

## **Chapitre 6 : Adhérence des revêtements d'aluminium pur sur substrats d'aluminium 2024-T3**



## SOMMAIRE

|  |            |
|--|------------|
| <b>CHAPITRE 6 : ADHERENCE DES REVETEMENTS D'ALUMINIUM PUR SUR SUBSTRATS D'ALUMINIUM 2024-T3</b>  | <b>213</b> |
| <b>INTRODUCTION</b>  | <b>217</b> |
| <b>1. ESSAI D'ADHERENCE PAR CHOC LASER</b>   | <b>217</b> |
| 1.1. PRINCIPE ET MECANISMES PHYSIQUES  | 217        |
| 1.1.1. <i>Fonctionnement de la technique</i>   | 217        |
| 1.1.2. <i>Mécanismes de propagation de l'onde</i>  | 218        |
| 1.2. PRESENTATION DU DISPOSITIF EXPERIMENTAL   | 220        |
| 1.3. EXPLOITATION DE L'ESSAI   | 220        |
| <b>2. PARAMETRES INFLUENÇANT LA MESURE D'ADHERENCE</b>   | <b>223</b> |
| 2.1. INFLUENCE DE L'ÉPAISSEUR 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        |
| <b>3. FISSURATION INTERFACIALE DES REVETEMENTS D'ALUMINIUM PUR</b>                               | <b>228</b> |
| 3.1. INFLUENCE DES PARAMETRES DE PROJECTION  | 228        |
| 3.1.1. <i>Effet de la pression et de la température de gaz</i>                                   | 229        |
| 3.1.2. <i>Effet de l'angle de projection</i>   | 229        |
| 3.1.3. <i>Effet de l'épaisseur du revêtement</i>   | 230        |
| 3.2. INFLUENCE DE LA MORPHOLOGIE DE SURFACE DU SUBSTRAT  | 231        |
| 3.2.1. <i>Effet de la rugosité de l'interface</i>  | 231        |
| 3.2.2. <i>Effet de la granulométrie de la poudre projetée</i>                                    | 232        |
| 3.3. DISCUSSION SUR L'ADHERENCE DES REVETEMENTS METALLIQUES                                      | 233        |
| <b>4. APPROCHE NUMERIQUE DES CONTRAINTES DE TRACTION A L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT</b>       | <b>234</b> |
| 4.1. MODELE DE PROPAGATION DE L'ONDE   | 234        |
| 4.1.1. <i>Description du modèle bidimensionnel</i>   | 234        |
| 4.1.2. <i>Lois de comportement des matériaux et hypothèses de calcul</i>                         | 235        |
| 4.1.3. <i>Morphologie de l'interface revêtement-substrat</i>                                     | 236        |
| 4.1.4. <i>Modélisation du choc laser pour le système revêtement-substrat</i>                     | 237        |
| 4.2. CONTRAINTES DE TRACTION SUBIES A L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT                            | 237        |
| 4.2.1. <i>Déroulement de la propagation de l'onde</i>  | 237        |
| 4.2.2. <i>Influence du profil d'interface sur la pression maximale atteinte</i>                  | 238        |
| 4.3. DECOHESION DE L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT   | 239        |
| 4.3.1. <i>Définition du critère de rupture</i>   | 239        |
| 4.3.2. <i>Influence de la rugosité de l'interface revêtement-substrat</i>                        | 240        |
| 4.3.3. <i>Conclusion sur la fissuration interfaciale par choc laser</i>                          | 240        |
| 4.4. DISCUSSION SUR LE MODELE NUMERIQUE  | 241        |
| <b>5. CORRELATION ENTRE LES RESULTATS D'ADHERENCE ET LA MORPHOLOGIE DE L'INTERFACE</b>           | <b>242</b> |
| 5.1. INFLUENCE DES PARAMETRES COLD SPRAY SUR LES DEFORMATIONS DE L'INTERFACE REVETEMENT-SUBSTRAT | 242        |
| 5.1.1. <i>Influence de la pression et de la température de gaz</i>                               | 242        |
| 5.1.2. <i>Influence de l'angle de projection des particules</i>                                  | 243        |
| 5.1.3. <i>Influence de la température du substrat</i>  | 243        |

|  |            |
|--|------------|
| 5.2. INFLUENCE DE LA MODIFICATION TOPOGRAPHIQUE DE SURFACE DU SUBSTRAT SUR LA MORPHOLOGIE DE L'INTERFACE |            |
| REVETEMENT-SUBSTRAT .....  | 244        |
| 5.2.1. <i>Influence de la granulométrie des particules abrasives par sablage</i> .....                   | 244        |
| 5.2.2. <i>Influence de la granulométrie des particules projetées par cold spray</i> .....                | 244        |
| <b>CONCLUSION SUR L'ADHERENCE DES REVETEMENTS .....</b>  | <b>246</b> |
| <b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>   | <b>247</b> |

## 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  $10 \text{ GW.cm}^{-2}$ . Un choc laser sur la face arrière du substrat non revêtu, 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.

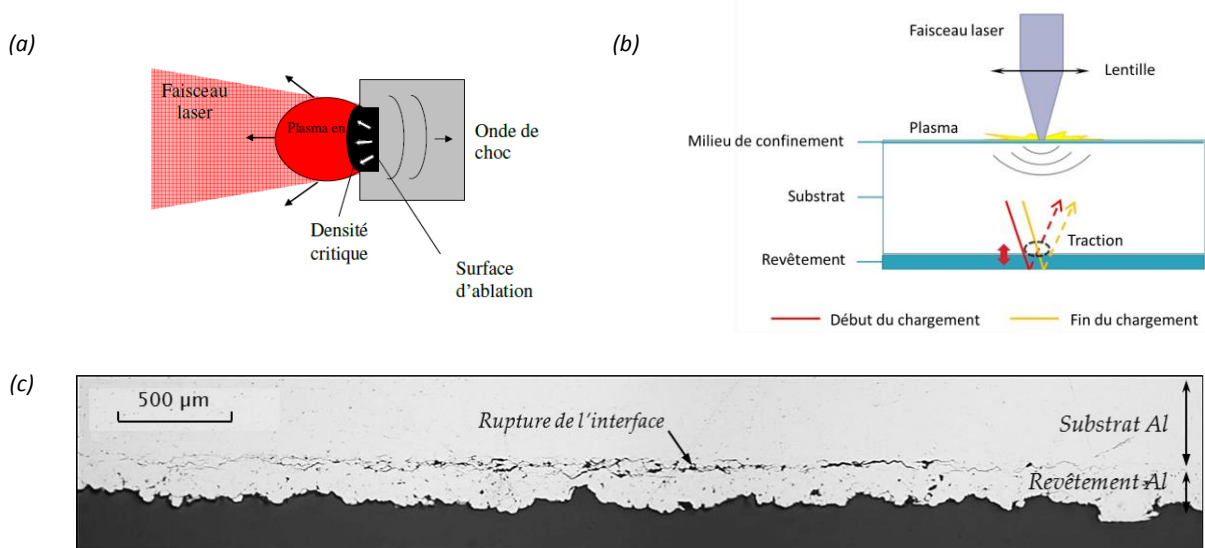


Figure 6-1 : Principe général de l'essai d'adhérence par choc laser (a) focalisation du faisceau laser et propagation de l'onde de choc [ARR04], (b) création d'une traction proche de l'interface et (c) fissuration de l'interface revêtement-substrat.

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.

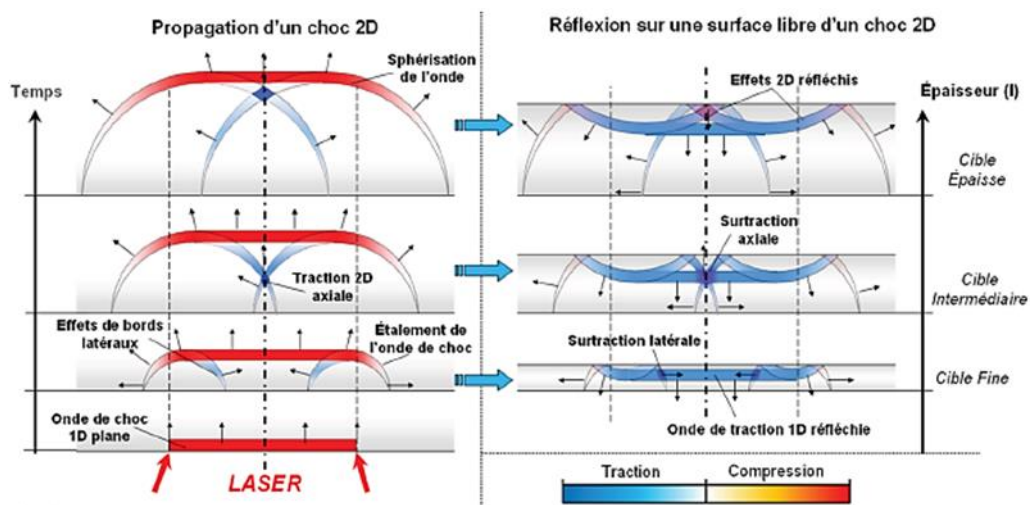


Figure 6-2 : Evolution temporelle de la propagation des ondes de choc 2D pour des cibles d'épaisseurs différentes [LEL10].

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 différents 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 réfléchiée 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 réfléchiée 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 ( $\lambda = 532 \text{ nm}$ ) 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.

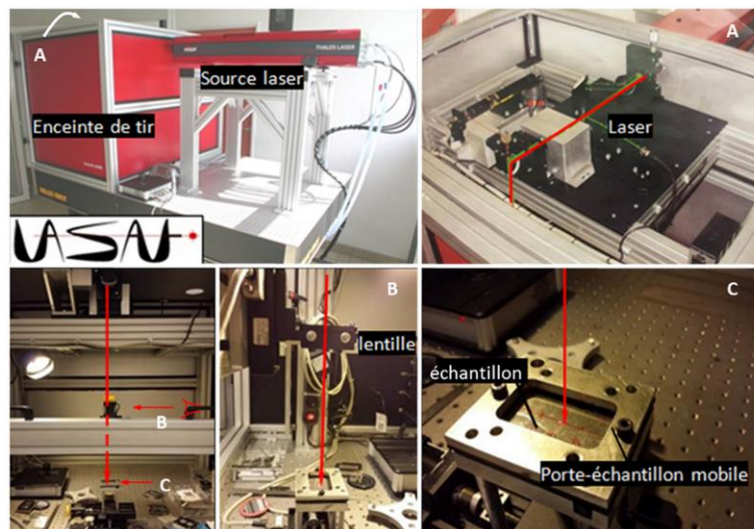


Figure 6-3 : Dispositif expérimental du Centre des Matériaux pour l'essai d'adhérence par choc laser LASAT®.

## 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.

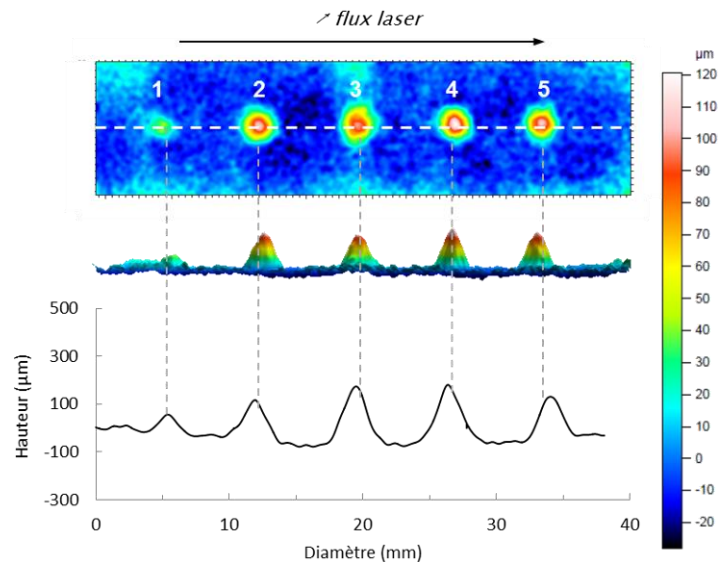


Figure 6-4 : Analyse 1D (en bas) et 2D (en haut) des "bombés" obtenus après des chocs laser de différents flux laser croissants sur un substrat d'aluminium 2024-T3 revêtu d'aluminium pur 1050.

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.

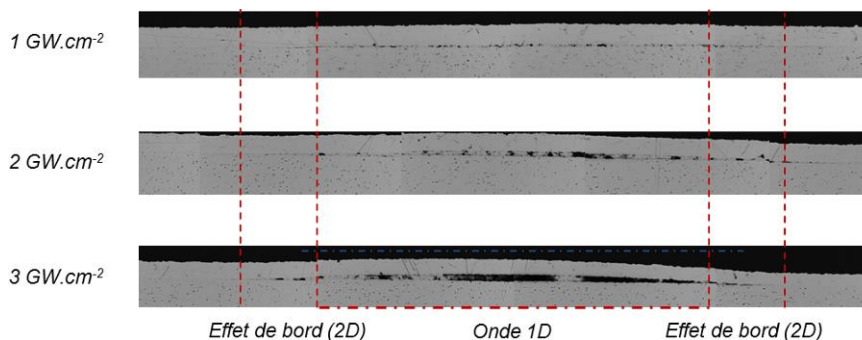
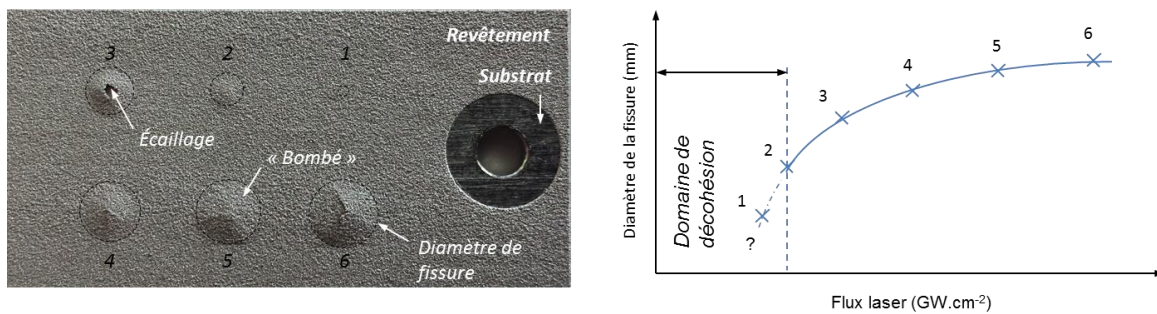


Figure 6-5 : Observations en coupe des bombés d'un revêtement d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3, obtenues par microscopie optique pour différents flux laser.

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).



## 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 [ARRO4] [BARO4].

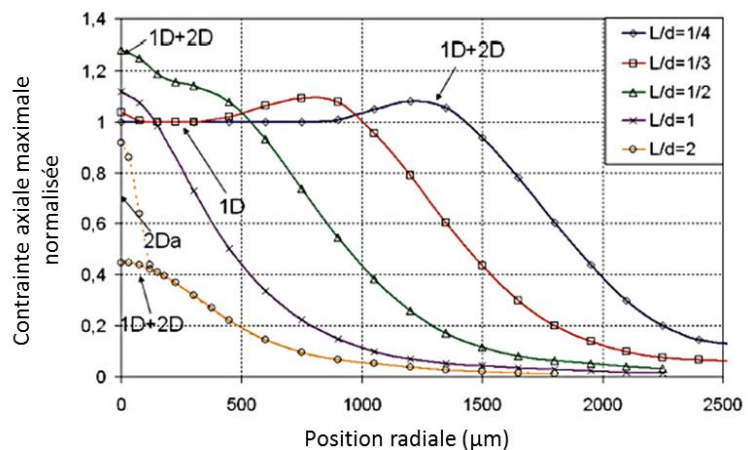


Figure 6-7: Evolution spatiale de la contrainte maximale appliquée de l'axe vers le bord du choc pour différents rapports  $L/d$  (Matériau : aluminium ;  $L = 1$  mm ; Laser : LULI2000 ;  $\tau = 3$  ns et  $P_{max} = 50$  GPa) [LEL10].

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).

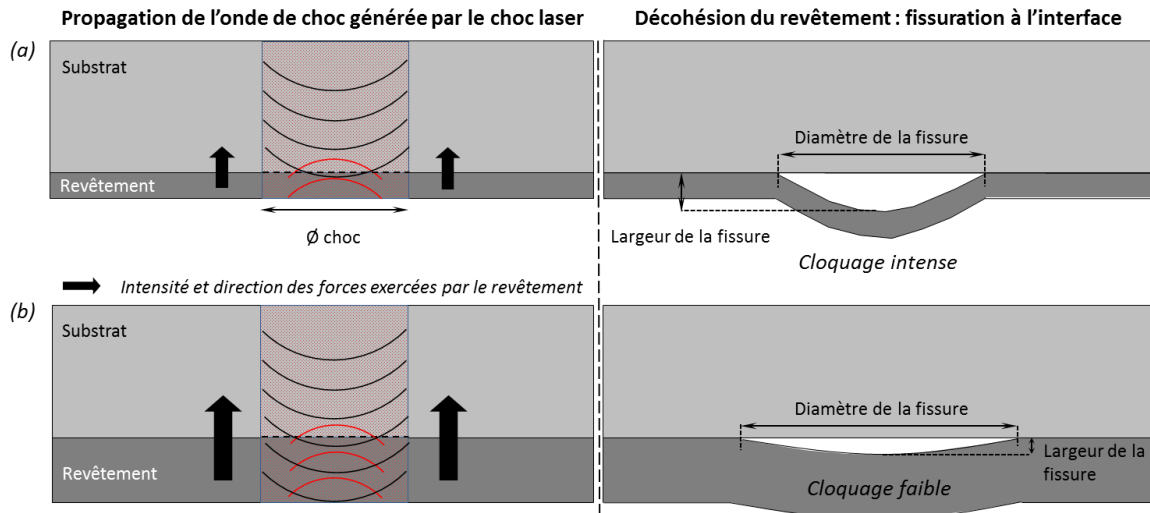


Figure 6-8 : Mécanismes de décohésion du revêtement en fonction de son épaisseur (a) cas d'une épaisseur fine et (b) cas d'une épaisseur forte, influence sur le diamètre et la largeur de la fissure après un choc laser de flux équivalent.

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 ( $\mu\text{m}$ ) | $140 \pm 12$<br>$180 \pm 15$<br>$250 \pm 10$ |     |     |     |
| 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 ( $140 \mu\text{m}$ ), 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  $30 \mu\text{m}$ . 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 renseignent 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.

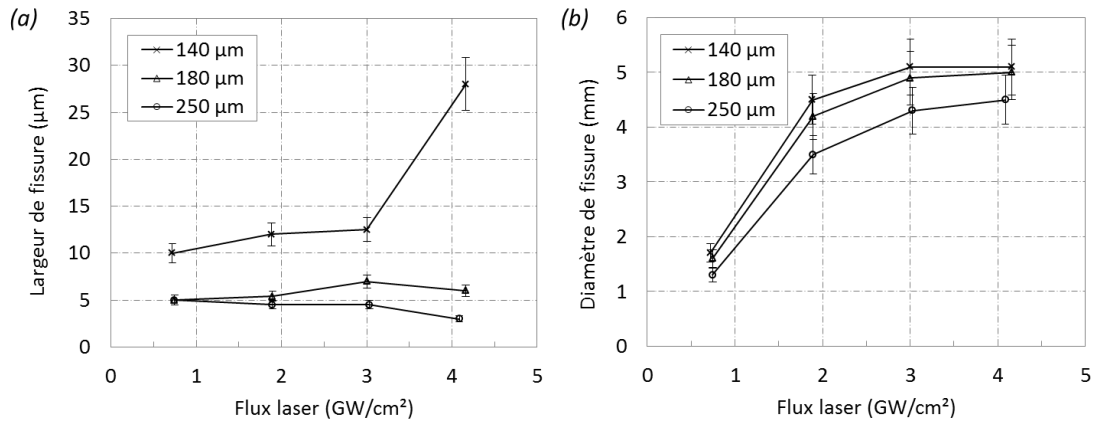


Figure 6-9 : Evolution des dimensions caractéristiques de la fissure interfaciale : (a) largeur et (b) diamètre, pour différentes épaisseurs de revêtements d'aluminium pur 1050 déposés sur substrat d'aluminium 2024-T3.

## 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.

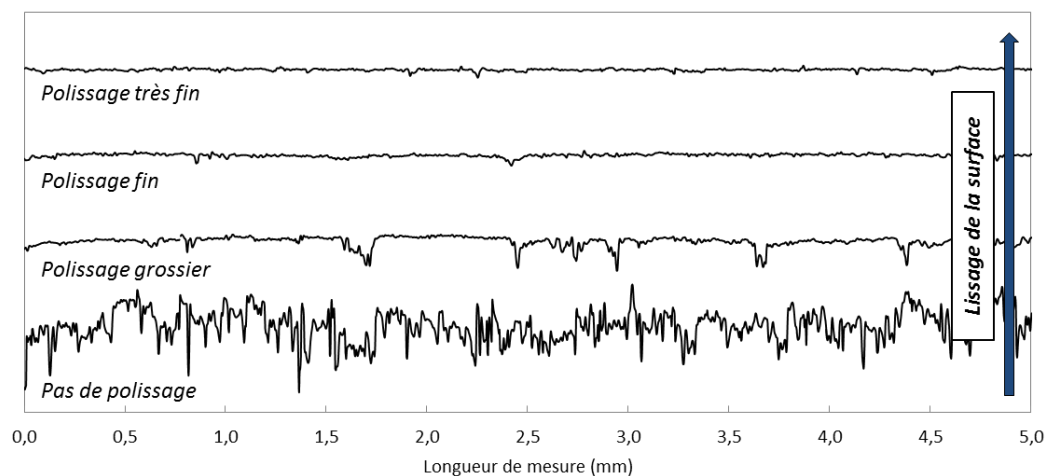


Figure 6-10 : Profils 1D de la surface du revêtement d'aluminium pur 1050 déposé sur substrat d'aluminium 2024-T3 avant le choc laser, en fonction de l'intensité du polissage mécanique.

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        | Aluminium pur 1050 (99,5%) |     |     |
|-------------------|----------------------------|-----|-----|
| 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 atténue 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.

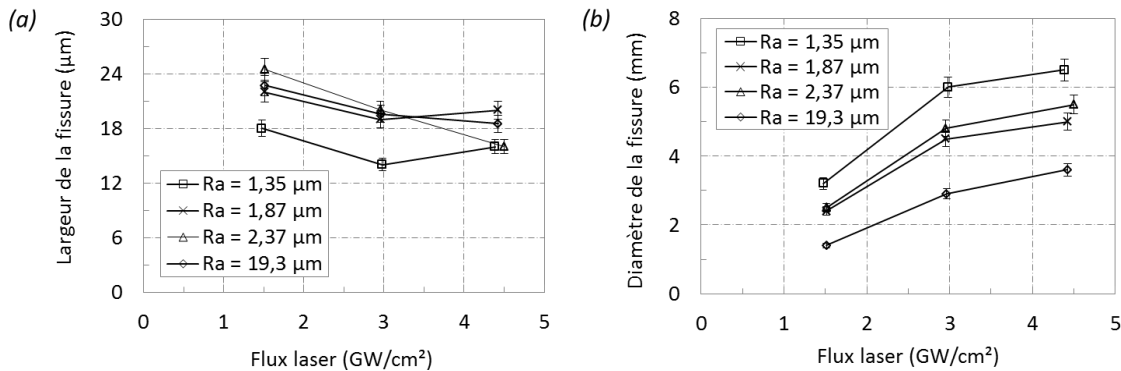


Figure 6-11 : Evolution des dimensions caractéristiques de la fissure interfaciale : (a) largeur et (b) diamètre, pour différentes rugosités de surface des revêtements d'aluminium pur 1050, de 100 μm d'épaisseur, déposés sur un substrat d'aluminium 2024-T3.

### 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 revêtu 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  |
| Épaisseur $e_s$ du substrat (mm)                | 2    |
| Épaisseur $e_r$ du revêtement ( $\mu\text{m}$ ) | 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  $3 \text{ GW}\cdot\text{cm}^{-2}$ . 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.

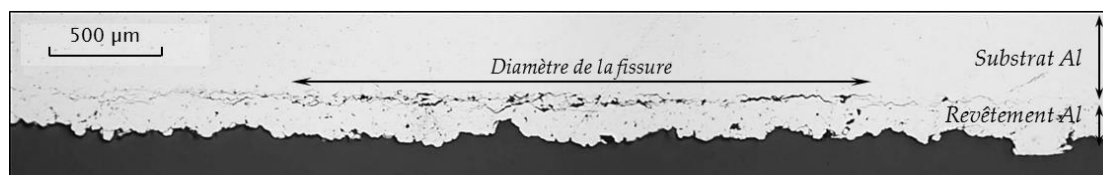


Figure 6-12 : Image en coupe obtenue par microscopie optique de l'interface revêtement d'aluminium pur 1050 – substrat d'aluminium 2024-T3 après un choc laser de  $2 \text{ GW}\cdot\text{cm}^{-2}$  en face arrière.

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 élevés. 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'écroûissage 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).

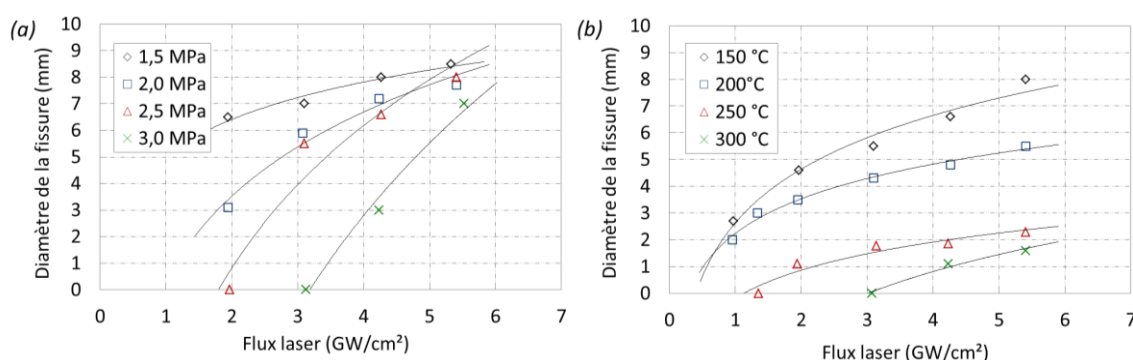


Figure 6-13 : Courbes LASAT-2D, pour des revêtements d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 brut dans le cas (a) de pressions de gaz différentes à température de gaz fixée, 250°C et (b) de températures de gaz différentes à pression de gaz fixée, 2,5 MPa.

### 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.

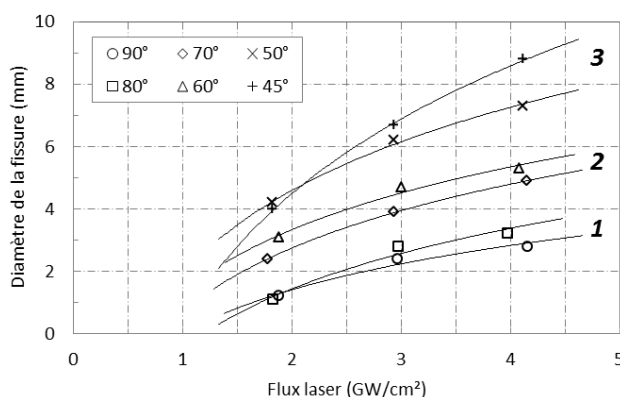


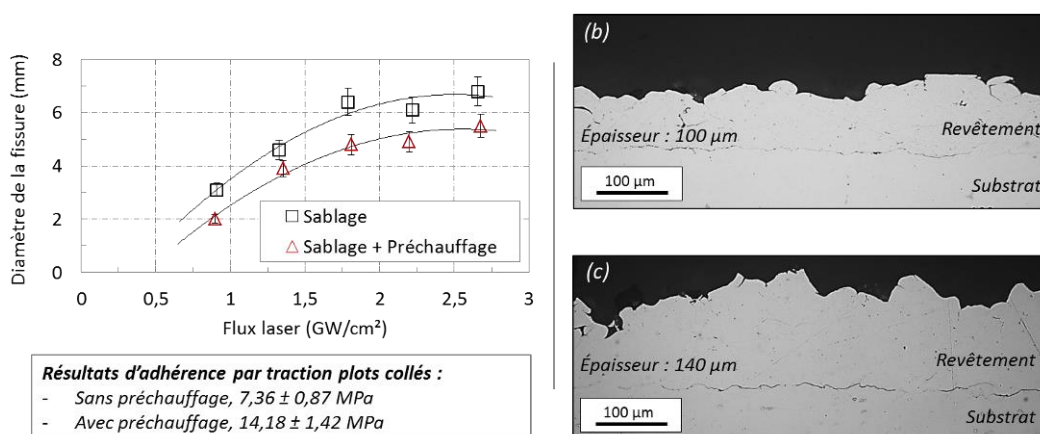
Figure 6-14 : Courbes LASAT-2D, pour différents angles de projection d'un revêtement d'aluminium pur 1050 déposé sur un substrat d'aluminium 2024-T3 brut.

### 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.



### 3.2. Influence de la morphologie de surface du substrat

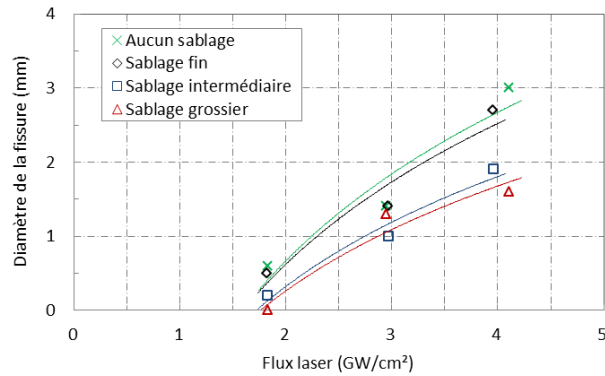
L'étude morphologique des surfaces rugueuses du Chapitre 4 (Partie 1, §4.3) a montré que les dimensions des vallées créées par sablage influençaient directement l'ancrage mécanique des particules (Chapitre 5, §4.3). Avec l'augmentation de l'ancrage mécanique des particules dans le substrat, un niveau 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).

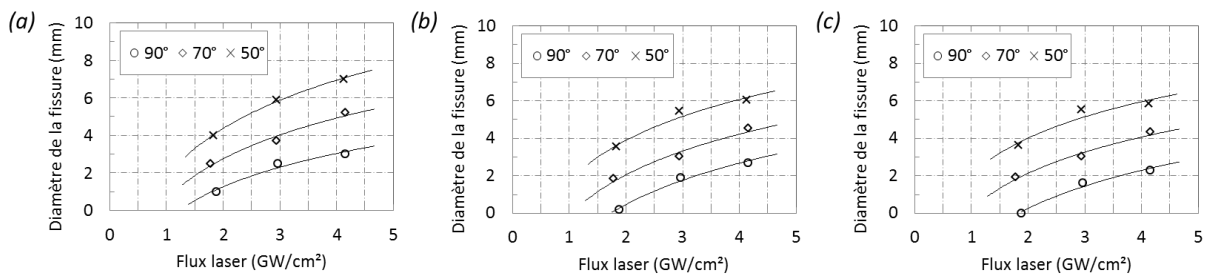


Figure 6-17 : Courbes LASAT-2D, pour différents angles de projection (90°, 70° et 50°) et différentes intensités de sablage de surface du substrat d'aluminium 2024-T3 : (a) sablage fin, (b) sablage intermédiaire et (c) sablage grossier.

### 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  $\mu\text{m}$  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.

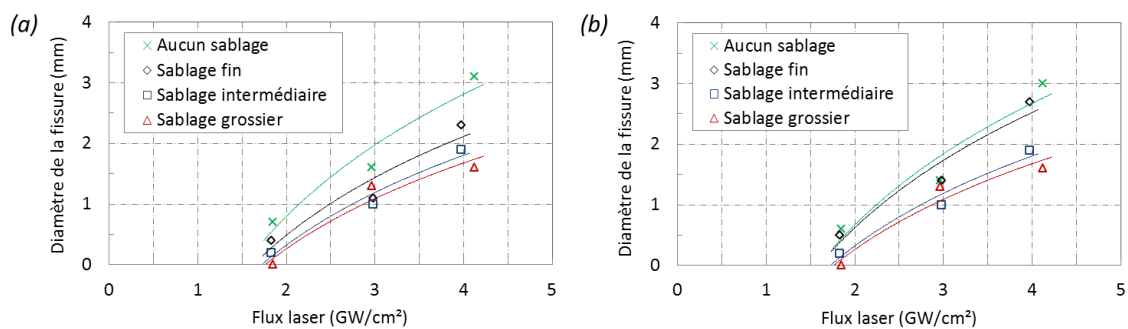


Figure 6-18 : Courbes LASAT-2D, pour différents états de sablage de la surface du substrat d'aluminium 2024-T3 et différentes granulométries de poudre : (a) 10  $\mu\text{m}$  de diamètre moyen et (b) 30  $\mu\text{m}$  de diamètre moyen.

### 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  $10^6 \text{ s}^{-1}$ . 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  $F(GW/cm^2)$  (Eq. 6.1) [FAB13].

$$P(GPa) = 0,48 + 0,67 * F(GW / cm^2) \tag{Eq. 6.1}$$

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].

$$P(X, \lambda_g, R) = 1 - \frac{1}{1 + \exp(-\lambda_g * (X - R))} \tag{Eq. 6.2}$$

Où :

- $X$  est la distance du choc par rapport à l'axe ;
- $\lambda_g$  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<sup>®</sup> par l'utilisation du module « Tie ».

Tableau 6-5 : Paramètres physiques utilisés pour la simulation de propagation d'onde bidimensionnelle [AUR99] [ARR04].

|  | <b>Aluminium pur 1050</b> | <b>Aluminium 2024-T3</b> |
|--|---------------------------|--------------------------|
| <i>E</i> , module d'élasticité (GPa)                                       | 69                        | 73                       |
| <i>v</i> , coefficient de Poisson  | 0,33                      | 0,33                     |
| <i>G</i> , module de cisaillement (GPa)                                    | 25,9                      | 27,6                     |
| <i>Z</i> , impédance acoustique (Pa.s.m <sup>-1</sup> ) (10 <sup>7</sup> ) | 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  $\lambda$ , respectivement  $a = Hv/2$  et  $\lambda = Lv$ . 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  $\mu\text{m}$  et conservant Lv figée à 30  $\mu\text{m}$ . 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  $\Delta t$  doit être supérieure à la taille de maille. La précision des calculs est ainsi assurée. En utilisant la relation  $d = v \cdot t$ , la célérité de l'onde dans l'aluminium, de l'ordre de  $5400 \text{ m.s}^{-1}$ , induit une taille de maille d'environ  $270 \text{ nm}$  pour un pas de temps fixé à  $50 \text{ picosecondes}$  ( $50 \cdot 10^{-12} \text{ s}$ ). 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<sup>®</sup>).



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.

$$p = \frac{\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}}{3} \quad (\text{Eq. 6.1})$$

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).

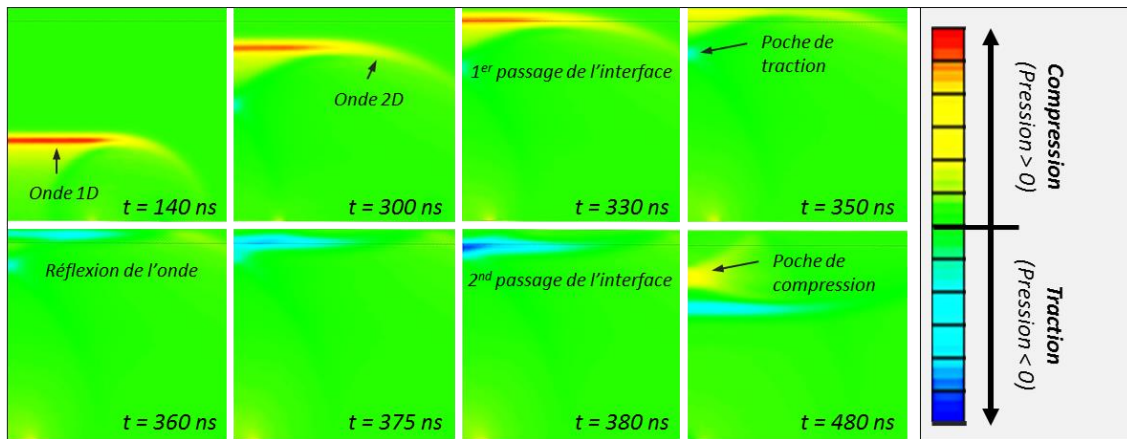


Figure 6-20 : Cartographies temporelles des contraintes des ondes de choc ( $L/d = 0,86$ ) pour un système revêtement d'aluminium pur 1050 d'épaisseur  $150 \mu\text{m}$  sur substrat d'aluminium 2024-T3 d'épaisseur  $2 \text{ mm}$ , pour des temps allant de  $t = 150$  ns à  $t = 450$  ns et un diamètre de choc de  $2,5 \text{ mm}$ .

#### 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.

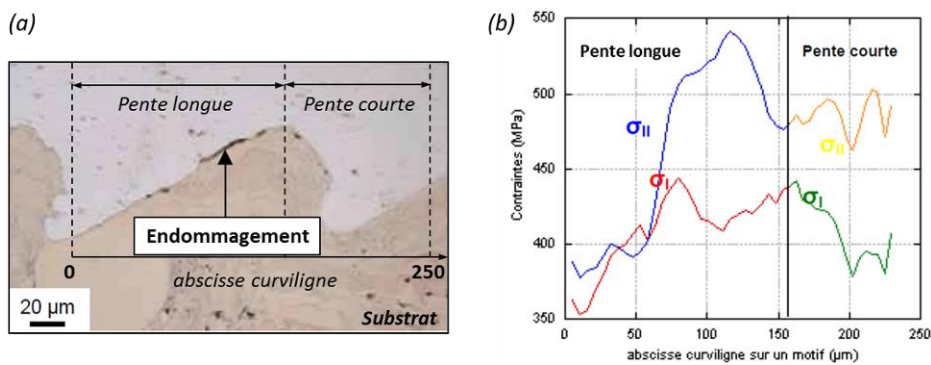


Figure 6-21 : (a) Image optique en coupe d'un substrat de cuivre revêtu par de l'aluminium après un choc laser de  $2,38 \text{ GW.cm}^{-2}$  avec un amorçage de la fissuration à l'interface rugueuse et (b) évolution spatiales des contraintes maximales de traction et de traction-cisaillement le long des pentes du profil rugueux de l'interface, choc de  $1,35 \text{ GPa}$  [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.

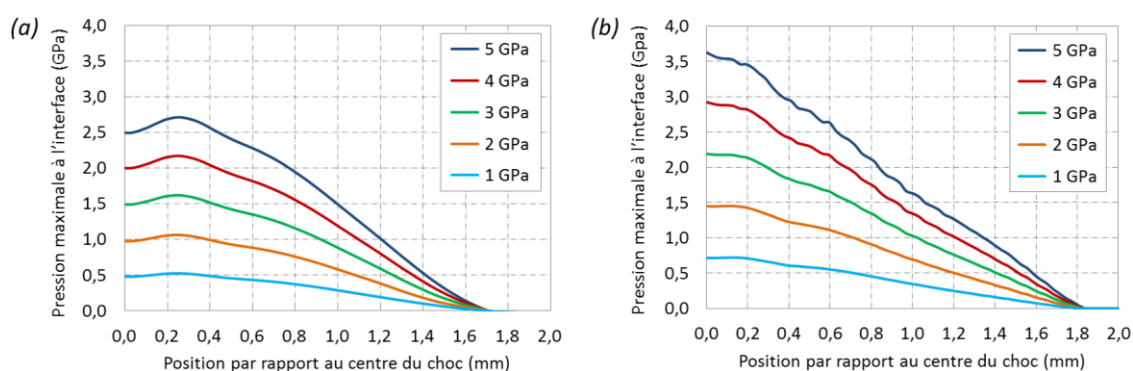


Figure 6-22 : Profils radiaux 1D des contraintes en traction le long de l'interface revêtement-substrat (a) plane et (b) rugueuse, pour des pressions maximales incidentes de choc allant de 1 à 5 GPa.

### 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<sup>-2</sup>, 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.

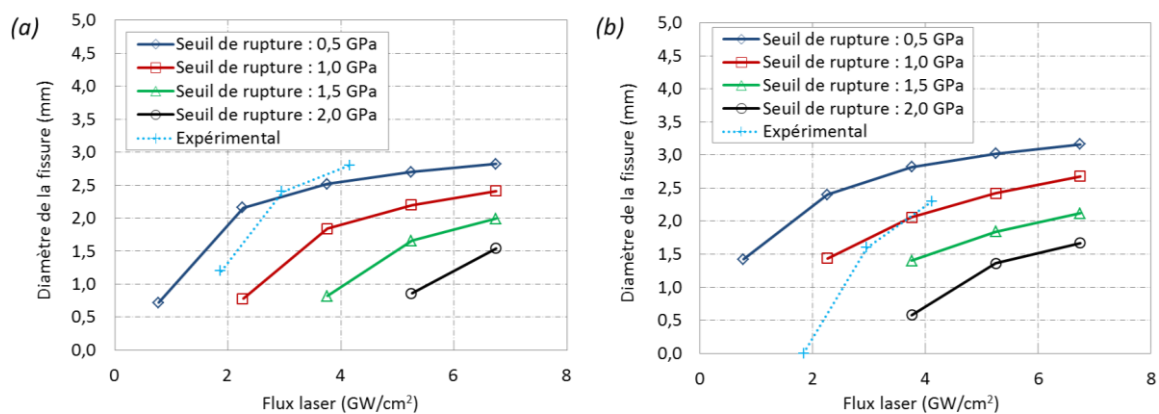


Figure 6-23 : Evolution du diamètre de fissure à l'interface revêtement-substrat (a) plane et (b) rugueuse, en fonction du flux laser appliqué à l'échantillon, pour différents seuils de rupture et corrélation avec les diamètres de fissure mesurés expérimentalement.

### 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).

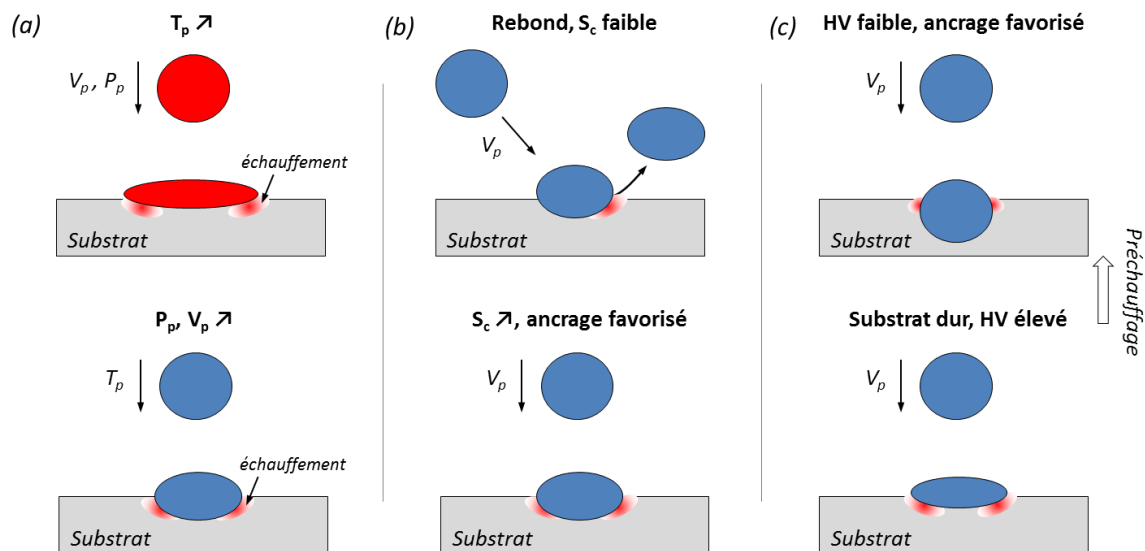


Figure 6-24 : Représentation schématique des mécanismes de déformation de la particule et du substrat brut en fonction (a) de la température de la particule, élevée (en haut) et basse (en bas), (b) de l'angle d'incidence de la particule avec le substrat, faible (en haut) et élevé (en haut) et (c) de 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).

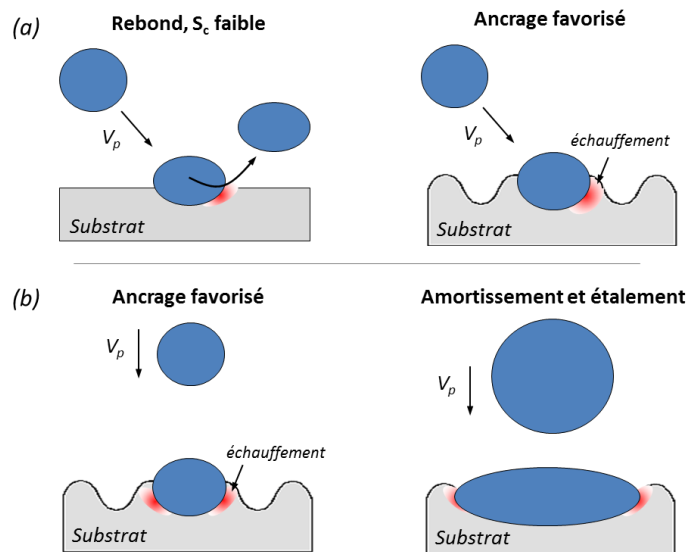


Figure 6-25: Représentation schématique des mécanismes de déformation de la particule et du substrat en fonction (a) de l'angle d'incidence de la particule avec le substrat plan (à gauche) et rugueux (à droite) et (b) du diamètre de la particule comparativement aux dimensions des rugosités du substrat, 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.