

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



## SOMMAIRE

<b>CHAPITRE 3 :</b>	<b>ELABORATION DE REVETEMENTS D'ALUMINIUM PUR SUR SUBSTRAT D'ALUMINIUM 2024-T3</b>	<b>87</b>
<b>INTRODUCTION</b>		<b>91</b>
<b>1. REALISATION DE REVETEMENTS D'ALUMINIUM SUR SUBSTRAT RUGUEUX</b>		<b>91</b>
1.1. MODIFICATION MORPHOLOGIQUE DE SURFACE PAR SABLAGE		92
1.1.1. Morphologie de surface des substrats sablés		92
1.1.2. Influence de la granulométrie du corindon et de la poudre		94
1.1.3. Influence de l'angle de projection		95
1.2. MODIFICATION TOPOGRAPHIQUE PAR PROJECTION DE CO <sub>2</sub> SOLIDE		96
1.2.1. Morphologie de surface du substrat		96
1.2.2. Microstructure des revêtements		96
1.3. STRUCTURATION SUPERFICIELLE DE SURFACE PAR USINAGE		97
1.3.1. Morphologies des saignées		97
1.3.2. Remplissage des saignées		97
1.3.3. Effet de l'angle d'ouverture des saignées sur la construction du revêtement		98
1.4. CONCLUSION SUR L'EFFET DE LA RUGOSITE DES SUBSTRATS		99
<b>2. ELABORATION DE REVETEMENTS D'ALUMINIUM SUR SUBSTRAT PLAN</b>		<b>100</b>
2.1. INFLUENCE DES PARAMETRES DE PROCEDE		100
2.1.1. Effets des paramètres de projection		100
2.1.2. Etude microstructurale et morphologique des revêtements		101
2.1.3. Dureté du système revêtement-substrat		103
2.1.4. Conclusion sur l'influence des paramètres de projection		104
2.2. INFLUENCE DE LA MORPHOLOGIE ET DE LA DURETE DE LA POUDRE		104
2.3. INFLUENCE DE L'ANGLE DE PROJECTION		105
2.3.1. Réalisation d'un cordon		105
2.3.2. Recouvrement du substrat		108
2.4. CONCLUSION SUR L'INFLUENCE DES CONDITIONS D'ELABORATION DU REVETEMENT		111
<b>3. ETUDE MORPHOLOGIQUE DES SPLATS D'ALUMINIUM</b>		<b>112</b>
3.1. REBOND DES PARTICULES		112
3.2. EFFET DE LA MORPHOLOGIE DU SUBSTRAT		113
3.2.1. Projection de particules grossières		113
3.2.2. Projection de particules fines		114
3.3. INFLUENCE DE L'ANGLE DE PROJECTION		115
3.3.1. Incidence normale à la surface		115
3.3.2. Angle de projection quelconque		116
<b>4. PARAMETRES PHYSIQUES DE L'IMPACT</b>		<b>118</b>
4.1. DETERMINATION DE LA VITESSE D'IMPACT		118
4.1.1. Répartition des particules dans le jet		119
4.1.2. Répartition de la vitesse des particules		119
4.1.3. Dispersion granulométrique des particules		120
4.1.4. Corrélation entre la vitesse, la taille et la morphologie des particules		121
4.2. DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DE LA PARTICULE A L'IMPACT		122
4.2.1. Influence des paramètres cold spray		122
4.2.2. Influence de la distance de projection		122

4.2.3. Influence du diamètre des particules.....	123
4.3. DETERMINATION DE LA TEMPERATURE DU SUBSTRAT A L'IMPACT .....	123
4.3.1. Influence de l'épaisseur du revêtement .....	124
4.3.2. Influence de la température de gaz .....	124
4.3.3. Influence du nombre de passages de buse .....	125
<b>CONCLUSION SUR L'ELABORATION DES REVETEMENTS D'ALUMINIUM.....</b>	<b>126</b>
<b>RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES .....</b>	<b>127</b>

## Introduction

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

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

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

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

## 1. Réalisation de revêtements d'aluminium sur substrat rugueux

La modification de la morphologie de surface change la rugosité des substrats d'aluminium 2024-T3. Cela se traduit par une déformation plastique de la surface sous l'effet de la pression des particules solides : corindon ou carboglace ( $\text{CO}_2$  sous forme solide) suivant la technique choisie. De plus, la modification de la morphologie du substrat par usinage permet la création de motifs périodiques en surface. L'influence de rugosités géométriques, présentes en surface du substrat d'aluminium, est ainsi évaluée. Les paramètres et les conditions de projection de l'étude sont résumés dans le Tableau 3-1. Deux poudres d'aluminium pur, de granulométries différentes, sont étudiées. En raison de la difficulté de transport par le gaz, la poudre d'aluminium pur fine nécessite une proportion de gaz porteur supérieure de 15% contre 4,5% pour la plus grossière.

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

Pression du gaz cold spray (MPa)	3,0	Vitesse de rotation plateau ( $\text{tr.min}^{-1}$ )	8
Température du gaz cold spray ( $^{\circ}\text{C}$ )	300	Pas (mm)	1
Nature du gaz cold spray / porteur	$\text{N}_2 / \text{N}_2$	Vitesse d'éclairement horizontale ( $\text{mm.s}^{-1}$ )	200
Débit du gaz cold spray ( $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ )	75,5 / 89,2	Vitesse d'éclairement verticale ( $\text{mm.s}^{-1}$ )	50
Débit du gaz porteur ( $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ )	3,8 / 14,4	Angle de projection ( $^{\circ}$ )	90
Distance de projection (mm)	30	Nombre de passages de la buse	2
Débit massique de poudre ( $\text{g.min}^{-1}$ )	26 / 11,8	Type de buse cold spray	33 PBI

## 1.1. Modification morphologique de surface par sablage

### 1.1.1. Morphologie de surface des substrats sablés

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

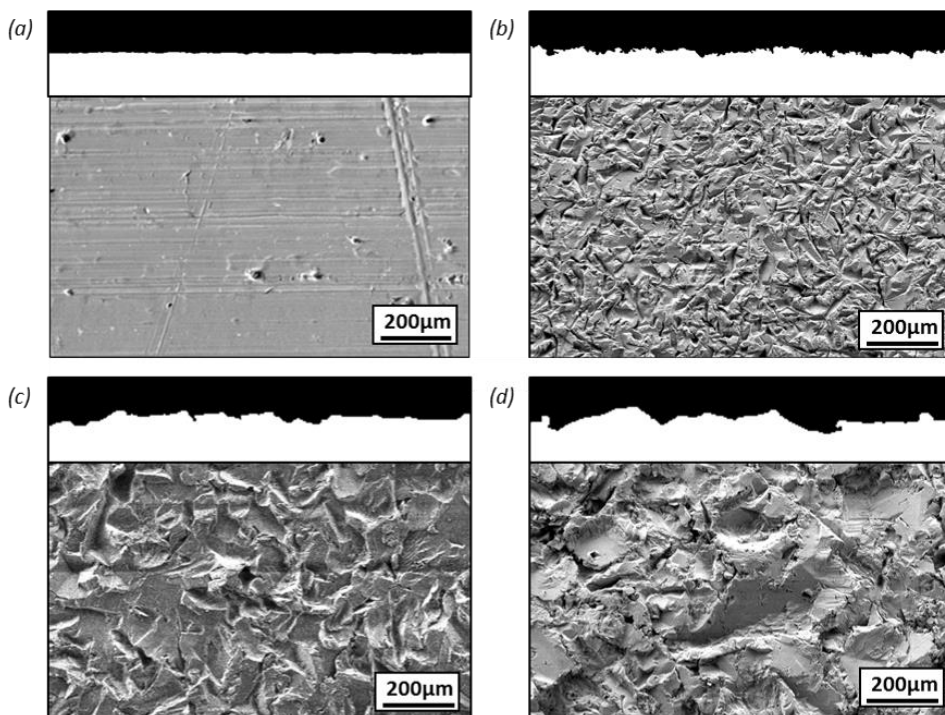


Figure 3-1 : Images MO et MEB en électrons secondaires des substrats d'aluminium 2024-T3 respectivement en vue de coupe (haut) et de dessus (bas) dans l'état (a) brut, (b) sablé finement, (c) sablé moyennement et (d) sablé grossièrement.

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

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

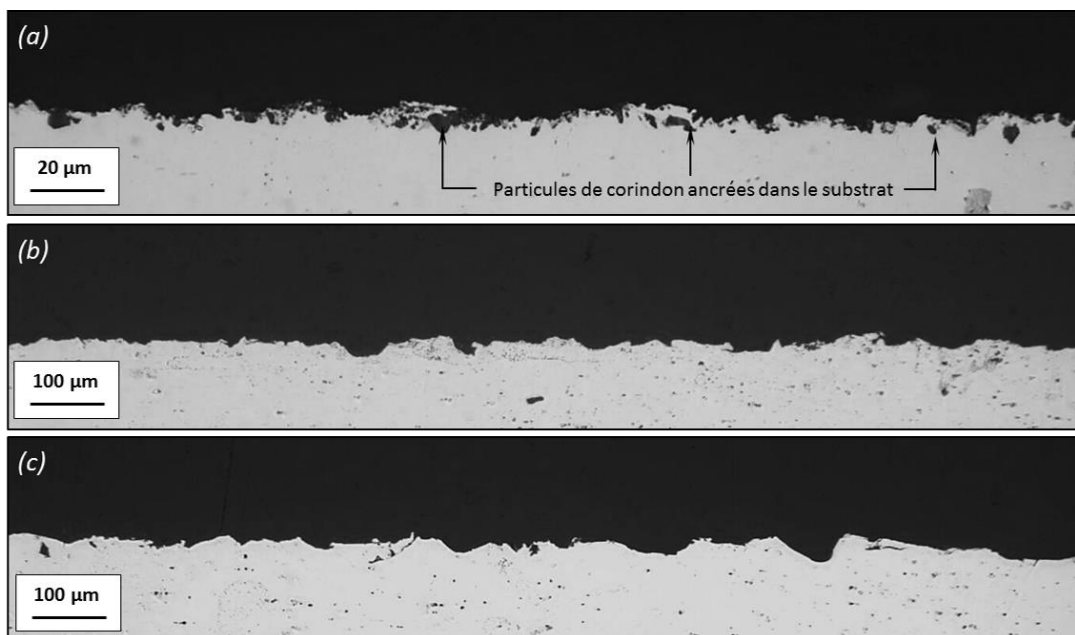
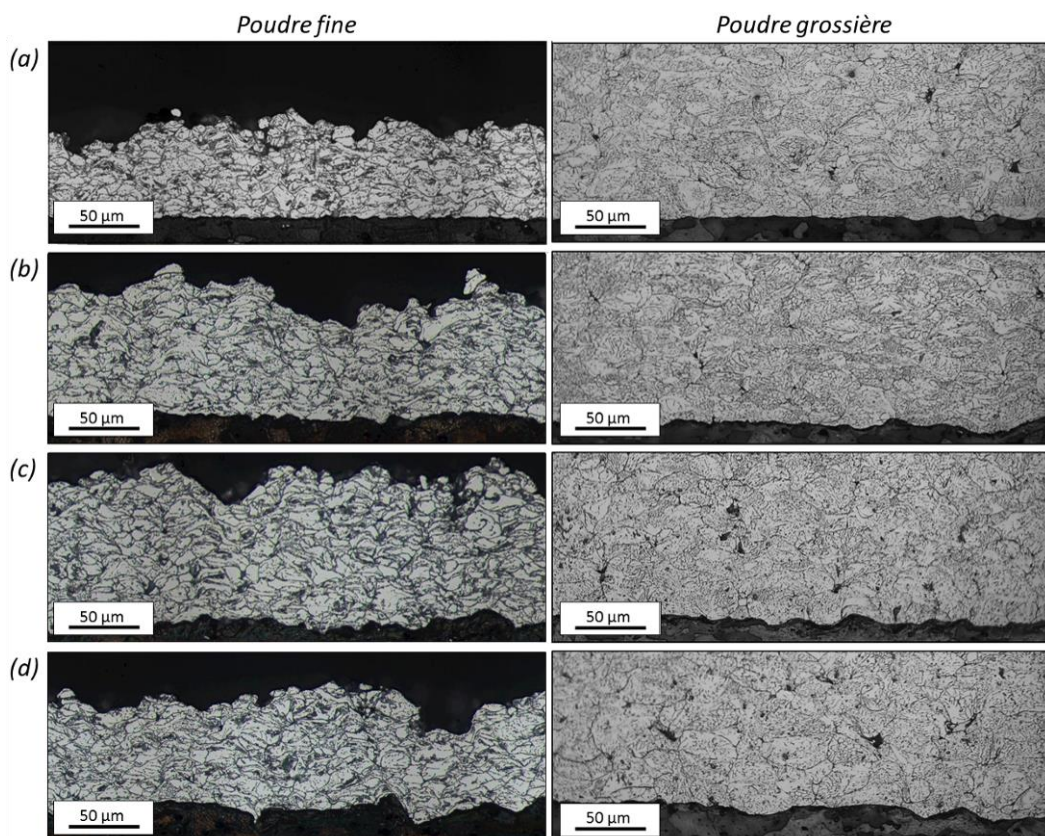


Figure 3-2 : Images optiques en coupe des profils des substrats d'aluminium 2024-T3 après un sablage (a) fin, (b) intermédiaire et (c) grossier.

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

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

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





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

### 1.1.3. Influence de l'angle de projection

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

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

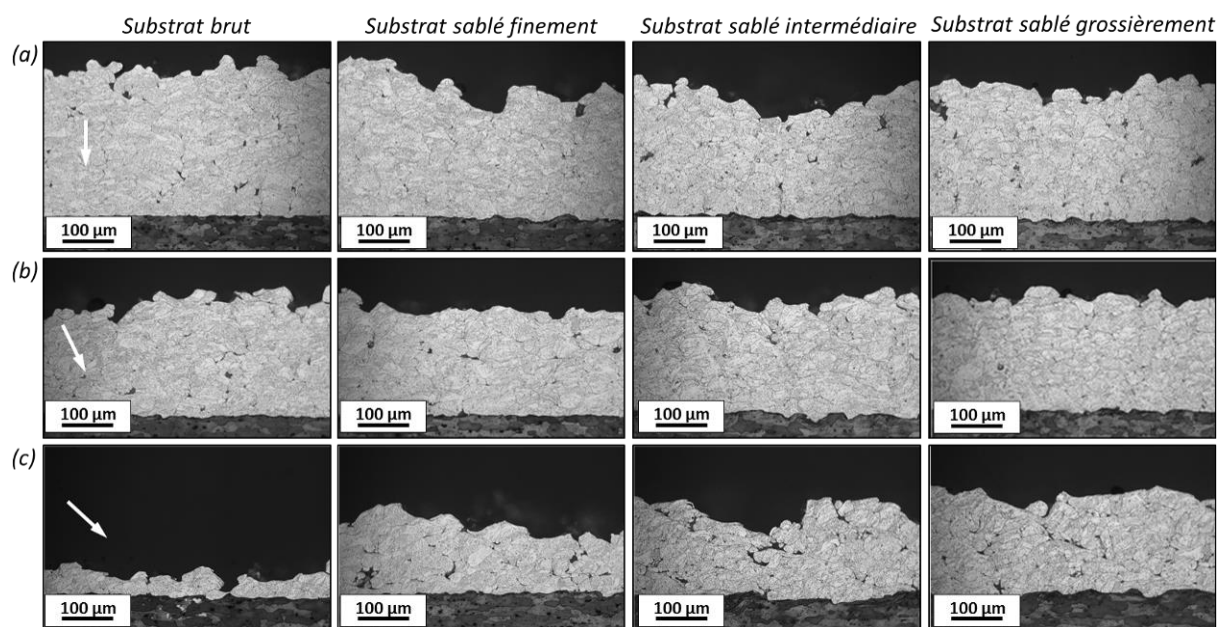


Figure 3-4 : Images optiques en coupe, obtenues après une attaque chimique « Keller », des revêtements d'aluminium pur élaborés à partir de poudre de 30 µm de diamètre moyen, sous différents angles de projection : (a) 90°, (b) 70° et (c) 50°, la direction de projection, sur substrats d'aluminium 2024-T3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

## 1.2. Modification topographique par projection de CO<sub>2</sub> solide

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

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

Pression du gaz d'acheminement du CO <sub>2</sub> (MPa)	0,7	Angle de projection de la buse (°)	30
Débit volumique du gaz (air) d'acheminement (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )	170	Distance de projection (mm)	25
Débit massique (kg.h <sup>-1</sup> ) / volumique de CO <sub>2</sub> (m <sup>3</sup> .h <sup>-1</sup> )	42 / 27	Distance inter-axes (mm)	20

### 1.2.1. Morphologie de surface du substrat

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

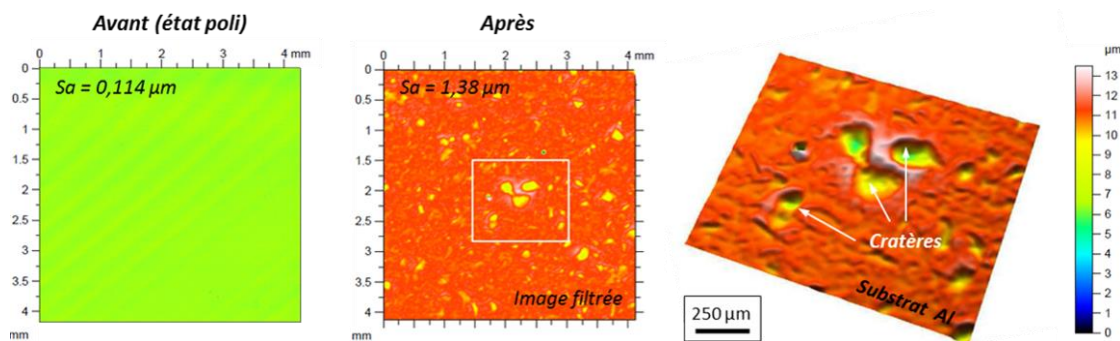


Figure 3-5 : Images profilométriques de la morphologie du substrat d'aluminium 2024-T3 avant et après projection de carboglace, vues de dessus (à gauche et au centre) et en perspective (à droite).

### 1.2.2. Microstructure des revêtements

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

La projection dynamique par gaz froid sans préparation de surface montre un revêtement avec un taux de porosité relativement élevé, de l'ordre de 4%. Ce taux est considérablement abaissé lorsque la projection de CO<sub>2</sub> est réalisée. Le nettoyage de surface du substrat permet une meilleure construction du revêtement. Cette construction est altérée lorsqu'il s'agit d'une projection combinée (aluminium pur et CO<sub>2</sub>). Les particules d'aluminium sont déviées par celles de carboglace. Le rendement de projection, donc son épaisseur, sont sensiblement réduits. Enfin, la carboglace a pour effet de lisser la couche de particules d'aluminium pur déposée.

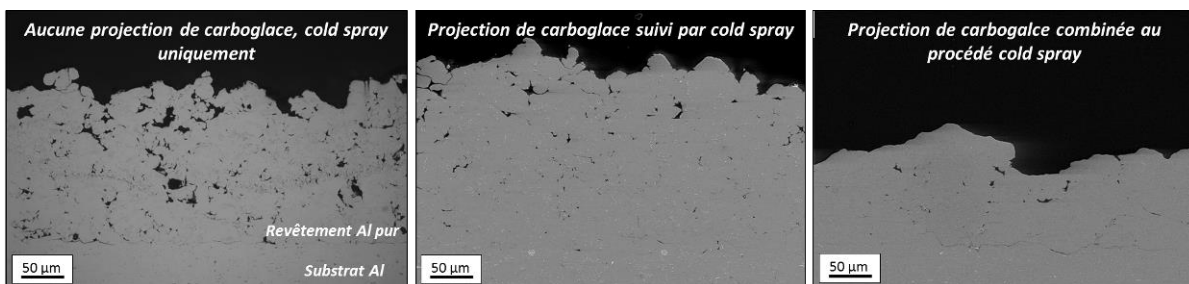


Figure 3-6 : Images MEB en coupe, obtenues en électrons secondaires, des revêtements d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de la cinématique de préparation de surface par projection de carboglace.

### 1.3. Structuration superficielle de surface par usinage

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

#### 1.3.1. Morphologies des saignées

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

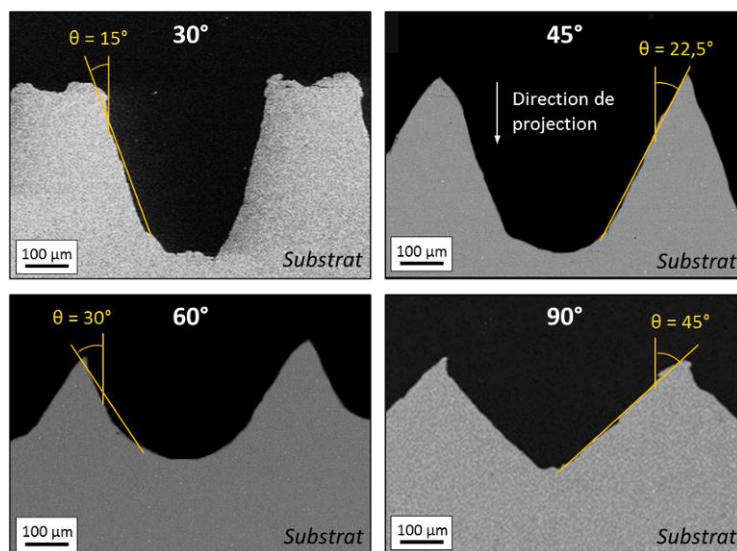


Figure 3-7 : Images optiques en coupe des profils de la morphologie des substrats d'aluminium 2024-T3 usinés avec différents angles de coupe : 30, 45, 60 et 90°.

#### 1.3.2. Remplissage des saignées

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

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

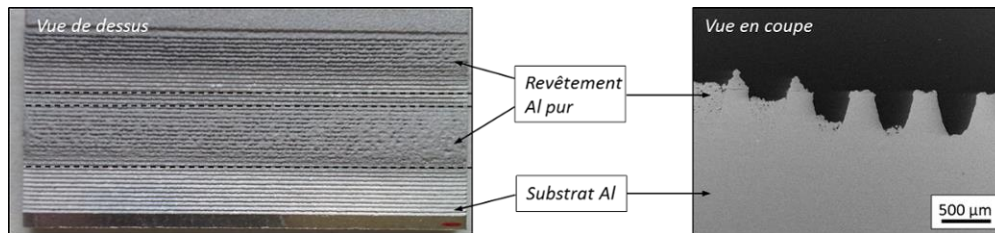


Figure 3-8 : Processus de remplissage des saignées par une projection d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 usiné avec un angle de coupe de 30°.

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

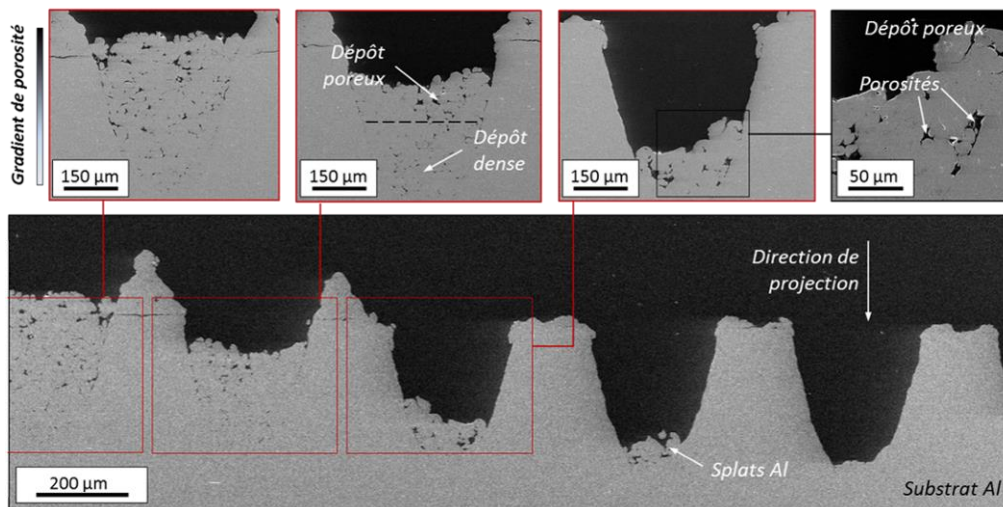


Figure 3-9 : Images MEB en coupe, obtenues par électrons secondaires, du remplissage des saignées du substrat d'aluminium 2024-T3 et du phénomène de densification du revêtement d'aluminium pur 1050 en fonction de l'épaisseur déposée.

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

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

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

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

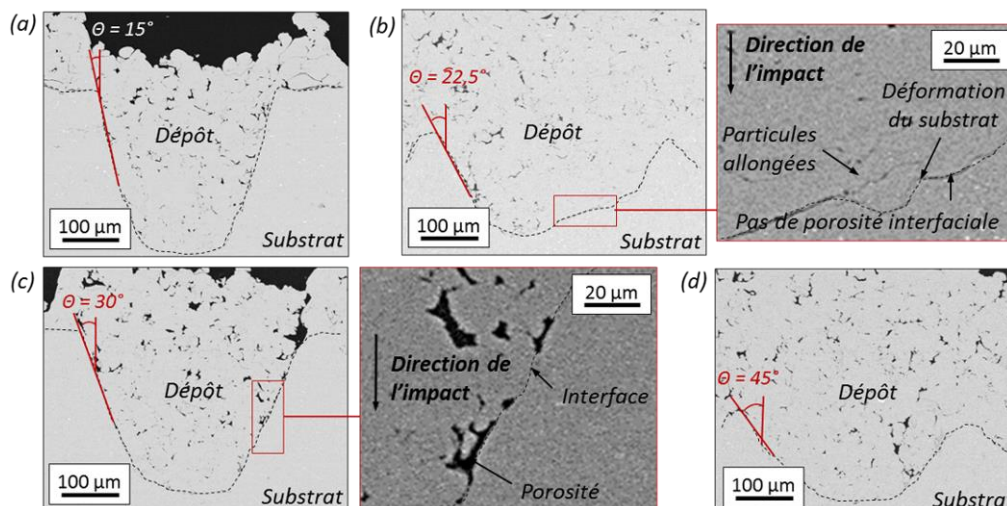


Figure 3-10 : Images optiques en coupe des revêtements d'aluminium pur 1050 sur substrats d'aluminium 2024-T3 usinés avec un angle de coupe de (a)  $30^\circ$ , (b)  $45^\circ$ , (c)  $60^\circ$  et (d)  $90^\circ$ .

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

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

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

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

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

## 2. Elaboration de revêtements d'aluminium sur substrat plan

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

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

Pression du gaz cold spray (MPa)	1,5 à 3,0	Vitesse de rotation plateau ( $\text{tr.min}^{-1}$ )	6
Température du gaz cold spray ( $^{\circ}\text{C}$ )	150 à 300	Pas (mm)	1
Nature du gaz cold spray / porteur	$\text{N}_2 / \text{N}_2$	Vitesse d'éclairage horizontale ( $\text{mm.s}^{-1}$ )	200
Débit du gaz cold spray ( $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ )	75,5	Vitesse d'éclairage verticale ( $\text{mm.s}^{-1}$ )	50
Débit du gaz porteur ( $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ )	3,8	Angle de projection ( $^{\circ}$ )	90 à 30
Distance de projection (mm)	30	Nombre de passages de la buse	2
Débit massique de poudre ( $\text{g.min}^{-1}$ )	10 / 26	Type de buse cold spray	33 PBI

### 2.1. Influence des paramètres de procédé

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

#### 2.1.1. Effets des paramètres de projection

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

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

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

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

2.1.2. Etude microstructurale et morphologique des revêtements

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

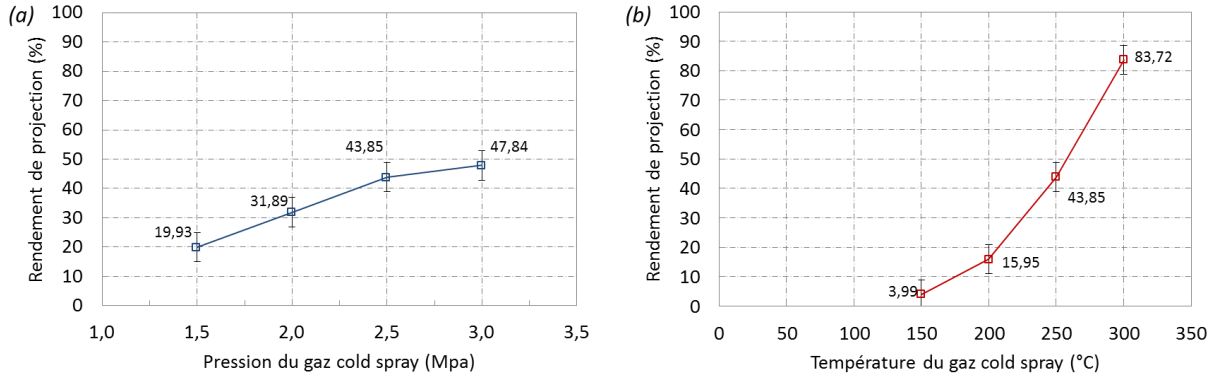


Figure 3-11 : Influence des paramètres de projection (a) pression et (b) température de gaz sur le rendement de d'aluminium pur 1050 déposé par cold spray sur substrat d'aluminium 2024-T3.

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

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

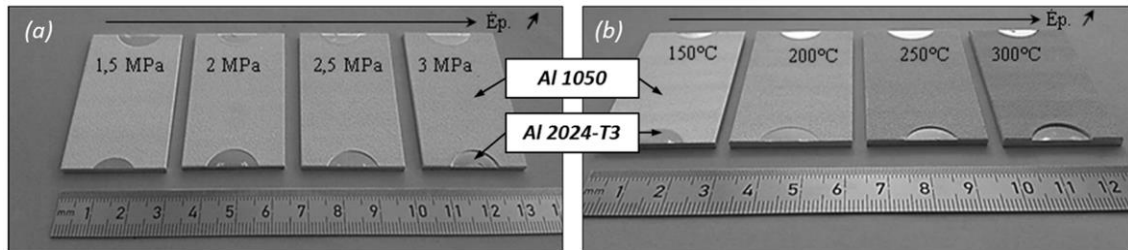


Figure 3-12 : Photographies des substrats d'aluminium 2024-T3 revêtus par de l'aluminium pur 1050 : (a) variation de la pression du gaz cold spray et (b) variation de la température du gaz cold spray.

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

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

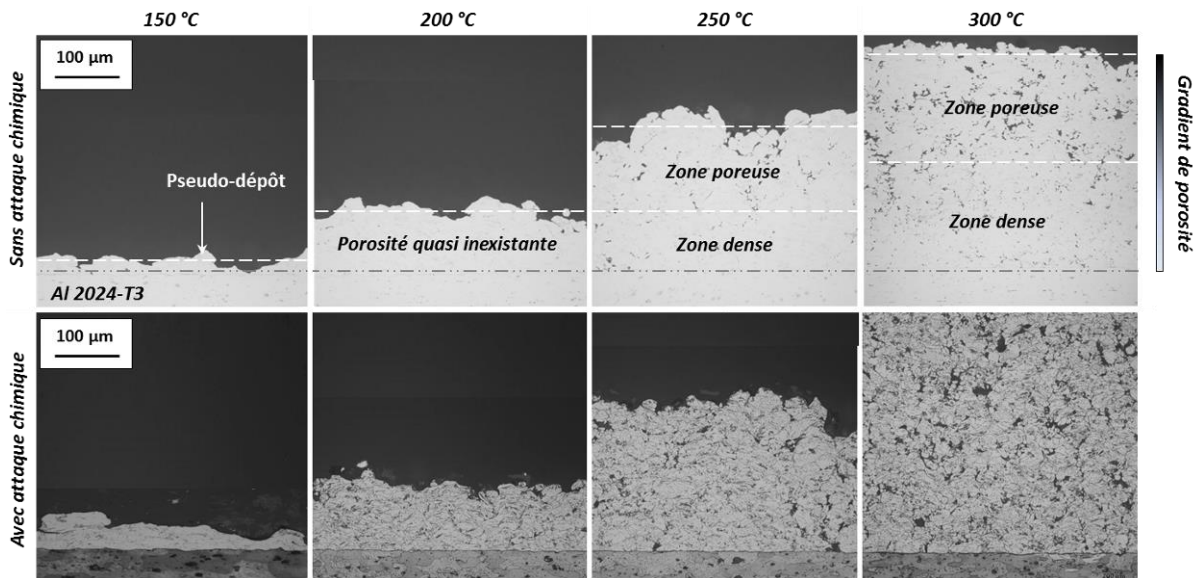


Figure 3-13 : Images optiques en coupe des revêtements élaborés par cold spray d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 avec une variation de la température du gaz cold spray et une pression de gaz fixée à 2,5 MPa, obtenues avec et sans attaque chimique « Keller ».

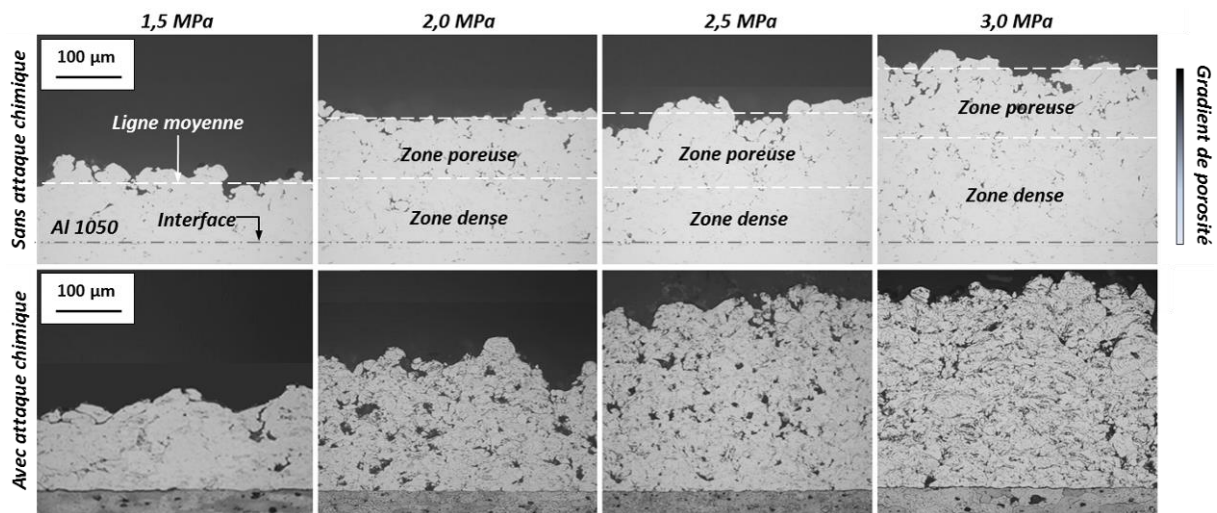


Figure 3-14 : Images optiques en coupe des revêtements élaborés par cold spray d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 avec une variation de la pression du gaz cold spray et une température de gaz fixée à 250°C, obtenues avec et sans attaque chimique « Keller ».

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



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

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

### 2.1.3. Dureté du système revêtement-substrat

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

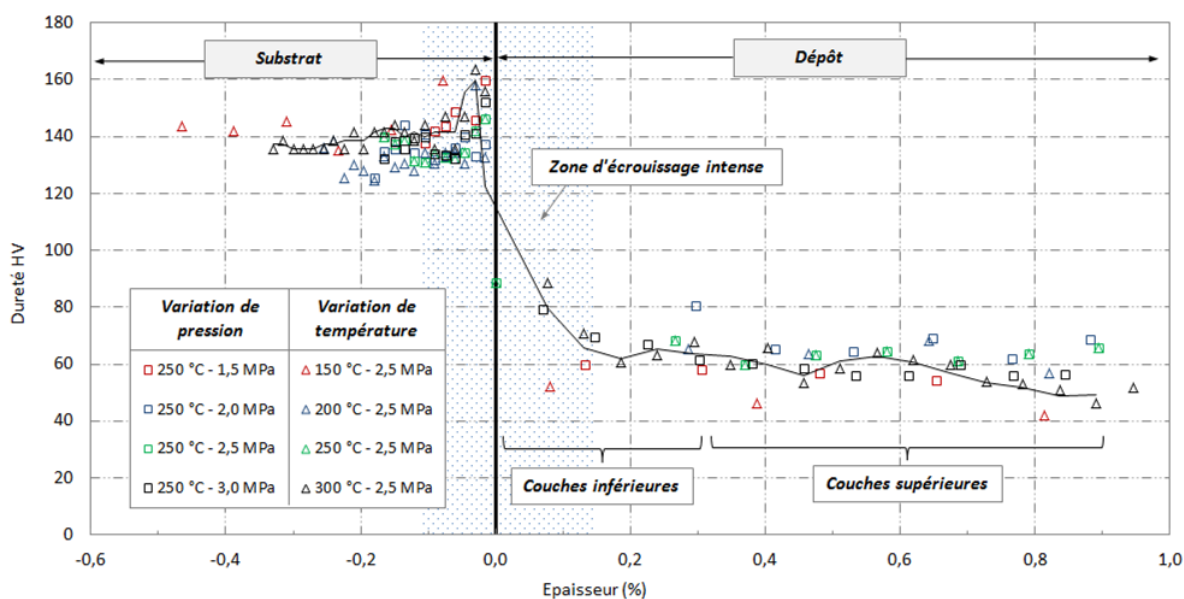


Figure 3-15 : Profil de dureté dans l'épaisseur du revêtement d'aluminium pur 1050 et du substrat pour des substrats d'aluminium 2024-T3 revêtus d'aluminium pur élaborés avec des paramètres de projection différents : pression et température du gaz cold spray allant respectivement de 1,5 à 3,0 MPa et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

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

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

#### 2.1.4. Conclusion sur l'influence des paramètres de projection

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

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

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

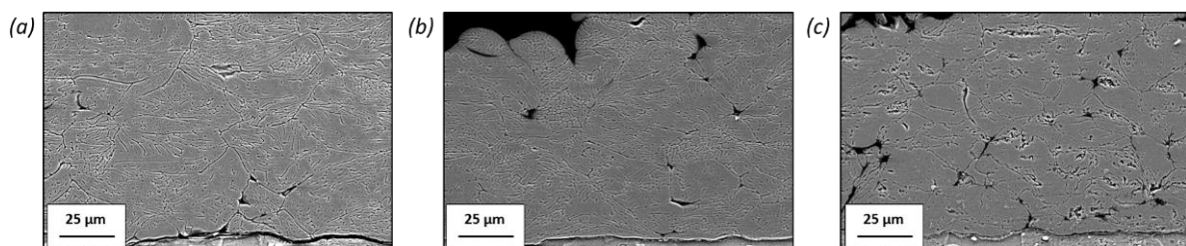


Figure 3-16 : Images MEB par électrons secondaires, en coupe et obtenues avec et sans attaque chimique « Keller » des substrats d'aluminium 2024-T3 brut revêtus par un revêtement d'aluminium pur 1050 élaboré à partir d'une poudre de morphologie (a) sphérique, (b) sphéroïdale et (c) irrégulière.

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

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

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

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

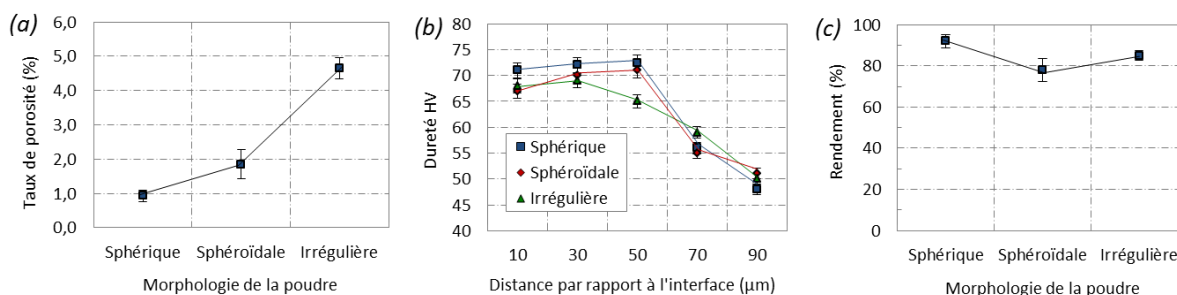


Figure 3-17 : (a) Taux de porosité, (b) dureté et (c) rendement des revêtements d'aluminium pur 1050 sur substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de la morphologie des particules projetées.

## 2.3. Influence de l'angle de projection

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

### 2.3.1. Réalisation d'un cordon

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

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

2.3.1.1. Analyse macroscopique des revêtements

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

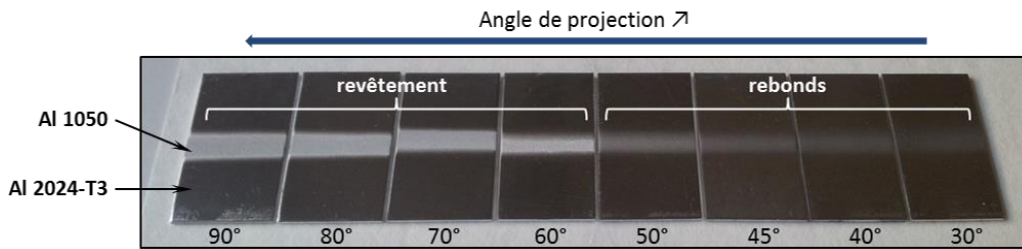


Figure 3-18 : Photographies des cordons d'aluminium pur 1050 sur substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle de projection variant de 30 à 90°.

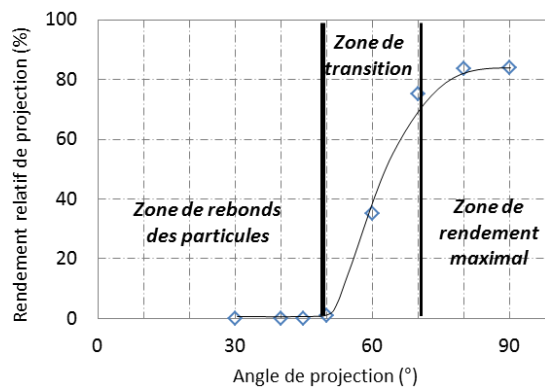


Figure 3-19 : Evolution du rendement relatif d'un revêtement d'aluminium 1050 déposé sur substrat d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle de projection, cas d'un cordon de projection.

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

### 2.3.1.2. Analyse microstructurale des revêtements

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

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

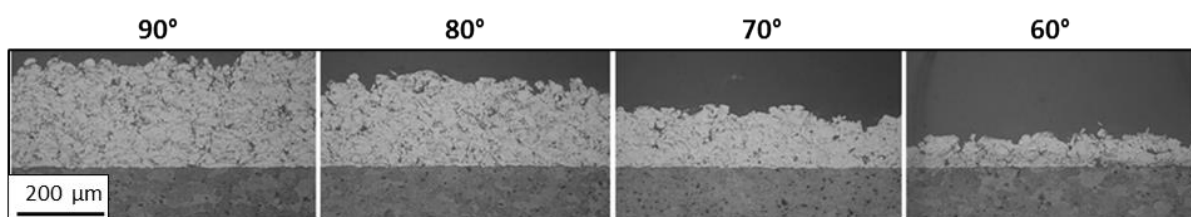


Figure 3-20 : Images optiques en coupe, obtenues avec une attaque chimique « Keller », au centre des cordons de projection d'aluminium pur 1050 élaborés sur substrat d'aluminium 2024-T3 avec différents angles de projection allant de 90 à 60°.

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

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

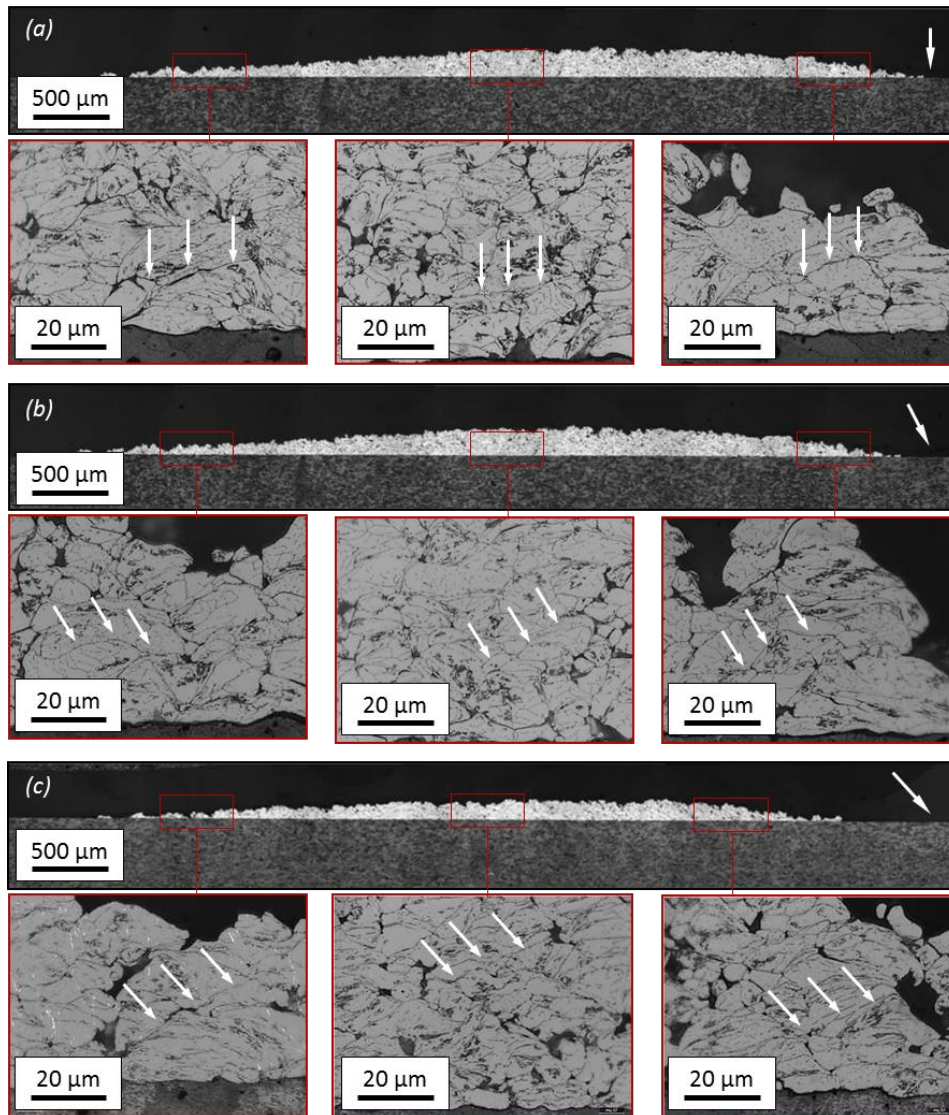


Figure 3-21 : Microscopies optiques en coupe, obtenues avec une attaque chimique « Keller », des cordons de projection d'aluminium pur 1050 élaborés sur substrat d'aluminium 2024-T3 et sous un angle de : (a) 90°, (b) 80° et (c) 70°, les flèches blanches représentent les directions de projection des particules.

### 2.3.2. Recouvrement du substrat

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

#### 2.3.2.1. Analyse macroscopique des revêtements

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

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

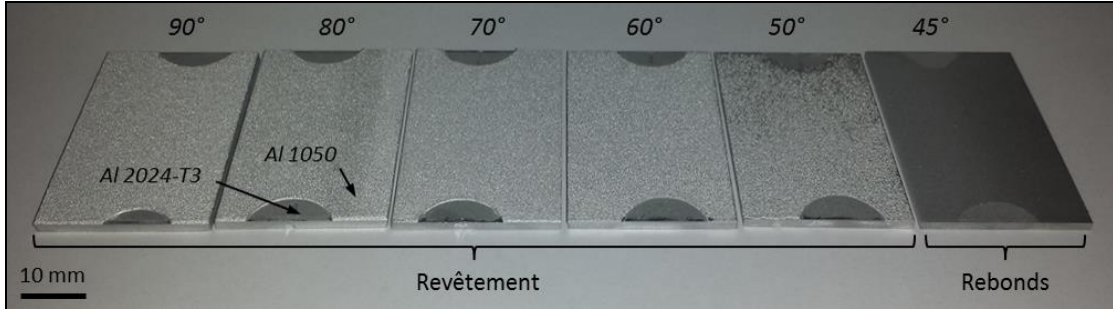


Figure 3-22 : Photographies des revêtements d'aluminium pur 1050 sur substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle de projection allant de 90° à 45°.

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

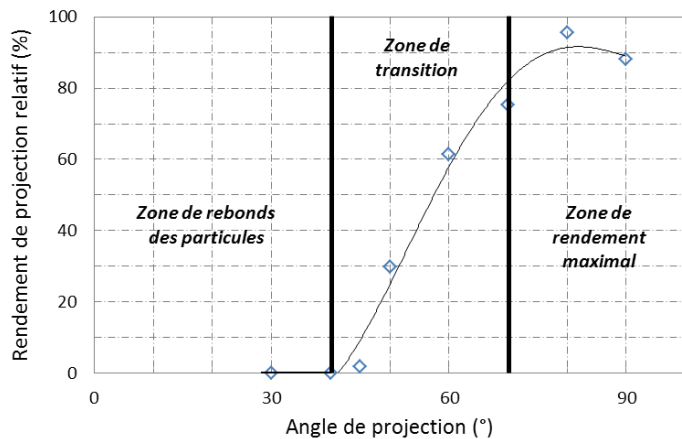


Figure 3-23 : Evolution du rendement relatif de revêtements d'aluminium pur 1050 déposés sur substrats d'aluminium 2024-T3 en fonction de l'angle de projection, cas d'un recouvrement de la surface du substrat.

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

### 2.3.2.2. Analyse microstructurale des revêtements

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

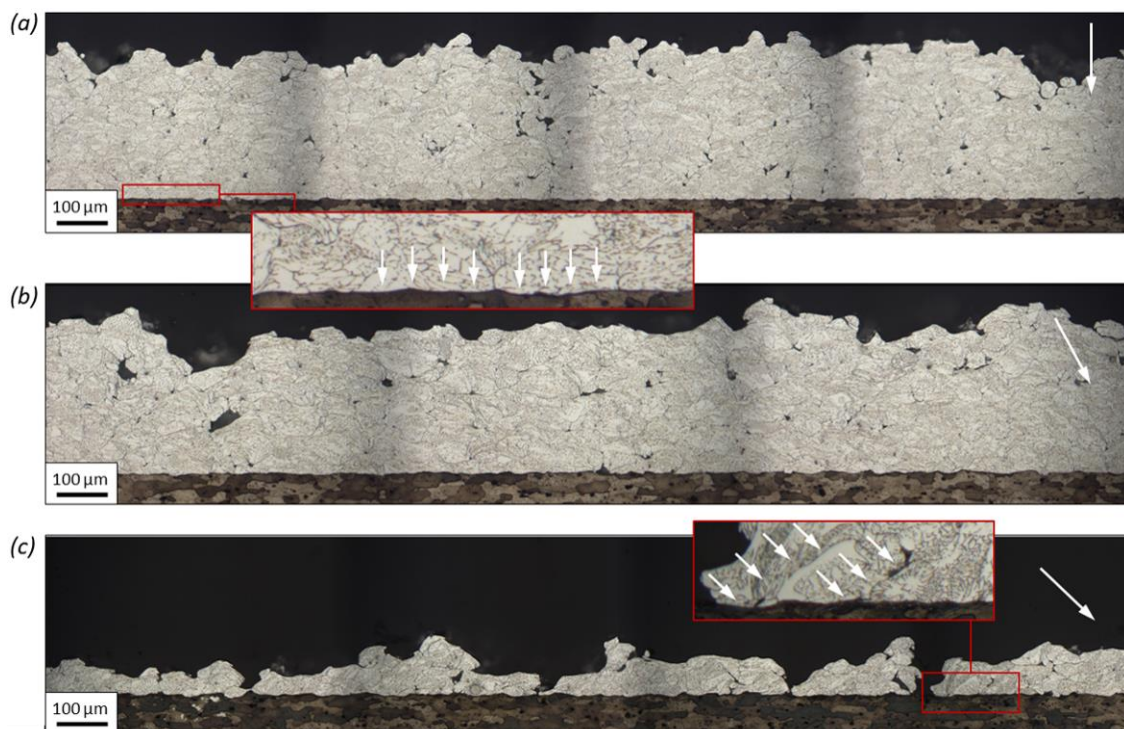


Figure 3-24 : Microscopies optique en coupe, obtenues avec une attaque chimique « Keller » des revêtements d'aluminium pur 1050 élaborés sur substrats d'aluminium 2024-T3 avec un angle de projection de : (a) 90°, (b) 70° et (c) 50°, les flèches blanches représentent les directions de projection des particules.

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



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

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

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

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

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

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

### 3. Etude morphologique des splats d'aluminium

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

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

Pression du gaz cold spray (MPa)	3,0	Vitesse de rotation plateau ( $\text{tr. min}^{-1}$ )	0,3
Température du gaz cold spray ( $^{\circ}\text{C}$ )	300	Pas (mm)	1
Nature du gaz cold spray / porteur	$\text{N}_2 / \text{N}_2$	Vitesse d'éclairement horizontale ( $\text{mm.s}^{-1}$ )	200
Débit du gaz cold spray ( $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ )	75,5 / 87,9	Vitesse d'éclairement verticale ( $\text{mm.s}^{-1}$ )	50
Débit du gaz porteur ( $\text{m}^3.\text{h}^{-1}$ )	3,8 / 4,5	Angle de projection ( $^{\circ}$ )	90 à 45
Distance de projection (mm)	30	Nombre de passages de la buse	1
Débit massique de poudre ( $\text{g.min}^{-1}$ )	0,5 / 1,4	Type de buse cold spray	33 PBI

#### 3.1. Rebond des particules

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

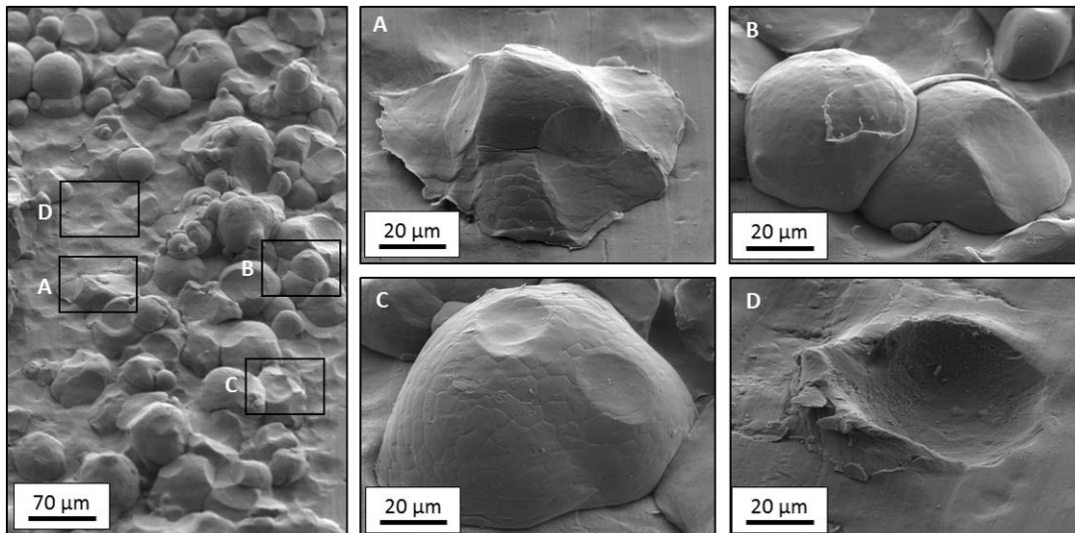


Figure 3-25 : Images MEB en électrons secondaires d'un empilement de splats d'aluminium pur 1050 ayant subi des impacts de particules en cours de projection sur substrat d'aluminium 2024-T3 : adhésion et rebonds (A et C), adhésion (B) et rebonds (D).

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

### 3.2. Effet de la morphologie du substrat

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

#### 3.2.1. Projection de particules grossières

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

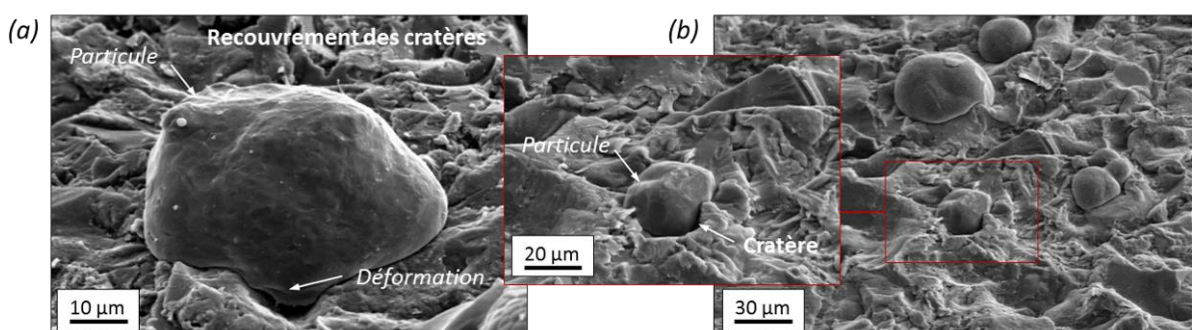


Figure 3-26 : Images MEB en électrons secondaires de particules d'aluminium pur 1050 (30  $\mu\text{m}$  de diamètre moyen) déposées sur substrat d'aluminium 2024-T3 sablé : (a) finement et (b) grossièrement.

### 3.2.2. Projection de particules fines

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

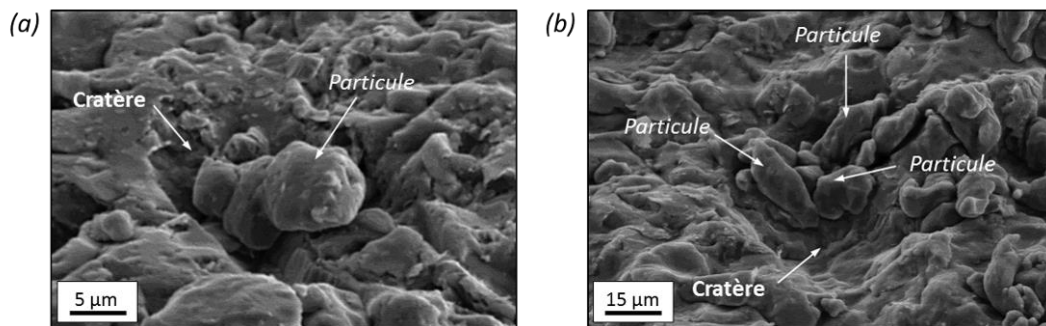


Figure 3-27 : Images MEB en électrons secondaires de particules d'aluminium pur 1070 (10 µm de diamètre moyen) déposées sur substrat d'aluminium 2024-T3 sablé : (a) finement et (b) grossièrement.

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

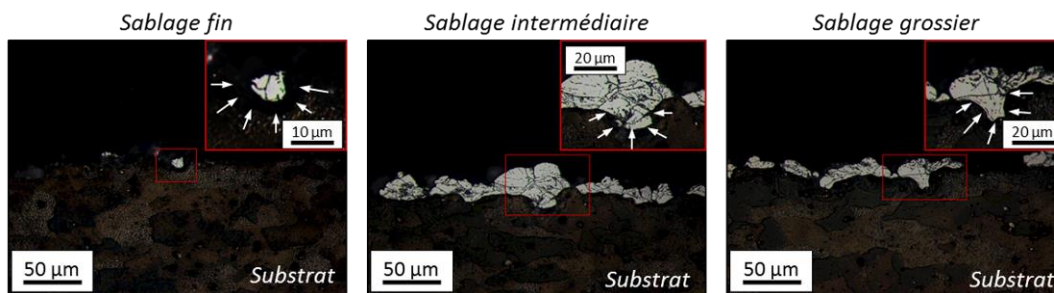


Figure 3-28 : Images optiques en coupe, obtenues avec une attaque chimique « Keller », de l'ancrage mécanique des particules fines d'aluminium pur 1070 en fonction de la morphologie de surface du substrat d'aluminium 2024-T3, les flèches blanches symbolisent la zone d'ancrage d'une particule dans le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

### 3.3. Influence de l'angle de projection

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

#### 3.3.1. Incidence normale à la surface

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

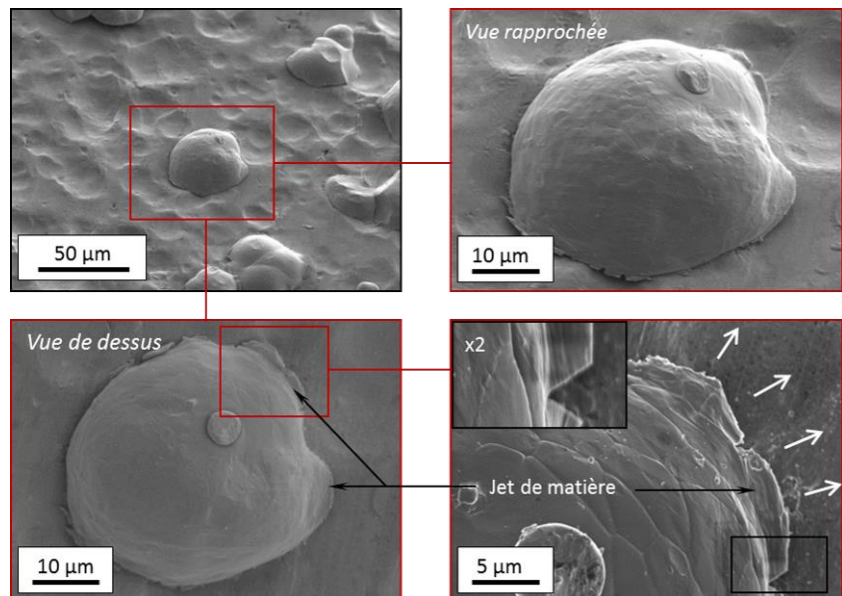


Figure 3-29 : Images MEB en électrons secondaires d'une particule d'aluminium pur 1050 grossière projetée perpendiculairement à la surface d'un substrat d'aluminium 2024-T3 brut.

### 3.3.2. Angle de projection quelconque

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

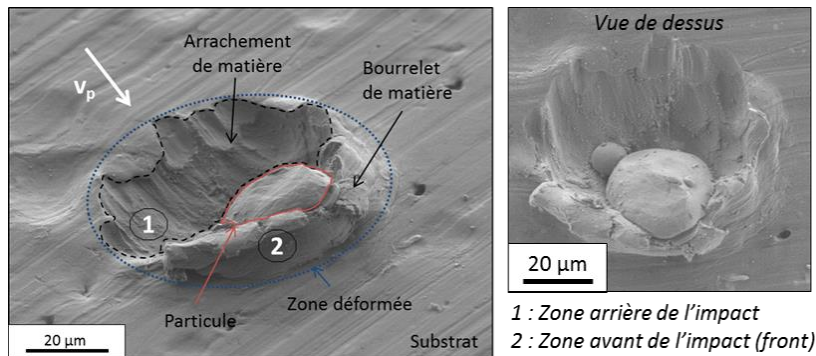


Figure 3-30 : Images MEB en électrons secondaires d'une particule d'aluminium pur 1050 déposée avec un angle de projection de  $60^\circ$  sur substrat d'aluminium 2024-T3 : vue en perspective (à gauche) et vue de dessus (à droite), la flèche blanche représente la direction de la particule avant l'impact.

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

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

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

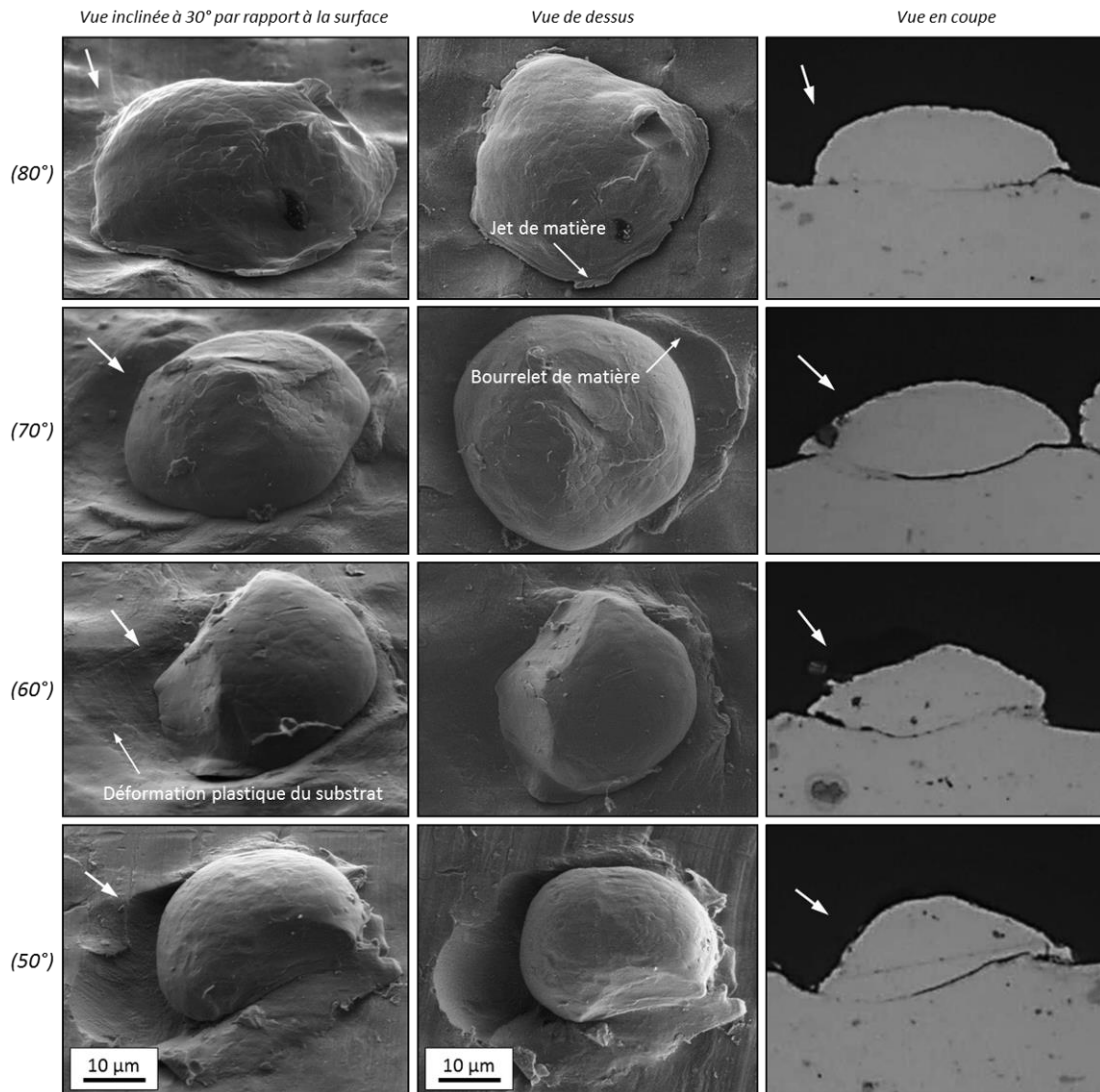


Figure 3-31 : Images MEB en électrons secondaires, en vue inclinée à 30° (à gauche), en vue de dessus (au milieu) et images optiques en coupe (à droite) d'une particule d'aluminium pur 1050 projetée respectivement à 80°, 70°, 60° et 50° par rapport à la surface du substrat d'aluminium 2024-T3, les flèches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

## 4. Paramètres physiques de l'impact

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

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

### 4.1. Détermination de la vitesse d'impact

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

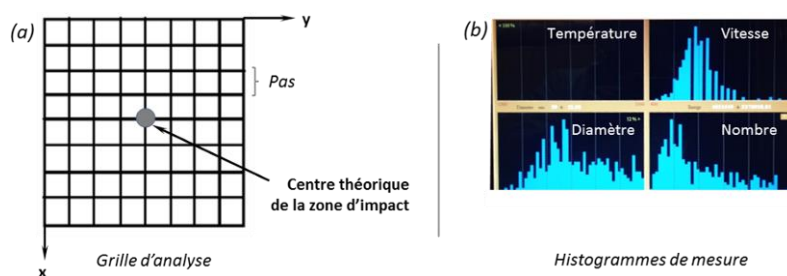


Figure 3-32 : (a) Grille d'analyse pour une cartographie par DPV 2000 et (b) histogrammes de mesure en vitesse, en taille et en nombre des particules projetées.



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

#### 4.1.1. Répartition des particules dans le jet

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

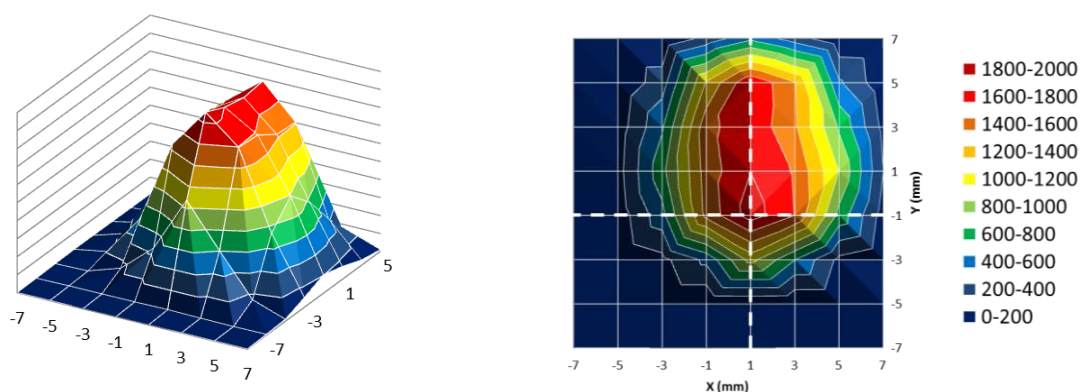


Figure 3-33 : Vue 3D et vue de dessus de la cartographie en nombre des particules d'aluminium pur 1050 grossières et sphériques (30 µm) dans un jet cold spray.

#### 4.1.2. Répartition de la vitesse des particules

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

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

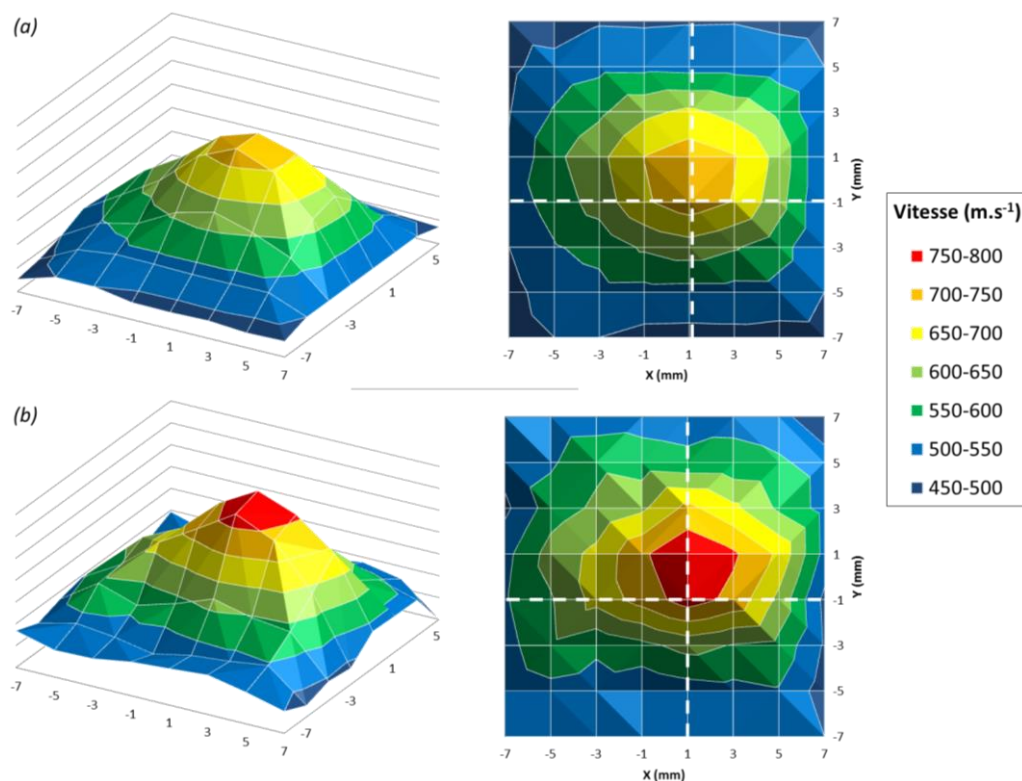
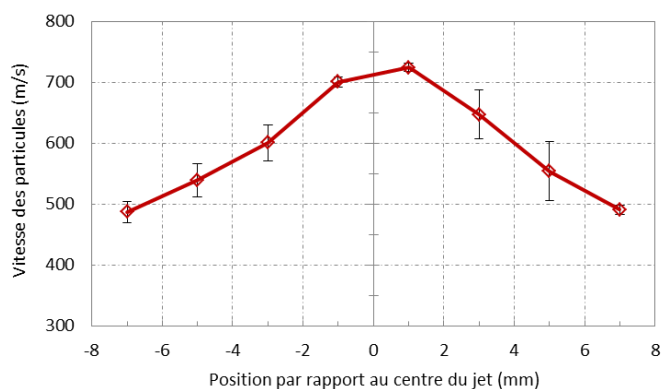


Figure 3-34 : Vue 3D et vue de dessus de la cartographie des vitesses des particules d'aluminium pur (a) 1050 grossières et sphériques (30 μm) et (b) 1070 fines (10 μm) dans un jet cold spray.

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



#### 4.1.3. Dispersion granulométrique des particules

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

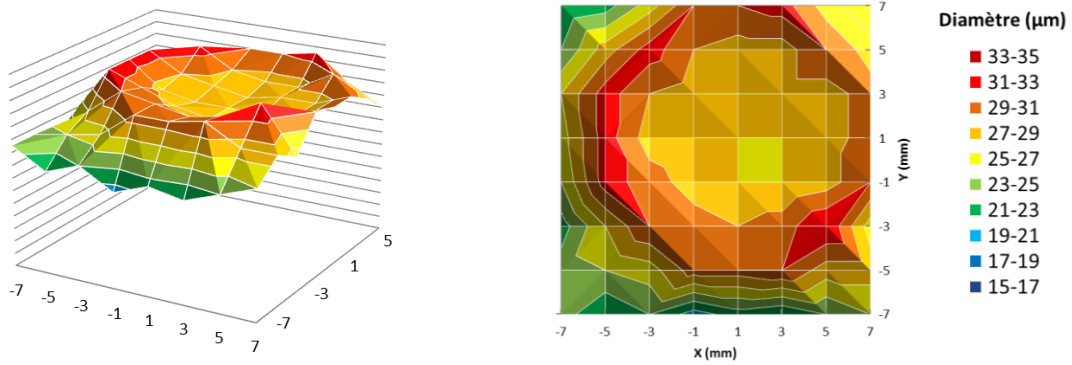


Figure 3-36 : Vue 3D et vue de dessus de la cartographie de la taille de particules d'aluminium pur 1050 grossières et sphériques (30 µm) dans un jet cold spray.

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

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

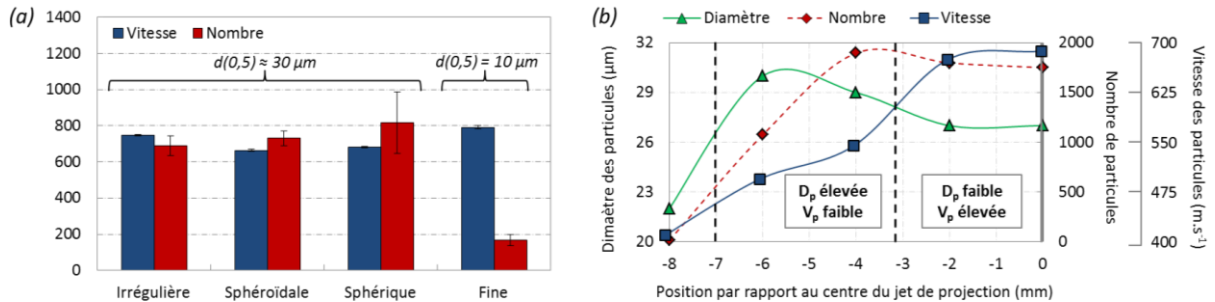


Figure 3-37 : (a) Corrélation entre la taille, la morphologie et la vitesse des particules au centre du jet et (b) répartition de la vitesse des particules sphériques (de 30 µm de diamètre moyen), de leur nombre et de leur diamètre en fonction de la position par rapport au centre du jet cold spray.

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

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

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

### 4.2.1. Influence des paramètres cold spray

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

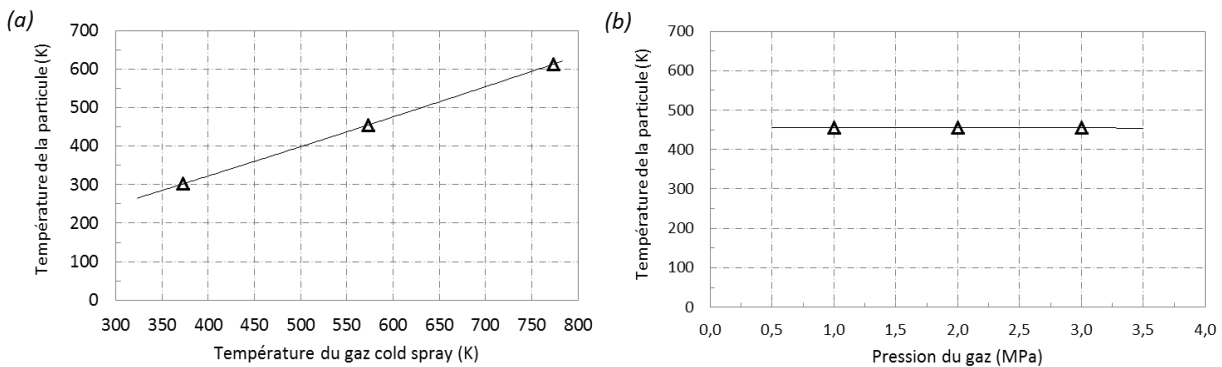
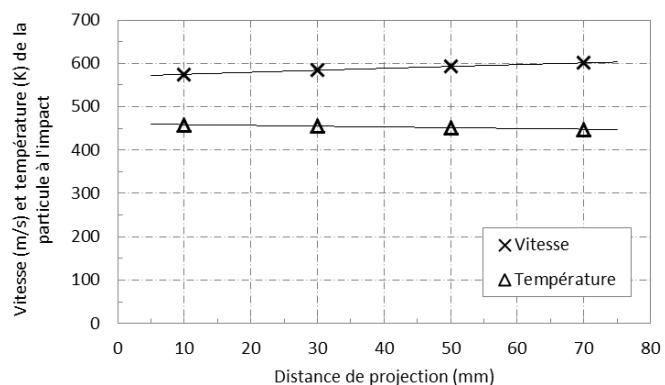


Figure 3-38 : Evolution de la température de la particule (de 20  $\mu\text{m}$  de diamètre) à l'impact en fonction (a) de la température et (b) de la pression du gaz cold spray pour une distance de projection de 30 mm.

### 4.2.2. Influence de la distance de projection

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

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



### 4.2.3. Influence du diamètre des particules

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

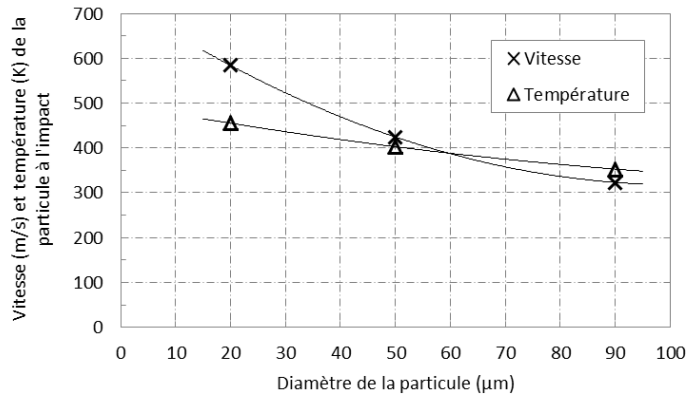


Figure 3-40 : Evolution de la température de la particule à l'impact en fonction de son diamètre pour une pression de gaz de 3 MPa, une température de gaz de 573 K et une distance de projection de 30 mm.

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

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

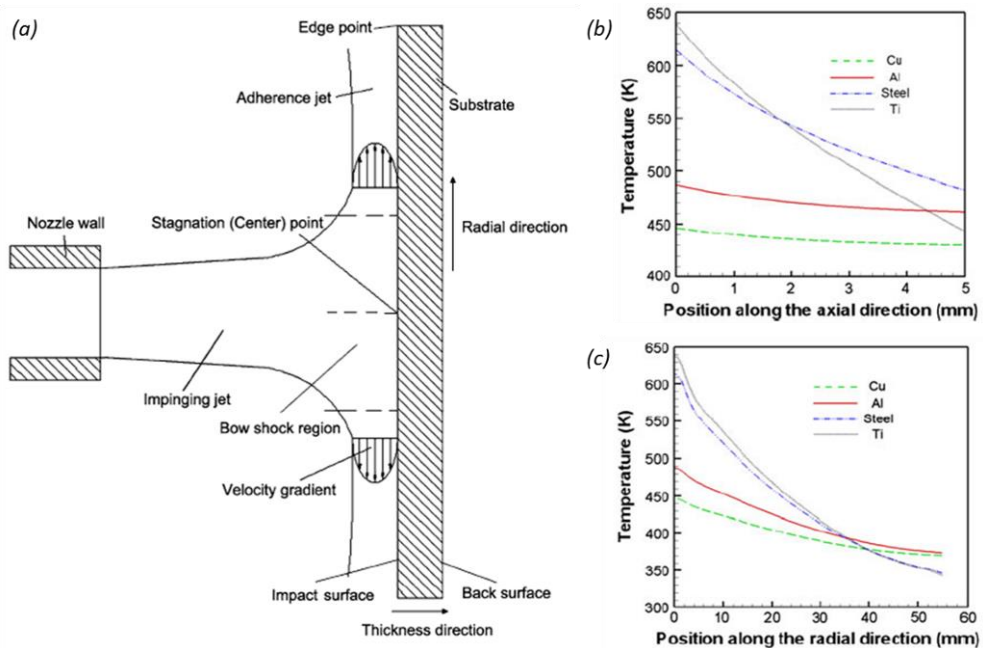


Figure 3-41 : (a) Schéma du flux gazeux et répartition (b) axiale et (c) radiale de la température du substrat par rapport au centre du jet pour une distance de projection de 30 mm [YIN11-2].

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

#### 4.3.1. Influence de l'épaisseur du revêtement

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

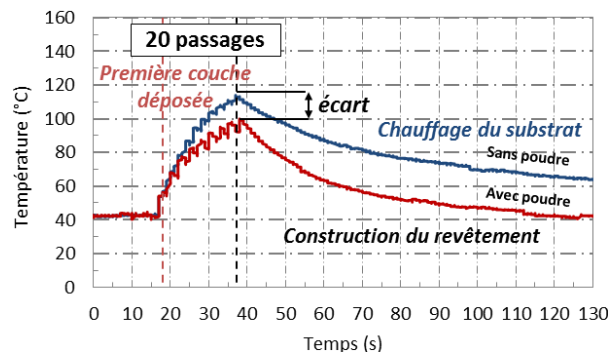


Figure 3-42 : Evolution de la température en face arrière du substrat au centre du jet pour vingt passages de la buse, avec ou sans poudre dans le flux gazeux.

#### 4.3.2. Influence de la température de gaz

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

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

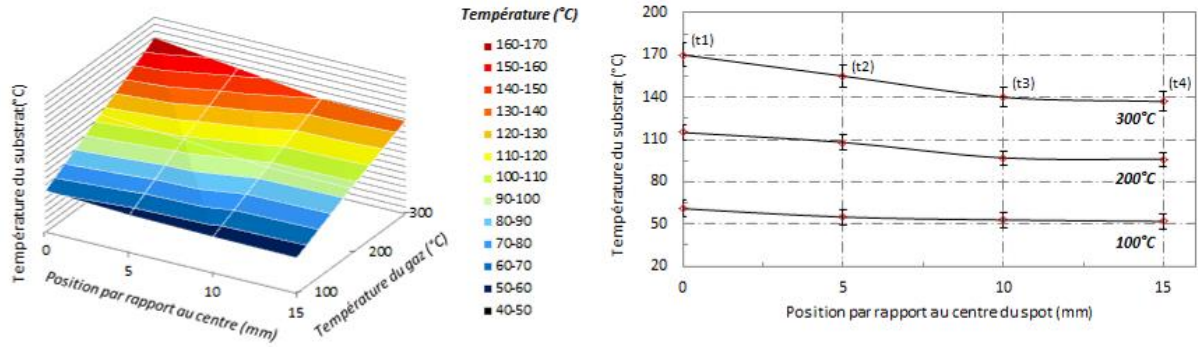


Figure 3-43 : Evolution de la température mesurée en face arrière du substrat pour une variation de la température du gaz cold spray en fonction de la position par rapport au centre du jet.

### 4.3.3. Influence du nombre de passages de buse

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

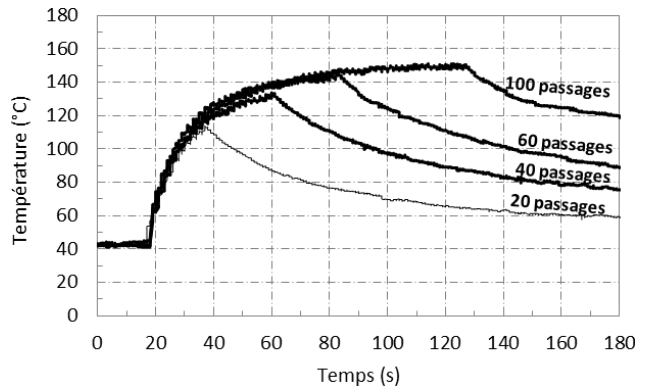


Figure 3-44 : Evolution de la température en face arrière du substrat au centre du jet en fonction du nombre de passages de la buse.

## Conclusion sur l'élaboration des revêtements d'aluminium

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

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

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