

## Partie 2 : Etude morphologique de l'interface revêtement-substrat après projection



## 1. Définition de l'interface revêtement-substrat

Le revêtement et le substrat sont intimement liés par des mécanismes physiques qui régissent l'adhésion à l'interface. L'identification de la morphologie de cette zone critique permet de mettre en évidence les déformations plastiques occasionnées par le procédé cold spray lors de l'élaboration du revêtement ainsi que les propriétés mécaniques des matériaux considérés.

### 1.1. Identification du profil de l'interface particule-substrat

Pour analyser l'interface revêtement-substrat, plusieurs techniques sont envisageables : l'observation en coupe, l'observation après arrachement du revêtement et la micro-tomographie. La deuxième peut être gênée par les déformations plastiques occasionnées lors du processus de décohésion ou implique que l'adhérence entre le revêtement et le substrat soit extrêmement faible. La dernière semble la méthode la plus précise et la plus complète pour extraire l'intégralité des caractéristiques de l'interface. Parce que les premiers résultats obtenus par l'observation en coupe des interfaces ont donné des résultats prometteurs, le choix s'est porté sur cette technique expérimentale. L'identification de l'interface via une observation transverse du système revêtement-substrat est alors privilégiée. Un logiciel d'analyse d'image et de traitement de l'image (ImageJ<sup>®</sup>) est utilisé pour effectuer les opérations de filtres nécessaires (luminosité, contraste et seuillage) à l'extraction de l'interface revêtement-substrat. Cette méthode permet de caractériser morphologiquement l'interface (Figure 4-22). Parce que l'accès au profil 1D de l'interface passe par l'analyse en microscopie optique de revêtements, une série de dix coupes transverses est réalisée afin d'obtenir une statistique des résultats.



Figure 4-22 : Méthode d'identification du profil de l'interface : (a) observation en microscopie optique, (b) ajustement du contraste et réalisation d'un seuillage et (c) extraction.

### 1.2. Détermination de la zone de contact à l'interface

L'adhésion du revêtement élaboré par cold spray est directement liée aux contacts créés entre les particules déposées et le substrat. La première couche de particules formant le revêtement détermine l'adhésion globale du revêtement. Pour cela, la caractérisation des zones de contact à l'interface particule-substrat s'avère indispensable.

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

Si des méthodes d'observation de l'interface permettent d'estimer l'aire de contact entre une particule et son substrat, les limites sont atteintes lorsque la particule n'épouse pas complètement la surface du substrat. Parce que plusieurs paramètres influencent les forces de liaisons interfaciales, Bowen [BOW95] ont choisi de déterminer la surface de contact par une analyse différente mêlant l'observation au MEB et l'arrachement des particules. Les particules d'aluminium, déposées à la surface du substrat, ont été enlevées par soufflage à l'air comprimé laissant apparaître une zone identifiable correspondant à l'aire de contact. L'empreinte physique laissée par la particule à la surface du substrat est due à plusieurs paramètres : la vitesse et la morphologie de la particule et la dureté du substrat et de la particule. Cette technique est fortement limitée à des particules possédant une très faible adhérence avec le substrat. Dans le cas de splats déposés par cold spray, une force d'arrachement plus élevée, comme une onde de choc (LASAT®, Chapitre 1, §1.3.1) ou une sollicitation en traction (méthode par plots collés, Chapitre 1, §1.1.2), est nécessaire [GUE10].

Une autre technique consiste à observer le splat en coupe transversale. Les résultats d'interface recueillis sont restrictifs puisqu'ils ne considèrent qu'une seule ligne de la zone de contact particule-substrat (profil 1D). De plus, une autre limitation de la méthode employée réside dans l'impossibilité de connaître la section de la particule associée à cette observation en coupe. Pour une meilleure identification de l'interface particule-substrat, une attaque chimique (décrite dans le Chapitre 2, §4.1.1) permet de distinguer plus facilement la particule du substrat lorsque ces derniers sont proches chimiquement. La zone de l'interface est ainsi révélée (Figure 4-23).

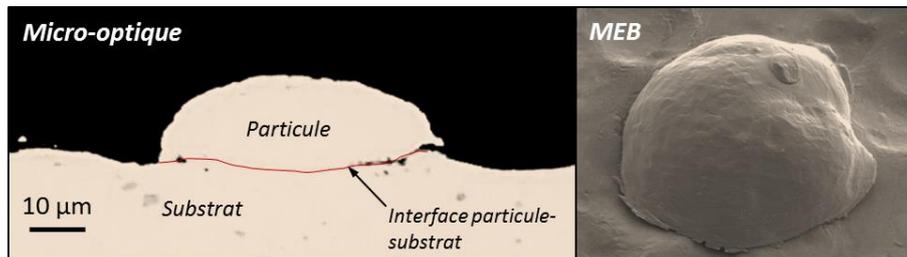


Figure 4-23 : Image optique d'un splat en coupe transversale (à gauche), une microscopie MEB (à droite) d'une particule similaire : détermination de la longueur de l'interface particule-substrat (ligne rouge).

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

A l'instar des profils avant projection (§1.2), les interfaces revêtement-substrat sont analysées afin de définir leur longueur développée. Noté  $R_{pi}$ , le rapport entre la longueur projetée et la longueur développée est déterminé pour chacun des substrats sablés. Le Tableau 4-8 résume les résultats issus de l'extraction des profils de l'interface. La mesure de la longueur développée des interfaces permet de caractériser l'état morphologique final du système. Cet état morphologique est un facteur déterminant dans les mécanismes d'adhésion revêtement-substrat. Les déformations induites par le procédé cold spray peuvent ainsi être évaluées.

Pour un substrat brut, la contribution mécanique des impacts par cold spray sur la déformation de l'interface est mise en avant. Une augmentation de la longueur d'interface d'environ 20% est mesurée. Entre le substrat sans préparation de surface et celui sablé finement, la longueur de l'interface est équivalente une fois le revêtement déposé. Les petites rugosités créées par le sablage fin sont totalement effacées. Les particules d'aluminium pur écrasent ces micro-rugosités par une déformation plastique lors du procédé cold spray, ce qui conforte les résultats obtenus dans le §4.1.2.

A l'inverse, pour des substrats sablés grossièrement, la longueur de l'interface est significativement plus élevée. Les résultats montrent des tendances similaires à celles observées pour des surfaces avant l'élaboration du revêtement (cf. Tableau 4-2, Partie 1, §1.2.3). La topographie après le sablage et avant la projection dynamique par gaz froid, est conservée une fois le revêtement déposé, bien qu'elle soit atténuée. Une hérédité de la morphologie de surface du substrat est ainsi remarquée. Ce point est déterminant dans la compréhension des mécanismes de déformation des interfaces modifiées par cold spray.

Tableau 4-8 : Longueur du profil de l'interface des substrats d'aluminium 2024-T3 bruts et sablés revêtus par de l'aluminium pur, déterminée pour une longueur d'évaluation de 40 mm.

Type de préparation de surface	Substrat brut	Sablage fin	Sablage intermédiaire	Sablage grossier
Longueur projetée (mm)	40,00	40,00	40,00	40,00
Longueur développée (mm)	48,28 ± 1,67	48,37 ± 1,16	53,96 ± 1,97	53,445 ± 2,56
Rpi	1,21 ± 0,16	1,21 ± 0,24	1,35 ± 0,187	1,34 ± 0,34

### 1.3. Déformations induites par le procédé cold spray

Au cours du procédé de projection dynamique à froid, l'ensemble particule-substrat se déforme. Les déformations sont influencées par les propriétés mécaniques des matériaux (résistance mécanique, associée à une dureté) et des conditions de l'impact.

#### 1.3.1. Déformation de la particule

La liaison particule-substrat dépend directement de la déformation de la particule et du taux de déformation élevé se produisant au moment de l'impact [ASS03]. Dans le cas d'une liaison métal-métal, un cisaillement adiabatique, localisé à l'interface particule-substrat, a lieu. Ce dernier élimine la couche d'oxyde passive en surface et génère, par cette occasion, un contact intime entre les réseaux cristallins [GRI15]. La caractérisation morphologique de la particule après l'impact peut se faire en quantifiant sa déformation par l'établissement d'un taux d'écrasement  $\varepsilon$ . Des études ont défini une relation entre le diamètre initial  $D_{p0}$  de la particule et la hauteur  $h_d$  de la particule déformée. Le taux d'écrasement pour une particule sphérique y a été décrit (Eq. 4.5, [ALK00] [WU06]) (Figure 4-24a). La déformation d'une particule d'aluminium sur un substrat plus dur a été étudiée en fonction du diamètre de la particule [KIN10]. Le paramètre  $\varepsilon$  a été estimé entre 0,4 et 0,6 pour des particules dont le diamètre  $D_{p0}$  est supérieur à 5  $\mu\text{m}$ .

En n'associant que la hauteur du splat, cette formulation du taux d'écrasement de la particule ne considère pas pleinement la morphologie de la particule déformée. La conservation du volume de la particule déformée permet de lier l'étalement  $l_d$  (largeur déformée) du splat et sa hauteur déformée  $h_d$ . La prise en considération de cette largeur donne lieu à une nouvelle expression du taux d'écrasement (Eq. 4.6, [GIR14]) qui est utilisée pour la caractérisation des splats (Figure 4-24b) : expérimentale (Chapitre 3, §3.2) et numérique (Chapitre 5, §1.1.3).

$$(Eq. 4.5) \quad \varepsilon = \frac{D_{p0} - h_d}{D_{p0}}$$

$$\varepsilon = \frac{L_d - h_d}{L_d} \quad (Eq. 4.6)$$

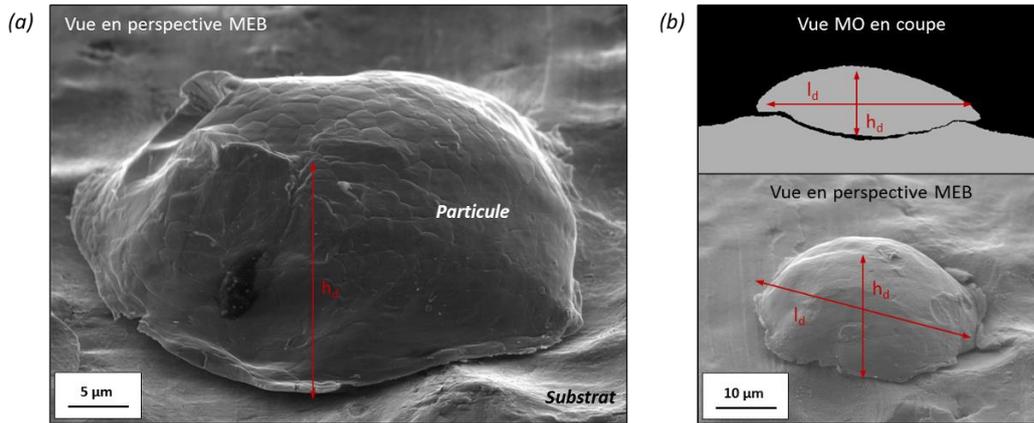


Figure 4-24 : Formulation du taux d'écrasement d'une particule déformée par cold spray (a) paramètre de hauteur déformée  $h_d$  et  $D_{p0}$  [ALK00] [WU06] et (b) paramètre de hauteur  $h_d$  et de largeur  $l_d$  [GIR14].

### 1.3.2. Déformation plastique du substrat

Le substrat se déforme à l'impact et son enfoncement est déterminé par sa dureté, celle de la particule et la vitesse du choc. Les contraintes mécaniques induites par les particules projetées dynamiquement sur le substrat modifient sa morphologie. Plus sa résistance mécanique est faible, plus sa déformation plastique est élevée (Chapitre 1, §4.2).

Les paramètres et les conditions de projection influent sur l'enfoncement des particules dans le substrat [ROS06]. La morphologie de la surface ayant reçue les particules projetées est le résultat de multiples impacts formant des cratères. Leurs dimensions varient en fonction de plusieurs paramètres : la vitesse de la particule (Figure 4-25), son diamètre [DYK99] et les propriétés des matériaux [WAL95].

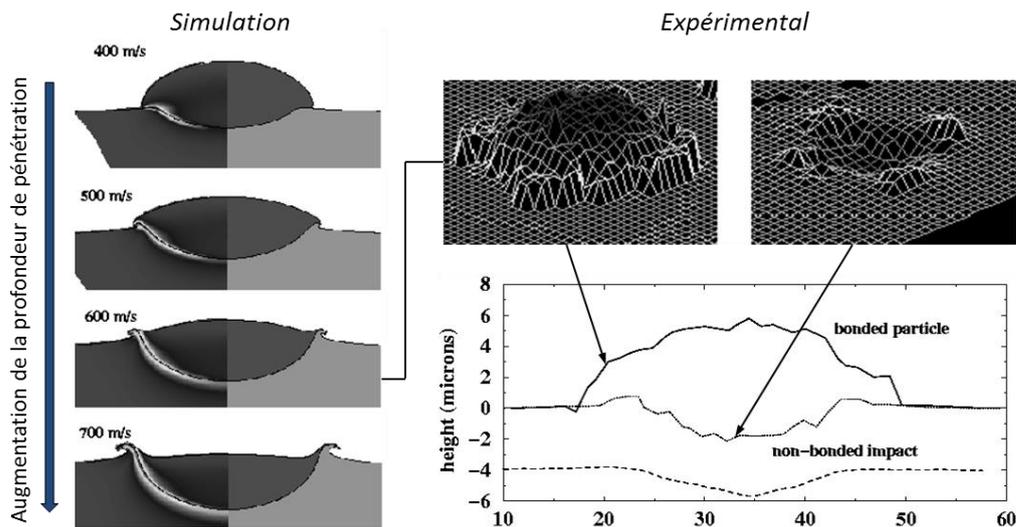


Figure 4-25 : Influence de la vitesse de la particule sur l'enfoncement du substrat (a) voie numérique et (b) voie expérimentale [DYK99].

## 1.4. Etude des paramètres de rugosité de l'interface

A partir des profils de l'interface, les paramètres de rugosité sont identifiés et permettent ainsi d'évaluer l'influence du procédé cold spray sur la déformation des substrats préalablement sablés (Tableau 4-9). Une fois le revêtement déposé, les paramètres de rugosité  $R_a$  et  $R_z$  des différentes interfaces révèlent des différences significatives. L'interface des substrats sablés et revêtus présentent un  $R_z$  très proche mais un  $R_a$  croissant avec la taille du corindon. A l'inverse, le substrat brut possède une plus faible rugosité avec un  $R_z$  divisé par trois par rapport aux substrats sablés.

Tableau 4-9 : Paramètres de rugosité 1D des interfaces revêtement-substrat en fonction de l'état de surface initial du substrat d'aluminium 2024-T3.

	<b>Brut</b>	<b>Sablé finement</b>	<b>Sablé moyennement</b>	<b>Sablé grossièrement</b>
$R_a$ ( $\mu\text{m}$ )	$1,27 \pm 0,15$	$2,68 \pm 0,32$	$3,26 \pm 0,54$	$4,61 \pm 0,48$
$R_z$ ( $\mu\text{m}$ )	$7,62 \pm 1,03$	$20,4 \pm 1,54$	$18,4 \pm 1,09$	$21,4 \pm 1,84$

Le procédé cold spray modifie sensiblement la surface du substrat en induisant des déformations plastiques. Celles-ci atténuent les rugosités initiales du substrat lorsque ce dernier est sablé moyennement et grossièrement. A l'inverse, ces rugosités sont accentuées lorsque l'état initial du substrat est brut ou sablé finement (Partie 1, §2.1.2). Les micro-rugosités sont effacées et de nouvelles, plus grandes, sont générées. Néanmoins, les paramètres de rugosité ne peuvent expliquer à eux seuls les mécanismes d'adhésion des particules. La topographie de l'interface doit être caractérisée par les mêmes analyses morphologiques utilisées dans l'étude des surfaces sablées (Partie 1, §4), c'est-à-dire la caractérisation dimensionnelle des vallées du profil de l'interface.

## 2. Déformation de l'interface particules-substrat

Les facteurs influençant la pénétration de la particule sphérique dans le substrat sont multiples. En particulier, l'étude se limite aux effets de l'énergie cinétique qu'elle possède et de son diamètre. En effet, plus la particule est grosse, plus l'énergie nécessaire à sa pénétration dans le substrat doit être élevée. La présence d'une certaine rugosité à la surface du substrat est un paramètre morphologique déterminant pour l'adhésion des particules (Chapitre 1, §1.2, [RICO5]). Les particules possèdent alors une surface de contact avec le substrat plus élevée et ce, d'autant plus que la rugosité est élevée (cf. Partie 1, §2). Cette partie s'attache à caractériser la pénétration des particules dans le substrat en fonction de la rugosité de surface du substrat pour différentes conditions d'élaboration du revêtement.

### 2.1. Influence de la rugosité du substrat

#### 2.1.1. Amortissement énergétique

La déformation plastique d'une particule solide interagissant dynamiquement avec un substrat solide se décompose suivant deux contributions : l'énergie thermique et l'énergie résiduelle. La première représente environ 90% de l'énergie totale et se traduit par une diffusion de chaleur alors que la seconde (10%) est absorbée par les rugosités de la surface qui se déforment [MEY94]. Dissipée par les rugosités (pics) présentes en surface du substrat sablé, l'énergie de l'impact induit un plus faible volume déformé sous la surface. Les rugosités jouent le rôle d'amortisseur énergétique [YIL12] (Chapitre 1, §5.1.3). Plus la taille de la particule est grande, plus son énergie d'impact est élevée. C'est pourquoi, les rugosités sont déformées d'autant plus que le diamètre de la particule est grand.

#### 2.1.2. Ancrage mécanique

En se déposant sur un substrat rugueux, les particules tendent à recouvrir la surface intégralement malgré des morphologies parfois irrégulières. Qu'il s'agisse de vallées issues du processus de mise en forme du substrat ou bien celles créées artificiellement, par rebond en cold spray [GOJ15], par sablage [ZIE14] ou par micro-abrasion [COS15], le remplissage des vallées s'effectue au moins partiellement. Ces études ont été vérifiées pour des couples de matériaux similaires à ceux de l'étude : particule molle sur substrat plus dur. L'ancrage mécanique est déterminé par la taille des particules vis-à-vis de celle de la vallée. Une petite particule pénètre plus facilement au fond d'une vallée alors qu'une particule plus grosse doit rencontrer une vallée de plus grande dimension pour pénétrer complètement de manière similaire. La déformation de la particule est élevée et est caractérisée par les duretés respectives des matériaux : celle de la poudre et du substrat. Deux cas peuvent se produire [GOJ15] (Figure 4-26) :

- Une grosse particule rencontre une vallée de petite dimension : c'est l'effet de pont. Si la déformation n'est pas suffisante pour remplir totalement la vallée, des porosités sont alors observées et l'adhésion particule-substrat est détériorée (Figure 4-26a).
- Une petite particule rencontre une vallée de grande dimension : les particules molles épousent la topographie du substrat plus dur en remplissant intégralement la vallée. Le revêtement est dense et l'ancrage mécanique est amélioré par l'augmentation de la surface de contact (Figure 4-26b).

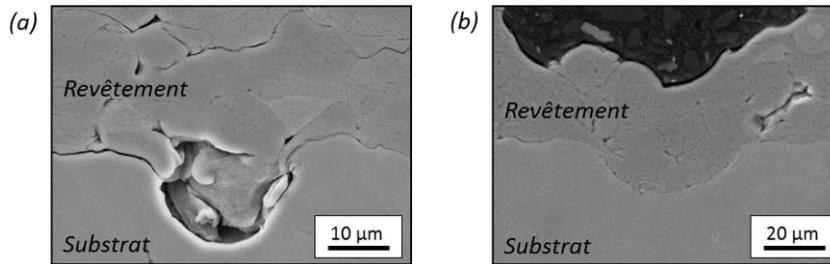


Figure 4-26 : Images MEB en coupe des interfaces revêtement-substrat : remplissage d'une vallée (a) effet de pont et (b) le revêtement d'aluminium épouse la topographie du substrat d'aluminium [GOJ15].

Dans le cas où le substrat et les particules ont des duretés très proches, les déformations plastiques sont limitées et fortement influencées par le diamètre de la particule et les dimensions des vallées. La projection d'un matériau plus ductile que le substrat (aluminium pur sur aluminium 2024-T3) améliore sensiblement le remplissage des vallées de la surface. Le substrat se déforme très peu par rapport aux particules qui épousent la topographie du substrat (Figure 4-27). L'interface est parfaitement définie et continue puisqu'aucune porosité n'est mesurée. L'effet de la rugosité du substrat sur les déformations des particules par cold spray est alors mis en évidence. D'une part, les micro-vallées obtenues par le sablage fin du substrat sont remplies car elles sont suffisamment déformées à l'impact. Les particules projetées par cold spray écrasent ces micro-vallées en déformant le substrat. D'autre part, les macro-vallées sont de dimension suffisante pour accueillir les particules qui s'étalent en suivant la topographie du substrat faiblement déformé. L'ancrage mécanique est alors favorisé.

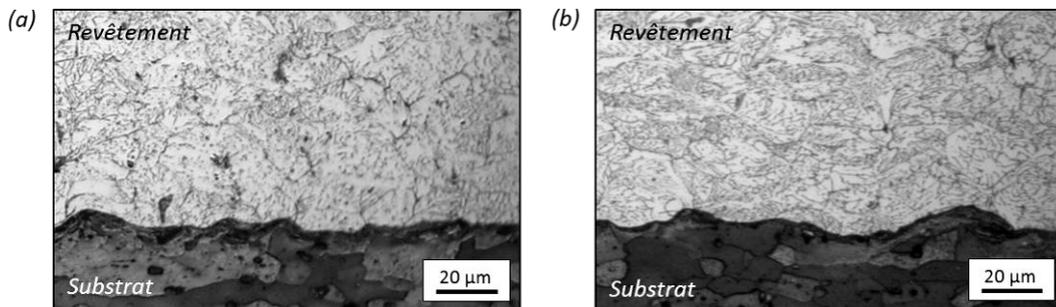


Figure 4-27 : Images optiques en coupe, obtenues après une attaque chimique « Keller », des interfaces revêtement-substrat : remplissage des vallées du substrat d'aluminium 2024-T3 (a) sablé finement et (b) sablé grossièrement avant la projection d'aluminium pur 1050 par cold spray.

## 2.2. Influence de l'angle de projection

### 2.2.1. Evolution de la rugosité de l'interface

Les résultats de la Figure 4-28 montrent une variation des paramètres de rugosité en fonction de l'état de surface initial du substrat mais également en fonction de l'angle de projection des particules formant le revêtement. A partir des profils de l'interface, la déformation est orientée dans le sens d'incidence des particules. Les analyses des interfaces revêtement-substrat révèlent des paramètres de rugosité ( $R_a$  et  $R_z$ ) plus élevés pour des projections réalisées sous un angle d'inclinaison éloigné de la normale. Les conditions d'impact des particules modifient sensiblement la morphologie de l'interface.

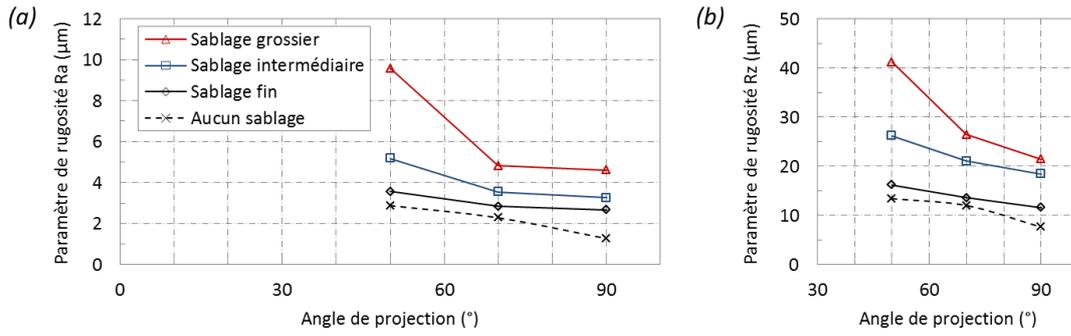


Figure 4-28 : Paramètres de rugosité 1D (a) Ra et (b) Rz de l'interface revêtement d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle de projection des particules projetées par cold spray.

### 2.2.2. Mécanisme d'ancrage sur substrat rugueux

Lorsqu'une particule rencontre une surface rugueuse, les composantes tangentielle et normale de sa vitesse influent sur sa pénétration dans le substrat. Dans le cas d'une incidence perpendiculaire, la composante normale est maximale ( $V_t = 0$ ) et l'enchâssement de la particule dans la rugosité est favorisé, d'autant plus que le diamètre de la particule est inférieur à la largeur de la rugosité (Figure 4-29a). Pour une incidence différente de la normale avec le substrat, la particule rencontre la surface avec un angle qui modifie son mécanisme d'ancrage. Les particules se déposent sur les rugosités de la surface où elles s'y logent ou rebondissent suivant les dimensions géométriques de la particule et des rugosités. Dans les deux cas, les déformations plastiques sont élevées, l'accentuation de la largeur et de l'amplitude des rugosités est mesurée (Figure 4-29b).

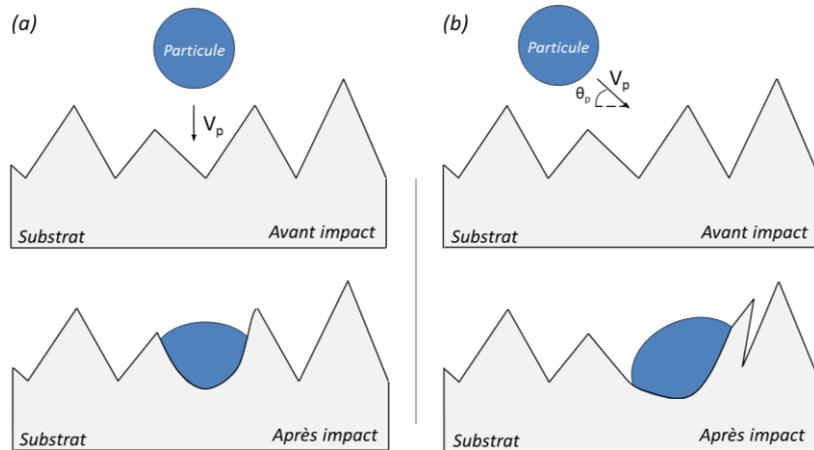
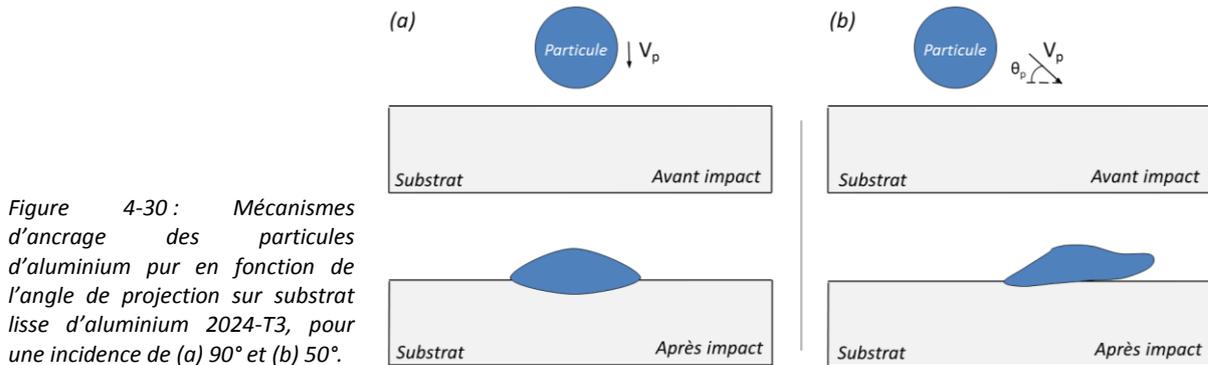


Figure 4-29 : Mécanismes d'ancrage des particules d'aluminium pur en fonction de l'angle de projection sur substrat rugueux d'aluminium 2024-T3, pour une incidence de (a) 90° et (b) 50°.

### 2.2.3. Mécanisme d'ancrage sur substrat lisse

Lors d'un impact sur substrat lisse, aucune rugosité ne vient gêner le chemin de la particule. Quand la vitesse tangentielle est prédominante sur la vitesse normale, la particule rebondit de manière privilégiée. Des phénomènes de glissement et de frottement se produisent (Chapitre 3, §3.3.2, Figure 3-30). Pour un impact normal au substrat, c'est le cas inverse, la pénétration de la particule est plus intense et l'ancrage mécanique est favorisé (Figure 4-30a). Le substrat se déforme moins intensément lorsque l'angle d'incidence de la particule est éloigné de la normale. L'ancrage mécanique de la particule est alors moindre (Figure 4-30b). La composante normale, déterminante dans l'adhésion de la particule avec le substrat, n'y est pas suffisante. Une pénétration élevée de la particule étant le gage d'un ancrage mécanique fort.

Dans le cas d'une projection inclinée, le grand nombre de rebonds des particules est d'autant plus mesurable que la morphologie initiale du substrat est lisse. Les cratères engendrés par les rebonds des particules génèrent une rugosité : c'est la première phase de la construction du revêtement par cold spray (Chapitre 1, §4.1, [KLI06]), qui se traduit par une préparation de surface [GUE09]. La seconde phase du processus permet aux particules de se déposer : on parle alors de la première couche déposée.



### 2.3. Effet sur la construction du revêtement

La morphologie du substrat rugueux est un élément déterminant dans la topographie de surface du revêtement déposé. Plus précisément, une rugosité proportionnelle à celle conférée au substrat avant projection se retrouve en surface du revêtement, d'autant plus que la viscosité des particules (résistance mécanique faible) favorise leur déformation plutôt que celle du substrat. C'est le cas, notamment, de la projection HVOF ou plasma, où les particules à l'impact se trouvent à l'état liquide (très visqueux) [PAR06].

En cold spray, les revêtements présentent une certaine rugosité de surface plus élevée que celle du substrat avant projection. En comparaison avec la projection plasma, la basse température ne permet pas à la particule de se déformer suffisamment ou d'épouser parfaitement les rugosités de la surface. L'étalement des particules est alors réduit. De plus, le choc solide à haute vitesse engendre des fortes déformations plastiques, qui modifient la morphologie des rugosités de surface du substrat. Ces deux comportements dépendent de plusieurs facteurs : les paramètres d'élaboration du revêtement, l'état morphologique de la surface initiale du substrat avant projection et les duretés réciproques des matériaux.

#### 2.3.1. Vallées de petites dimensions

Une étude menée sur substrats initialement sablés revêtus, a pour objectif d'évaluer l'effet de la rugosité initiale du substrat sur l'héritage éventuelle transférée à la surface du revêtement d'épaisseur 150  $\mu\text{m}$  environ. Des mesures de rugosité en surface du revêtement sont réalisées. La morphologie de surface d'un revêtement dépend de plusieurs paramètres de projection comme, notamment, la pression et la température de gaz, mais également la morphologie et la granulométrie de la poudre projetée [KON07]. Plus les particules ont un diamètre élevé, plus la rugosité en surface du revêtement est grande. L'inverse se vérifie d'ailleurs, également. Les paramètres de rugosité des revêtements élaborés à partir de la poudre sphérique sont identifiés pour différents états de surface et différents angles de projection (Tableau 4-10). Les paramètres  $R_a$  et  $R_z$  ne varient que faiblement avec l'évolution de l'angle de projection et de l'état de surface initial du substrat. La morphologie de surface du substrat, formée par des cratères, ne se transmet pas dans l'épaisseur

du revêtement. La déformation plastique des particules efface la rugosité de la surface du substrat au fur et à mesure de la construction du revêtement.

Tableau 4-10 : Paramètres de rugosité des revêtements d'aluminium pur sur substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction de la préparation de surface des substrats et de l'angle de projection des particules par cold spray.

	Aucun sablage			Sablé finement			Sablé moyennement			Sablé grossièrement		
	50°	70°	90°	50°	70°	90°	50°	70°	90°	50°	70°	90°
Ra ( $\mu\text{m}$ )	20,6	21,1	21,8	21,4	21,4	21,7	20,4	22,7	21,9	20,1	20,4	19,6
Rz ( $\mu\text{m}$ )	155	147	157	152	154	158	147	158	157	146	155	148

### 2.3.2. Vallées de très grandes dimensions

L'influence de très grosses rugosités de surface sur la morphologie de surface du revêtement élaboré par cold spray est, ici, étudiée. Les particules se déposent de manière homogène à la surface du substrat. Une épaisseur relativement constante est réalisée sur l'ensemble de la surface du substrat. L'hérédité des rugosités du substrat se produit lorsque les vallées sont de dimensions comparables ou supérieures à l'épaisseur du revêtement. Plus précisément, en surface d'un revêtement de 500  $\mu\text{m}$  d'épaisseur, les rugosités de surface avant l'élaboration du revêtement s'y retrouvent de manière accentuée. En raisonnant sur le diamètre de ces rugosités, le diamètre final en surface du revêtement est plus grand que celui initialement mesuré sur le substrat (Figure 4-31).

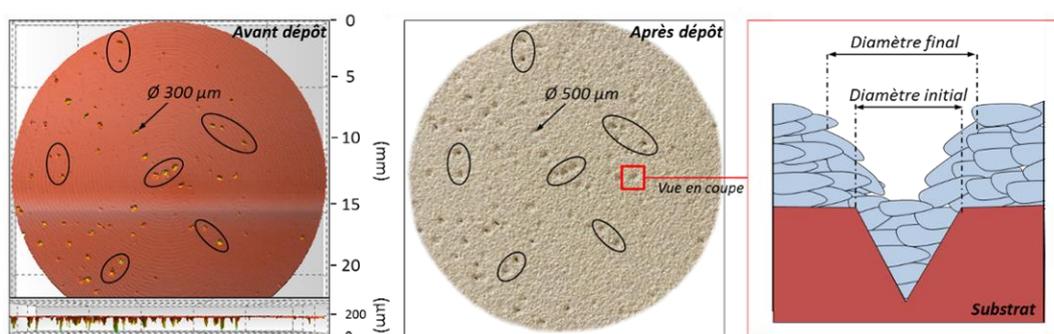


Figure 4-31 : Hérédité de la topographie du substrat en surface du revêtement et remplissage d'une vallée de très grande dimension.

## 2.4. Conclusion sur les déformations de l'interface

Plusieurs paramètres influent sur les déformations de l'interface revêtement-substrat. Si les micro-vallées sont effacées par l'impact des particules, les macro-vallées modifient la morphologie de l'interface. La ductilité du matériau projeté favorise l'ancrage mécanique des particules dans un substrat plus dur. La projection sous une incidence différente de la normale engendre d'autant plus de rebonds de particules que la surface du substrat est lisse. Ce phénomène est sensiblement atténué lorsque le substrat est rugueux. En effet, les rugosités freinent les particules et leurs permettent d'adhérer par ancrage mécanique. Enfin, la construction du revêtement est fortement influencée par la taille des vallées du substrat. Si des petites vallées n'ont aucune conséquence, des plus grandes engendrent une accentuation des rugosités du substrat.

### 3. Caractérisation dimensionnelle des vallées d'interface

A l'instar des analyses de surfaces avant projection, les rugosités de l'interface sont caractérisées afin de mettre en évidence la contribution en déformation du procédé cold spray. Le même processus d'identification des rugosités est utilisé, excepté le filtre. Dans l'étude des surfaces avant projection, les micro-vallées générées par le sablage du substrat étaient très nombreuses et empêchaient la caractérisation des macro-vallées, celles qui définissent la surface et responsables des ancrages de particules. Le filtre a permis de pallier cet effet en éliminant ces micro-vallées dans l'analyse. Dans l'étude de la morphologie de l'interface, deux échelles sont envisageables : l'échelle globale et l'échelle locale. Dans le premier cas, les micro-variations du profil de l'interface ne sont pas considérées alors que dans le second elles le sont [GIR14]. Le choix d'extraction du profil de l'interface ne permet pas d'acquérir la résolution nécessaire pour caractériser ces micro-variations. L'utilisation du filtre n'est alors plus justifiée.

L'étude porte sur la morphologie des interfaces revêtement-substrat avec une variation de l'angle d'incidence des particules. Un paramètre de projection est ainsi mis en évidence et corrélé avec la déformation plastique du substrat à l'interface.

#### 3.1. Détermination de l'amplitude des vallées

Présentées en Figure 4-32, les dimensions des vallées semblent être influencées par les conditions d'impact de la particule.

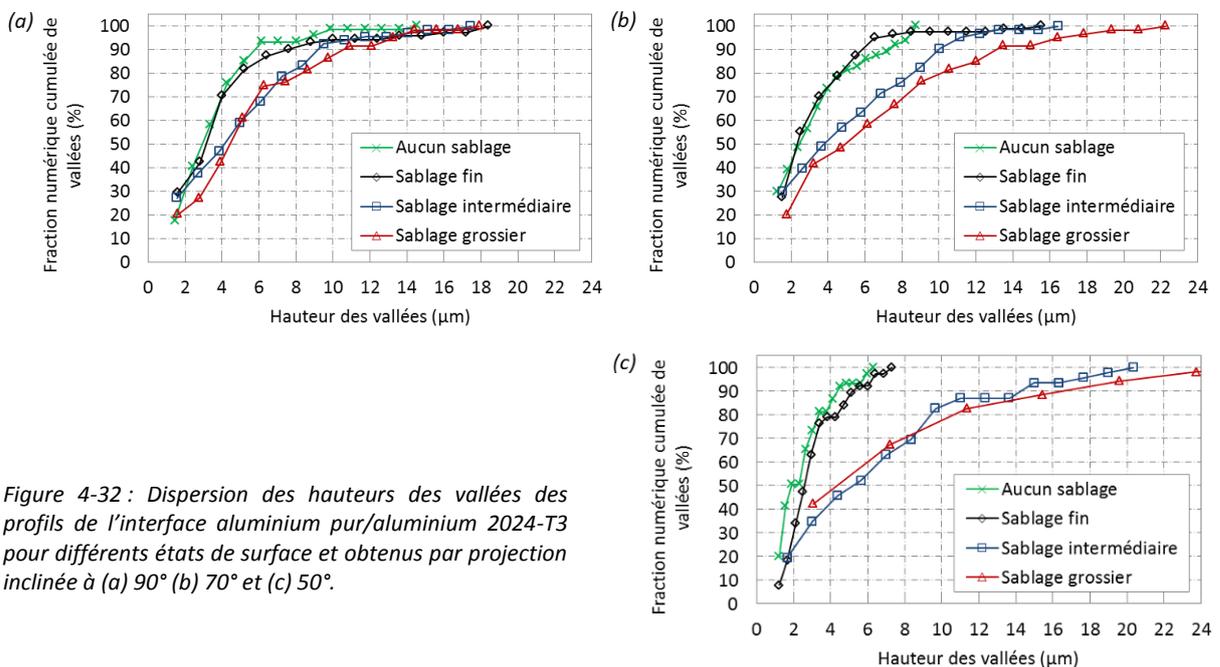


Figure 4-32 : Dispersion des hauteurs des vallées des profils de l'interface aluminium pur/aluminium 2024-T3 pour différents états de surface et obtenus par projection inclinée à (a) 90° (b) 70° et (c) 50°.

Dans un premier temps, l'état de surface initial modifie la pénétration des particules dans le substrat. Avec un  $d(0,5) = 4,5 \mu\text{m}$ , la hauteur médiane des vallées est plus élevée pour des sables grossiers tandis qu'elle atteint  $3 \mu\text{m}$  pour les substrats sans préparation de surface et ceux sablés finement. Les macro-vallées, obtenues par un sablage intermédiaire et grossier, sont conservées malgré les déformations induites par le cold spray. De plus, les résultats similaires mesurés pour le substrat sablé finement et non préparé

mécaniquement, démontrent que les micro-vallées sont totalement effacées par l'impact des particules projetées par le procédé cold spray. Seules les vallées de dimensions comparables à celles des particules ont une influence sur la morphologie de l'interface.

Dans un second temps, l'influence de l'angle de projection est mesurée. Les composantes de la vitesse d'impact de la particule apportent chacune une contribution différente dans les mécanismes d'ancrage mécanique. Ces résultats ont été démontrés dans l'étude menée par Li [LI03] et présentée dans le Chapitre 1 (§4.3). Lorsque la particule arrive perpendiculairement à la surface, la vitesse normale est maximale et la pénétration dans le substrat est favorisée. Dans le cas contraire, des phénomènes de glissement se produisent favorisant le rebond de la particule et les interactions particule-rugosités. Sa pénétration y est donc moindre. L'étude de l'angle de projection confirme le rôle majeur de l'état de surface avec des hauteurs de vallées plus élevées pour une projection à 50°. Les macro-vallées ont pour effet de capter les particules qui les déforment plus intensément. Les particules sont ainsi ancrées dans le substrat plus profondément ( $H_v = 5,5 \mu\text{m}$ ) lorsque les vallées créées par sablage sont grossières.

### 3.2. Détermination de la largeur des vallées

L'évolution de la largeur des vallées est mise en évidence et relève les mécanismes de déformation des particules projetées sous différents angles (Figure 4-33). Dans le cas d'une projection sous incidence normale, les vallées possèdent une largeur équivalente quelle que soit la morphologie initiale du substrat. Lorsqu'une particule se dépose sur un substrat plan, rien ne vient perturber sa déformation et son enfoncement. Lorsque la surface du substrat est rugueuse, les particules, plus molles que le substrat, ont tendance à glisser au fond des vallées qu'elles rencontrent. Ce comportement a été mis en exergue via la simulation d'impact et utilisé dans le cas où les effets d'adhérence n'étaient pas pris en compte, ce qui a pour conséquence de surestimer les phénomènes de glissement [DEL15]. La première couche déposée remplit ainsi les vallées de la surface en maintenant les largeurs initiales.

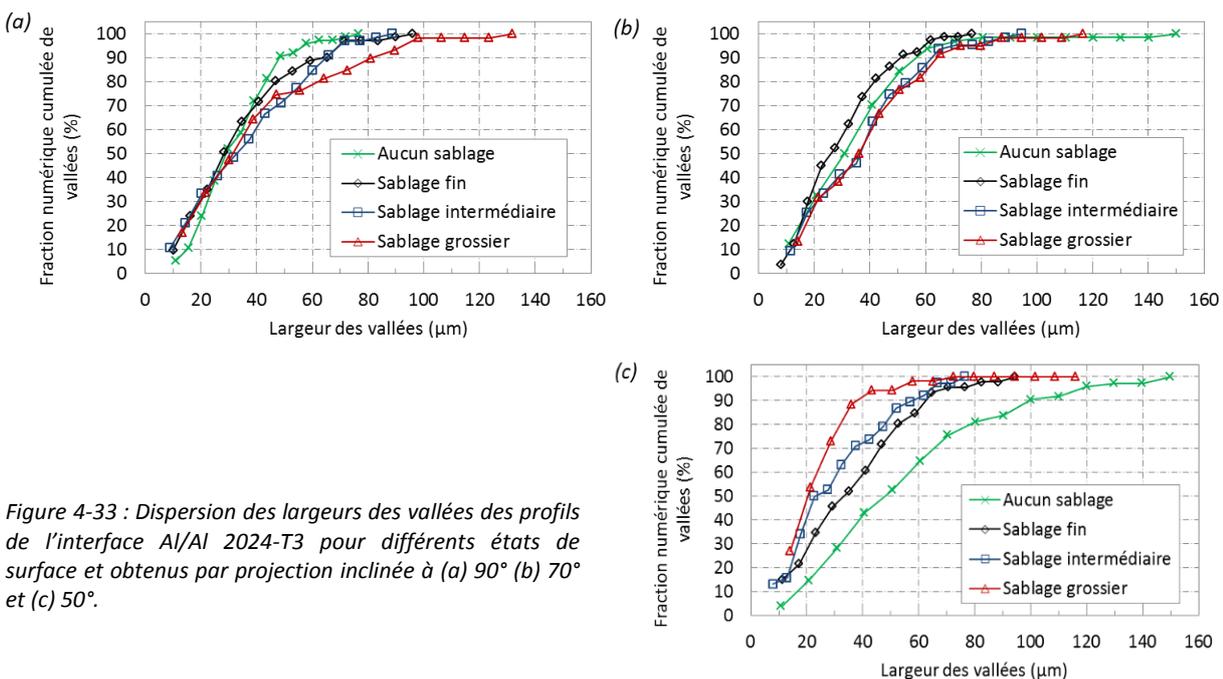


Figure 4-33 : Dispersion des largeurs des vallées des profils de l'interface Al/Al 2024-T3 pour différents états de surface et obtenus par projection inclinée à (a) 90° (b) 70° et (c) 50°.

Dans le cas où le revêtement est élaboré sous un angle inférieur à 90°, le comportement des particules à l'impact est régi par les phénomènes de glissement : la composante tangentielle de la vitesse de la particule augmente. Pour un substrat lisse, la particule déforme le substrat sur une plus grande distance. La largeur des vallées est alors accrue. Lorsque des micro-vallées sont présentes à la surface du substrat, comme dans le cas d'un sablage, elles jouent le rôle d'amortisseur et réduisent ainsi la course de la particule. La morphologie de l'interface donne des vallées avec des largeurs plus faibles (Figure 4-34). Enfin, le cas le plus remarquable se présente lorsque les dimensions des vallées avant la projection sont élevées. La chute de la vitesse des particules y est plus forte et la captation des particules plus élevée. La largeur des vallées (environ 20 µm) en est sensiblement réduite.

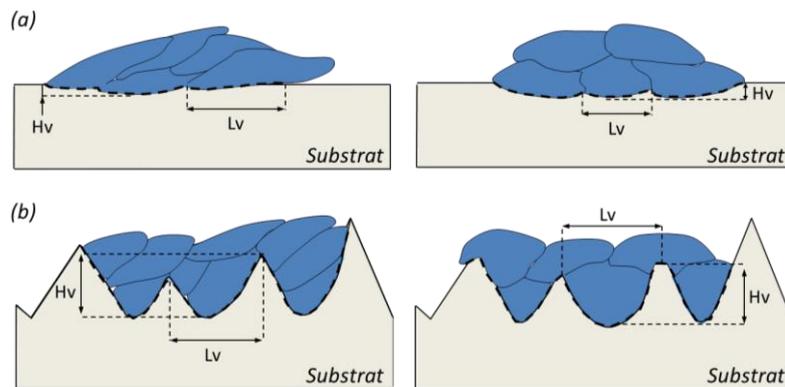


Figure 4-34 : Mécanismes de déformation des interfaces aluminium pur/aluminium 2024-T3 sur substrats (a) non sablés et finement sablés et (b) moyennement et grossièrement sablés, sous une incidence de projection faible (à gauche) et élevée (à droite) des particules.

### 3.3. Bilan sur la morphologie des vallées

L'analyse des profils de l'interface révèle l'influence de la rugosité initiale, c'est-à-dire celle conférée par la préparation de surface par sablage. Les particules heurtent la surface et la déforment plastiquement. La géométrie des vallées est modifiée par le choc. Leur amplitude et leur largeur sont modifiées. A l'instar des profils avant l'élaboration du revêtement, la détermination des valeurs médianes des dimensions des vallées et la caractérisation de l'interface après la projection sont réalisées (Figure 4-35). Une hérédité de la rugosité initiale est mise en avant par ces résultats (§2.1).

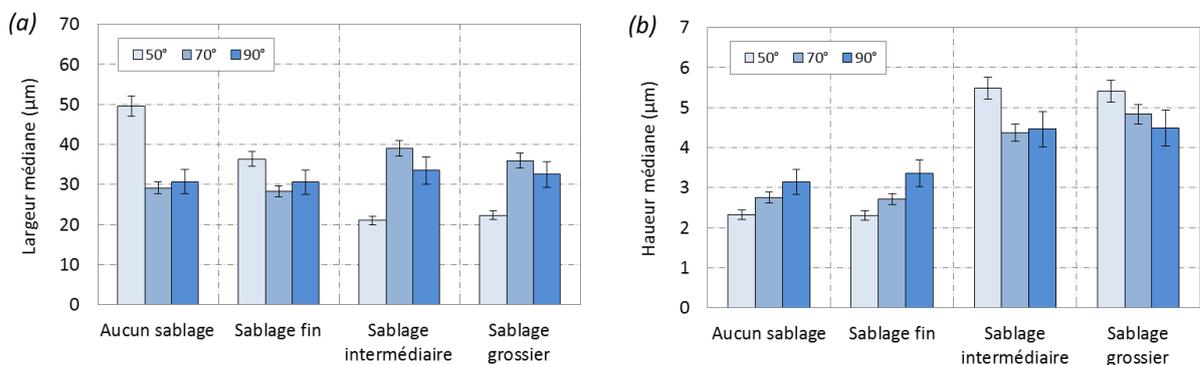


Figure 4-35 : Valeurs médianes (a) des largeurs et (b) des hauteurs des vallées des profils de l'interface aluminium pur/aluminium 2024-T3 sablés et bruts pour différents angles d'incidence de particules formant le revêtement.

Les mécanismes de déformation de l'interface sous différents angles de projection se distinguent en deux catégories regroupant, pour la première, les échantillons à l'état brut et préalablement sablés finement (Figure 4-34a). La seconde concerne les substrats revêtus et ayant subi un sablage plus grossier (Figure 4-34b). Plus précisément, les conclusions suivantes peuvent être énoncées :

**Pour un substrat à l'état brut ou finement sablé :**

A faible angle de projection, les particules pénètrent dans le substrat en le déformant légèrement. Si les largeurs des vallées sont faiblement augmentées avec l'élévation de l'angle de projection, les hauteurs le sont plus intensément. La faible pénétration des particules s'explique par un glissement accru sur une surface dépourvue de rugosités : les rebonds sont favorisés. Avec une vitesse normale plus élevée (incidence à 90°), l'énergie de la particule transférée au substrat est plus grande : la pénétration, donc la hauteur des vallées, est augmentée.

**Pour un substrat rugueux sablé moyennement ou grossièrement :**

Des hauteurs de vallées plus élevées sont déterminées pour de faibles angles de projection. Les particules viennent se loger dans les vallées de la surface sablée grossièrement en les déformant légèrement. Ces ancrages mécaniques favorisent l'adhésion des particules. La hauteur des vallées s'atténue avec l'augmentation de l'angle de projection et les particules s'ancrent dans les vallées sans les déformer significativement. Les dimensions des vallées sont plus faibles que pour celles issues d'une projection inclinée.

## 4. Corrélation morphologique entre la surface du substrat et l'interface

L'impact de particules dures abrasives par sablage a pour effet de modifier plus ou moins fortement la topographie de surface du matériau. Le matériau se trouve dans un état d'écrouissage élevé en extrême surface (Chapitre 2, §3.1.3) [MUL10]. La projection dynamique par gaz froid de particules ductiles influe à son tour sur les dimensions des rugosités de la surface sablée. La configuration de l'étude, cas d'un revêtement ductile sur un substrat plus dur, limite pourtant les déformations plastiques du substrat induites par le procédé cold spray. Suivant la topographie du substrat, les déformations induites peuvent être plus ou moins prononcées. Dans le cas où les rugosités de surface du substrat sont très petites devant le diamètre des particules projetées par cold spray, la déformation plastique peut être très intense, surtout à forte vitesse d'impact [DYK99]. L'impact de particules ductiles sur un substrat plus dur, dont les dimensions des rugosités sont comparables ou supérieures au diamètre des particules projetées par cold spray, modifie légèrement la morphologie du substrat. Une influence sur l'ancrage mécanique et sur la déformation des particules est alors observée [YIL12]. Ce phénomène est d'autant plus vrai que les dimensions des rugosités sont grandes devant le diamètre des particules projetées par cold spray. Les pics de la surface sablée sont, certes, atténués par l'impact, mais la hauteur des rugosités demeure grande par rapport à celle mesurée sur un substrat sans préparation de surface.

Les déformations plastiques des surfaces et des interfaces revêtement-substrat, produites respectivement par des particules abrasives dures et par des particules adhérentes ductiles projetées par cold spray ont été caractérisées. Les résultats de l'analyse de l'interface revêtement-substrat et de la surface du revêtement ont révélé une certaine hérédité de la rugosité présente avant l'élaboration du revêtement. En effet, les paramètres de rugosité de l'interface revêtement-substrat ( $R_a$  et  $R_t$  notamment) et les dimensions des vallées dépendent de l'état de surface du substrat avant la construction du revêtement.

Si l'état de surface du substrat a une influence majeure sur la capacité des particules à s'ancrer mécaniquement, les conditions de projection du revêtement sont tout autant déterminantes. Les plus faibles vitesses normales des particules projetées avec un angle d'incidence faible, réduisent sensiblement leur pénétration dans le substrat. En heurtant un substrat lisse, la particule rebondit de manière privilégiée tandis que sur un substrat rugueux, les pics et les vallées, formant les rugosités, jouent le rôle d'amortisseur et de surface d'accueil. Les particules se retrouvent alors piégées à la surface, ce qui leur évite de rebondir, favorisant ainsi la construction du revêtement.

## Conclusion sur la morphologie de l'interface

La contribution mécanique du procédé cold spray sur la déformation plastique des interfaces revêtement-substrat a été entreprise par une caractérisation morphologique de ces dernières. Les mécanismes d'ancrage mécanique des particules sur substrat rugueux ont été établis grâce à des observations et aux mesures de rugosité à l'interface revêtement-substrat. L'angle de projection s'est révélé être un paramètre déterminant dans la morphologie de l'interface en produisant des rugosités plus élevées. Comparativement aux analyses faites sur les topographies des surfaces sablées (Partie 1), une certaine hérédité est révélée une fois le revêtement élaboré. En effet, si la projection de particules solides induit une déformation totale des faibles rugosités, les plus grosses ne sont qu'atténuées.

Les analyses effectuées dans ce chapitre ont permis d'évaluer l'influence des déformations plastiques engendrées par le procédé cold spray et par la préparation de surface du substrat. La rugosité résiduelle, celle issue du sablage de la surface et en partie conservée après la projection, a été mise en évidence de manière expérimentale à l'échelle globale. Une caractérisation de la morphologie de l'interface à l'échelle d'une particule (échelle locale) est, par ailleurs, entreprise dans le Chapitre 5 dans le but de valider ces analyses, liant diamètre de particule et dimensions des rugosités de surface, et d'atteindre d'autres paramètres, tels que la déformation plastique des rugosités après l'impact ainsi que les échauffements provoqués par le choc et les déplacements de matière.

Des voies d'amélioration sur les méthodes d'analyse des interfaces, par ailleurs, sont identifiées. Les interfaces revêtement-substrat ont été analysées par l'extraction de profils 2D (x, z) mais sont limitées à une fraction infime de l'interface. Plusieurs améliorations de l'analyse topographique des surfaces et morphologique des interfaces sont envisagées.

Une étude approfondie de l'interface apporterait les renseignements supplémentaires sur sa morphologie comme, notamment, les dimensions réelles des rugosités après l'élaboration du revêtement : les micro-variations. La tomographie 3D serait une technique adaptée à la réalisation d'une telle analyse. Parce que la nature chimique du revêtement et du substrat sont intimement proches (revêtement d'aluminium pur et substrat d'aluminium 2024-T3, une infiltration de gallium pour marquer l'interface pourrait alors être effectuée [OHG05] [CHE14]. Les rugosités de l'interface seraient alors révélées après que les particules aient modifiées la morphologie du substrat. Cette technique serait un complément à l'analyse 1D réalisée dans la Partie 2 (§3).

Un perfectionnement du modèle d'analyse morphologique de surface pourrait être également réalisé. L'intégration d'un module de mesure prenant en compte plus de deux rugosités successives permettrait de gagner en précision sur les dimensions des vallées mesurées, notamment en ce qui concerne les macro-rugosités.