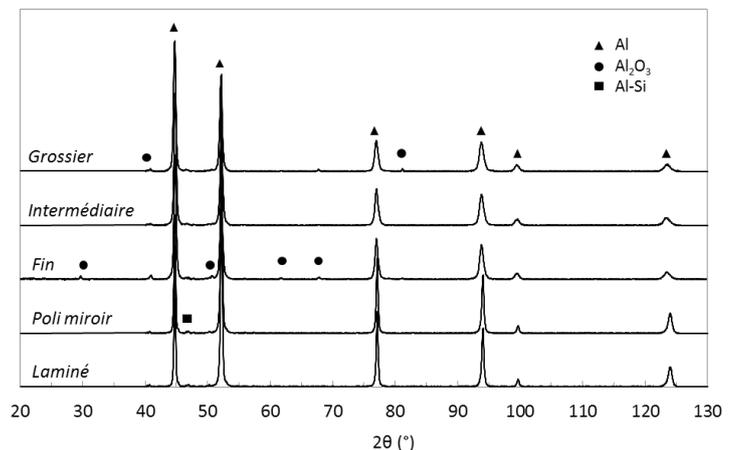


Figure 2-21 : Diffractogrammes X des substrats d'aluminium 2024-T3 laminés et modifiés par sablage et par polissage.

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<sup>2</sup> 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.

<sup>2</sup> 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<sup>®</sup>. 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 fraîchement 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.

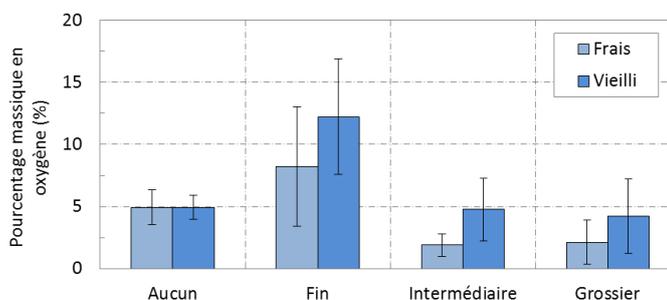


Figure 2-22 : Influence de la préparation de surface et du vieillissement de l'échantillon d'aluminium 2024-T3 sur le taux d'oxygène en surface du substrat, suite à une préparation de surface fraîchement réalisée (frais) et après 1000 heures environ (vieilli).

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](http://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<sup>®</sup>, 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'éliminer les oxydes présents (Figure 2-23). Les particules de  $CO_2$  sont fournies par Subligel<sup>3</sup> 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  $300 \text{ m}^3 \cdot \text{h}^{-1}$ . 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.

<sup>3</sup> Spécialiste de la mise en forme de la glace carbonique basé à Voujeaucourt (France).

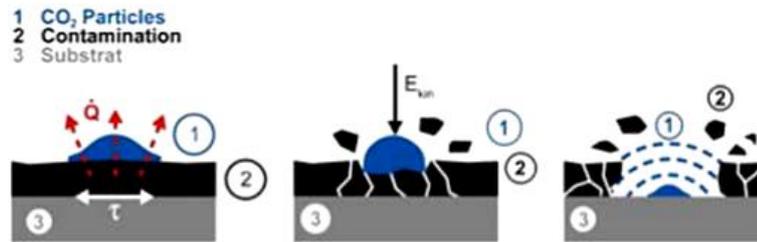


Figure 2-23 : Mécanismes d'activation de la surface du substrat par projection de carboglace [DON12-2].

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

Température (°C)	-78,5	Chaleur spécifique (J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	519,16
Masse volumique (kg.m <sup>-3</sup> )	1560	Conductivité thermique (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )	0,0107

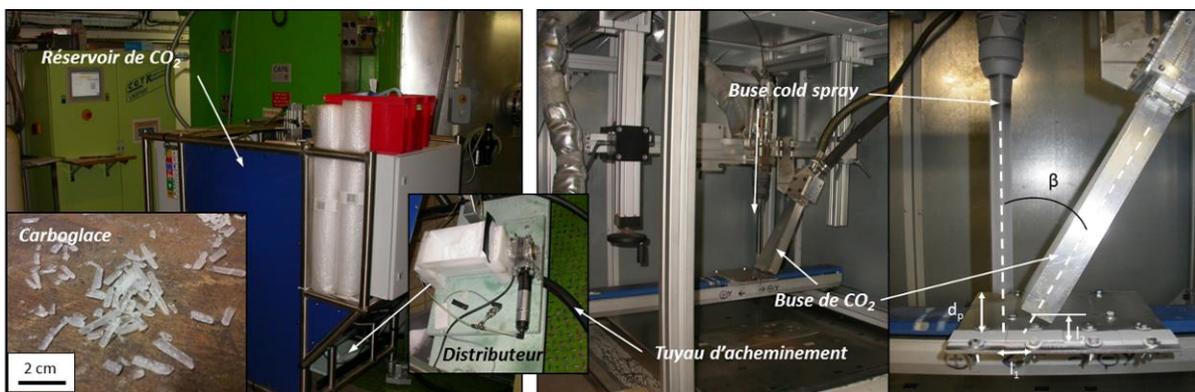


Figure 2-24 : Installation de l'équipement de projection de carboglace, combinée au procédé cold spray.

### 3.2.3. Stratégie et méthodes de préparation de surface

Différentes expériences sont envisagées afin d'évaluer le rôle des particules de CO<sub>2</sub> 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).

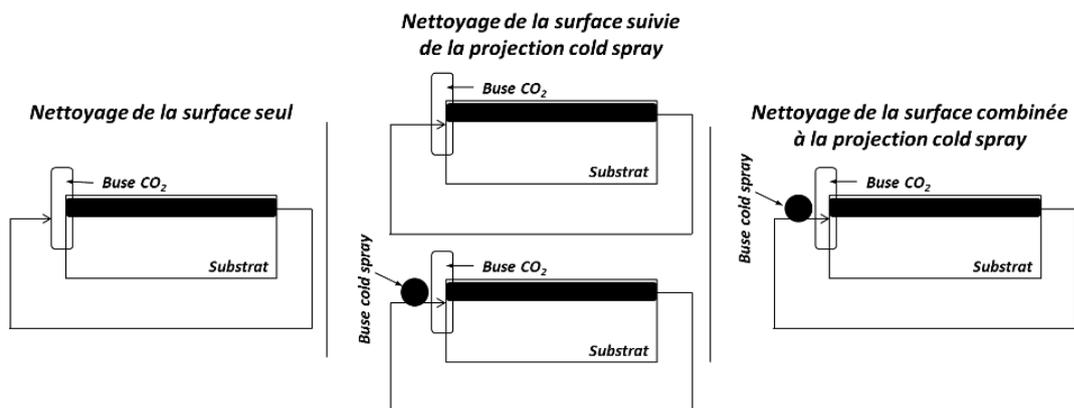


Figure 2-25 : Stratégies cinématiques envisagées pour la projection de carboglace combinée au procédé cold spray.

### 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.

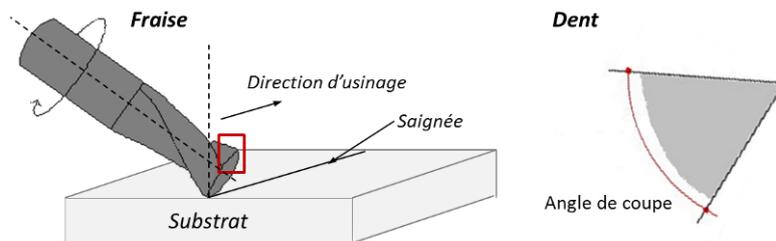


Figure 2-26 : Procédé d'usinage de saignées par fraisage et caractéristique de l'outil de coupe.

#### 3.3.2. Définition des motifs de surface

Plusieurs morphologies de saignées sont réalisées. La profondeur des saignées est limitée à  $100\ \mu\text{m}$  et la distance inter-saignée, autrement dit le pas, est fixée à  $500\ \mu\text{m}$  (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  $90^\circ$ .

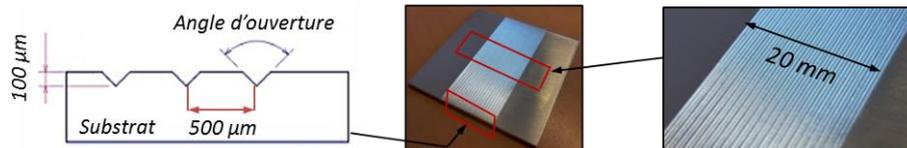


Figure 2-27 : Caractéristiques morphologiques des saignées réalisées par fraisage sur une plaque d'aluminium 2024-T3 brut de laminage de dimensions  $50 \times 50 \times 2\ \text{mm}^3$ .

## 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<sup>®</sup>), 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<sup>®</sup> (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  $0,4 \text{ mm.s}^{-1}$ . Cette technique de découpe est utilisée dans le cas des revêtements. Pour observer des splats, une découpe plus légère (Well<sup>®</sup>, réf. 3242), au fil d'acier très fin, de diamètre 300  $\mu\text{m}$  sur lequel des grains de diamant de 60  $\mu\text{m}$  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  $\mu\text{m}$ , 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 ( $\text{SiO}_2$ ) 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 ( $\text{HNO}_3$ ), 1,5 ml d'acide chlorhydrique ( $\text{HCl}$ ), 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  $\mu\text{m}$  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.

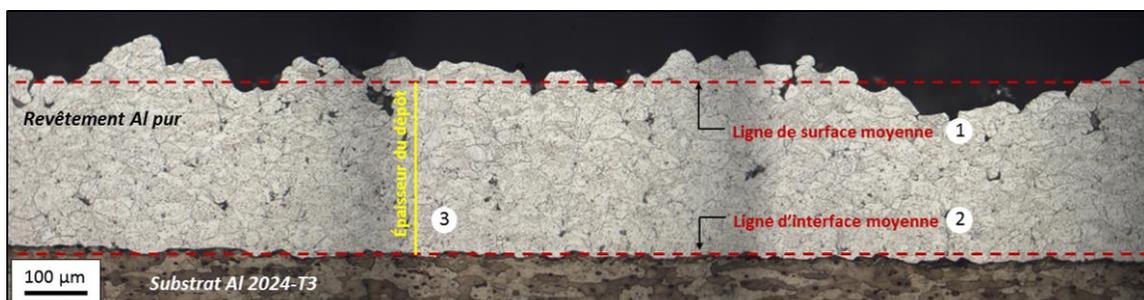


Figure 2-28 : Détermination de l'épaisseur d'un revêtement élaboré par cold spray suivant différentes étapes : (1) ligne de surface déterminée à partir du calcul du Ra, (2) ligne d'interface déterminée à partir du calcul du Ra par extraction de l'interface et (3) épaisseur du revêtement.

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.

$$\frac{\text{masse} \cdot \text{du} \cdot \text{revêtement} \cdot \text{expérimentale}}{\text{débit} \cdot \text{massique} \cdot \text{temps} \cdot \text{de} \cdot \text{projection}} \quad (\text{Eq. 2.1})$$

#### 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.

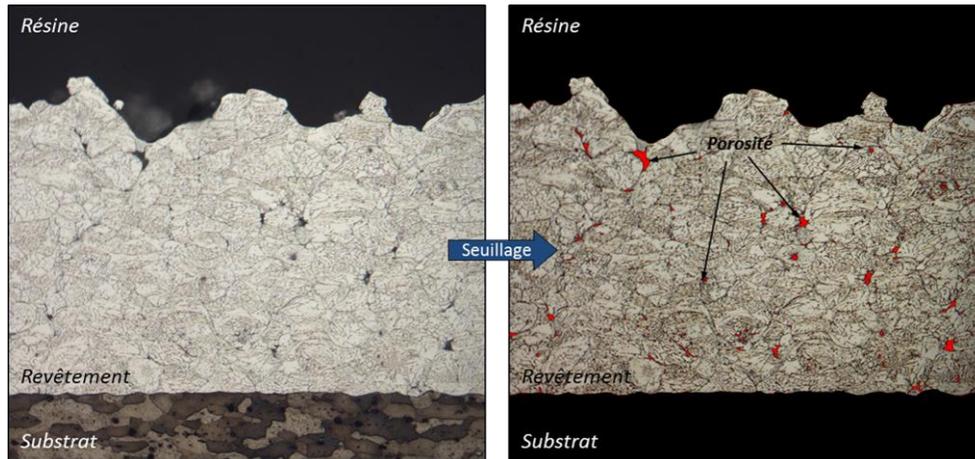


Figure 2-29 : Détermination du taux de porosité d'un revêtement d'aluminium pur, élaboré par cold spray, par une analyse d'image et un seuillage en niveaux de gris.

### 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<sup>®</sup> 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<sup>®</sup>. 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  $\mu\text{m}$ . De plus, la taille des éprouvettes varie jusqu'à 100 x 100 x 100  $\text{mm}^3$ .

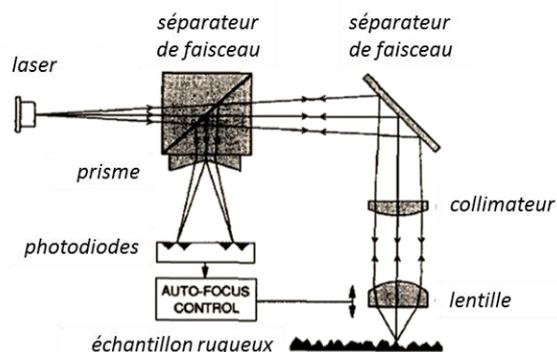


Figure 2-30 : Equipement de profilométrie du Centre des Matériaux (à gauche) et principe de la profilométrie laser en microscopie confocale avec codage chromatique [MAT93] (à droite).

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<sup>®</sup> Vickers de marque Buehler<sup>®</sup>. 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.

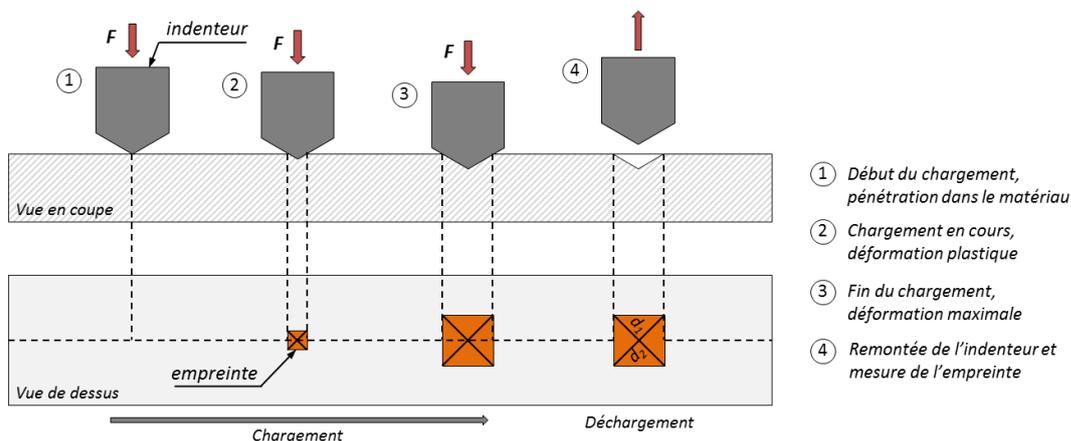


Figure 2-31 : Schéma de principe de la mesure de microdureté Vickers sur un matériau ductile.

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<sup>1</sup> (Digital Instrument 3100<sup>®</sup>), 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<sup>2</sup> de l'Université d'Evry - Val d'Essonne grâce à l'appareil Triboscope<sup>®</sup> (Hysitron SA). Des analyses de nano-dureté sont effectuées à l'aide du logiciel OMNIMET HMS<sup>®</sup>. Une série de cinq mesures est entreprise par nano-indentation.

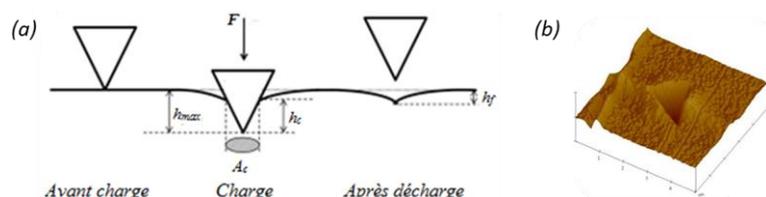


Figure 2-32 : (a) Schéma de principe de la nano-indentation (b) image AFM 3D d'une empreinte.

<sup>1</sup> Microscopie à force atomique (Atomic Force Microscope).

<sup>2</sup> 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  $\lambda$  et leur incidence  $\theta$  sur une famille de plans réticulaires du cristal, d'équidistance  $d$ , satisfont à la loi de Bragg (Eq. 2.2). La déformation  $\Delta d/d$  dans la direction orthogonale à la famille de plans réticulaires considérée est attendue. En différenciant la relation de Bragg, la déformation est déterminée (Eq. 2.3).

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

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

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.

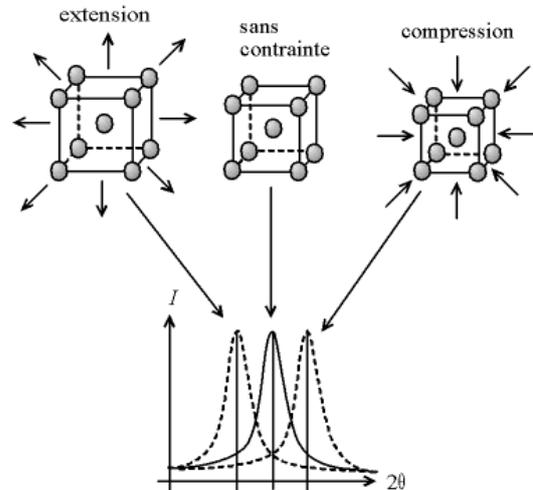


Figure 2-33 : Ecart sur la position du pic, dû à une contrainte interne ou externe [MAR98].

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  $\nu$ . 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.