



**HAL**  
open science

# Revêtements de cuivre par projection à froid basse pression sur substrats d'aluminium texturés et composites PEEK/Carbone - Approche expérimentale et numérique

Vincent Gillet

► **To cite this version:**

Vincent Gillet. Revêtements de cuivre par projection à froid basse pression sur substrats d'aluminium texturés et composites PEEK/Carbone - Approche expérimentale et numérique. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Nantes, 2018. Français. NNT: . tel-02271240

**HAL Id: tel-02271240**

**<https://hal.science/tel-02271240>**

Submitted on 26 Aug 2019

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

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

# Thèse de Doctorat

Vincent GILLET

*Mémoire présenté en vue de l'obtention du  
grade de Docteur de l'Université de Nantes  
sous le sceau de l'Université Bretagne Loire*

École doctorale : SPI

**Discipline** : Génie mécanique, productive, transport

**Spécialité** : Génie mécanique et productive

**Unité de recherche** : Laboratoire en Génie Civil et Mécanique (GeM)

Soutenue le : 17 janvier 2018

## Revêtements de cuivre par projection à froid basse pression sur substrats d'aluminium texturés et composites PEEK/Carbone

-

### Approche expérimentale et numérique

#### JURY

**Présidente du jury** : Cécile LANGLADE, Professeur, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard (UTBM)

**Rapporteurs** : Alain DENOIRJEAN, Directeur de recherche, Université de Limoges  
Manuel FRANÇOIS, Professeur, Université de Technologie de Troyes (UTT)

**Invité(s)** : Pascal CASARI, Professeur, Université de Nantes

**Directeur de Thèse** : Bruno COURANT, Maître de conférences HDR, Université de Nantes  
**Co-Directrice de Thèse** : Sophie COSTIL, Maître de conférences HDR, Université de Technologie Belfort-Montbéliard (UTBM)  
**Co-Encadrant de Thèse** : Wolfgang KNAPP, Professeur associé, Université de Nantes, Fraunhofer ILT





## *Remerciements*

Ce travail a lieu dans le cadre d'un projet rassemblant industriels et académiques à travers l'Europe, qui ont tous contribué et influencé l'avancée de mes travaux. Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse Bruno Courant pour sa confiance et la grande liberté qu'il m'a accordé pour mener à bien mes projets, tout en guidant mon avancée par des conseils avisés. Viennent ensuite mes deux encadrants, Sophie Costil et Wolfgang Knapp, qui m'ont énormément apporté au cours de ces années tant sur le plan professionnel que personnel.

Cette thèse a été réalisée principalement au sein de l'équipe E3M de l'Institut de Recherche en Génie Civil et Mécanique (GeM). Je tiens à remercier Frédéric Jacquemin pour m'avoir si bien accueilli dans cette équipe et son support tout au long de ces trois ans. Mes remerciements vont bien évidemment à celles et ceux que j'ai eu le plaisir de côtoyer pendant ces trois années, que ce soit pendant des manipulations ou de simples pauses café. Je tiens à remercier particulièrement Pascal, Marie-Jo et Sabrina, Samuel, David, Baptiste, Jamal, Alex, Sylvain, Marion, Amandine et Pierre-Antoine pour leur aide précieuse et leur soutien. Un très très grand merci également aux collègues de galère, doctorants, post-docs, stagiaires et même maintenant jeunes permanents, sans qui ces trois années auraient été beaucoup plus difficiles à vivre et qui ont toujours été là quand le besoin s'est fait sentir. La génération plus ancienne, Pierre-Yves, Thomas, Hassan, Georgina et Nico, et la relève (ou anciens qui font de la résistance), Fahmi, July, Mael, Quentin et Quentin, Romain, Ameni et Alex, et les derniers arrivés Nadjib, Hicham et Gautier. Vous avez tout ce qu'il faut pour y arriver, gardez le cap !

Mes remerciements vont ensuite aux membres du jury, en commençant par Cécile Langlade qui en plus d'avoir accepté la présidence du jury m'a accueilli au sein de son équipe au LERMPS-UTBM lors de mes déplacements à Belfort. J'en profite pour remercier tout le personnel de l'UTBM pour son accueil chaleureux lors de mes séjours sur place et l'aide apportée pour toute la partie expérimentale.

Je remercie bien évidemment Alain Denoirjean et Manuel François pour avoir accepté la tâche d'examiner et rapporter ce travail de thèse.

Enfin je remercie Emilie Aubignat, Manuel Mendès, Klaas Rozema, Robin Kromer ainsi que toutes celles et ceux qui m'ont aidé pendant ces années. Je terminerai bien évidemment par ma famille et mes amis, qui ont dû supporter mes sautes d'humeur et sont restés présents et compréhensifs tout au long de cette aventure.



# Table des matières

<b>INTRODUCTION</b>	11
<b>CHAPITRE 1 : ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES</b>	17
INTRODUCTION	19
1. LA PROJECTION THERMIQUE ET LE PROCÉDÉ COLD SPRAY	19
1.1. Définition et place de la projection thermique dans l'ingénierie des surfaces	19
1.2. Le procédé de projection à froid (Cold Spray)	22
1.2.1. Généralités et historique du développement du Cold Spray	22
1.2.2. La notion de vitesse critique	23
1.2.3. Profils de vitesse et de température du gaz et des particules	28
1.2.4. Mécanismes d'accroche des particules	30
1.2.5. Contraintes résiduelles et contraintes de déposition	33
1.3. Les applications industrielles du Cold Spray	36
1.3.1. Rechargement et réparation	37
1.3.2. Protection contre la corrosion	38
1.3.3. Dépôts conducteurs	38
2. LA TEXTURATION LASER	39
2.1. Définition de la texturation	39
2.2. Principe de la texturation laser	41
2.3. Applications de la texturation laser	43
2.3.1. Les panneaux photovoltaïques, texturation de cristaux de silicium	43
2.3.2. Propriétés hydrophobes et super-hydrophobes	44
2.3.3. La texturation laser dans les moteurs thermiques	46
2.3.4. La jonction polymère-métal et composite-métal	47
2.3.5. La texturation laser combinée aux procédés de projection thermique	48
CONCLUSION	49
RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 1	50
<b>CHAPITRE 2 : MATÉRIAUX, PROCÉDÉS ET TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION</b>	57
INTRODUCTION	59
1. MATÉRIAUX	59
1.1. Substrats en alliage d'aluminium 5083	59
1.2. Substrats en composites PEEK/Fibres de carbone et film de PEEK	60
1.3. Poudres employées par projection Cold Spray	61

1.3.1.	Poudres pour la projection sur substrats métalliques	61
1.3.2.	Poudres pour la projection sur substrats composites	62
2.	PROCÉDÉS	63
2.1.	Projection Cold Spray Basse Pression (LPCS)	63
2.2.	Texturation Laser	65
3.	TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION	66
3.1.	Caractérisations en cours de projection	66
3.1.1.	Mesures du rendement et du débit de poudre	66
3.1.2.	Mesure des vitesses de particules par DPV	67
3.2.	Caractérisation des revêtements par microscopie et analyse d'images	68
3.2.1.	Préparation des échantillons en coupe et attaques chimiques	68
3.2.2.	Microscopie	68
3.2.3.	Mesures d'épaisseurs	69
3.2.4.	Caractérisation de la porosité	71
3.2.5.	Caractérisation élémentaire des dépôts (EDX)	72
3.3.	Évaluation des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X	73
3.3.1.	Principe de la DRX et analyse des contraintes résiduelles	73
3.3.2.	Préparation des échantillons par polissage électrolytique	76
3.4.	Évaluation de l'adhérence des revêtements par traction (Pull Off Test)	78
3.5.	Caractérisation thermique de la matrice organique par DSC	79
3.6.	Impacteur dynamique	81
3.7.	Mesures de conductivité des revêtements métalliques	83
	CONCLUSION	84
	RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 2	85
 <b>CHAPITRE 3 : SIMULATION NUMÉRIQUE DE L'IMPACT DE PARTICULES PROJETÉES PAR LPCS</b>		<b>89</b>
	INTRODUCTION	91
1.	DÉFINITION ET EXPLICATION DU MODÈLE ABAQUS/EXPLICIT	92
1.1.	Introduction	92
1.2.	Paramètres matériaux	92
1.2.1.	Discussion sur la base d'unités utilisées	92
1.2.2.	Réponse élastique des matériaux, équation d'état de Mie-Grüneisen	93
1.2.3.	Modèle de plasticité et d'endommagement de Johnson-Cook	94
1.3.	Géométrie et maillage, introduction des éléments infinis	97
1.4.	Conditions initiales et limites	101
1.5.	Step, incrémentation et output	102

1.6.	Gestion du contact	102
2.	COMPARAISON DU MODÈLE À UN CAS D'ÉTUDE	103
3.	ÉTUDE D'IMPACTS DE PARTICULES DE CUIVRE SUR UN SUBSTRAT EN ALUMINIUM	106
3.1.	Optimisation de la résolution du maillage	106
3.1.1.	Incidence de la résolution du maillage du substrat	107
3.1.2.	Incidence de la résolution du maillage de la particule	110
3.1.3.	Conclusion intermédiaire	113
3.2.	Influence du couple diamètre/vitesse	113
3.2.1.	Détermination de la relation diamètre - vitesse	113
3.2.2.	Évolution des déformées finales	115
3.2.3.	Évolution des contraintes lors de l'impact	118
3.2.4.	Évolution des températures lors de l'impact	120
3.2.5.	Conclusion intermédiaire	122
3.3.	Influence de la température	123
3.3.1.	Évolution des déformées finales	123
3.3.2.	Évolution des contraintes lors de l'impact	124
3.3.3.	Évolution des températures lors de l'impact	126
3.3.4.	Conclusion intermédiaire	128
4.	ÉTUDE D'IMPACTS DE PARTICULES SUR SUBSTRAT EN PEEK	130
4.1.1.	Étude comparative d'impacts sur aluminium et PEEK	130
4.1.2.	Conclusion intermédiaire	131
	CONCLUSION	133
	RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 3	135
 <b>CHAPITRE 4 : DÉPÔT DE CUIVRE SUR UN ALLIAGE D'ALUMINIUM TEXTURÉ PAR LASER</b>		139
	INTRODUCTION	141
1.	DÉVELOPPEMENT D'UN MODÈLE DE CALCUL DE LA SURFACE DÉVELOPPÉE	142
1.1.	Objectif, hypothèses et paramètres du modèle	142
1.2.	Validation du modèle	144
2.	EFFET DE LA TEXTURATION SUR L'ADHÉRENCE ET LE RENDEMENT DE PROJECTION	147
2.1.	Choix des géométries de texturation	147
2.2.	Réalisation des dépôts	152
2.3.	Effet de la texturation laser sur les propriétés adhésives des revêtements	152
2.3.1.	Observation des dépôts en coupe	152
2.3.2.	Rendement de projection (DE) et mesures d'adhérence	154
2.3.3.	Propagation de fissures	158

2.4.	Effet de la texturation laser sur les contraintes résiduelles post-projection	160
2.5.	Comparaison de l'influence de la texturation entre deux types de revêtements	165
	CONCLUSION	169
	RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 4	171
	<b>CHAPITRE 5 : DÉPÔT DE CUIVRE SUR COMPOSITE PEEK/FIBRES DE CARBONE</b>	175
	INTRODUCTION	177
1.	IDENTIFICATION DES PROBLÉMATIQUES DE PROJECTION SUR LES COMPOSITES	178
1.1.	Essais préliminaires	178
1.2.	Ajout d'une surcouche de PEEK	179
1.3.	Paramètres expérimentaux	182
2.	OPTIMISATION DU PROCESSUS DE PROJECTION	183
2.1.	Première couche de revêtement et réflexions sur le contact substrat/cuivre	183
2.2.	Augmentation de l'épaisseur du dépôt	185
2.2.1.	Ajout d'une deuxième couche de cuivre de granulométrie différente	187
2.2.2.	Ajout d'une troisième couche de cuivre	189
3.	INFLUENCE DE L'ÉPAISSEUR DU FILM DE PEEK SUR LA CONSTRUCTION DU DÉPÔT	192
3.1.	Observations morphologiques	192
3.2.	Mesures d'impacts dynamiques	194
	CONCLUSION	200
	RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 5	201
	<b>CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES</b>	205
	ANNEXE A : COMPLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES SUR LES PROCÉDÉS THERMIQUES	212
	RÉFÉRENCES DE L'ANNEXE A	218
	ANNEXE B : DÉMONSTRATION MATHÉMATIQUE DU MODÈLE DE SURFACE DÉVELOPPÉE	220
	ANNEXE C : INFLUENCE DU COUPLE DIAMÈTRE/VITESSE POUR LA POUDRE L	226
	Publications	230







---

INTRODUCTION

---

La projection thermique est une solution couramment employée dans de nombreux secteurs industriels afin de réaliser des revêtements, métalliques ou non, sur divers substrats et d'en modifier les propriétés surfaciques pour leur apporter de nouvelles fonctionnalités (protection contre la corrosion, contre l'usure, barrière thermique, ...). Selon la nature même des matériaux d'apport, différentes propriétés peuvent donc être attendues comme dans le cas de dépôts à base de cuivre, principalement recherchés pour leur conductivité électrique et/ou thermique.

La projection dynamique par gaz froid, nommée « Cold Spray », est originale parmi la grande famille des procédés de projection par le fait que les particules accélérées aérodynamiquement à des vitesses très élevées (généralement entre 300 et 1200 m/s) restent à l'état solide jusqu'à leur impact sur le substrat. Les particules et le substrat se déforment alors plastiquement en quelques dizaines de nanosecondes, la forme de l'impact dépendant des propriétés mécaniques de chacun d'entre eux. Si la vitesse d'impact est suffisante, la particule peut alors adhérer au substrat par divers phénomènes mécaniques et physico-chimiques. A ce titre, Le cuivre est d'ailleurs un matériau particulièrement bien adapté pour la projection à froid de par sa grande capacité à se déformer plastiquement. De plus, les revêtements obtenus par Cold Spray se démarquent des autres procédés par l'absence quasi-totale de porosité et d'oxydes dans le dépôt, deux facteurs très importants pour les applications concernant la conductivité électrique. Le Cold Spray est donc un procédé de choix pour la réalisation de tels revêtements.

Depuis une dizaine d'années le Cold Spray se développe très rapidement dans le milieu industriel, séduisant par sa simplicité (par rapport aux autres procédés conventionnels), son coût modéré et sa polyvalence. Il convient de distinguer d'ailleurs deux procédés, certes similaires mais tout de même différents par les équipements mis en œuvre et les conditions de projection, à savoir le Cold Spray Haute Pression (HPCS, généralement entre 15 et 60 bars selon les équipements) et le Cold Spray Basse Pression (LPCS, 5-12 bars).

Ces travaux de thèse portent uniquement sur l'étude du procédé LPCS, moins étudié que le HPCS, et s'inscrivent dans le cadre du projet européen EMLACS [1]. Ce projet mêlant industriels (Dycomet, ILS, Edgewave) et laboratoires de recherche (ICB-LERMPS, Fraunhofer ILT, GeM) avait deux objectifs qui visaient à optimiser les propriétés de revêtements élaborés sur substrats métalliques et organiques et qui sont devenus les deux axes principaux de recherche de cette thèse :

- augmenter l'adhérence de dépôts de cuivre par texturation laser préalable de substrats en aluminium ;
- développer des dépôts de cuivre sur des composites à matrice organique.

L'adhérence des revêtements est un point crucial pour de telles applications. Dans le cas de revêtements élaborés par Cold Spray sur substrats métalliques, les mécanismes d'adhérence ont été étudiés de nombreuses fois et commencent aujourd'hui à être bien définis. À ce titre, il a été montré que la rugosité de surface du substrat semble un facteur pouvant fortement influencer l'adhérence du dépôt. C'est pourquoi, la plupart des applications industrielles actuellement en phase de production se basent sur un sablage préalable des substrats. Cette préparation de surface est relativement aisée à mettre en œuvre mais présente néanmoins plusieurs inconvénients, l'impact des grains de céramique pouvant fragiliser la surface du substrat en provoquant l'apparition de microfissures et pouvant contaminer le substrat par incrustation de grains. De plus, le sablage est de plus souvent couplé à une opération de dégraissage, nécessitant l'emploi de produits chimiques néfastes pour l'environnement. L'arrivée sur le marché ces dernières années de sources laser moins onéreuses avec

le développement de nouvelles applications telles que la texturation laser en font désormais un candidat prometteur au remplacement du sablage. En effet la texturation laser permet d'obtenir une surface développée plus importante et maîtrisée, reproductible, sans risque d'inclusion de contaminants à la surface et ne nécessite la mise en œuvre d'aucun produit chimique. C'est précisément l'objectif original de ces travaux de thèse qui consistent à étudier la combinaison du LPCS avec la texturation laser, les quelques études portant sur l'association de la texturation laser avec le Cold Spray ayant été conduites à haute pression.

Parallèlement à ces propriétés d'adhérence des revêtements, de nouvelles fonctionnalités de surface sont en permanence recherchées dès lors que de nouveaux matériaux particulièrement sensibles aux flux thermiques peuvent être traités par cold-spray. Dans ce domaine, l'ajout d'une couche de cuivre sur des composites à matrice organique est par exemple un grand sujet de développement industriel, notamment dans le secteur aéronautique. Néanmoins, les difficultés inhérentes à ces substrats, à savoir entre autres leur érodabilité et leur faible résistance aux températures dépassant les quelques centaines de degrés, rendent ces études particulièrement actives. Les technologies à basse pression permettent à ce titre de nombreuses avancées, comme cela a pu être démontré dans le cadre de ce travail, pour des composites à base de PEEK renforcés par des fibres de carbone spécialement modifiés et ouvrant la voie à de nouveaux développements industriels.

L'ensemble des résultats concernant ces deux axes sont présentés dans ce manuscrit structuré en cinq chapitres :

Un premier chapitre fait un état de l'art concernant la texturation laser et la projection dynamique par gaz froid (Cold Spray).

Le deuxième chapitre présente les matériaux utilisés pour cette étude, à savoir les différentes poudres de cuivre projetées, les substrats en aluminium AW 5083 ainsi que les matériaux composites PEEK/Fibres de carbone. Les conditions expérimentales de réalisation des échantillons ainsi que l'ensemble des techniques de caractérisation mises en œuvre sont également décrites.

Le troisième chapitre introduit alors le modèle numérique réalisé sur ABAQUS/Explicit permettant de simuler l'impact d'une ou plusieurs particules sur divers substrats (Aluminium et PEEK/Composite). Ce modèle a été développé en 3D et met en œuvre un nouveau type d'éléments, les éléments infinis, dont les bénéfices seront mis en évidence. Il servira ensuite d'outil afin d'étudier l'influence de plusieurs paramètres (diamètre et vitesse de la particule, températures initiales du substrat et de la particule,...) sur les évolutions des morphologies, des contraintes et de la température, à la fois de la particule et du substrat. Ces résultats seront corrélés avec d'autres études trouvées dans la littérature et permettront une meilleure compréhension des résultats observés expérimentalement.

Le quatrième chapitre est alors dédié à l'étude des dépôts de cuivre obtenus sur substrats en aluminium AW 5083 texturés par laser. Une attention particulière est portée dans toute cette partie sur les mesures d'adhérence des revêtements et de rendements de projection. Pour ce faire, un modèle analytique mis au point pendant la thèse est d'ailleurs présenté, permettant de caractériser la surface développée du substrat par texturation laser autrement que par les techniques usuelles (analyse d'image, rugosimétrie) et de faire le lien avec les propriétés interfaciales. De plus, une méthode permettant de caractériser les contraintes résiduelles par DRX à travers l'épaisseur des dépôts et des substrats a été employée afin de poursuivre l'analyse des matériaux alors traités.

Enfin, le cinquième chapitre porte sur le développement de dépôts de cuivre sur les matériaux composites PEEK/Fibres de carbone. En premier lieu les problématiques liées à ces matériaux sont mises en évidence et une solution est alors proposée pour les rendre compatibles avec le procédé LPCS. La stratégie de projection est ensuite détaillée avec une attention particulière portée sur la granulométrie des poudres projetées. Des mesures de rendements de projection, de taux de porosité et de résistivité électrique des dépôts alors réalisés sont présentées tout au long du chapitre. Une étude de la réponse des substrats lors de tests d'impacts dynamiques a d'ailleurs été menée afin de faciliter la compréhension des mécanismes de construction des revêtements par impacts successifs des particules. Couplée à des résultats numériques celle-ci permet de mieux comprendre l'effet de la modification du composite.

Enfin, une discussion conclue ces travaux. Après un résumé des principaux résultats présentés tout au long du manuscrit, des perspectives scientifiques et industrielles sont proposées.

[1] Projet EMLACS « Development of an Efficient Manufacturing of Laser Assisted Cold-Sprayed components for the Automotive Industry », financement Européen à travers le programme FP7-SME, n°606567





---

## CHAPITRE 1 : ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES

---



<b>CHAPITRE 1 : ÉLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES</b>	<b>17</b>
INTRODUCTION	19
1. LA PROJECTION THERMIQUE ET LE PROCÉDÉ COLD SPRAY	19
1.1. Définition et place de la projection thermique dans l'ingénierie des surfaces	19
1.2. Le procédé de projection à froid (Cold Spray)	22
1.2.1. Généralités et historique du développement du Cold Spray	22
1.2.2. La notion de vitesse critique	23
1.2.3. Profils de vitesse et de température du gaz et des particules	28
1.2.4. Mécanismes d'accroche des particules	30
1.2.5. Contraintes résiduelles et contraintes de déposition	33
1.3. Les applications industrielles du Cold Spray	36
1.3.1. Rechargement et réparation	37
1.3.2. Protection contre la corrosion	38
1.3.3. Dépôts conducteurs	38
2. LA TEXTURATION LASER	39
2.1. Définition de la texturation	39
2.2. Principe de la texturation laser	41
2.3. Applications de la texturation laser	43
2.3.1. Les panneaux photovoltaïques, texturation de cristaux de silicium	43
2.3.2. Propriétés hydrophobes et super-hydrophobes	44
2.3.3. La texturation laser dans les moteurs thermiques	46
2.3.4. La jonction polymère-métal et composite-métal	47
2.3.5. La texturation laser combinée aux procédés de projection thermique	48
CONCLUSION	49
RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 1	50

## INTRODUCTION

Ce travail concerne la réalisation de revêtements de cuivre élaborés par projection dynamique à froid « Cold Spray » basse pression sur des substrats en aluminium texturés par laser et sur matériaux composites PEEK/Fibres de carbone. L'objectif de ce chapitre est de présenter les éléments bibliographiques concernant ces deux procédés.

La première partie porte sur le procédé Cold Spray et commence par une présentation générale et un bref aperçu de l'historique du procédé. Les mécanismes d'accélération et d'accroche des particules sont ensuite passés en revue, avant de s'intéresser à la formation des dépôts et aux contraintes résiduelles de déposition. Un aperçu des applications industrielles des dépôts Cold Spray est présenté.

La seconde partie traite de la texturation laser. Ses principales caractéristiques sont exposées et sont comparées à d'autres procédés de modification morphologique de surfaces tels que le sablage. Là encore certaines applications industrielles de la texturation laser sont présentées.

## 1. LA PROJECTION THERMIQUE ET LE PROCÉDÉ COLD SPRAY

### 1.1. Définition et place de la projection thermique dans l'ingénierie des surfaces

L'ingénierie de surface englobe de nombreux procédés permettant de modifier ou de fonctionnaliser la surface de matériaux. Parmi les procédés les plus connus et utilisés industriellement, on peut notamment citer les procédés se basant sur la diffusion thermo-chimique tels que la carburation et la nitruration, la PVD (Physical Vapour Deposition), la CVD (Chemical Vapour Deposition), les techniques électrolytiques ainsi que tous les procédés de projection thermique. Ces différentes familles de procédés peuvent être classées selon l'épaisseur affectée par la modification/le dépôt et selon la température du substrat (Figure 1.1).

La projection thermique est un terme générique regroupant divers procédés permettant de créer des dépôts métalliques et non-métalliques sur divers matériaux en projetant des particules à des vitesses et des températures plus ou moins importantes [1], [2]. Ces particules, qui peuvent être à l'état solide, partiellement ou complètement fondues selon le procédé retenu, viennent alors impacter la surface par déformation plastique ou simple écoulement, pour ensuite s'accumuler jusqu'à former un revêtement. Celui-ci présente généralement une structure plus ou moins régulière pouvant parfois contenir des oxydes, des porosités et des fissures (Figure 1.2).

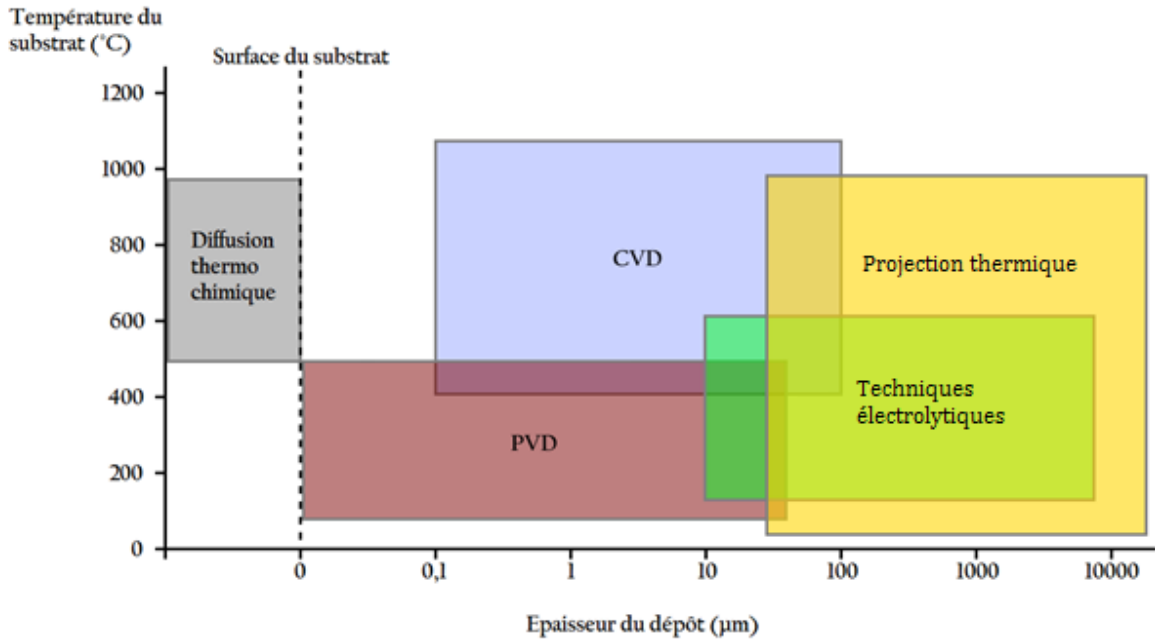


Figure 1.1 : Comparaison de plusieurs grandes familles de techniques d'ingénierie de surfaces en fonction de la température du substrat et de l'épaisseur du dépôt [3]

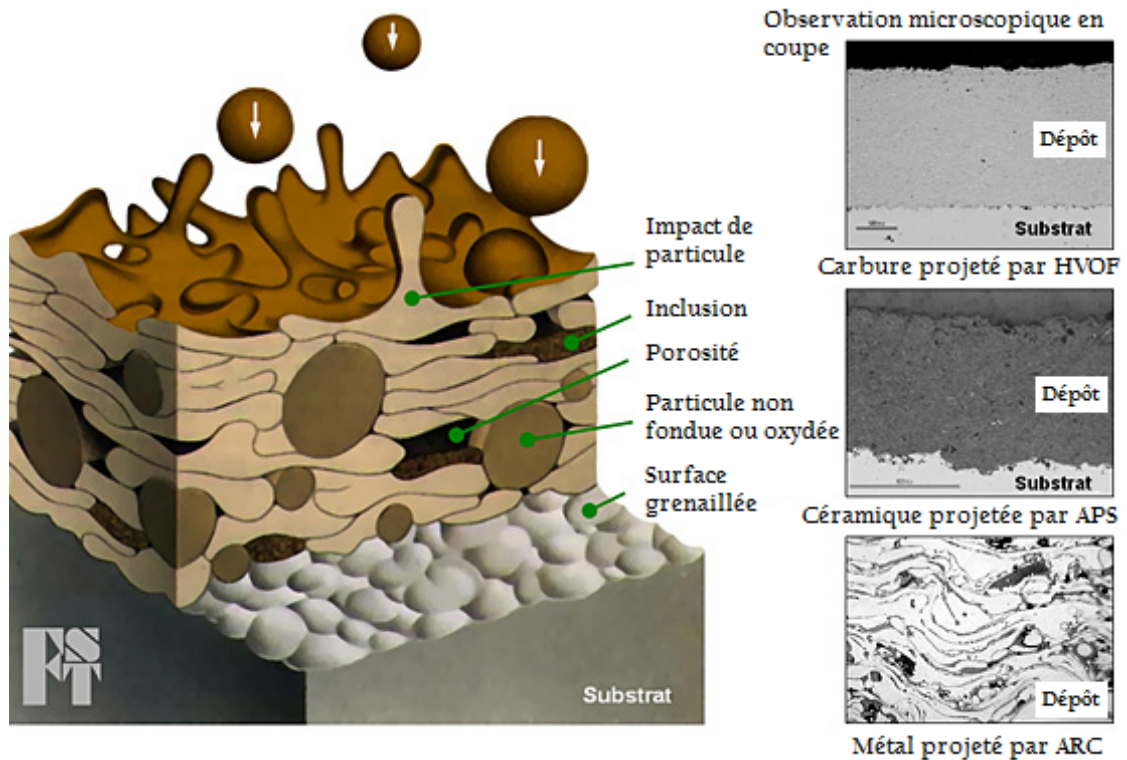


Figure 1.2 : Schéma en coupe d'un dépôt typique de projection thermique et exemples d'observations microscopiques en coupe de dépôts obtenus par trois procédés différents [4]

Les procédés de projection thermique sont nombreux et se basent sur des approches différentes, certains utilisant principalement l'énergie thermique, d'autres plutôt l'énergie cinétique, ou une combinaison de ces deux énergies [5]. Une classification des procédés de projection thermique est alors possible selon la méthode utilisée pour apporter l'énergie aux particules via le flux de gaz propulseur. Trois grandes familles peuvent alors être distinguées (Figure 1.3) : les procédés avec apport d'énergie par combustion (Flamme, D-Gun, HVOF), ceux avec apport d'énergie par décharge électrique (Plasma, Arc Fil) et ceux avec apport d'énergie cinétique par compression/décompression du gaz (Cold Spray) [2]. Une comparaison de ces procédés organisés selon la vitesse des particules et la température du gaz propulseur est présentée Figure 1.4.

Une présentation générale des principaux procédés de projection autres que le Cold Spray est à retrouver en annexe de ce manuscrit (Annexe A).

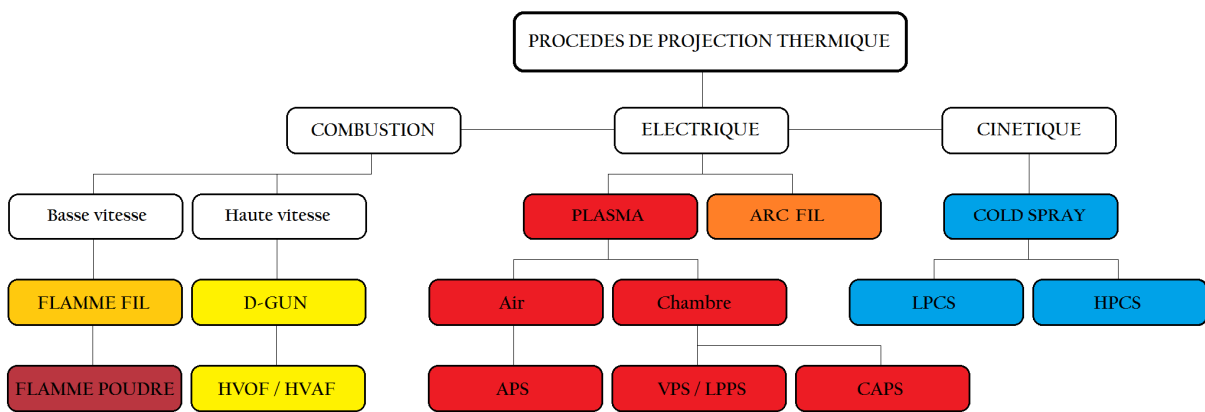


Figure 1.3 : Classification des différents procédés de projection thermique par grandes familles [6]

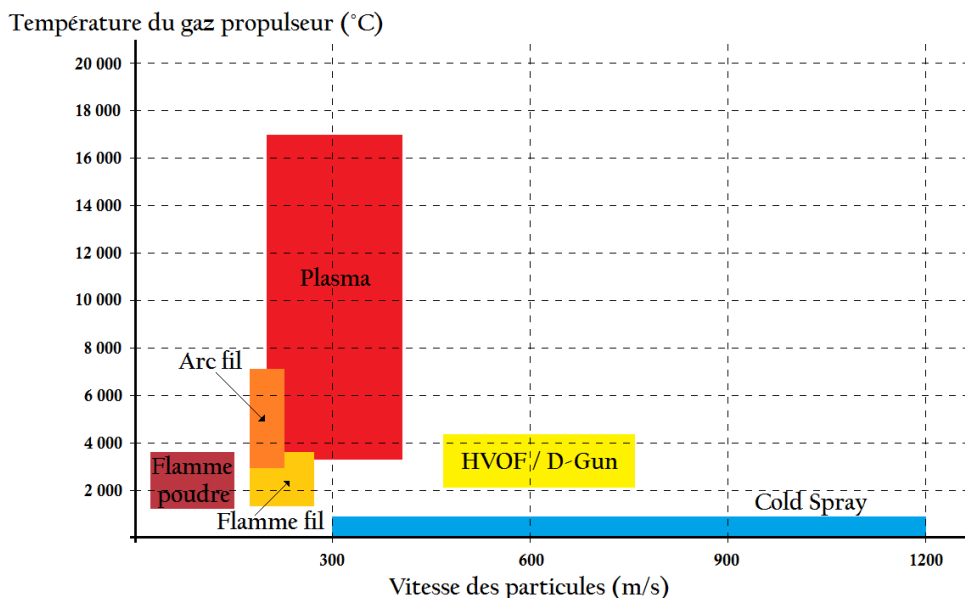


Figure 1.4 : Comparaison des grandes familles de projection thermique en fonction de la vitesse des particules projetées et de la température du gaz propulseur à l'intérieur de la buse [7]

## 1.2. Le procédé de projection à froid (Cold Spray)

### 1.2.1. Généralités et historique du développement du Cold Spray

Le procédé Cold Spray est un des procédés les plus récents dans le domaine de la projection thermique. Même si les bases de ce procédé ont été décrites dès la fin des années 1950 indépendamment par Smith et coll. [8] et par Rocheville [9], c'est en Russie à la fin des années 1980 que l'équipe de Alkhimov et coll. développa le procédé. Dans le cadre de leurs travaux, ils furent amenés à travailler dans la soufflerie de l'Institut Mécanique Théorique et Appliquée de la Branche Sibérienne de l'Académie Russe des Sciences (Institute of Theoretical and Applied Mechanics of the Russian Academy of Sciences) de Novosibirsk. Ils effectuaient alors des tests d'écoulement supersonique diphasique dans le but de tester la résistance au frottement à haute vitesse de véhicules spatiaux lors de leur rentrée dans l'atmosphère. Ils utilisèrent alors des traceurs sous forme de particules métalliques pour visualiser les flux d'air et éroder la surface, mais ils observèrent rapidement que sous certaines conditions l'érosion n'avait pas lieu et qu'à l'inverse un dépôt métallique se formait à la surface de leurs échantillons [10]. Alkhimov, Papyrin et leurs associés s'attelèrent alors à mieux comprendre ce phénomène et développèrent rapidement les premières machines de Cold Spray dès 1990 [11]. Le brevet du Cold Spray fut finalement déposé en 1994 aux États-Unis [12], puis en 1995 en Europe [13].

Deux procédés différents de Cold Spray peuvent être distingués : le procédé haute pression (HPCS) et le procédé basse pression (LPCS) [14]. La principale différence entre les deux procédés est évidemment la pression du gaz propulseur, ce qui va influencer sur la vitesse des particules projetées (300 à 700 m/s pour le LPCS et 600 à 1200 m/s pour le HPCS). Le gaz propulseur peut être préchauffé ou non avant d'être injecté dans la buse convergente/divergente (Figure 1.5) qui va permettre de l'accélérer [1].

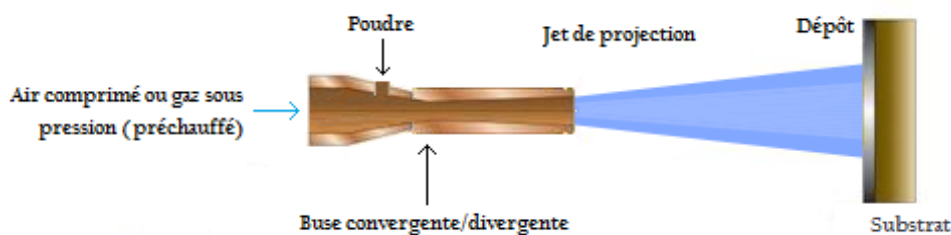


Figure 1.5 : Schéma du principe de la projection Cold Spray [15]

Les particules projetées (généralement d'un diamètre compris entre 1 et 50  $\mu\text{m}$ ) sont relativement peu chauffées, entre 0 °C et 1000 °C selon les paramètres utilisés. Les particules sont donc projetées à une température inférieure au point de fusion du matériau (justifiant l'appellation « Cold Spray ») et viennent impacter le substrat dans un état solide ou semi-solide (malléable) [16].

Cette faible température permet de réduire ou d'éliminer un grand nombre d'inconvénients de la projection thermique, et d'apporter de nombreux avantages [17] :

- Minimisation de l'oxydation due à la température, même en projetant avec de l'air comme gaz propulseur ;
- Le dépôt conserve les propriétés du matériau initial composant les particules, notamment en évitant les transformations de phases pouvant être induites thermiquement par d'autres procédés de projection. Cette caractéristique permet par ailleurs dans certains cas la collecte et le recyclage des particules non déposées ;
- Contraintes résiduelles faibles ;
- Bonne conduction thermique et électrique du dépôt (compte tenu du faible taux d'oxydation) ;
- Dépôt de haute densité, dureté élevée, microstructure écrouie à froid ;
- Possibilité de projeter des matériaux sensibles à la chaleur, et sur des substrats eux-mêmes sensibles (peu d'échauffement) ;
- Possibilité de projeter des particules très fines (diamètre < 5-10  $\mu\text{m}$ ) ;
- Grande variété de matériaux projetables, avec un rendement de projection correct (jusqu'à 99% en HPCS) ;
- Pour beaucoup d'applications, il n'est pas nécessaire de préparer la surface du substrat pour obtenir des résultats acceptables ;
- Système « simple » à mettre en place, nécessitant peu de matériel et peu de sécurité (pas de haute température, pas de rayonnement et pas de gaz explosif).

Le procédé Cold Spray possède néanmoins des désavantages, les trois principaux étant :

- L'impossibilité de projeter des matériaux durs et/ou fragiles (incapables de se déformer plastiquement sans fusion, comme les céramiques). De nouvelles techniques développées dans l'ingénierie des poudres rendent néanmoins ces projections possibles pour certains cas en utilisant des poudres composites enrobant ces matériaux dans une matrice ductile ;
- La consommation en gaz est élevée. Ceci peut être problématique pour certains revêtements où l'utilisation d'hélium est nécessaire afin de garantir la qualité du dépôt, ce gaz induisant un coût élevé ;
- Certains substrats fragiles à l'impact peuvent ne pas supporter la projection et être détériorés par le procédé, soit par l'érosion soit par l'apport de chaleur.

### 1.2.2. La notion de vitesse critique

La découverte accidentelle du procédé Cold Spray souleva de nombreuses questions dans la communauté scientifique. En effet, jusqu'à cette découverte il était communément admis par les chercheurs qu'il était impossible d'obtenir un dépôt en projetant des particules à l'état solide [18], et qu'il fallait donc que les particules soient portées à haute température pour dépasser le point de fusion du matériau afin d'être déposées sous forme de gouttelettes liquides.

Peu après la découverte du Cold Spray, il fut rapidement démontré que la vitesse des particules est le facteur le plus déterminant pour le procédé, permettant de passer d'un mécanisme de rebond de particules (Figure 1.6a) et d'érosion du substrat à une accroche des particules projetées (Figure 1.6c).

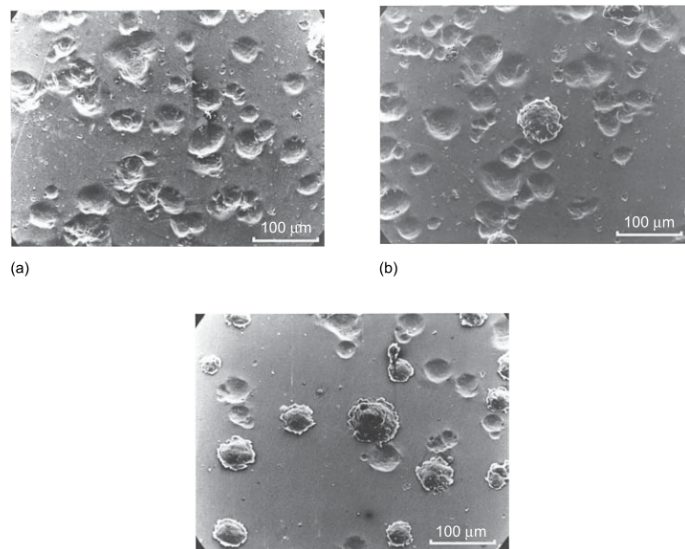


Figure 1.6 : Observations microscopiques d'un substrat de cuivre poli sur lequel ont été projetées des particules d'aluminium de diamètre moyen  $d = 30,2 \mu\text{m}$  à différentes vitesses. (a)  $v = 730 \text{ m/s}$  ; (b)  $v = 780 \text{ m/s}$  ; (c)  $v = 850 \text{ m/s}$  [17]

Les particules déposées sur le substrat subissent une importante déformation plastique. Elles doivent pour cela atteindre et dépasser une vitesse critique ( $V_{\text{crit}}$ ) pour se déformer plastiquement à l'impact et commencer la formation d'un dépôt (Figure 1.7), au lieu de rebondir et/ou d'éroder le substrat. Cette vitesse critique dépend de la poudre utilisée pour la projection (nature du matériau, granulométrie, forme des particules), de la nature du substrat ainsi que de la température des particules [19] et du substrat. La vitesse critique de différents matériaux a été de nombreuses fois estimée ou mesurée. De nombreuses valeurs peuvent être trouvées dans la littérature, par exemple les valeurs pour des métaux comme Cu, Fe, Ni et Al qui sont respectivement aux alentours de 560-580, 620-640, 620-640 et 680-700 m/s [14], avec des variations selon la granulométrie des poudres.

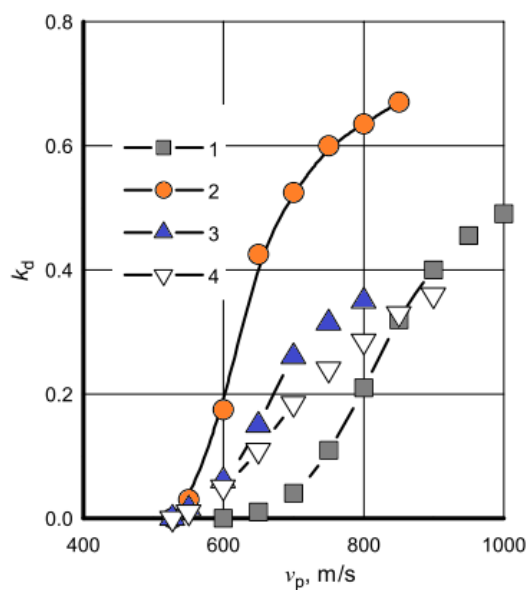


Figure 1.7 : Efficacité de déposition en fonction de la vitesse des particules projetées par Cold Spray avec un mélange air-hélium à température ambiante. 1 – Aluminium ; 2 – Cuivre ; 3 – Nickel ; 4 – Zinc [17]

La température à l'impact et la taille des particules jouent aussi un rôle, la vitesse critique ayant tendance à diminuer pour un diamètre donné si les particules sont plus chaudes (Figure 1.8) [20]. Sur ce diagramme, plusieurs zones peuvent être repérées. Une bande de conditions favorables à la création du revêtement est entourée de deux zones d'érosion plus ou moins importante. Une fenêtre de conditions optimales peut donc être déterminée.

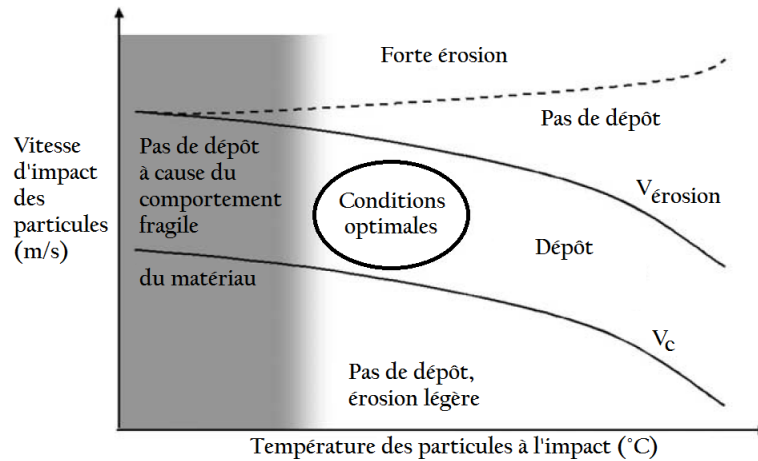


Figure 1.8 : Schéma montrant l'influence de la température des particules à l'impact sur la vitesse critique [20]

La vitesse et la température de la particule semblent donc bien être les facteurs les plus importants pour pouvoir prédire la formation ou non d'un dépôt en fonction des paramètres utilisés. Afin de faciliter la caractérisation de ce facteur, il est possible d'introduire le nombre adimensionnel  $\eta$  [19] :

$$\eta = \frac{V_p}{V_{crit}(T_p)} \quad \text{Équation 1.1}$$

$V_p$  et  $T_p$  étant respectivement la vitesse et la température de la particule et  $V_{crit}$  la vitesse critique. Pour  $\eta < 1$ , on observe un rebond des particules sur le substrat, parfois sans endommagement si le substrat est suffisamment résistant, parfois entraînant une érosion plus ou moins marquée. Pour  $\eta > 1$ , la formation d'un dépôt Cold Spray est alors théoriquement possible.

Néanmoins la valeur de  $\eta$  ne doit pas être trop élevée, sous peine de voir les particules projetées impacter trop durement le substrat et créer un phénomène d'érosion. Il est généralement admis que la formation d'un revêtement Cold Spray est possible si  $\eta$  est compris dans une fenêtre de déposition caractérisée par la relation suivante :

$$1 < \eta < 1,5 \quad \text{Équation 1.2}$$

Une première formule semi-empirique permettant d'obtenir une approximation de la vitesse critique du matériau projeté a été proposée par Assadi et coll. [21], suite à des travaux sur une poudre de cuivre :

$$V_{crit} = 667 - 14\rho + 0,08 T_m + 0,1 \sigma_u - 0,4 T_i \quad \text{Équation 1.3}$$



$\rho$  étant la masse volumique du matériau ( $\text{g/cm}^3$ ),  $T_m$  sa température de fusion ( $^\circ\text{C}$ ),  $\sigma_u$  sa résistance à la rupture (MPa) et  $T_i$  la température à l'impact des particules ( $^\circ\text{C}$ )

Cette formule possède l'avantage d'être extrêmement simple à utiliser, néanmoins elle ne prend en compte que la densité et la température de fusion du matériau et néglige des paramètres importants comme la taille des particules, pouvant parfois mener à des erreurs grossières comme pour le cas de l'étain (Figure 1.9).

Schmidt et coll. développèrent alors une nouvelle formule qui donne des résultats satisfaisants en se basant sur ces précédents travaux. Elle possède en plus l'avantage de pouvoir s'appliquer à la fois aux tests de projection Cold Spray et aux tests d'impacts balistiques (Figure 1.9).

$$V_{\text{crit}} = \sqrt{\frac{4F_1\sigma_{TS} \left(1 - \frac{T_i - T_R}{T_m - T_R}\right)}{\rho} + F_2C_p(T_m - T_i)} \quad \text{Équation 1.4}$$

avec  $\sigma_{TS}$  la limite élastique en traction,  $F_1$  et  $F_2$  étant respectivement des coefficients de calibration mécanique et thermique.  $C_p$  est la capacité calorifique du matériau considéré et  $T_R$  est sa température de référence dans le modèle de Johnson-Cook. Il est important de préciser que cette formule ne fonctionne que lorsque le matériau de la poudre projetée et le matériau du substrat sont identiques.

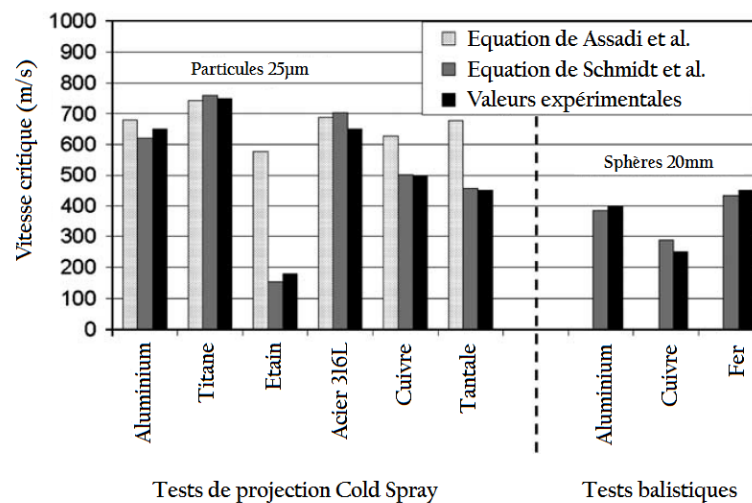


Figure 1.9 : Comparaison des valeurs de vitesses critiques calculées par rapport aux valeurs expérimentales, pour la projection Cold Spray et pour les tests balistiques à température ambiante ( $20^\circ\text{C}$ ) [20]

Ces valeurs de vitesses critiques restent néanmoins purement informatives, car beaucoup de paramètres ne sont pas pris en compte dans cette équation. La nature du substrat et surtout l'oxydation de la poudre ont une influence considérable sur la vitesse critique pouvant être mesurée expérimentalement (Tableau 1.1). Par exemple pour une poudre avec un diamètre moyen  $d_{50}$  de  $56\ \mu\text{m}$ , les valeurs mesurées sont comprises entre 298 et 610 m/s selon la proportion massique d'oxygène dans la poudre.

Tableau 1.1 : Mesures expérimentales de la vitesse critique de poudres de cuivre

Vitesse critique (m/s)	Granulo. ( $\mu\text{m}$ )	Température des particules	Substrat	Cold Spray	Autres	Réf.
570	5-22	Ambiante	Cuivre	Azote	99,8% pureté	[21]
500	17	/	Aluminium 6061	19-26 bars, Azote 350-450 °C	99,85% pureté	[22]
571	5-25	Ambiante	Cuivre	30 bars	/	[23]
507	5-25	Ambiante	Aluminium	30 bars	/	[23]
571	5-25	Ambiante	Nickel	30 bars	/	[23]
574	5-25	Ambiante	Acier 316L	20 bars, Azote, 265 °C	/	[23]
514	5-25	Ambiante	Titane	20 bars, Azote, 265 °C	/	[23]
610	56	/	Cuivre	20 bars, Azote, 265 °C	0,38 wt.% oxygène	[24]
550	56	/	Cuivre	20 bars, Azote, 265 °C	0,14 wt.% oxygène	[24]
310	56	/	Cuivre	20 bars, Azote, 265 °C	0,02 wt.% oxygène	[24]
356	56	-80 °C	Cuivre	20 bars, Azote, 165 °C	0,01 wt.% oxygène	[25]
327	56	41 °C	Cuivre	20 bars, Azote, 265 °C	0,01 wt.% oxygène	[25]
318	56	82 °C	Cuivre	20 bars, Azote, 400 °C	0,01 wt.% oxygène	[25]
298	56	122 °C	Cuivre	20 bars, Azote, 540 °C	0,01 wt.% oxygène	[25]

1.2.3. Profils de vitesse et de température du gaz et des particules

Il est possible de calculer la vitesse  $V_g$  du gaz propulseur en fonction des dimensions de la buse. Pour cela des hypothèses de base peuvent être posées pour simplifier : le flux de gaz est considéré comme idéal, isentropique unidimensionnel, la chaleur et les forces de friction sont négligées.

Il est alors possible de définir le nombre de Mach local [26] :

$$\text{Ma} = \frac{V_g}{\sqrt{\kappa RT}} \quad \text{Équation 1.5}$$

$\kappa$  étant le coefficient isentropique du gaz (1,67 pour un gaz monoatomique comme l'hélium et 1,4 pour les gaz diatomiques comme l'azote),  $R$  la constante des gaz parfaits et  $T$  la température du gaz.

Ce nombre de Mach local est en relation directe avec les caractéristiques géométriques de la buse [19], [26] :

$$\frac{A}{A^*} = \text{Ma} \left[ \frac{2}{\kappa + 1} + \frac{\kappa - 1}{\kappa + 1} \text{Ma}^2 \right]^{\frac{\kappa + 1}{2(\kappa - 1)}} \quad \text{Équation 1.6}$$

$A$  étant la section de la buse à l'endroit étudié et  $A^*$  la section de la buse au niveau du col. Il est alors possible de calculer la vitesse et la température du gaz pour chaque point de l'axe de la buse, et donc de remonter à l'accélération/décélération des particules en chaque point en considérant que ce mécanisme est régi uniquement par le coefficient de traînée des particules. La gravité est négligée, car les particules restent très peu de temps dans la buse. De plus, la concentration de particules dans le flux de gaz est très faible (généralement moins de 3% massique), ce qui veut dire que l'on peut négliger les interactions particules/particules [19], [26] :

$$\rho_p \frac{\pi d_p^3}{6} \frac{d(V_p)}{dt} = \frac{1}{2} C_D \rho_g \frac{\pi d_p^2}{4} (V_g - V_p) |V_g - V_p| \quad \text{Équation 1.7}$$

avec  $\rho_g$  et  $\rho_p$  respectivement les masses volumiques du gaz et des particules,  $V_g$  et  $V_p$  respectivement les vitesses du gaz et des particules au point étudié,  $d_p$  le diamètre des particules et  $C_D$  leur coefficient de traînée.

La vitesse relative des particules par rapport au gaz propulseur peut être plus grande que la vitesse du son locale. Cette vitesse supersonique entraîne alors l'apparition d'ondes de choc au niveau des particules.

Le transfert de chaleur entre le gaz et les particules peut être quantifié en utilisant un nombre de Nusselt modifié pour prendre en compte ces vitesses supersoniques :

$$\text{Nu} = 2 + 0,44 \text{Re}_p^{0,5} \left( \frac{V_g}{\kappa} \right)^{0,333} e^{0,1 + 0,872 \text{Ma}_p} \quad \text{Équation 1.8}$$

avec  $v_g$  la viscosité cinématique du gaz, le nombre de Mach local des particules :

$$Ma_p = \frac{|V_g - V_p|}{\sqrt{\kappa R T_g}} \quad \text{Équation 1.9}$$

et le nombre de Reynolds associé aux particules :

$$Re_p = \frac{\rho_g |V_g - V_p| d_p}{\mu_g} \quad \text{Équation 1.10}$$

avec  $\mu_g$  la viscosité dynamique du gaz. L'Équation 1.9 est valable seulement pour  $Ma_p > 0,24$  et  $T_g > T_p$ . Pour tous les autres cas, il faut revenir à la définition générale du Nusselt :

$$Nu = 2 + 0,6 Re_p^{0,5} \left(\frac{v_g}{\kappa}\right)^{0,333} \quad \text{Équation 1.11}$$

De plus, il est possible de considérer que les particules ont une distribution uniforme de température si le nombre de Biot respecte :

$$Bi = \frac{h d_p}{k_p} < 0,1 \quad \text{Équation 1.12}$$

avec  $h$  le coefficient de transfert de chaleur du gaz et  $k_p$  la conductivité thermique du matériau projeté. En considérant tous ces paramètres, il est alors possible de tracer des profils de vitesse et de température en fonction du type de buse et du gaz par rapport au matériau projeté (Figure 1.10).

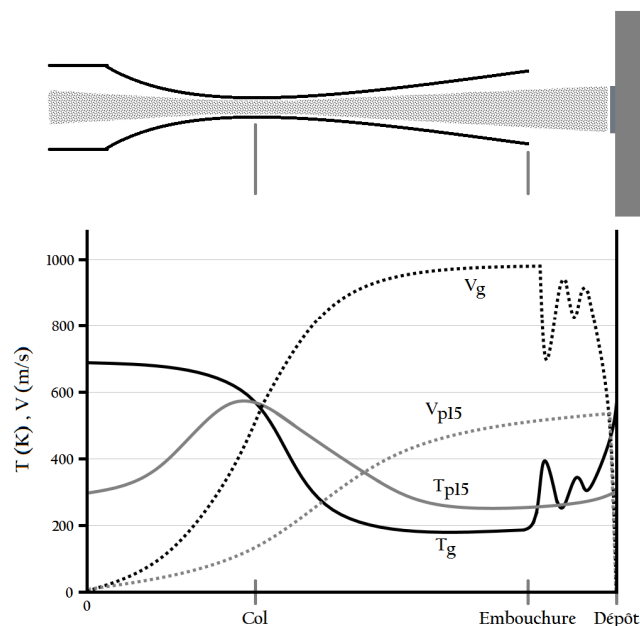


Figure 1.10 : Température et vitesse du gaz ( $T_g$  et  $V_g$ ) et de particules de Cu de 15 µm de diamètre ( $T_{p15}$  et  $V_{p15}$ ) selon l'axe de la buse (Azote,  $T_0 = 593$  K,  $P_0 = 25$  bars) [26]

1.2.4. Mécanismes d'accroche des particules

L'accroche des particules à la surface du substrat est rendue possible grâce à plusieurs phénomènes distincts. Le premier est un ancrage mécanique des particules à la surface. Lors de l'impact, la particule projetée va tout d'abord creuser un cratère dans le substrat. Si la vitesse critique est dépassée, la particule va alors se déformer plastiquement et rester ancrée dans le cratère (Figures 1.11 et 1.12).

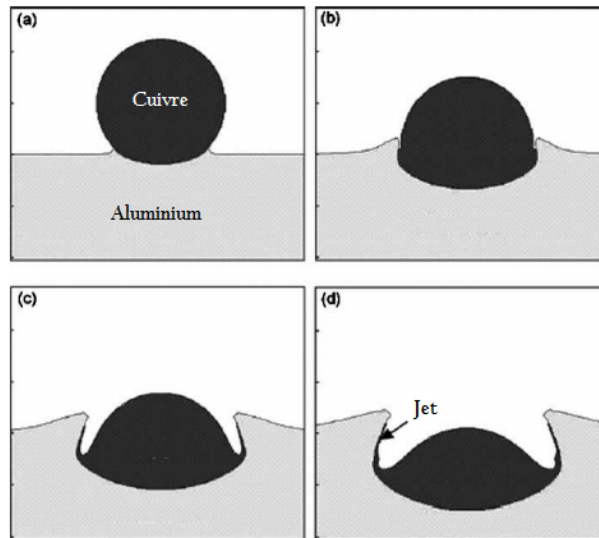


Figure 1.11 : Schéma de l'impact d'une particule de cuivre projetée par Cold Spray sur un substrat en aluminium (a) 5 ns après impact ; (b) 20 ns ; (c) 35 ns ; (d) 50 ns [22]

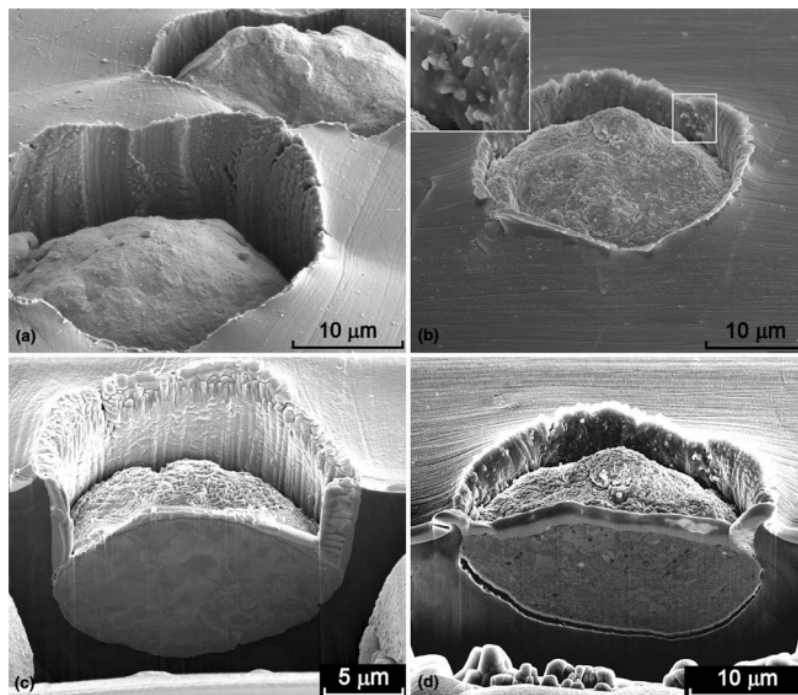


Figure 1.12 : Observation MEB (a, b) et FIB (c, d) de particules de cuivre projetées sur un Aluminium commercial (a, c) et sur Al 7050 (b, d) [27]

En parallèle, un deuxième phénomène a lieu à l'interface entre la particule projetée et le substrat. Grâce à l'énergie cinétique accumulée par les particules, des contraintes très localisées vont apparaître à l'interface particule/substrat lors de l'impact [20]. Une analogie est possible avec les tests d'impacts balistiques [28]. Ces contraintes entraînent une brutale montée en température à l'interface [29], la combinaison de ces deux paramètres pouvant provoquer une instabilité adiabatique de cisaillement [21] (Figure 1.13) qui va induire l'apparition d'un « jet » de matière partiellement ou totalement fondue à l'interface composé à la fois de matériaux provenant de la particule et du substrat. Ce jet étant fortement perturbé par la violence de l'impact, on observe la formation d'un mélange partiel des deux matériaux, généralement sous la forme de vortex ou d'enroulement de matière grâce au phénomène d'instabilité de Kelvin-Helmholtz [22], [23], [30] (Figure 1.14).

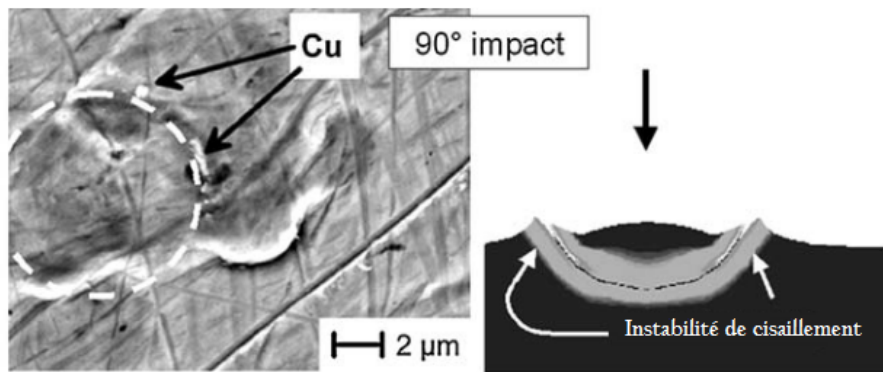


Figure 1.13 : Localisation de l'instabilité de cisaillement pour une particule de cuivre impactant à 90 ° sur un substrat en acier [31]

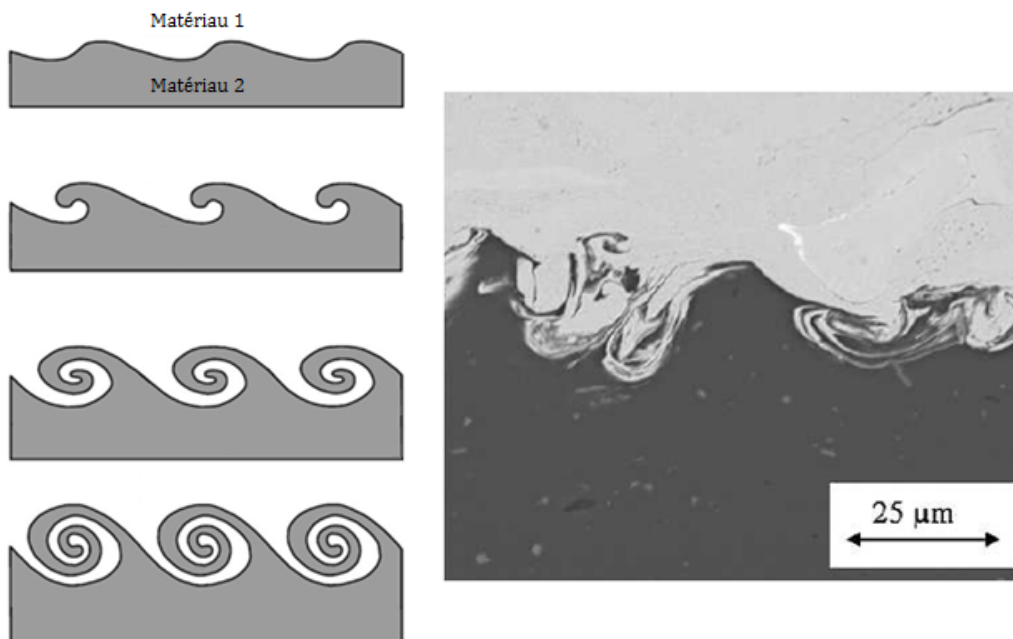


Figure 1.14 : Représentation schématique et observation EDS de l'interface entre un dépôt Cold Spray en cuivre et un substrat en aluminium montrant l'interpénétration des deux matériaux due à l'apparition du jet de matière fondue à l'interface [22], [30]

La modélisation numérique de l'impact de particules Cold Spray a été au centre de nombreuses recherches. En effet, l'étude expérimentale d'un impact d'une particule en temps réel est très difficile avec les techniques de caractérisation actuelles, notamment à cause de la petite taille des particules et de la rapidité de l'impact (quelques dizaines ou centaines de nanosecondes).

L'utilisation d'ABAQUS/Explicit est la solution retenue par la plupart des chercheurs, ce logiciel ayant déjà largement démontré ses capacités et sa fiabilité dans de nombreux cas. La plupart des études se basent sur le modèle de plasticité de Johnson-Cook, qui peut être écrit de la façon suivante :

$$\sigma = [A + B \varepsilon_p^n] \left[ 1 + C \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right] [1 - (T^*)^m] \quad \text{Équation 1.13}$$

où  $\sigma$  est la contrainte équivalente selon le critère de Von Mises,  $\varepsilon_p$  et  $\dot{\varepsilon}_p$  sont respectivement la déformation plastique équivalente et la vitesse de déformation plastique équivalente,  $\dot{\varepsilon}_0$  étant la vitesse de déformation normalisée de référence.  $A$ ,  $B$ ,  $C$ ,  $n$  et  $m$  sont des constantes liées au matériau :  $A$  correspond à la limite élastique du matériau lors d'un test de traction (ou compression) quasi statique,  $B$  et  $n$  qualifient l'écrouissage,  $C$  donne la sensibilité à la vitesse de déformation et  $m$  est un coefficient de sensibilité à la température.  $T^*$  est une température définie par :

$$T^* = \frac{T - T_0}{T_m - T_0} \quad \text{Équation 1.14}$$

où  $T$  est la température du matériau en Kelvins,  $T_m$  sa température de fusion et  $T_0$  une température de référence.

Assadi et coll. [21] ont étudié la déformation plastique des particules à l'impact. Leur simulation fut développée en considérant un problème axisymétrique. Un maillage adaptatif a été utilisé pour prendre en compte les fortes déformations au voisinage de l'interface. Les résultats sont plutôt probants dans l'ensemble, la simulation conduisant à des déformations de particules similaires à ce que l'on peut observer par observation microscopique en coupe (Figure 1.15). Les résultats numériques mettent aussi en évidence que pour des vitesses suffisamment importantes, la présence d'une instabilité de cisaillement adiabatique est confirmée (Figure 1.16) ainsi qu'un comportement visqueux à l'interface (Figure 1.17).

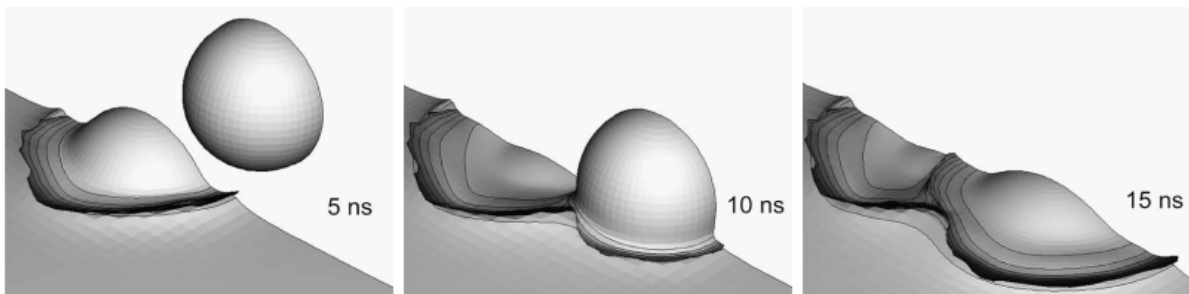


Figure 1.15 : Simulation en trois dimensions de l'impact de deux particules de  $5 \mu\text{m}$  de cuivre sur un substrat en cuivre avec une vitesse d'impact de  $600 \text{ m/s}$  à 5, 10 et 15 ns après le contact initial de la première particule avec le substrat [21]

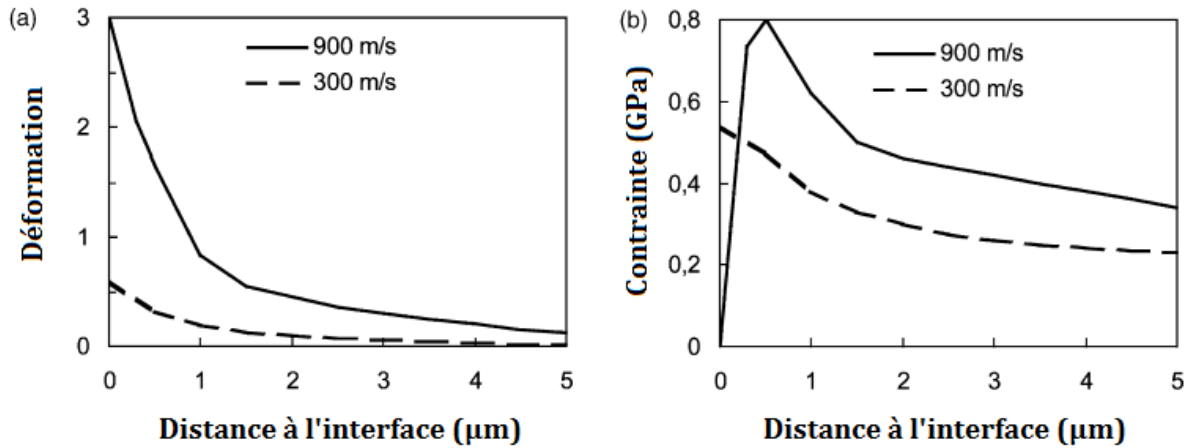


Figure 1.16 : Valeurs calculées de (a) la déformation plastique et (b) la contrainte équivalente en fonction de la distance à l'interface pour une particule projetée de cuivre de 10  $\mu\text{m}$ , 5 ns après le premier contact avec le substrat. La contrainte à 0 GPa pour les hautes vitesses montre bien la présence de l'instabilité adiabatique de cisaillement. [21]

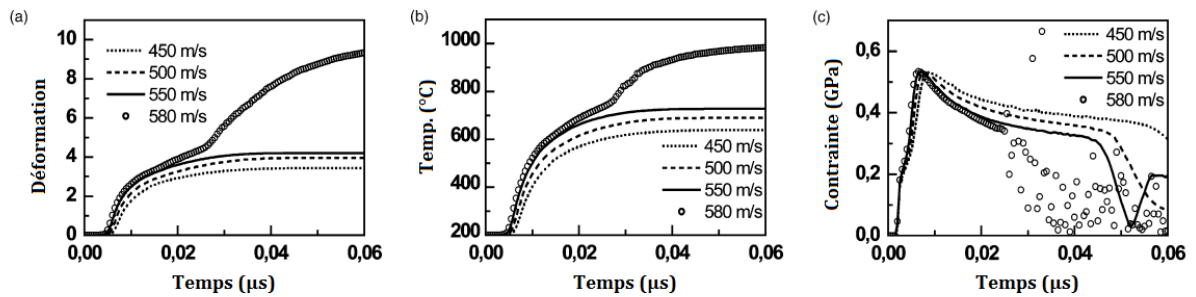


Figure 1.17 : Développement temporel calculé de (a) la déformation plastique, (b) la température et (c) la contrainte équivalente pour un nœud situé à l'interface de la particule de cuivre projetée pour différentes vitesses. La vitesse de 580 m/s montre bien l'apparition d'une phase visqueuse à partir de 0,03  $\mu\text{s}$  environ, avec une déformation accrue et une contrainte fluctuante [21]

### 1.2.5. Contraintes résiduelles et contraintes de déposition

L'étude des contraintes résiduelles dans un dépôt de projection est très intéressante pour déterminer sa qualité et sa résistance, notamment en fatigue. En effet, des contraintes résiduelles peuvent entraîner l'apparition de fissures, une décohésion dans un dépôt ou une déformation du système dépôt/substrat (généralement une courbure), et peuvent limiter l'épaisseur maximale de dépôt.

Pour les techniques classiques de projection thermique, comme la projection plasma par exemple, la plupart des contraintes résiduelles présentes dans un dépôt ont une origine thermique. Les particules projetées par ces procédés étant fondues à haute température, l'impact avec le substrat va induire un refroidissement de ces particules. La particule va alors se contracter sous l'effet du refroidissement en rencontrant une résistance par frottement du substrat, induisant des contraintes



de traction dans le substrat (aussi connues sous le nom de contraintes de refroidissement) [32], [33]. Ces procédés induisent peu de contraintes d'origine mécanique, qui sont généralement compressives. Les dépôts de projection thermique présentent donc pour une vaste majorité des contraintes résiduelles en traction (à l'exception de certaines applications extrêmes du procédé HVOF) [34].

Pour le procédé Cold Spray, les apports mécaniques et thermiques sont en concurrence, ce qui va engendrer selon les cas des contraintes résiduelles en traction ou en compression. Les dépôts produits par Cold Spray présentent dans la plupart des cas des contraintes résiduelles en compression [35], [36]. Il a aussi été montré que les contraintes résiduelles dans le cas du Cold Spray sont fortement dépendantes des matériaux choisis ainsi que de l'éventuel traitement de la surface du substrat avant projection (Figure 1.18).

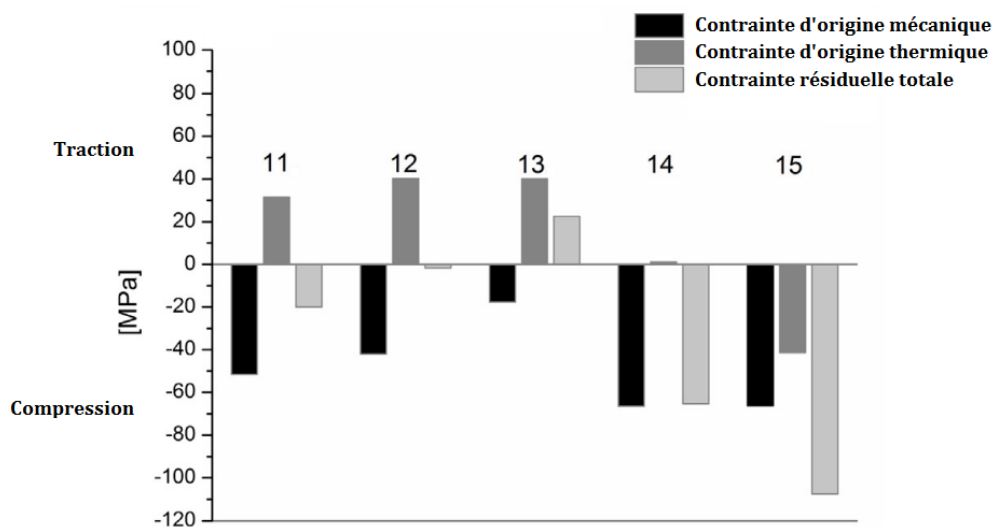


Figure 1.18 : Contraintes dans un dépôt de cuivre ; 11. Substrat en acier, sablé avec le système Cold Spray ; 12. Substrat en acier, gratté avec un disque SiC ; 13. Substrat en acier, sablé de manière classique ; 14. Substrat en acier inoxydable, sablé avec le système Cold Spray ; 15. Substrat en aluminium, sablé avec le système Cold Spray [35]. Contraintes mesurées par capteur ICP.

Les contraintes résiduelles dans un système substrat/dépôt peuvent être déterminées de plusieurs manières. L'évolution des contraintes peut être étudiée en temps réel lors de la projection en utilisant un capteur ICP (In-situ Coating Property) [37]. Ce capteur est constitué de 3 lasers placés derrière le substrat qui vont permettre de mesurer la courbure de l'échantillon au cours du temps et donc de remonter aux contraintes induites par la projection.

La contrainte évolutive peut alors être calculée par l'équation de Stoney [35], [38], [39] :

$$\sigma_{ev} = \frac{E'_s t_s^2}{6} \frac{d(\kappa)}{d(t_c)} \quad \text{Équation 1.15}$$

avec  $\sigma_{ev}$  la contrainte évolutive de la couche projetée d'épaisseur  $d(t_c)$  et  $d(\kappa)$  la courbure de l'échantillon.  $E'_s$  est le module élastique dans le plan du substrat et  $t_s$  son épaisseur.

Il est aussi possible d'isoler la contrainte d'origine mécanique (contrainte de déposition), qui peut être déterminée elle aussi à l'aide de la courbure du système substrat/dépôt par l'équation de Brenner et Senderoff [35], [40] :

$$\sigma_d = \frac{E'_s t_s [t_s + \beta^{\frac{5}{4}} d(t_c)]}{6 d(R) d(t_c)} ; \beta = \frac{E'_c}{E_s} \quad \text{Équation 1.16}$$

avec  $\sigma_d$  la contrainte de déposition,  $E'_c$  le module dans le plan du dépôt,  $d(R)$  la variation du rayon de courbure causé par la contrainte de déposition d'une couche d'épaisseur  $dt_c$ , le reste des autres paramètres sont les mêmes que pour l'Équation 1.15.

Enfin, la diffraction des rayons X a aussi été utilisée pour étudier les contraintes résiduelles de dépôts Cold Spray. Par exemple, Ghelichi et coll. [41] ont étudié les contraintes résiduelles dans des dépôts d'aluminium pur et d'Al7075 sur des substrats Al5052 en utilisant un diffractomètre à rayons X AST X-Stress 3000. Pour obtenir les contraintes sur toute l'épaisseur du dépôt et dans le substrat, un polissage électrolytique a été effectué entre chaque mesure (0,01/0,02 mm retiré à chaque polissage). Ils ont ainsi pu montrer que, pour ces couples de matériaux, les contraintes résiduelles sont en compression dans une gamme comprise entre 0 et -200 MPa, que ce soit dans l'épaisseur du dépôt ou dans le substrat (Figure 1.19).

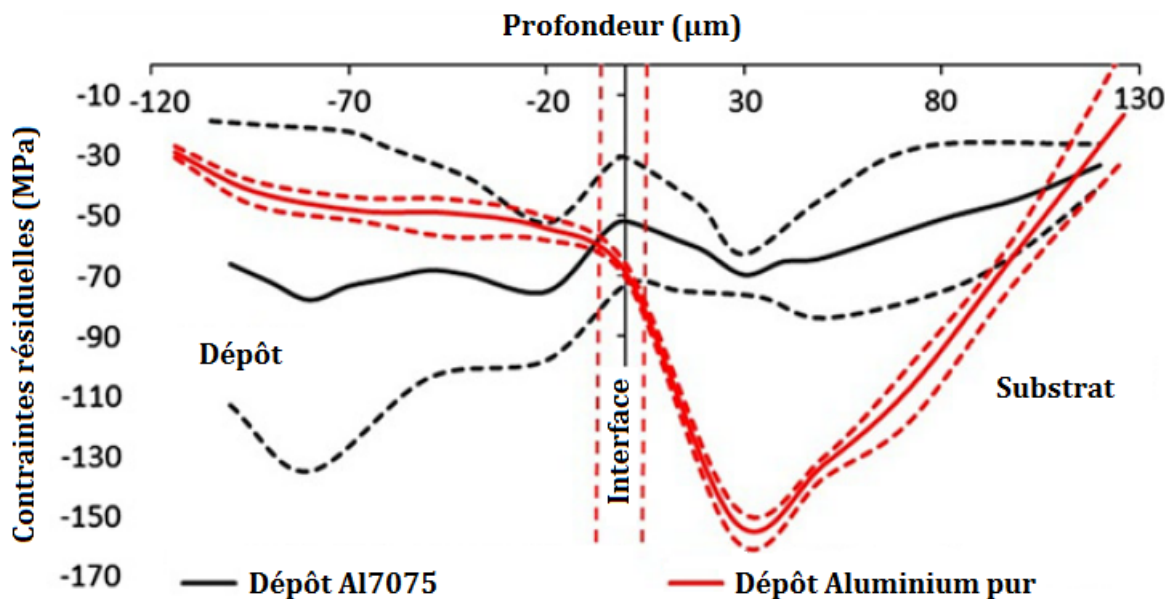


Figure 1.19 : Contraintes résiduelles en profondeur sur un substrat (surface non prétraitée) après avoir fait un dépôt d'aluminium pur et un autre avec un dépôt d'Al7075 [41]

Suite à ces considérations et pour finir ce tour d'horizon général du Cold Spray et de ses caractéristiques, quelques exemples d'applications industrielles sont présentés, avec une distinction effectuée entre les procédés Basse et Haute pression.

1.3. Les applications industrielles du Cold Spray

De nos jours, le Cold Spray commence à se développer de manière industrielle dans de nombreux domaines, même s’il reste encore largement minoritaire comparé aux procédés de projection thermique traditionnels (plasma et HVOF en tête). On retrouve néanmoins de nombreuses applications où les caractéristiques particulières des dépôts par Cold Spray se révèlent très intéressantes, voire indispensables (Tableau 1.2).

Tableau 1.2 : Récapitulatif des principales applications du Cold Spray [42]

Propriétés	Applications	Exemples pratiques	Technologie Cold Spray
<b>Propriétés mécaniques</b>	Rechargement, réparation de pièces, correction de dimensions	Blocs moteurs, moules, échangeurs thermiques, cibles	Principalement basse pression, appareil mobile pour la réparation
	Dépôts résistants à l’usure, réduction des frottements	Valves, pièces de piston	Haute pression (WC-Co, alliages NiCr)
	Dépôts rugueux	Rouleaux pour l’impression	Basse pression
	Propriétés anti-adhésion	Dépôts imprégnés de produits lubrifiants, PTFE, silicone	Basse pression
<b>Propriétés thermiques et électriques</b>	Barrières thermiques	Tête de piston aluminium, composants aéronautiques	Alliages Al-Ti, MCrAlY et composites, Basse et Haute pression
	Dissipation de chaleur	Dépôts de cuivre ou d’aluminium	Haute et Basse pression
	Brasage/soudure	Composants électroniques	Composites Ag et Sn, Haute et Basse pression
	Dépôts conducteurs	Dépôts de cuivre ou d’aluminium, électrodes de panneaux solaires	Haute et Basse pression
	Dépôts diélectriques	Aéronautique et automobile	Composite métal-céramique, Haute pression
<b>Propriétés anticorrosion et biocompatibilité</b>	Protection contre la corrosion	Dépôt protecteur de zinc ou d’aluminium sur des cordons de soudure	Principalement basse pression, appareil mobile
	Biomédical	Dépôts volontairement poreux pour les prothèses afin de favoriser la recolonisation cellulaire	Dépôts à base d’hydroxyapatite qui conserve sa structure originelle
<b>Autres propriétés</b>	Fabrication de pièces massives	Fabrication de pièces massives difficiles à usiner (titane)	Détournement du procédé originel
	Décoration, art	Métallisation	Basse pression, appareil mobile

1.3.1. Rechargement et réparation

La réparation de certaines pièces peut se révéler très problématique. On peut notamment citer les pièces en aluminium, largement répandues notamment dans l'aéronautique et l'automobile. La réparation de ces pièces est souvent très compliquée et donne des résultats médiocres, car elles nécessitent généralement des techniques de soudage. Ces techniques fonctionnent plutôt mal (voire pas du tout) sur les alliages d'aluminium, induisent généralement une forte oxydation des pièces dues à l'utilisation de hautes températures et provoquent souvent l'apparition de fissures dans la zone de soudage. Il est alors généralement préférable de changer la pièce plutôt que d'essayer de la réparer, mais ceci n'est pas sans impact économique et écologique, l'aluminium restant difficile à recycler.

Le Cold Spray présente l'avantage d'être une technique très versatile qui peut s'adapter à de nombreuses situations. Le matériau une fois projeté conservant les propriétés de la poudre, il est alors possible d'ajuster la poudre pour obtenir un matériau équivalent à la pièce originelle, qui va dans la plupart des cas aussi bien résister qu'une pièce massive (Figures 1.20 et 1.21).



*Figure 1.20 : Moule de fonderie en aluminium présentant des fissures (à gauche). La même pièce réparée par Cold Spray, réusinée pour éliminer l'excédent de poudre, puis retestée en conditions de moulage pour valider la résistance des réparations après 1000 cycles (à droite) [43]*



*Figure 1.21 : Réparation et rebouchage de trous d'usure sur un moule en fonte par l'utilisation du Cold Spray Basse Pression [42]*

### 1.3.2. Protection contre la corrosion

La lutte contre la corrosion a toujours été un des problèmes majeurs dans l'industrie, notamment sur les aciers. Diverses solutions ont ainsi été développées au fil des années (revêtements, peintures, galvanisation, aciers inoxydables...)

La galvanisation fait partie des processus les plus utilisés. Ce procédé consiste à recouvrir la pièce à protéger par une couche de zinc (ou un alliage de zinc) en la trempant dans un bain fondu. Cette technique est très efficace, mais reste néanmoins compliquée à mettre en place, notamment parce qu'elle nécessite de nombreuses étapes de préparation (dégraissage, décapage, fluxage...). Un autre inconvénient de la galvanisation est qu'elle ne permet pas toujours en fonction de la géométrie de cibler précisément une partie de la pièce à recouvrir. Le Cold Spray se pose alors en solution alternative en effectuant des dépôts localisés de zinc ou d'alliage de zinc à l'endroit que l'on souhaite protéger. Les équipements mobiles à Basse Pression sont ainsi désormais implantés par exemple sur des plateformes pétrolières pour recouvrir les cordons de soudure (Figure 1.22) ou pour recharger en zinc des pièces qui avaient déjà été traitées et qui se sont abîmées.



Figure 1.22 : Traitement anticorrosion par dépôt Cold Spray de zinc sur un cordon de soudure (à gauche). Exemple d'un équipement Basse Pression équipé d'une buse spéciale Dycomet optimisée pour le dépôt localisé d'un revêtement de zinc (à droite) [42], [45]

### 1.3.3. Dépôts conducteurs

Le Cold Spray fonctionne en général très bien pour projeter du cuivre. Le faible taux de porosités et une oxydation réduite au minimum permettent de créer, si les conditions sont réunies, des dépôts très fortement conducteurs électriquement et/ou thermiquement selon l'application voulue. Il est aussi possible en utilisant un équipement haute pression de réaliser des dépôts avec des alliages à base d'argent ou même d'argent pur pour obtenir des propriétés encore plus intéressantes, même si l'on se heurte alors bien évidemment au problème du coût du matériau. Des études ont aussi montré qu'un composite métallique (pseudo-alliage) Cu-Cr peut être projeté par Cold Spray et donne d'excellents résultats en termes de conductivité électrique [44].



L'une des applications les plus intéressantes dans ce domaine est la possibilité de projeter par Cold Spray du cuivre sur du verre (Figure 1.23), permettant de créer des électrodes pour diverses applications (verres intelligents, panneaux solaires [45]...)

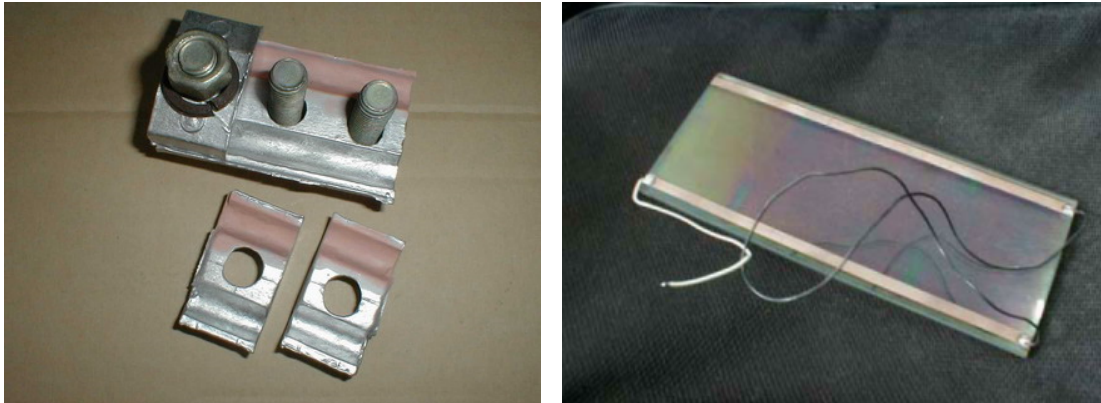


Figure 1.23 : Dépôts de cuivre conducteurs électriquement déposés par Cold Spray sur des pièces en aluminium (à gauche) et sur du verre (à droite) [42], [45]

De tels dépôts de cuivre peuvent être obtenus par HPCS et LPCS sur l'aluminium (Tableau 1.2). Néanmoins l'utilisation du procédé Haute Pression est compliquée sur des matériaux plus sensibles, comme le verre présenté ci-dessus ou les matériaux organiques de cette étude. En effet, ces matériaux sont sujets à une forte érosion lors de l'impact des particules, moins importante dans le cas du LPCS de par les vitesses de projection moins élevées. Le choix du procédé Basse Pression pour cette étude est donc pertinent pour la réalisation des revêtements de cuivre de cette étude.

Suite à cet état de l'art sur le procédé Cold Spray, de ses caractéristiques et ses applications, la texturation laser mise en œuvre pour ces travaux est à son tour présentée.

## 2. LA TEXTURATION LASER

### 2.1. Définition de la texturation

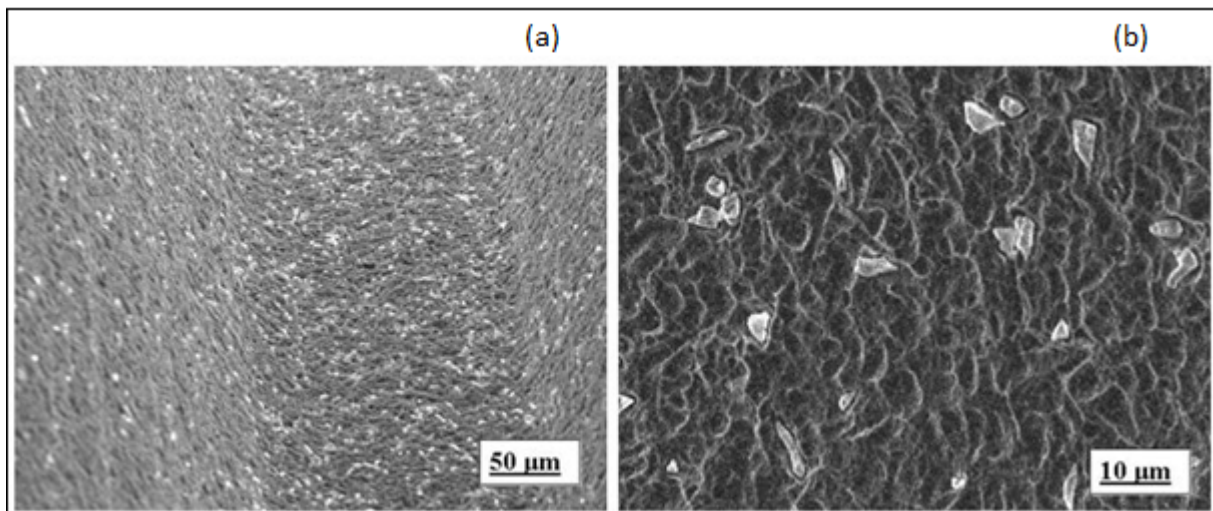
Une texturation peut être définie comme étant une modification de l'état de surface d'une pièce, que ce soit au niveau de sa rugosité, de la création de motifs ou encore des ondulations de surface [46].

La texturation consiste à créer des motifs micro- voire nanométriques à la surface de matériaux afin de modifier leur topographie, ce qui implique des variations à plus grande échelle de leurs propriétés de surface. La taille et la géométrie des motifs varient selon l'application, le procédé utilisé pour réaliser la texturation et le matériau.

Il existe trois grandes familles de procédés de texturation. La première est la texturation mécanique, qui peut se faire tout simplement en venant marquer le substrat avec un matériau abrasif (alumine, SiC, SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>...) ou à l'aide de méthodes d'usinage et de marquage par empreintes. Ces types de texturations possèdent l'avantage d'être très simples à mettre en œuvre, et sont couramment utilisées

dans la vie de tous les jours lorsque l'on vient par exemple frotter un papier abrasif afin d'augmenter la tenue d'une colle entre deux pièces. Ces techniques restent néanmoins souvent grossières et ne correspondent pas toujours aux standards de l'industrie.

La deuxième famille regroupe les techniques se basant sur la projection de matériaux abrasifs, comme le sablage ou le grenailage. Ces procédés permettent d'obtenir une texturation nettement plus homogène, et la rugosité peut être maîtrisée en fonction de l'application voulue. Le sablage et le grenailage induisent des contraintes résiduelles en compression à la surface du substrat, ce qui peut se révéler être un avantage ou un inconvénient selon le type d'applications. En effet, selon la nature des matériaux traités (en particulier dans le cas de matériaux ductiles), il est possible d'observer des particules abrasives enchâssées en surface du substrat voire l'apparition de microfissures dans le matériau (Figure 1.24).



*Figure 1.24 : Observation MEB de substrats en titane utilisés pour des implants dentaires après sablage avec deux poudres différentes (a) Contamination de surface par incrustation de particules d'alumine provenant du sablage (b) Contamination de surface par incrustation de particules d'alumine [47]*

Pour pallier à cette contamination de la surface, une technique de sablage spéciale appelée « cryo-blasting » ou « ice-blasting » peut être utilisée. Ce procédé utilise de la poudre de glace sèche ( $\text{CO}_2$  à l'état solide) comme abrasif, qui va s'évaporer une fois la surface traitée et donc ne contamine pas la surface [48], [49]. Une autre possibilité est l'utilisation d'un jet d'eau haute pression.

Néanmoins, ces techniques sont dans l'ensemble peu respectueuses de l'environnement et soumises à des normes de sécurité de plus en plus strictes, du fait de l'utilisation de poudres volatiles, de la pollution de l'eau par les résidus et de la nécessité de dégraisser les substrats [50]. Il est aussi impossible avec ces procédés de texturer une surface avec un motif géométrique prédéfini. Ces procédés produisent également un volume sonore important, une contrainte de plus pour leur utilisation. Ces aspects sont autant de motivations ayant poussé au développement de la texturation laser, ce procédé permettant de s'affranchir de ces inconvénients.

## 2.2. Principe de la texturation laser

La troisième famille regroupe les procédés basés sur la technologie laser. Le terme Laser [51] (Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation) décrit une source émettant un rayonnement monochromatique spatialement et temporellement cohérent. Le procédé d'usinage Laser se base sur l'utilisation d'un faisceau Laser possédant une énergie concentrée en un spot très fin d'un point de vue temporel ( $10^2$  à  $10^8$  W/cm<sup>2</sup> pour les utilisations courantes).

Pour que le procédé soit efficace, il faut bien entendu que le substrat ne soit pas transparent à la longueur d'onde du laser utilisé, afin que l'énergie du faisceau soit absorbée par le matériau. Le choix d'un laser, et en particulier sa longueur d'onde, est donc déterminé par le matériau que constitue le substrat et les dimensions des motifs voulus. En effet, le coefficient d'absorption d'un matériau augmente avec la diminution de la longueur d'onde [51]. Au niveau des sources laser, la texturation de surface met en œuvre selon la nature du substrat des lasers continus ou des lasers à impulsions courtes (microseconde) voire ultra-courtes (nanoseconde, picoseconde ou femtoseconde). Les sources laser étant maintenant développées depuis de nombreuses années, un grand choix est disponible et permet donc de texturer de nombreux matériaux, qu'ils soient métalliques [46], [52]–[57], céramiques [58], [59], ou encore polymères [60].

L'interaction entre le laser et le matériau du substrat va se caractériser par l'excitation des électrons du matériau à la surface de la pièce par absorption des photons incidents, suivie de la relaxation dans un temps très court ( $10^{-12}$  s) de ces électrons. La montée en température est extrêmement rapide et la température de fusion du matériau est atteinte en quelques nanosecondes [61]. Le matériau passe alors très localement à l'état liquide jusqu'à sa vaporisation sous la forme d'un panache de matière ablatée constituant un plasma [55] (Figure 1.25). Ce procédé possède l'avantage d'induire peu d'effets thermiques sur le substrat, car l'énergie est alors principalement concentrée dans les particules ablatées. Une fois le panache formé, le laser continue à apporter de l'énergie au substrat. Ce panache va aussi induire l'apparition d'une pression de recul qui va agir sur le matériau à l'état liquide en repoussant la matière fondue vers les côtés et former ainsi un cratère [62]. Si l'énergie apportée par le laser est trop importante, on peut observer des perturbations dans le bain liquide, ce qui va se caractériser par la formation de bourrelets et de gouttelettes par éjection du liquide autour des motifs.

Lorsque l'impulsion du laser prend fin, le matériau fondu revient à l'état solide et a tendance à revenir légèrement à sa place. Néanmoins la resolidification étant aussi très rapide, le cratère reste formé et l'impact de la texturation est alors visible.

La texturation laser peut être réalisée soit en couplant la source laser à un scanner à balayage rapide [63], [64], soit en déplaçant la pièce sous le faisceau afin de maîtriser le motif gravé dans le substrat. Des textures de morphologies diverses (cavités, stries...) peuvent ainsi être obtenues à des dimensions micrométriques, voire nanométriques, sur les substrats. La maîtrise et la compréhension de l'influence de chaque paramètre laser sont très importantes. D'après les études menées, il est apparu que les paramètres les plus importants sont la fréquence du laser, la vitesse de balayage, l'espacement entre les motifs, le taux de recouvrement, la qualité du spot (dimension et focalisation), l'énergie du faisceau et la durée d'impulsion [62], [65]–[67].



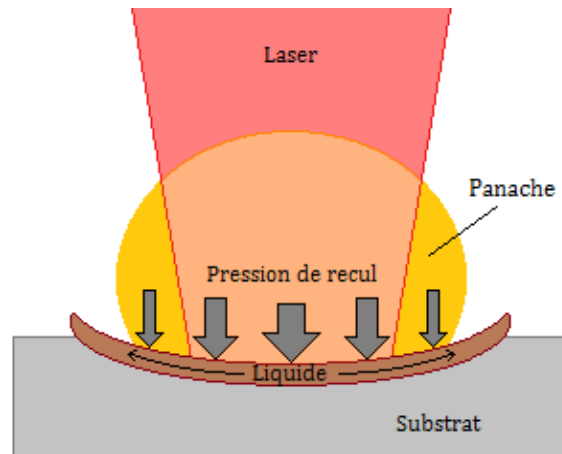


Figure 1.25 : Impact laser sur un substrat lors d'une texturation [61]

La fréquence influe sur l'enlèvement de matière et donc sur la profondeur des motifs. J. Byskov-Nielsen et coll. [68] ont montré sur de l'acier inoxydable type 1.4401 texturé avec une énergie de  $29 \text{ J/cm}^2$  que la profondeur croît avec l'augmentation de la fréquence jusqu'à un palier autour de 40 Hz, avant de rediminuer pour des fréquences supérieures. Dans le même article, les auteurs démontrent aussi qu'il est préférable d'effectuer plusieurs cycles avec peu d'impacts par trou plutôt qu'un seul cycle avec un grand nombre d'impacts par trous pour obtenir une texturation sans défauts (Figure 1.26).

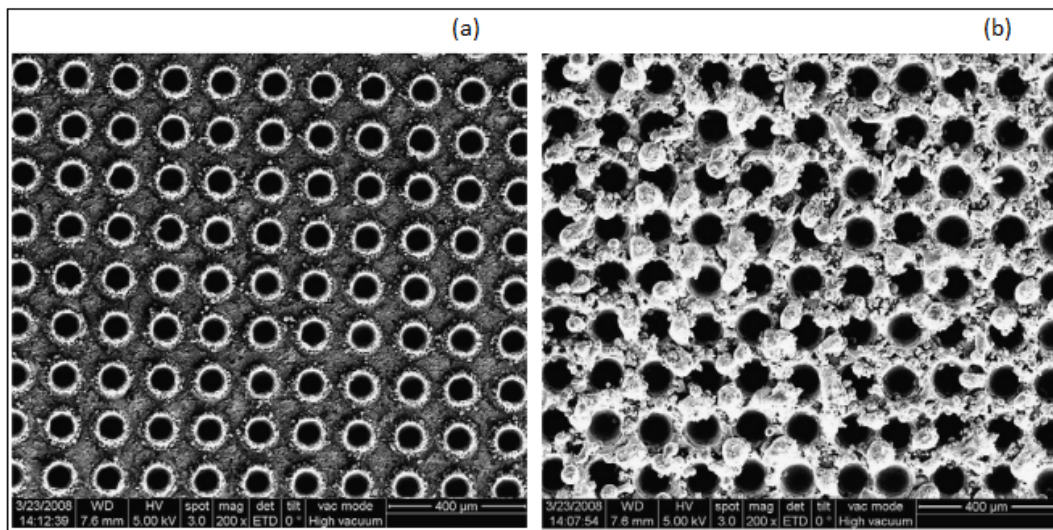


Figure 1.26 : Texturation laser réalisée avec un espacement de  $150 \mu\text{m}$  entre chaque trou. (a) 50 cycles de scanner avec 1 impact par trou par cycle. (b) 1 cycle de scanner avec 50 impacts par trou par cycle [68]

La focalisation du laser et l'énergie du faisceau influent sur l'état de surface final, notamment sur la forme des motifs, qui peuvent passer d'une forme circulaire à ellipsoïdale (Figure 1.27). L'apparition de bourrelets autour des motifs est aussi possible en cas de mauvaise focalisation ou d'une énergie de faisceau trop importante [69].

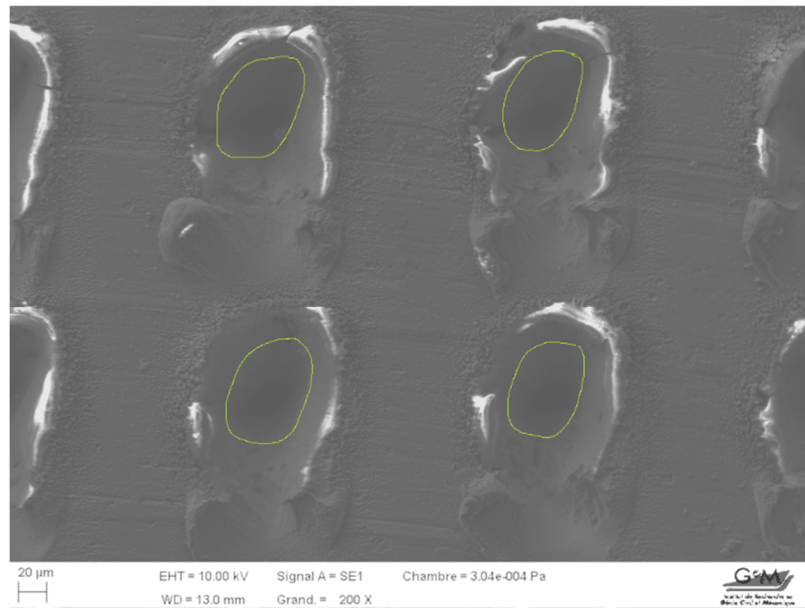


Figure 1.27 : Observation MEB de trous de texturation ellipsoïdaux obtenus sur un substrat en aluminium lors des réglages d'un laser

Une fois les paramètres lasers optimisés en prenant en compte la nature du substrat, la qualité obtenue peut alors être très élevée et se caractérise par une faible redéposition de la matière expulsée sur les bords et une zone thermiquement affectée très réduite.

Ainsi, fort de ces nombreuses possibilités de modifications de surface, il est possible alors d'envisager diverses applications dans des secteurs aussi variés que la mécanique, la jonction de matériaux hétérogènes, l'optique, la projection thermique ou encore le domaine médical [70].

## 2.3. Applications de la texturation laser

### 2.3.1. Les panneaux photovoltaïques, texturation de cristaux de silicium

En vue d'améliorer la capacité d'absorption de l'énergie lumineuse incidente dans les cellules photovoltaïques, la texturation de surface est employée pour créer des structures de surface spécifiques (Figure 1.28) [71]. Ces structures en silicium piègent le rayonnement lumineux incident par de multiples réflexions et augmentent ainsi le rendement électrique du panneau photovoltaïque [72]. La maîtrise de la taille et de la géométrie des pics est très importante pour maximiser ce rendement. Le laser est donc parfaitement adapté pour cette application, le choix de la source se portant généralement sur l'utilisation de sources femtosecondes [73], [74]. Ces texturations laser du silicium ont aussi été étudiées en couplage avec une attaque chimique dans le but de produire de nouveaux types de détecteurs infrarouges [75].

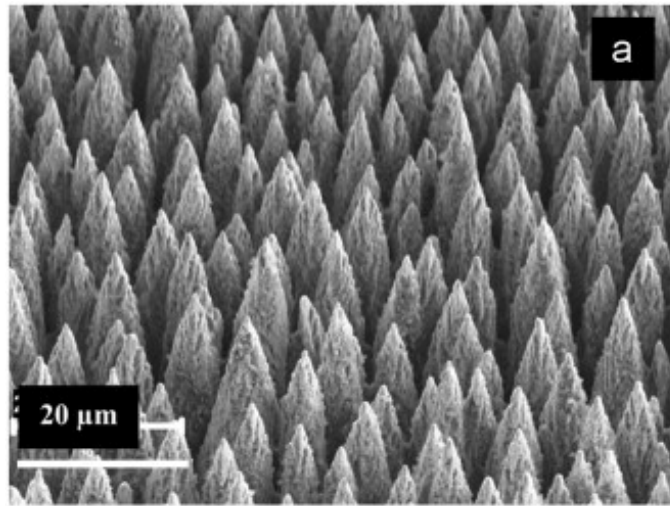


Figure 1.28 : Observation MEB de la texturation laser sur un panneau photovoltaïque [76]

### 2.3.2. Propriétés hydrophobes et super-hydrophobes

Depuis toujours, l'être humain cherche à copier et adapter les propriétés présentes dans la nature pour l'adapter à ses propres activités. Cette science porte un nom, le biomimétisme.

La propriété de super-hydrophobie peut être observée de manière complètement naturelle en s'intéressant aux feuilles de lotus (Figure 1.29). En les observant à l'échelle microscopique, les chercheurs ont pu remarquer un réseau complexe de structures à la surface de ces feuilles, les rendant complètement hydrophobes [77]. Ces structures comportent des « piliers » d'une dizaine de micromètres de hauteur, possédant eux-mêmes à leur surface des motifs à l'échelle nanométrique.

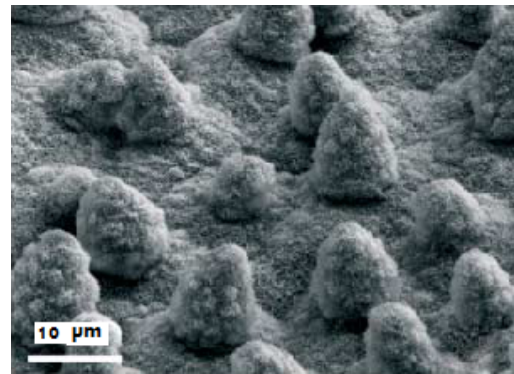


Figure 1.29 : Illustration du phénomène de super-hydrophobie d'une feuille de lotus, et observation MEB de la surface d'une feuille [77]

Depuis quelques années les chercheurs se sont donc penchés sur cette propriété très intéressante qu'est l'hydrophobie et ont commencé à tester les texturations lasers pour reproduire ces structures de surface en utilisant là aussi des sources lasers femtosecondes [53], [54], [78], [79]. Les impulsions lasers ont l'avantage de pouvoir reproduire à la fois les « piliers » à l'échelle micrométrique et les

motifs à l'échelle nanométrique, ces motifs nanométriques se créant lors de l'impact du laser sur un substrat [78].

Deux procédés différents utilisant la texturation laser ont été testés. Dans certains cas, les chercheurs viennent directement texturer la pièce finale, dessinant les motifs sur le substrat comme illustré Figure 1.30 [60], [80]. La propriété hydrophobe de ce type de motifs est bien vérifiée expérimentalement, par exemple sur du Polydimethylsiloxane (Figure 1.31).

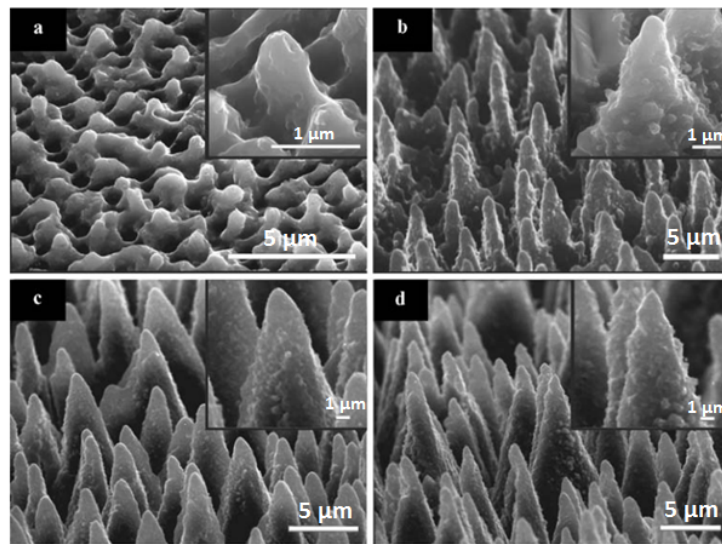


Figure 1.30 : Texturations laser réalisées sur du silicium avec différentes puissances laser (a) 0,17 J/cm<sup>2</sup>, (b) 0,56 J/cm<sup>2</sup>, (c) 1,35 J/cm<sup>2</sup> et (d) 2,25 J/cm<sup>2</sup> [80]

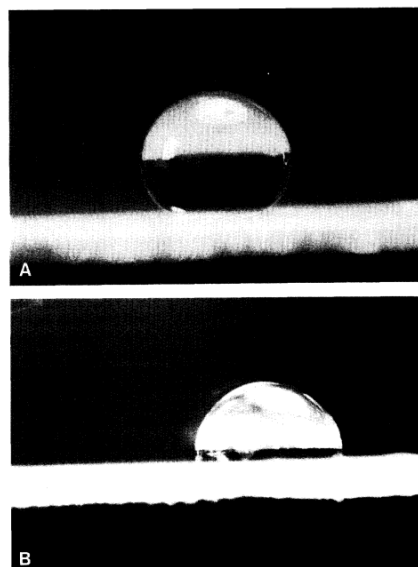


Figure 1.31 : (A) Goutte d'eau déposée sur une surface en Polydimethylsiloxane texturée par laser (B) Goutte d'eau sur un échantillon sans texturation [60]

Une autre solution a été imaginée pour développer de telles propriétés sur des pièces de grande série (justifiant de fortes cadences) et pour lesquelles la texturation a été appliquée en négatif sur les



parois des moules. Le motif se retrouve donc imprimé sur la pièce lors de son moulage [78] (Figure 1.32).

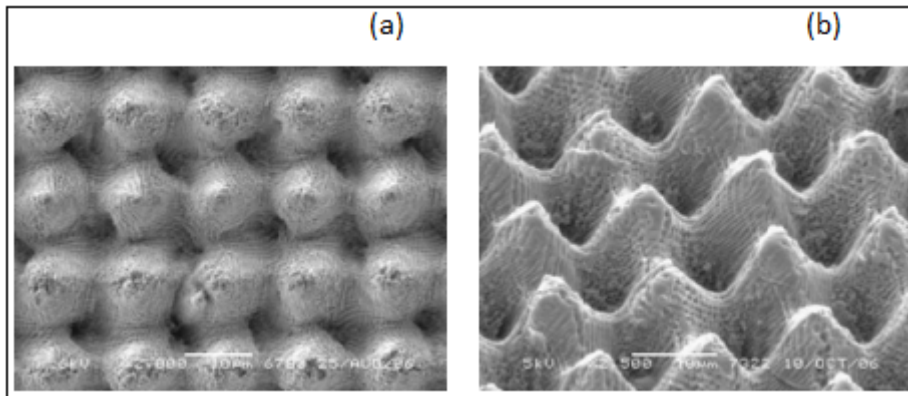


Figure 1.32 : Observation MEB de structures hydrophobes produites par texturation laser. (a) Sur le moule en acier inoxydable. (b) Sur la pièce moulée en polypropylène [78]

### 2.3.3. La texturation laser dans les moteurs thermiques

La diminution des frottements mécaniques est un des objectifs majeurs dans le domaine des moteurs thermiques, notamment pour l'industrie automobile. En effet, il est estimé, selon les conditions d'utilisation, que 10 à 20% de la puissance délivrée lors de la combustion du carburant est absorbée par les frottements présents dans les moteurs. La société allemande FEV, spécialisée dans la recherche, le développement et le design de moteurs et moyens de transmissions a réalisé une étude concluant qu'une réduction de moitié du frottement moteur conduirait à une diminution de 12% de la consommation de carburant sur le cycle NEDC (New European Driving-Cycle, le cycle de conduite utilisé pour mesurer la consommation et les émissions polluantes des véhicules selon les normes européennes) [81], [82].

La texturation laser peut par exemple être utilisée sur les pistons, afin de créer des cavités (Figure 1.33) permettant de stocker du lubrifiant lors du mouvement du piston, ce qui diminue les frottements lors des cycles du moteur [83]. Il est alors possible de texturer partiellement ou totalement la segmentation du piston.

Il a ainsi été démontré que des effets significatifs hydrodynamiques pouvaient être générés par la texturation de surface avec des cavités de quelques dizaines de microns de diamètre et de profondeur, et ce même avec des surfaces de contact parallèles. Le coefficient de frottement s'en trouve alors diminué, jusqu'à atteindre une baisse de 30% pour une texturation optimisée [85].

Les tests conduits par A. Share et I. Etsion sur un moteur de Ford Transit de 2500 cm<sup>3</sup> à allumage par compression ont démontré que l'utilisation de segments de pistons partiellement texturés n'influaient pas sur la production de gaz d'échappement, mais entraînait une diminution de 4% de la consommation de carburant avec une reproductibilité de l'ordre de +/- 0,5% [86].

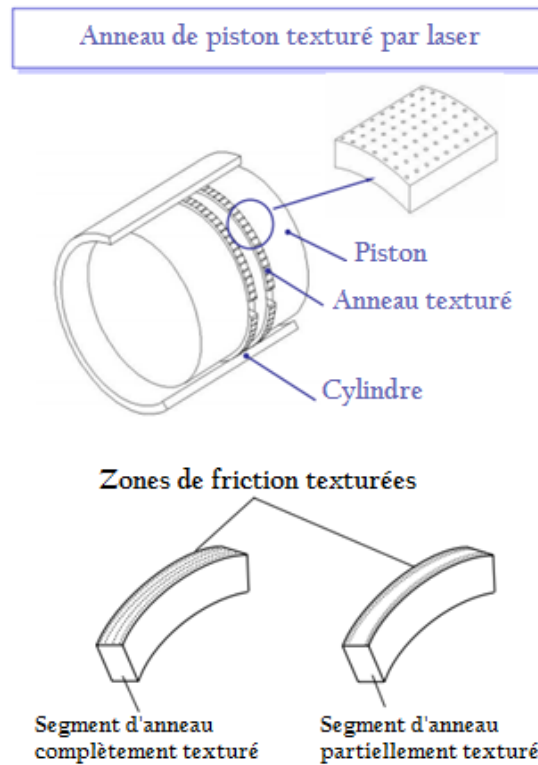


Figure 1.33 : Schéma de la texturation laser sur un piston en vue d'améliorer la lubrification du cylindre [84]

#### 2.3.4. La jonction polymère-métal et composite-métal

Relier une pièce en polymère ou en composite à une pièce métallique reste toujours un défi technologique. La solution la plus simple est une fixation mécanique (emboîtement, rivetage, vissage...), mais ce type de solution peut parfois fragiliser la pièce en polymère/composite. Une autre solution est de coller les deux pièces ensemble. Mais la colle peut se détériorer au cours du temps, relativement mal tenir sur les métaux et peut aussi se révéler néfaste pour l'environnement.

Ces dernières années ont vu l'émergence d'un nouveau procédé utilisant la texturation laser pour répondre à cette problématique. L'idée est de venir texturer la surface de la pièce métallique à l'endroit de la fixation, pour ensuite mettre cette zone en contact avec la pièce polymère/composite. La texturation se présente généralement sous la forme de gorges de profondeur plus ou moins importante. Le motif peut être soit formé de lignes parallèles (Figure 1.34), soit d'un quadrillage.

La pièce est ensuite chauffée (généralement par un autre laser ou par induction). La résine fond et pénètre dans les motifs de texturation grâce à une pression appliquée sur la pièce. Une fois que le polymère/composite a refroidi, on obtient ainsi un ancrage mécanique entre les deux composants [87], [88].

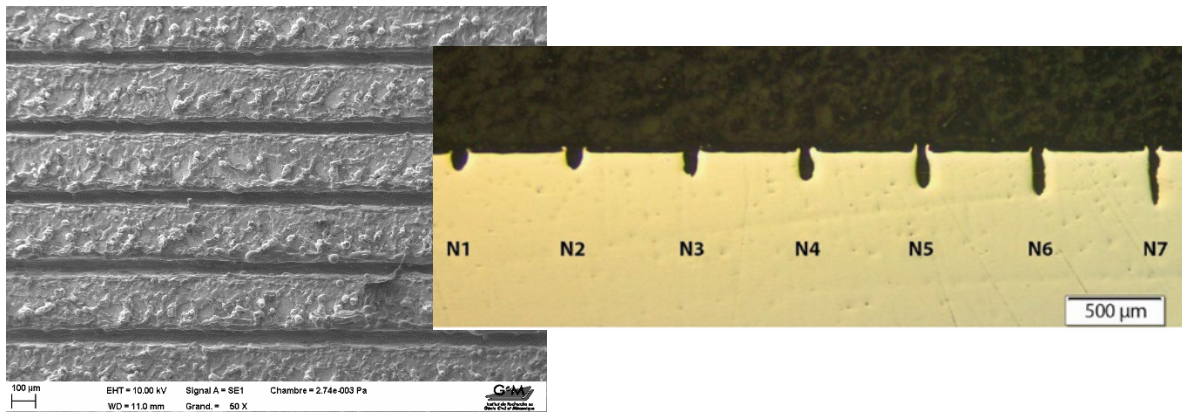


Figure 1.34 : a) Observation MEB de gorges gravées par un laser de texturation sur de l'acier b) Observation au microscope optique en coupe de gorges de différentes profondeurs sur un alliage automobile [89]

### 2.3.5. La texturation laser combinée aux procédés de projection thermique

La préparation de surfaces est très importante en vue d'effectuer une projection thermique sur le substrat. Les aspérités créées permettent en effet aux particules projetées de s'accrocher plus facilement et plus profondément dans le substrat. La surface développée du substrat texturé est alors plus grande que la surface du même substrat sans texturation, ce qui augmente l'aire de contact entre le dépôt et le substrat et favorise le verrouillage mécanique des particules projetées au niveau des motifs [90].

Induire une rugosité à la surface du substrat peut aussi permettre d'augmenter l'adhérence du dépôt, notamment en minimisant le risque de propagation de fissures [91], [92]. En effet, les fissures se créent et se propagent préférentiellement à l'interface entre le substrat et le dépôt [93]. Les fissures cherchent naturellement à se propager en suivant les zones les plus fragiles, ce qui correspond généralement à l'interface substrat/dépôt. Une texturation de la surface du substrat peut forcer les fissures à se propager soit en déviant de leur trajectoire pour continuer à suivre l'interface, soit les obliger à se propager à l'intérieur du dépôt ou du substrat. L'énergie nécessaire pour ces types de propagations étant plus importante qu'une propagation à l'interface, les fissures ont donc plus de mal à progresser et l'adhérence du dépôt s'en trouve augmentée [94]–[98] (Figure 1.35).

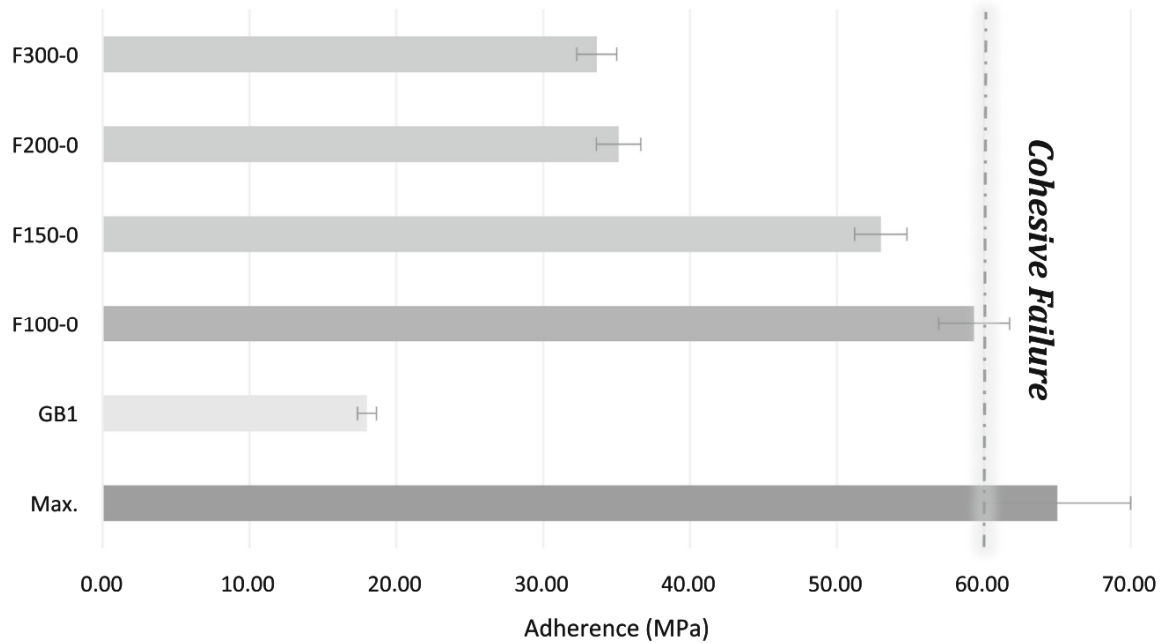


Figure 1.35 : Valeurs d'adhérence de dépôts NiAl produits par plasma sur substrats aluminium 2017 texturés (F-300-0, F200-0, F150-0 et F100-0) et sur substrat sablé (GB1) [99]

## CONCLUSION

En résumé, cet état de l'art met d'abord en avant de nombreuses recherches effectuées sur le Cold Spray depuis les années 1990. La place du Cold Spray parmi les procédés de projection thermique a été précisée. Des approches expérimentales et numériques ont permis de détailler les mécanismes majeurs mis en œuvre pour l'élaboration des revêtements, notamment concernant l'accroche des particules et les conditions de projection. Différentes techniques ont été décrites pour permettre la détermination des contraintes résiduelles induites lors de la projection.

Dans un second temps, la texturation laser a été présentée. Ses avantages par rapport à d'autres procédés permettant de modifier la morphologie de surfaces ont été mis en évidence. Le principe de la texturation a été expliqué, en insistant particulièrement sur les mécanismes impliqués dans la réalisation de ces cavités.

Des applications industrielles ont été exposées pour les deux procédés mis en œuvre dans cette étude. Il a été montré que le couplage de ces deux techniques était intéressant en vue d'augmenter l'adhérence des revêtements.



## RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 1

- [1] J. R. Davis, *Handbook of Thermal Spray Technology*. 2004.
- [2] L. Pawlowski, *The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings*. 2008.
- [3] A. Lamraoui, "Traitement de surface par texturation laser: une alternative" propre" de préparation de surface pour la projection thermique," Belfort-Montbéliard, 2012.
- [4] "FST power - Thermal spray."
- [5] P. Fauchais, a Vardelle, and B. Dussoubs, "Quo Vadis Thermal Spraying ?," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 10, no. March, pp. 44–66, 2001.
- [6] J. M. Guilemany, "Cold gas spray technology against conventional thermal spray," in *3rd Cold Gas Spray Summer School*.
- [7] "<http://www.advanced-coating.com/english/spraying-techniques.htm>." .
- [8] G. H. Smith, N. Y. Kenmore, R. C. Eschenbach, and J. F. Pelton, "Jet plating of High Melting Point Materials," U.S. Patent 2 861 900, 1958.
- [9] C. F. Rocheville, "Device for Treating the Surface of a Workpiece," U.S. Patent 3 100 724, 1963.
- [10] T. Van Steenkiste and J. R. Smith, "Evaluation of Coatings Produced via Kinetic and Cold Spray Processes," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 13, no. 2, pp. 274–282, 2004.
- [11] A. P. Alkhimov, V. F. Kosarev, and A. N. Papyrin, "A Method of Cold Gas-Dynamic Deposition," *Sov. Phys. Dokl.*, vol. 35, p. 1047, 1990.
- [12] A. P. Alkhimov, A. N. Papyrin, V. F. Kosarev, N. I. Nesterovich, and M. M. Shushpanov, "Gas Dynamic Spraying Method for Applying a Coating," U.S. Patent 5 302 414, 1994.
- [13] A. P. Alkhimov, A. N. Papyrin, V. F. Kosarev, N. I. Nesterovich, and M. M. Shushpanov, "Method and Device for Coating," European Patent 0484533BI, 1995.
- [14] H. Singh, T. S. Sidhu, and S. B. S. Kalsi, "Cold spray technology: Future of coating deposition processes," *Frat. ed Integrita Strutt.*, vol. 22, pp. 69–84, 2012.
- [15] "<http://www.oerlikon.com/metco/en/products-services/coating-equipment/thermal-spray/processes/>." .
- [16] S. Dosta, "Design, parameter control and coatings performance," in *3rd Cold Gas Spray Summer School*, 2015.
- [17] A. N. Papyrin, V. F. Kosarev, S. Klinkov, A. P. Alkhimov, and V. Fomin, *Cold Spray Technology*. 2007.
- [18] S. S. Bartenev, Y. P. Fedleo, and A. I. Grigirov, "Detonation coatings in machine building," *Mashinostroenie*, 1982.
- [19] H. Assadi, "Process optimization by modelling of in-flight and deformation behaviour of particles," in *3rd Cold Gas Spray Summer School*, 2015.
- [20] T. Schmidt, F. Gärtner, H. Assadi, and H. Kreye, "Development of a generalized parameter window for cold spray deposition," *Acta Mater.*, vol. 54, no. 3, pp. 729–742, 2006.

- [21] H. Assadi, F. Gärtner, T. Stoltenhoff, and H. Kreye, "Bonding mechanism in cold gas spraying," *Acta Mater.*, vol. 51, no. 15, pp. 4379–4394, 2003.
- [22] V. K. Champagne, D. Helfritsch, P. Leyman, S. Grendahl, and B. Klotz, "Interface Material Mixing Formed by the Deposition of Copper on Aluminum by Means of the Cold Spray Process," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 14, no. 3, pp. 330–334, 2005.
- [23] M. Grujicic, C. L. Zhao, W. S. DeRosset, and D. Helfritsch, "Adiabatic shear instability based mechanism for particles/substrate bonding in the cold-gas dynamic-spray process," *Mater. Des.*, vol. 25, no. 8, pp. 681–688, 2004.
- [24] C. J. Li, H. T. Wang, Q. Zhang, G. J. Yang, W. Y. Li, and H. L. Liao, "Influence of spray materials and their surface oxidation on the critical velocity in cold spraying," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 19, no. 1–2, pp. 95–101, 2010.
- [25] C.-J. Li, W.-Y. Li, and H. Liao, "Examination of the Critical Velocity for Deposition of Particles in Cold Spraying," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 15, no. 2, pp. 212–222, 2006.
- [26] T. Stoltenhoff, H. Kreye, and H. J. Richter, "An Analysis of the Cold Spray Process and Its Coatings," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 11, no. 4, pp. 542–550, 2002.
- [27] P. C. King, G. Bae, S. H. Zahiri, M. Jahedi, and C. Lee, "An experimental and finite element study of cold spray copper impact onto two aluminum substrates," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 19, no. 3, pp. 620–634, 2010.
- [28] S. V. Klinkov, V. F. Kosarev, and M. Rein, "Cold spray deposition: Significance of particle impact phenomena," *Aerosp. Sci. Technol.*, vol. 9, no. 7, pp. 582–591, 2005.
- [29] M. P. Dewar, a. G. McDonald, and a. P. Gerlich, "Interfacial heating during low-pressure cold-gas dynamic spraying of aluminum coatings," *J. Mater. Sci.*, vol. 47, no. 1, pp. 184–198, 2012.
- [30] M. Grujicic, J. R. Saylor, D. E. Beasley, W. S. DeRosset, and D. Helfritsch, "Computational analysis of the interfacial bonding between feed-powder particles and the substrate in the cold-gas dynamic-spray process," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 219, no. 3–4, pp. 211–227, 2003.
- [31] T. Schmidt, H. Assadi, F. Gärtner, H. Richter, T. Stoltenhoff, H. Kreye, and T. Klassen, "From particle acceleration to impact and bonding in cold spraying," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 18, no. 5–6, pp. 794–808, 2009.
- [32] T. W. Clyne and S. C. Gill, "Residual Stresses in Thermal Spray Coatings and Their Effect on Interfacial Adhesion: A Review of Recent Work," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 5, no. 4, pp. 401–418, 1996.
- [33] S. Kuroda, T. Dendo, and S. Kitahara, "Quenching stress in plasma sprayed coatings and its correlation with the deposit microstructure," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 4, no. 1, pp. 75–84, 1995.
- [34] J. Matejicek and S. Sampath, "In situ measurement of residual stresses and elastic moduli in thermal sprayed coatings part 1: Apparatus and analysis," *Acta Mater.*, vol. 51, no. 3, pp. 863–872, 2003.
- [35] T. Suhonen, T. Varis, S. Dosta, M. Torrell, and J. M. Guilemany, "Residual stress development in cold sprayed Al, Cu and Ti coatings," *Acta Mater.*, vol. 61, no. 17, pp. 6329–6337, 2013.
- [36] K. Spencer, V. Luzin, N. Matthews, and M. X. Zhang, "Residual stresses in cold spray Al coatings: The effect of alloying and of process parameters," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 206, no. 19–20, pp. 4249–4255, 2012.

- [37] “<http://www.reliacoat.com/icp.html>.” [Online]. Available: <http://www.reliacoat.com/icp.html>.
- [38] G. G. Stoney, “The tension of metallic films deposited by electrolysis,” *Proc. R. Soc. London*, 1909.
- [39] M. Ohring, *Materials science of thin films*. 2001.
- [40] A. Brenner and S. Senderoff, “Calculation of stress in electrodeposits from the curvature of a plated strip,” *J. Res. Natl. Bur. Stand. (1934)*, vol. 42, no. 2, p. 105, 1949.
- [41] R. Ghelichi, D. MacDonald, S. Bagherifard, H. Jahed, M. Guagliano, and B. Jodoin, “Microstructure and fatigue behavior of cold spray coated Al5052,” *Acta Mater.*, vol. 60, no. 19, pp. 6555–6561, 2012.
- [42] P. Vuoristo, “CGS Low Pressure Case Studies on Industrial Sectors,” in *3rd Cold Gas Spray Summer School*, 2015.
- [43] “<http://dymet.info/en/app.html>.” .
- [44] X. K. Wu, X. L. Zhou, H. Cui, X. Zheng, and J. S. Zhang, “Deposition behavior and characteristics of cold-sprayed Cu-Cr composite deposits,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 21, no. 5, pp. 792–799, 2012.
- [45] “<http://dycomet.co.uk/>.” .
- [46] P. Ninove, “Texturation de surface par LASER femtoseconde en régime ElastoHydroDynamique et limite : application au contact Segment / Piston / Chemise d’un moteur thermique à combustion,” *Thèse Ec. Cent. Lyon*, 2012.
- [47] C. Nelson, “Factors Affecting the Success of Dental Implants,” in *Implant Dentistry - A Rapidly Evolving Practice*, InTech, 2011.
- [48] D. M. Brewis, G. W. Critchlow, and C. a. Curtis, “Cryoblasting as a pretreatment to enhance adhesion to aluminum alloys: An initial study,” *Int. J. Adhes. Adhes.*, vol. 19, no. 4, pp. 253–256, 1999.
- [49] H. R. Taghiyari and Y. Lotfinejad-sani, “Effects of Ice Blasting on Some Mechanical Properties of Composite Boards,” vol. 143, no. December, pp. 177–185, 2014.
- [50] B. Hayman, M. Dogliani, I. Kvale, and A. Magerholm Fet, “Technologies for reduced environmental impact from ships - Ship building , maintenance and dismantling aspects,” *ENSUS 2000 Mar. Sci. Technol. Environ. Sustain. Dep. Mar. Technol. Sci. Coast. Manag.*, vol. 1, pp. 2–12, 2000.
- [51] P. Laurens, C. Dubouchet, and D. Kechemair, “Application des lasers aux traitements de surface,” *Tech. l’ingénieur*, 2005.
- [52] N. G. Semaltianos, W. Perrie, P. French, M. Sharp, G. Dearden, and K. G. Watkins, “Femtosecond laser surface texturing of a nickel-based superalloy,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 255, no. 5 PART 2, pp. 2796–2802, 2008.
- [53] X. C. Wang, L. Y. L. Wu, Q. Shao, and H. Y. Zheng, “Laser micro structuring on a Si substrate for improving surface hydrophobicity,” vol. 85025, 2009.
- [54] P. Bizi-Bandoki, S. Benayoun, S. Valette, B. Beaugiraud, and E. Audouard, “Modifications of roughness and wettability properties of metals induced by femtosecond laser treatment,” *Appl. Surf. Sci.*, vol. 257, no. 12, pp. 5213–5218, 2011.

- [55] A. Soveja, "Optimisation du processus de texturation des surfaces métalliques par faisceau laser," *18ème Congrès Français de Mécanique, Grenoble*, no. 1995, pp. 27–31, 2007.
- [56] Y. Qiu and M. M. Khonsari, "Experimental investigation of tribological performance of laser textured stainless steel rings," *Tribol. Int.*, vol. 44, no. 5, pp. 635–644, 2011.
- [57] A. Dauscher, V. Feregotto, P. Cordier, and A. Thorny, "Laser induced periodic surface structures on iron," vol. 98, pp. 410–414, 1996.
- [58] H. K. Tönshoff and H. Kappel, "Surface Modification of Ceramics by Laser Machining," *CIRP Ann. - Manuf. Technol.*, vol. 47, no. 1, pp. 471–474, 1998.
- [59] B. V. Oliveira, B. V. Oliveira, O. Conde, O. Conde, R. Vilar, and R. Vilar, "UV Laser Micromachining of Ceramic Materials: Formation of Columnar Topographies," *Adv. Eng. Mater.*, vol. 3, no. 1–1, pp. 75–81, 2001.
- [60] M. T. Khorasani, H. Mirzadeh, and P. G. Sammes, "Laser induced surface modification of polydimethylsiloxane as a super-hydrophobic material," *Radiat. Phys. Chem.*, vol. 47, no. 6, pp. 881–888, 1996.
- [61] S. Kalpakjian and S. R. Schmid, *Manufacturing Processes for Engineering Material*, Prentice H. 2003.
- [62] V. Semak and A. Matsunawa, "The role of recoil pressure in energy balance during laser materials processing," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 30, no. 18, pp. 2541–2552, 1999.
- [63] H. Li, "Rôle d'une ablation laser in situ sur les propriétés mécaniques d'un revêtement élaboré par projection thermique," Université de Franche Comté, 2006.
- [64] M. Verdier, G. Montavon, S. Costil, and C. Coddet, "On the adhesion mechanisms of thermal spray deposits manufactured while implementing the PROTAL® process," *Therm. Spray.*, pp. 553–560, 2001.
- [65] A. Kaldos, H. J. Pieper, E. Wolf, and M. Krause, "Laser machining in die making - A modern rapid tooling process," *J. Mater. Process. Technol.*, vol. 155–156, no. 1–3, pp. 1815–1820, 2004.
- [66] L. Avril, "Elaboration de revêtements sur acier inoxydable: simulation de la fusion par irradiation laser, caractérisation structurale, mécanique et tribologique," Arts et Métiers ParisTech, 2010.
- [67] A. Soveja, "Modélisation du processus de texturation par faisceau laser : approches expérimentale et numérique," Université de Bourgogne, 2008.
- [68] J. Byskov-Nielsen and P. Balling, "Laser structuring of metal surfaces: Micro-mechanical interlocking," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 255, no. 10, pp. 5591–5594, 2009.
- [69] B. S. Yilbas, "Study of affecting parameters in laser hole drilling of sheet metals," *J. Eng. Mater. Technol.*, pp. 282–287, 1987.
- [70] N. Mirhosseini, P. L. Crouse, M. J. J. Schmidh, L. Li, and D. Garrod, "Laser surface micro-texturing of Ti–6Al–4V substrates for improved cell integration," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no. 19, pp. 7738–7743, 2007.
- [71] M.-J. Sher, M. T. Winkler, and E. Mazur, "Pulsed-laser hyperdoping and surface texturing for photovoltaics," *MRS Bull.*, vol. 36, no. 6, pp. 439–445, Jun. 2011.
- [72] S. Kontermann, T. Gimpel, a. L. Baumann, K. M. Guenther, and W. Schade, "Laser processed black silicon for photovoltaic applications," *Energy Procedia*, vol. 27, pp. 390–395, 2012.

- [73] J. E. Carey, C. H. Crouch, M. Shen, and E. Mazur, "Visible and near-infrared responsivity of femtosecond-laser microstructured silicon photodiodes," *Opt. Lett.*, vol. 30, no. 14, p. 1773, Jul. 2005.
- [74] N. Telecom, P. O. Box, and W. Street, "Microstructuring of silicon with femtosecond laser pulses Tsing-Hua Her, Richard J. Finlay," *Science (80-. )*.
- [75] C. Wu, C. H. Crouch, L. Zhao, J. E. Carey, R. Younkin, J. a. Levinson, E. Mazur, R. M. Farrell, P. Gothoskar, and a. Karger, "Near-unity below-band-gap absorption by microstructured silicon," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 78, no. 13, pp. 1850–1852, 2001.
- [76] V. V. Iyengar, B. K. Nayak, and M. C. Gupta, "Optical properties of silicon light trapping structures for photovoltaics," *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, vol. 94, no. 12, pp. 2251–2257, 2010.
- [77] K. Koch and W. Barthlott, "Superhydrophobic and superhydrophilic plant surfaces: an inspiration for biomimetic materials.," *Philos. Trans. A. Math. Phys. Eng. Sci.*, vol. 367, no. 1893, pp. 1487–1509, 2009.
- [78] M. Groenendijk, "Fabrication of Super Hydrophobic Surfaces by fs Laser Pulses," *Laser Tech. J.*, vol. 5, no. 3, pp. 44–47, 2008.
- [79] V. Zorba, L. Persano, D. Pisignano, A. Athanassiou, E. Stratakis, R. Cingolani, P. Tzanetakis, and C. Fotakis, "Making silicon hydrophobic: wettability control by two-lengthscale simultaneous patterning with femtosecond laser irradiation," *Nanotechnology*, vol. 17, no. 13, pp. 3234–3238, 2006.
- [80] V. Zorba, E. Stratakis, M. Barberoglou, E. Spanakis, P. Tzanetakis, and C. Fotakis, "Tailoring the wetting response of silicon surfaces via fs laser structuring," *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.*, vol. 93, no. 4, pp. 819–825, 2008.
- [81] "Micro et nanostructuration de surface des matériaux," *MAG'MAT*, vol. 31.
- [82] M. Schwaderlapp, J. Dohmen, and N. Andraos, "FEV Motorentchnik base engine design improve fuel efficiency MTZ," *Ing. Auto-mob.*, no. 726(3), pp. 44–46, 2003.
- [83] V. K. Patel, H. P. Patel, H. J. Yadav, and P. V. R. Patel, "Experimental Investigation of Laser Surface Texturing on Piston Rings for Friction Reduction and Improving Fuel Efficiency-a Review Study," 2000.
- [84] V. Semak and N. Dahotre, "Laser surface texturing," *ASM Int. Member/Customer Serv. Cent.*, 1998.
- [85] A. Ronen, I. Etsion, and Y. Kligerman, "Friction reducing surface texturing in reciprocating automotive components," *Tribol. Trans.*, vol. 44, pp. 359–366, 2001.
- [86] I. Etsion and E. Sher, "Improving fuel efficiency with laser surface textured piston rings," *Tribol. Int.*, vol. 42, no. 4, pp. 542–547, 2009.
- [87] A. Roesner, S. Scheik, A. Olowinsky, A. Gillner, U. Reisgen, and M. Schleser, "Laser assisted joining of plastic metal hybrids," *Phys. Procedia*, vol. 12, no. PART 2, pp. 373–380, 2011.
- [88] A. Roesner, S. Scheik, A. Olowinsky, A. Gillner, R. Poprawe, M. Schleser, and U. Reisgen, "Innovative approach of joining hybrid components," *J. Laser Appl.*, vol. 23, no. 3, p. 32007, 2011.
- [89] K. Van Der Straeten and C. Engelmann, "Laserbasierte Fügeverfahren," *Lightweightdesign*, pp. 10–15, 2015.

- [90] A. Lamraoui, S. Costil, C. Langlade, and C. Coddet, "Laser surface texturing (LST) treatment before thermal spraying: A new process to improve the substrate-coating adherence," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. Suppl. 1, pp. S164–S167, 2010.
- [91] Y. Danlos, S. Costil, X. Guo, H. Liao, and C. Coddet, "Ablation laser and heating laser combined to cold spraying," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. 4, pp. 1055–1059, 2010.
- [92] K. Verhoeven, *Modelling Laser Percussion Drilling*. 2004.
- [93] P. Demarecaux, D. Chicot, and J. Lesage, "Interface indentation test for the determination of adhesive properties of thermal sprayed coatings," *J. Mater. Sci. Lett.*, vol. 15, no. 16, pp. 1377–1380, 1996.
- [94] A. G. Evans, M. D. Drory, and M. S. Hu, "The cracking and decohesion of thin films," *J. Mater. Res.*, vol. 3, no. 5, pp. 1043–1049, 1988.
- [95] J. W. Hutchinson and Z. Suo, "Mixed Mode Cracking in Layered Materials," *Adv. Appl. Mech.*, vol. 29, pp. 64–163, 1992.
- [96] A. G. Evans, D. R. Mumm, J. W. Hutchinson, G. H. Meier, and F. S. Pettit, "Mechanisms controlling the durability of thermal barrier coatings," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 46, no. 5, pp. 505–553, 2001.
- [97] H. Li, K. A. Khor, and P. Cheang, "Adhesive and bending failure of thermal sprayed hydroxyapatite coatings: Effect of nanostructures at interface and crack propagation phenomenon during bending," *Eng. Fract. Mech.*, vol. 74, no. 12, pp. 1894–1903, 2007.
- [98] M. Mellali, P. Fauchais, and A. Grimaud, "Influence of substrate roughness and temperature on the adhesion/cohesion of alumina coatings," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 81, no. 2–3, pp. 275–286, 1996.
- [99] R. Kromer, S. Costil, J. Cormier, L. Berthe, P. Peyre, and D. Courapied, "Laser Patterning Pretreatment before Thermal Spraying : A Technique to Adapt and Control the Surface Topography to Thermomechanical Loading and Materials," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 25, no. 3, pp. 401–410, 2017.



---

## CHAPITRE 2 : MATÉRIAUX, PROCÉDÉS ET TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

---



<b>CHAPITRE 2 : MATÉRIAUX, PROCÉDÉS ET TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION</b>	<b>57</b>
INTRODUCTION	59
1. MATÉRIAUX	59
1.1. Substrats en alliage d'aluminium 5083	59
1.2. Substrats en composites PEEK/Fibres de carbone et film de PEEK	60
1.3. Poudres employées par projection Cold Spray	61
1.3.1. Poudres pour la projection sur substrats métalliques	61
1.3.2. Poudres pour la projection sur substrats composites	62
2. PROCÉDÉS	63
2.1. Projection Cold Spray Basse Pression (LPCS)	63
2.2. Texturation Laser	65
3. TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION	66
3.1. Caractérisations en cours de projection	66
3.1.1. Mesures du rendement et du débit de poudre	66
3.1.2. Mesure des vitesses de particules par DPV	67
3.2. Caractérisation des revêtements par microscopie et analyse d'images	68
3.2.1. Préparation des échantillons en coupe et attaques chimiques	68
3.2.2. Microscopie	68
3.2.3. Mesures d'épaisseurs	69
3.2.4. Caractérisation de la porosité	71
3.2.5. Caractérisation élémentaire des dépôts (EDX)	72
3.3. Évaluation des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X	73
3.3.1. Principe de la DRX et analyse des contraintes résiduelles	73
3.3.2. Préparation des échantillons par polissage électrolytique	76
3.4. Évaluation de l'adhérence des revêtements par traction (Pull Off Test)	78
3.5. Caractérisation thermique de la matrice organique par DSC	79
3.6. Impacteur dynamique	81
3.7. Mesures de conductivité des revêtements métalliques	83
CONCLUSION	84
RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 2	85

## INTRODUCTION

Dans ce chapitre sont présentés les matériaux utilisés dans cette étude. Différentes poudres à base de cuivre ont été mises en œuvre, avec comme objectif le développement de dépôts de cuivre denses et adhérents par Cold Spray sur deux types de substrats, métallique avec l'aluminium AW 5083 et organique avec le composite PEEK/Fibres de carbone.

Les propriétés physico-chimiques initiales de ces matériaux ainsi que leurs morphologies sont décrites. Les équipements et paramètres utilisés pour produire les échantillons sont également présentés. Enfin, un panel de caractérisations post-projection a alors été mis en place afin de remonter à différentes propriétés morphologiques, mécaniques, et électriques des dépôts obtenus, et permettre ainsi une meilleure compréhension des conditions de traitements en particulier relatives aux propriétés de surface des substrats.

## 1. MATÉRIAUX

### 1.1. Substrats en alliage d'aluminium 5083

Les substrats métalliques de cette étude ont été fournis dans le cadre du projet européen EMLACS. Le dépôt de cuivre par Cold Spray sur des pièces en aluminium a été motivé par Renault qui est intéressé par une amélioration de la conductivité électrique et thermique grâce à l'utilisation de cuivre sur certaines pièces de moteur. Ils sont constitués d'un alliage d'aluminium 5083, parfois aussi désigné sous la nomenclature AW- $AlMg_{4,5}Mn_{0,7}$  dont la composition est donnée dans le Tableau 2.1 [1]. Sa microstructure [2] présente des grains et des dendrites, ainsi que plusieurs précipités métalliques (Al-Si-Mg et Al-Fe-Mn-Cr entre autres). Une illustration de la microstructure est présentée sur la Figure 2.1.

Cet alliage est très répandu dans l'industrie marine, automobile et aéronautique, ainsi qu'en chaudronnerie et est notamment apprécié pour ses bonnes caractéristiques mécaniques (Tableau 2.1), sa résistance à la corrosion et son excellente soudabilité [3], [4]. Les échantillons se présentent selon les cas soit sous la forme de plaquettes de dimensions 50x50x2,8 mm, soit sous la forme de pions de 25 mm de diamètre et 10 mm d'épaisseur.

Tableau 2.1 : Composition chimique nominale de l'alliage d'aluminium 5083, selon la norme EN 573-1 [1] et quelques caractéristiques mécaniques [5]

Éléments	Mg	Mn	Si	Fe	Zn	Cr	Ti	Autres	Al
Teneur (% massique)	4,0 – 4,9	0,4 – 1,0	0,4	0,4	0,25	0,05 – 0,25	0,15	0,15	Reste
Propriétés	Module d'Young – Module de cisaillement			Coefficient de Poisson			Dureté Vickers		
	71 GPa – 26,4 GPa			0,33			96		

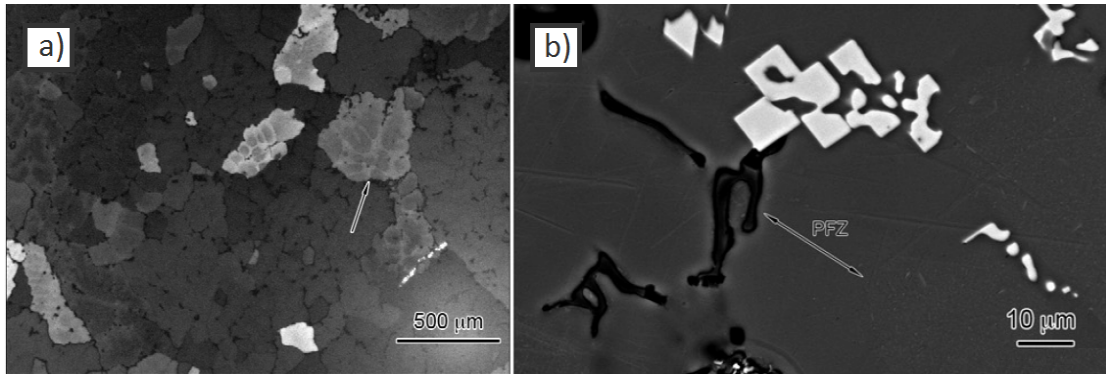


Figure 2.1 : Observation de la microstructure d'un aluminium 5083 industriel a) au microscope optique après une attaque chimique révélant les grains et b) au MEB révélant les précipités métalliques identifiés comme étant des précipités Al-Si-Mg (noir) et Al-Fe-Mn-Cr (blanc) [2]

## 1.2. Substrats en composites PEEK/Fibres de carbone et film de PEEK

L'obtention de couches conductrices électriquement sur des composites à matrice organique est une problématique récurrente dans l'industrie aéronautique. En effet, l'utilisation de matériaux composites dans les avions modernes est de plus en plus répandue grâce à leurs excellentes propriétés mécaniques couplées à leur masse réduite [6], principalement en remplacement de pièces métalliques. Les matériaux organiques ont néanmoins un défaut majeur pour ce type d'applications, à savoir leur caractère isolant électriquement. Un avion de ligne subissant en moyenne un impact de foudre par an [7], il est absolument nécessaire d'avoir des pièces permettant la dissipation de l'électricité à travers la structure de l'avion. Le développement de dépôts de cuivre par Cold Spray sur les pièces en composite est donc une option étudiée pour créer cette couche conductrice et protectrice.

Pour cette étude, le choix s'est porté sur un composite PEEK/Fibre de carbone produit par Porcher Industries (Badinières, France), référence L03106-57100602 [8]. Ce matériau, qualifié pour l'aéronautique et notamment utilisé par Airbus, est composé de 12 plis de tissés en fibres de carbone agencés selon la séquence [(0,90)/(+45,-45)/(0,90)]<sub>s</sub>, pour une épaisseur de 1,86 mm (Figure 2.2 a).

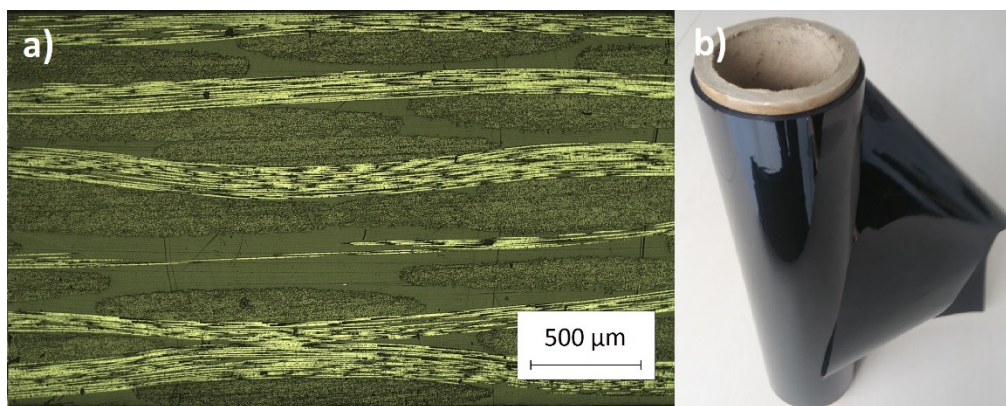


Figure 2.2 : a) Observation en coupe au microscope optique montrant l'agencement des plis dans l'épaisseur du composite PEEK/Fibre de carbone, b) Film de PEEK Lite-TK

Un film de PEEK a également été utilisé en complément des composites. Le choix s'est porté sur le film PEEK Lite TK [9], produit par Lipp-Terler GmbH (Gafrenz, Autriche), d'une épaisseur de 50 µm et chargé en carbone à hauteur de 0,5%, ce qui lui donne une couleur noire (Figure 2.2 b) différente du PEEK pur qui est plutôt beige.

Le PEEK, acronyme de Poly-Ether-Ether-Ketone ou Polyétheréthercétone en français (Figure 2.3), est un polymère thermoplastique semi-cristallin appartenant à la famille des Polyaryléthercétone (PAEK). Ce polymère se démarque par ses excellentes propriétés mécaniques et sa résistance aux produits chimiques agressifs, associées à une température de service de 220 °C et une température de fusion de 343 °C, plaçant le PEEK parmi les polymères possédant la température de fusion la plus élevée [10]. Étant de plus relativement aisé à mettre en forme, cet ensemble de caractéristiques en fait le choix idéal comme matrice de renfort pour la production de composites hautes performances, principalement utilisés dans l'aéronautique.

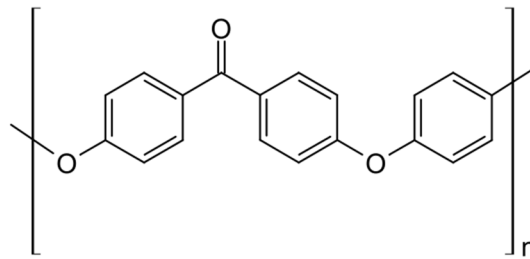


Figure 2.3 : Motif de répétition du PEEK [11]

### 1.3. Poudres employées par projection Cold Spray

#### 1.3.1. Poudres pour la projection sur substrats métalliques

Deux types de poudres ont été utilisés pour les substrats métalliques. La première est une poudre commerciale vendue par Dycomet [12] et préconisée pour la projection Cold Spray basse pression. Cette poudre est un mélange de cuivre sous forme dendritique (40%) et de particules d'alumine (60%). Ce type de mélange est souvent utilisé pour la projection LPCS, les particules d'alumine permettant de marteler plus efficacement les surfaces et ainsi améliorer leurs propriétés mécaniques [13]–[16], le côté abrasif de l'alumine servant aussi à nettoyer la buse en cours de projection et ainsi éviter le phénomène de colmatage. La seconde est une poudre de cuivre pure produite par atomisation à l'UTBM, présentant par conséquent une morphologie sphéroïdale [17] caractéristique de ce moyen de production (Figure 2.4). Leur granulométrie a été vérifiée par granulométrie laser (Mastersizer 2000, Malvern Instruments) et les résultats sont présentés dans le Tableau 2.2.

Tableau 2.2 : Granulométrie des poudres utilisées sur les substrats en aluminium 5083

Poudre	$d_{10}$ (µm)	$d_{50}$ (µm)	$d_{90}$ (µm)
Dycomet	15,2	28,4	59,9
UTBM	11,1	21,9	40,2

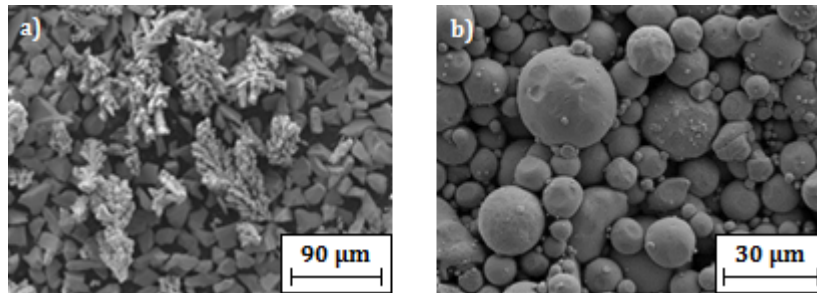


Figure 2.4 : Observation MEB des poudres a) Dycomet et b) UTBM

### 1.3.2. Poudres pour la projection sur substrats composites

Même si la poudre commerciale composite Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a été utilisée lors de certains tests préliminaires sur les substrats composites, ses propriétés abrasives la rendent peu adaptée au traitement de ce type de matériaux. C’est pourquoi des poudres métalliques pures ont préférentiellement été retenues. Outre la poudre pure de cuivre présentée précédemment, une poudre Cu – 0,1% Ag (UTBM) a aussi été utilisée dont différents lots de granulométries différentes (Figure 2.5) ont pu être sélectionnés par tamisage (Tableau 2.3).

Tableau 2.3 : Granulométrie des 3 lots de poudre Cu – 0,1% Ag

Poudre	d <sub>10</sub> (µm)	d <sub>50</sub> (µm)	d <sub>90</sub> (µm)
Fine (F)	5,1	10,1	18,3
Moyenne (M)	13,6	23,2	39,4
Large (L)	19,3	37,9	68,6

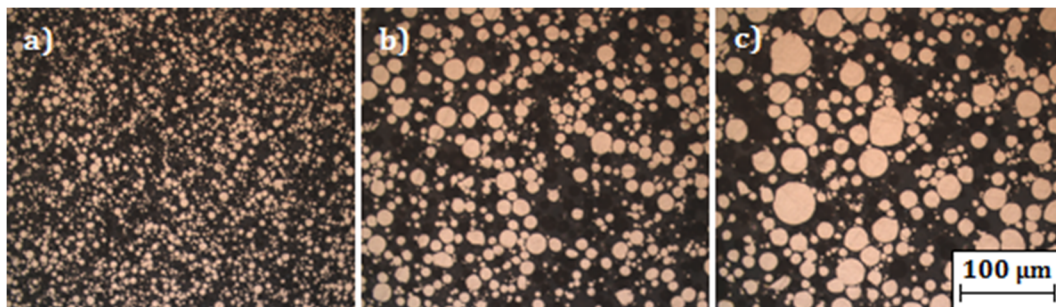


Figure 2.5 : Observation au microscope optique de a) la poudre F, b) M et c) L

## 2. PROCÉDÉS

### 2.1. Projection Cold Spray Basse Pression (LPCS)

L'équipement LPCS retenu dans le cadre de ces travaux est un modèle DYMET 423, fabriqué par la société Obninsk Center for Powder Spraying (OCPS, Obninsk, Russie) et distribué en Europe par Dycomet (Akkrum, Pays-Bas). Le système se compose de 3 éléments : deux poudriers, un bloc de contrôle des poudriers et du gaz, et le pistolet de projection équipé d'une buse céramique K6 de 139 mm de long avec un ratio convergent/divergent de 1,882 (Figure 2.6). La torche est reliée à l'ensemble par deux tuyaux d'alimentation en poudre et en gaz (Figure 2.7).

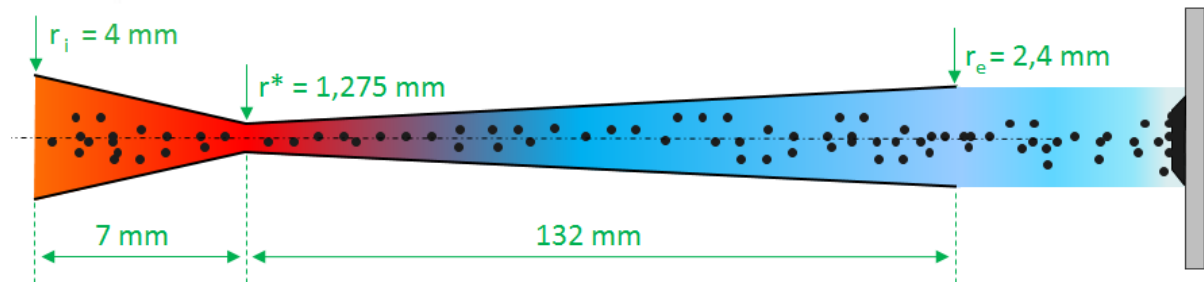


Figure 2.6 : Schéma en coupe de la buse K6

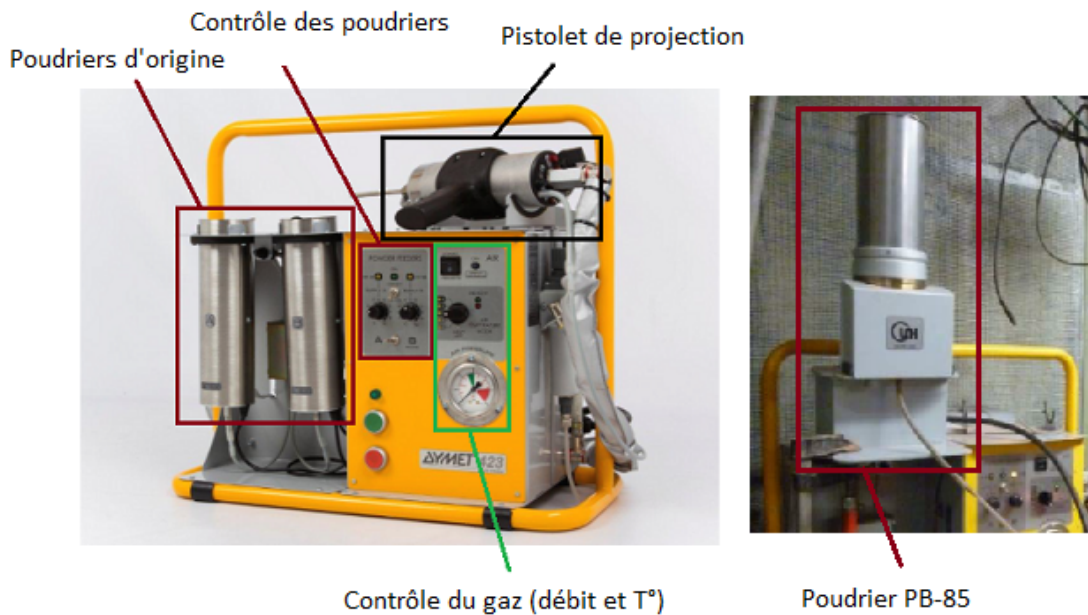


Figure 2.7 : Système de Cold Spray Basse Pression DYMET 423

L'ensemble du système se caractérise par sa simplicité, tant par sa conception que son utilisation. En effet cette machine a été conçue pour être portable (550x260x480 mm pour seulement 20 kg, pistolet compris), son application principale étant des opérations de rechargement et de réparation de pièces nécessitant de pouvoir déplacer l'équipement sur le terrain. L'équipement est ainsi adapté pour être branché sur une simple prise murale ou un générateur 220 V et peut fonctionner avec de l'air comprimé ou du gaz issu de bouteilles.



La pression d'entrée du gaz est limitée à 12 bars, pour une consommation généralement comprise entre 0,3 et 0,4 m<sup>3</sup>/min (valeurs pour de l'air comprimé). Le gaz peut être utilisé directement sans préchauffage ou chauffé à 4 niveaux de température, pour des températures allant donc de l'ambiante à environ 500 °C en sortie de buse, grossièrement par paliers de 100 °C. Il est impossible de régler la température du gaz à une autre que ces 5 paliers, ce qui peut se révéler être problématique pour optimiser la projection avec ce matériel. Les deux poudriers d'origine ne permettant pas d'obtenir des débits de poudres stables, un autre poudrier (rotatif, modèle PB-85) a donc été installé (Figure 2.7) afin de maîtriser le débit de poudre et mener à bien cette étude.

Le pistolet de projection du DYMET 423 a été pensé pour être manipulable à la main par un opérateur. Néanmoins pour des raisons de répétabilité le pistolet a été installé sur la tête d'un robot programmable 6 axes ABB placé dans la cabine de projection. Les échantillons, placés en vis-à-vis du pistolet ont été fixés sur divers supports (Figure 2.8) selon leurs morphologies et traités par un balayage du robot perpendiculairement à la surface des échantillons.



Figure 2.8 : Support utilisé pour projeter sur les pions en aluminium utilisés pour les essais d'adhérence, la zone balayée par le robot est visible avec le cuivre déposé sur le support

Afin de limiter au maximum les risques de colmatage lors des projections de poudres ne contenant pas d'alumine, un refroidissement de la buse (Figure 2.9) au cours de la projection est systématiquement opéré. Comme en témoignent Wang et coll. [18], le colmatage peut en effet être réduit dans le cas du Cold Spray soit en réduisant la dispersion des particules dans la buse, limitant ainsi les impacts de particules sur la paroi, soit en refroidissant la buse. C'est pourquoi des solutions de refroidissement à l'eau ou encore à l'air peuvent être envisagées. La buse se démontant très simplement, l'intérieur est alors contrôlé visuellement entre chaque échantillon pour détecter un éventuel amas de matière par colmatage. Si besoin est, un bain d'acide nitrique permettant la dissolution du cuivre aggloméré peut être employé pour sa remise en service.

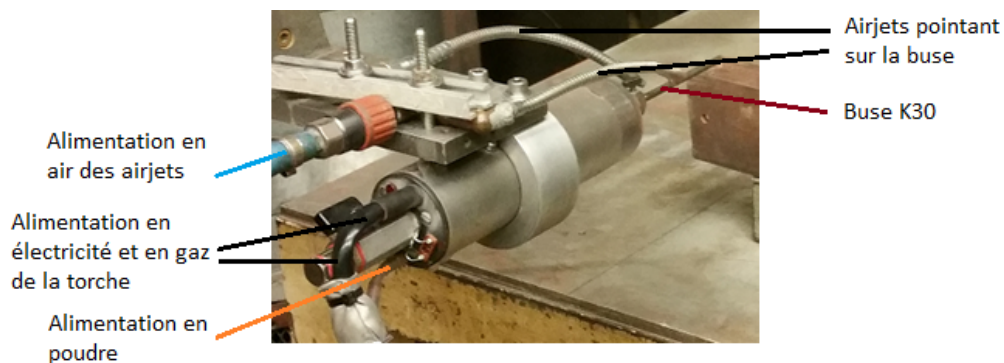


Figure 2.9 : Installation des air jets de refroidissement de la buse au niveau de la tête du robot

## 2.2. Texturation Laser

Les texturations laser des substrats en aluminium 5083 ont été effectuées par la société ILS (Industrial Laser Systems, Vanves, France, partenaire du projet EMLACS) à l'aide d'un équipement de texturation (Figure 2.10) muni d'un laser à fibre pulsé d'une longueur d'onde de 1070 nm, avec un spot de type gaussien de 50  $\mu\text{m}$  de diamètre. La durée de pulsation a été fixée à 200 ns pour une puissance moyenne de 18 W et une fréquence de 20 kHz, soit une puissance instantanée de 4,5 GW pour une fluence de 45,8  $\text{J}\cdot\text{cm}^{-2}$ . Le choix de ces paramètres a été effectué par l'industriel sur la base de morphologies préconisées lors d'études antérieures [19]–[21] afin d'obtenir une texturation régulière et de qualité répétable entre les échantillons tout en conservant un temps de process acceptable, de l'ordre de quelques dizaines de secondes pour une plaque de 5  $\text{cm}^2$ .

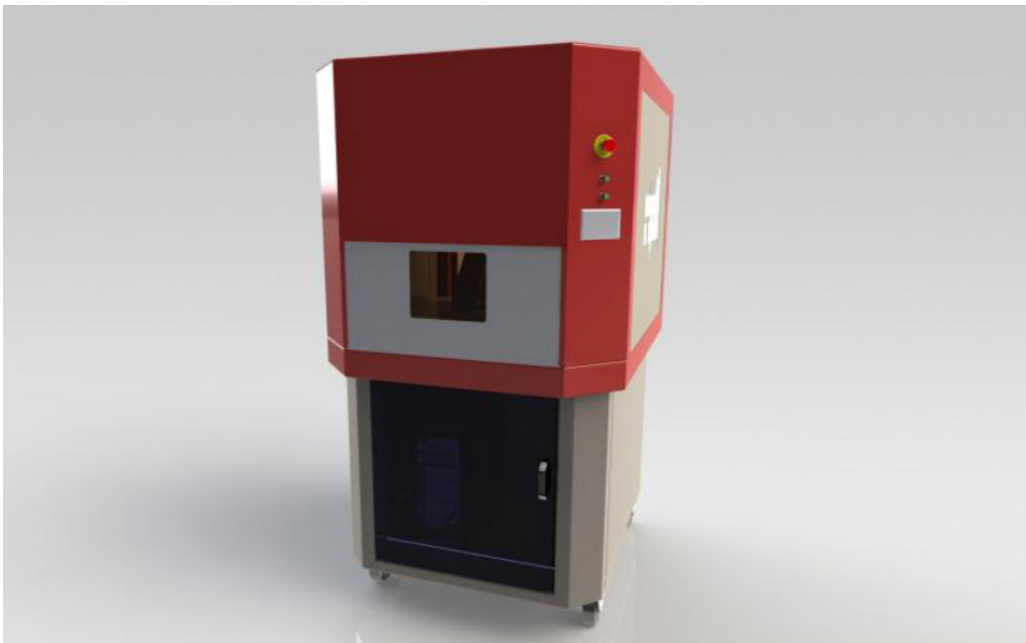


Figure 2.10 : Équipement de texturation utilisé par ILS pour effectuer les texturations sur les substrats métalliques

Les motifs de texturation sont constitués de trous à dimensions variables selon les échantillons, agencés selon un quadrillage régulier (Figure 2.11). 4 dimensions de trous ont été retenues pour cette étude et sont présentées dans le Tableau 2.4, le choix de ses dimensions étant motivé et expliqué dans le Chapitre 4 (§2.1).

Tableau 2.4 : Géométries des trous de texturation réalisés sur les substrats en aluminium 5083

Texturation	Profondeur P ( $\mu\text{m}$ )	Rayon R ( $\mu\text{m}$ )	Espacement ( $\mu\text{m}$ )
P1	20	25	90
P2	40	27,5	90
P3	50	30	90
P4	60	30	90



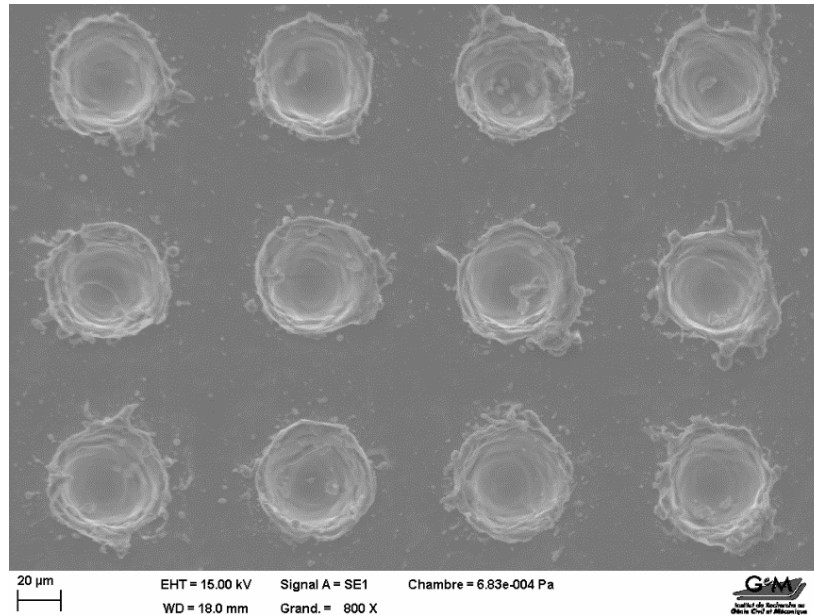


Figure 2.11 : Exemple de texturation réalisée par ILS sur un substrat aluminium, observé au MEB. Diamètre des trous 40 µm, espacement entre les trous 90 µm.

### 3. TECHNIQUES DE CARACTÉRISATION

La caractérisation des substrats et des dépôts obtenus est essentielle à la compréhension des phénomènes ayant lieu durant et après la projection. Dans cette partie, les outils et les moyens de caractérisation sont présentés, ainsi que les propriétés et conclusions recherchées pour chaque moyen mis en œuvre. Certaines caractérisations ont également été effectuées sur les substrats avant la projection pour mieux comprendre les mécanismes d'impact et l'influence des propriétés évaluées sur le rendement de projection ou les propriétés finales des dépôts obtenus.

#### 3.1. Caractérisations en cours de projection

##### 3.1.1. Mesures du rendement et du débit de poudre

Couramment estimé dans le domaine de la projection thermique, le rendement de projection ou DE (Deposition Efficiency) permet de caractériser l'efficacité d'un procédé de projection. Le DE est calculé en effectuant le ratio (Équation 2.1) entre la masse du dépôt obtenu ( $m_{\text{dépôt}}$ ) et la masse théorique ( $m_{\text{th}}$ ) de dépôt que l'on obtiendrait si l'intégralité des particules projetées adhérait au substrat.

$$DE = \frac{m_{\text{dépôt}}}{m_{\text{th}}} * 100 \quad \text{Équation 2.1}$$

La masse théorique  $m_{th}$ , exprimée en g/s, est déterminée par l'Équation 2.2 :

$$m_{th} = \frac{P L \rho_v}{60 V} \quad \text{Équation 2.2}$$

Avec :

- $\rho_v$  le débit massique de poudre (g/min)
- P le nombre de passages de la torche devant l'échantillon
- L la largeur de l'échantillon (mm)
- V la vitesse de déplacement du robot (100 mm/s)

Le débit massique de poudre est mesuré en débranchant le tuyau d'acheminement de la poudre vers la torche et en déclenchant le poudrier pendant 1 minute. La poudre tombe alors directement dans un réceptacle et la masse est mesurée à l'aide d'une balance Sartorius modèle CP64 (0,1 mg de précision). La masse du dépôt obtenu  $m_{dépôt}$  est mesurée avec la même balance.

Ainsi, quelles que soient les conditions de travail (substrats métalliques ou composites) et des lots de poudres utilisés (composite, pure), les rendements de projection ont été relevés parfois de manière globale à l'échelle du revêtement ou plus précisément couche par couche, permettant de caractériser le rendement de la projection selon les conditions expérimentales mises en œuvre.

### 3.1.2. Mesure des vitesses de particules par DPV

Pour évaluer les conditions réelles de projection et d'impact des particules suivant les paramètres de projection (température et pression du gaz), la vitesse des particules a été déterminée en utilisant le système DPV-2000 développé par la Tecnar Automation Ltée (Saint-Bruno-de-Montarville, Canada). Cette technique a d'abord été développée dans les années 80 pour mesurer la vitesse des particules en projection plasma et se base sur un capteur optique équipé d'un masque pourvu de deux fentes parallèles. Le capteur est placé perpendiculairement au jet de matière (Figure 2.12). Lorsqu'une particule passe devant la première fente du masque, le capteur enregistre un signal, puis la particule continue son chemin et passe devant la seconde fente en générant un second signal [22]. Il est alors possible de remonter à une mesure de la vitesse de la particule, connaissant l'espacement entre les fentes et la distance du capteur par rapport au jet de matière. Cette vitesse peut être corrélée à une mesure du diamètre de la particule observée, permettant de caractériser efficacement la distribution des vitesses dans le jet de gaz en fonction de la granulométrie de la poudre utilisée.

Dans le cas de la projection plasma, les particules émettent naturellement assez de lumière pour être détectées par le capteur grâce à leur température très élevée (état de fusion), qui peut elle aussi être mesurée. Pour le Cold Spray en revanche la température est très basse et les particules ne sont pas assez émissives pour être détectées. Il a donc été nécessaire d'adapter la technique en ajoutant un laser dont le rôle est d'illuminer les particules lors de leur passage devant le masque. À la différence de la projection thermique, il est en revanche impossible de mesurer la température des particules pour le Cold Spray, l'émissivité des particules étant trop faible par rapport à celle du gaz porteur.

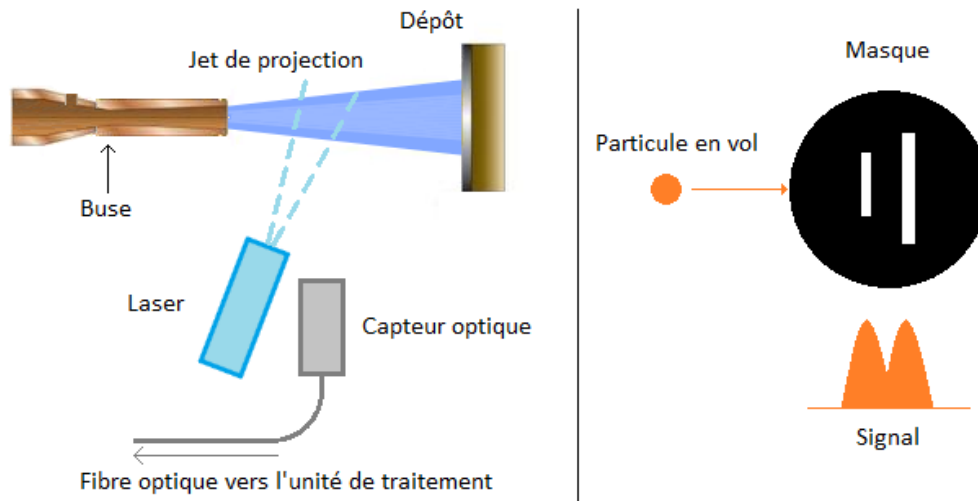


Figure 2.12 : Schéma de fonctionnement du DPV-2000 [22]

### 3.2. Caractérisation des revêtements par microscopie et analyse d'images

#### 3.2.1. Préparation des échantillons en coupe et attaques chimiques

Une grande majorité des caractérisations post-projection se sont basées sur des observations microscopiques en coupe des échantillons. Pour ce faire, les échantillons ont dû être tronçonnés puis enrobés à l'aide d'une résine polymérisant à froid (type époxy) avant d'être polis mécaniquement. Le polissage a été effectué à l'aide de papiers SiC de grades successifs 360, 500, 600, 800, 1200 et enfin 4000. Deux étapes de finition ont ensuite été rajoutées en utilisant un drap de feutre imbibé de suspension de diamants DiaPro (Struers) de 3  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$ .

Des attaques chimiques ont été effectuées sur certains échantillons afin de révéler la forme des particules déformées dans les dépôts. Le choix de la solution d'attaque s'est porté sur le réactif de Sans compte tenu de la composition du revêtement et qui se compose de 5 g de  $\text{FeCl}_3$  dissouts dans 2 mL d'acide chlorhydrique et 96 mL d'éthanol. Un peu de réactif est versé dans un bécher lui-même placé dans un cristalliseur contenant de l'eau et des glaçons afin de refroidir le réactif dont la réaction d'oxydoréduction avec le cuivre ( $\text{FeCl}_3 + \text{Cu} \rightarrow \text{FeCl}_2 + \text{CuCl}$ ) peut être fortement exothermique. L'échantillon est plongé à l'aide d'une pince pendant 20 secondes dans le réactif en agitant légèrement, puis l'attaque est stoppée par un rinçage à l'eau distillée.

#### 3.2.2. Microscopie

##### 3.2.2.1. Microscopie optique

Un microscope optique à réflexion Nikon Inverted Microscope Epiphot-TME a été utilisé, couplé au logiciel Perfect Image permettant l'acquisition des clichés. Il a principalement été employé pour mesurer l'épaisseur des dépôts, avec des grossissements de 5x, 20x et 40x.

### 3.2.2.2. Microscopie électronique à balayage

Le Microscope Électronique à Balayage (MEB) a été le moyen de caractérisation principal de cette étude. Il s'agit d'un Zeiss EVO 40 (Figure 2.13), possédant notamment l'avantage de pouvoir être utilisé en vide poussé (mode HV, entre  $10^{-4}$  et  $5.10^{-3}$  Pa), en pression partielle (mode EP, entre 10 et 25 Pa) ou en conditions environnementales (pression atmosphérique). D'une manière générale, les échantillons avec un substrat en aluminium ont été observés en mode HV, alors que les composites ont souvent été observés en mode EP. En effet, la présence de PEEK, matériau isolant, entraînait l'apparition de charges électriques en surface des échantillons qui faussaient les observations. Le mode EP possède l'avantage d'effectuer un balayage à l'azote des échantillons dans la chambre du MEB, ce qui réduit voire élimine totalement les charges électriques et donc permet d'obtenir des images de meilleure qualité, même si le mode EP entraîne une légère perte en résolution.

La majorité des images ont été réalisées avec une tension de 15 kV et une taille de sonde de 150 pA. Deux détecteurs ont été utilisés : le détecteur à électrons secondaires (SE1) et le détecteur à électrons rétrodiffusés (CZ BSD). Le choix du détecteur varie selon les observations voulues, le SE1 permettant d'avoir une très bonne impression de relief, mais ne permettant pas de distinguer les matériaux, alors que le CZ BSD de son côté permet d'obtenir des contrastes très élevés en fonction des matériaux présents dans la zone d'observation, au détriment d'une impression de relief réduite à néant.



Figure 2.13 : Zeiss EVO 40 et l'interface de contrôle associée

### 3.2.3. Mesures d'épaisseurs

La mesure d'épaisseur de dépôt Cold Spray peut parfois se révéler compliquée, notamment compte tenu de l'état de surface de ces dépôts qui présente une irrégularité importante. Une méthode compatible avec l'utilisation du logiciel Perfect Image a donc été mise au point afin d'obtenir une méthode fiable avec un minimum de points de mesure.

Trois dépôts de cuivre effectués sur des substrats aluminium ont été choisis parmi les dépôts les plus difficiles à mesurer, à savoir les plus rugueux et ont été observés en coupe à l'aide du microscope

optique. L’épaisseur a été mesurée en 63 points équirépartis sur chaque dépôt (Figure 2.14), puis la moyenne et l’écart-type ont été calculés (Figure 2.15) en fonction du nombre de mesures.

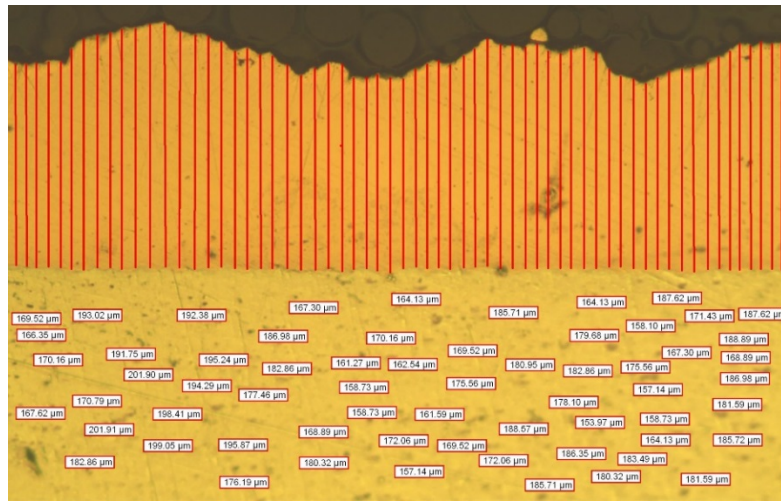


Figure 2.14 : Exemple d’un des trois dépôts utilisé pour la détermination du nombre de mesures d’épaisseur nécessaires pour obtenir une valeur acceptable

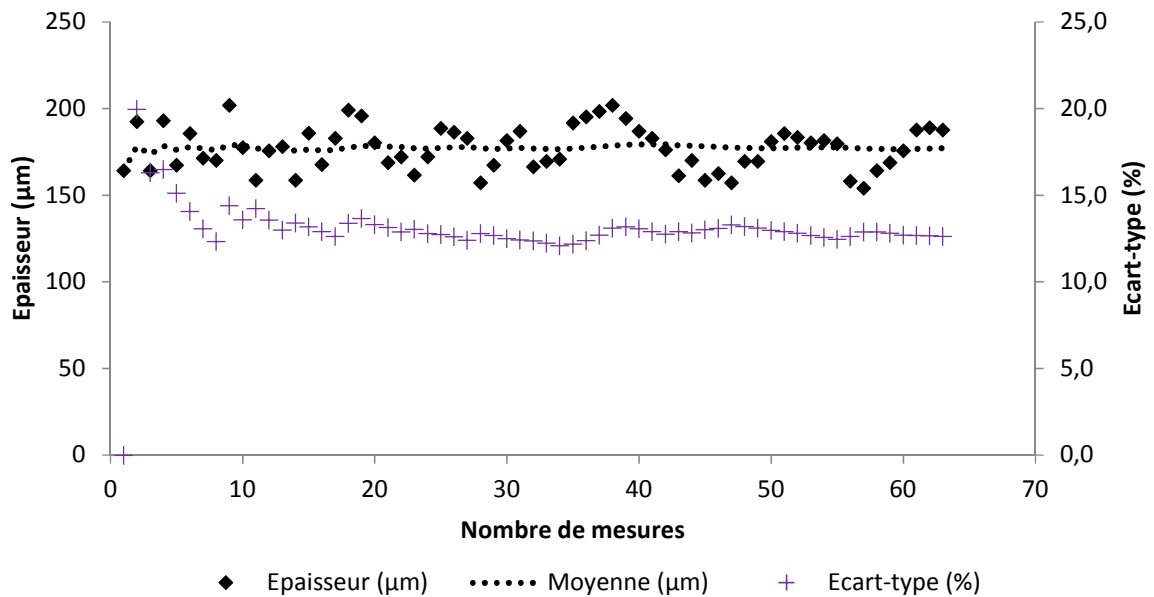


Figure 2.15 : Épaisseurs mesurées, moyenne sur l’épaisseur et écart-type en fonction du nombre de mesures sur un des trois échantillons

Les trois dépôts présentent des résultats similaires, l’épaisseur moyenne se stabilisant rapidement et donnant un résultat ne variant quasiment plus après 5 mesures environ. L’écart-type quant à lui donne une valeur relativement stable après une dizaine de mesures. Au vu de ces résultats, le protocole de mesure suivant a donc été mis en place : le dépôt d’épaisseur inconnue est observé au microscope optique et deux images sont prises à deux endroits différents dans la longueur de

l'échantillon. Chaque image est alors divisée en deux, puis chaque moitié d'image de nouveau en deux et le process est répété une troisième fois (Figure 2.16), donnant ainsi 7 points de mesure d'épaisseur du dépôt et donc 14 mesures en cumulant les deux images. La moyenne de ces 14 valeurs est alors considérée comme étant l'épaisseur du dépôt.

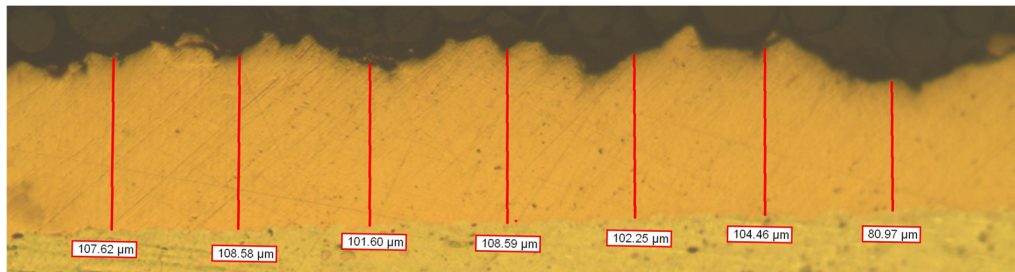


Figure 2.16 : Illustration de la répartition des 7 points de mesure d'épaisseur sur une image de dépôt (Gross. 200X)

### 3.2.4. Caractérisation de la porosité

Afin d'approfondir le degré d'analyse des revêtements nouvellement élaborés, la porosité des matériaux a ensuite été calculée à partir d'observations MEB effectuées avec le détecteur d'électrons rétrodiffusés (CZ BSD). Ce choix de détecteur se justifie par l'obtention d'un meilleur contraste entre le dépôt et les porosités. Le post-traitement des images MEB se divise en plusieurs étapes, à l'aide du logiciel GIMP.

Tout d'abord le dépôt est isolé : la résine d'enrobage, le substrat ainsi que la légende sont effacés de l'image et remplacés par des pixels transparents, qui apparaissent blancs sur les images, mais ne sont pas pris en compte par le logiciel lors du comptage de pixels. Ensuite un seuillage est appliqué, permettant de binariser l'image en attribuant la couleur noire au dépôt et le blanc à la porosité (Figure 2.17). GIMP permet alors grâce à l'outil histogramme d'obtenir le pourcentage de pixels blancs ou noirs sur l'image, c'est-à-dire le taux de porosité. Il est à noter que ce taux ne prend en compte que la porosité fermée présente à l'intérieur du dépôt, l'éventuelle porosité présente entre le dépôt et le substrat n'est pas incluse dans la mesure.

Ce protocole est appliqué sur 5 images MEB par dépôt, prises sur la longueur de l'échantillon afin de garantir une mesure représentative. Une attention toute particulière est portée néanmoins sur la préparation en coupe, plus précisément sur le polissage et le nettoyage des échantillons destinés à la caractérisation de la porosité. En effet, le moindre artéfact de polissage peut fausser la mesure (arrachement, rayure...), de même que d'éventuelles impuretés (poussière...) se déposant sur l'échantillon avant le passage au MEB.

La porosité des dépôts a été caractérisée pour les substrats en composite uniquement. Les dépôts réalisés sur substrats métalliques n'ont pas été caractérisés au cours de cette étude pour deux raisons. La première est que les dépôts de cuivre pur obtenus sur substrats métalliques présentent très peu de porosité visible au MEB. La seconde concerne le cas des dépôts réalisés avec une poudre composite Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : l'alumine apparaissant de la même couleur que les porosités sur les images MEB, il est impossible de caractériser efficacement la porosité de ces dépôts par cette méthode.

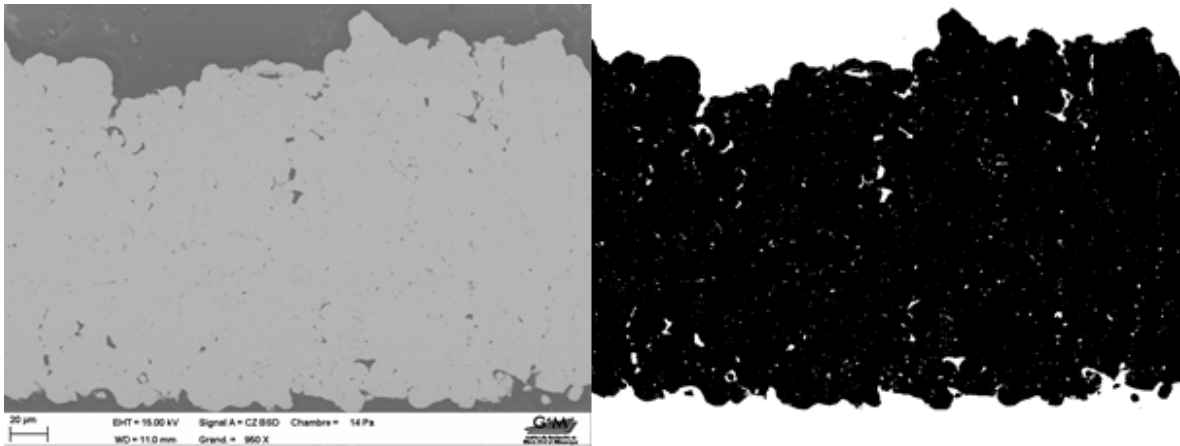


Figure 2.17 : Image MEB avant/après traitement d'un dépôt poreux de Cu – 0,1% Ag sur substrat composite

### 3.2.5. Caractérisation élémentaire des dépôts (EDX)

Lorsque l'on irradie un échantillon à l'aide d'un faisceau d'électrons (MEB, MET), celui-ci va générer en réponse des rayons X caractéristiques des atomes présents à sa surface (Figure 2.18). L'analyse EDX (Energy Dispersive X-ray) permet dans ce cas de détecter ces atomes au moyen d'un spectromètre (dans notre cas un Bruker AXS installé sur le MEB). L'EDX est plus limitée que certaines autres techniques de spectroscopie (Castaing, EELS...) et ne permet pas par exemple de caractériser les liaisons interatomiques, mais permet en revanche d'obtenir la composition chimique élémentaire d'un échantillon de manière très rapide (quelques minutes d'acquisition) et de cartographier la dispersion des éléments sur la surface avec des concentrations détectables pouvant descendre jusqu'à  $10^{-4}$  à  $10^{-3}$  ppm.

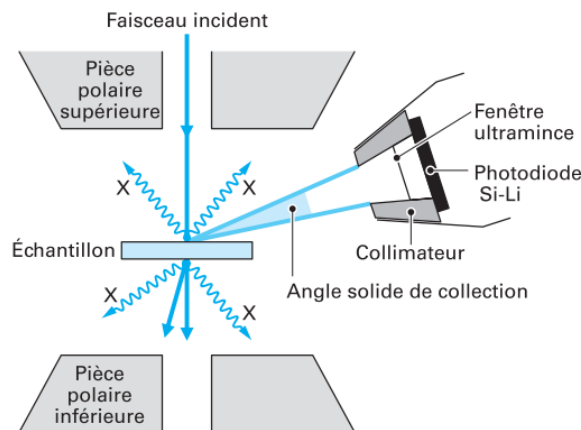


Figure 2.18 : Schéma explicatif du fonctionnement d'une analyse EDX [23]

L'EDX a été nécessaire en quelques occasions au cours de cette étude, notamment pour les dépôts en  $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$  afin de pouvoir différencier les grains d'alumine, les fissures et les porosités qui apparaissent tous comme des taches noires et ne sont donc pas différenciables sur les images MEB.



### 3.3. Évaluation des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X

#### 3.3.1. Principe de la DRX et analyse des contraintes résiduelles

L'application la plus importante de la diffraction des rayons X est l'identification des phases présentes dans un échantillon cristallin ou semi-cristallin. Soumis à un rayonnement incident de longueur d'onde  $\lambda$ , certains plans cristallographiques d'un cristal, désignés par leurs indices de Miller (hkl), peuvent réfléchir une petite partie de la radiation reçue dans des directions particulières. Chaque phase cristallisée présente un diffractogramme unique, l'emplacement des raies dépendant de la distance interréticulaire  $d_{(hkl)}$  entre les plans cristallographiques et l'intensité des raies de l'arrangement des atomes dans le cristal. Il est alors possible d'obtenir un diffractogramme présentant de multiples pics permettant une identification des phases diffractantes. Lorsque cette diffraction se produit sur un ensemble de cristallites constituant un volume diffractant  $V_d$ , il est possible d'écrire la loi de Bragg sous cette forme :

$$2 \langle d_{(hkl)} \rangle_{V_d} \sin(\langle \theta_{(hkl)} \rangle_{V_d}) = \lambda \quad \text{Équation 2.3}$$

Lorsqu'un échantillon est soumis à une contrainte, qu'elle soit appliquée ou résiduelle, la distance interréticulaire  $d_{(hkl)}$  entre les plans cristallographiques s'en trouve modifiée (Figure 2.19), induisant une variation de l'angle de Bragg  $2\theta_{(hkl)}$ . Cette variation se matérialise alors sur les diagrammes par un déplacement du pic de Bragg par rapport au diffractogramme du matériau libre de contraintes, ce qui permet de déterminer la valeur de la déformation induite sur le réseau cristallin et donc d'évaluer localement les niveaux de contraintes dans un échantillon [24].

L'objectif dans cette étude a été d'utiliser la DRX pour vérifier si la texturation laser du substrat avant projection pouvait avoir une influence sur les contraintes résiduelles dans le dépôt et donc la tenue mécanique du revêtement. L'analyse des contraintes résiduelles a été réalisée à l'aide d'un goniomètre Calypso-SEIFERT équipé d'une source de rayons X et d'un détecteur (Figure 2.20). L'acquisition des pics de diffraction a été effectuée en montage  $\Omega$ , en utilisant la raie  $K_\alpha$  d'une anticathode en cuivre.

Le choix de la raie étudiée sur le diffractogramme doit respecter trois critères : la raie sélectionnée doit être bien définie, avoir une géométrie reconnaissable et être située à un angle  $2\theta$  relativement élevé. Ce dernier critère est lié au déplacement du pic de Bragg qui devient plus important quand  $2\theta$  augmente, améliorant ainsi la précision de la mesure.

En prenant en compte ces 3 points, le choix s'est donc porté sur la raie {331} avec le rayonnement de cuivre, se situant initialement à  $2\theta = 136,5^\circ$  (Figure 2.21). Cependant à l'approche de l'interface cuivre/aluminium les mesures ont dû être effectuées à l'aide de la raie {420} ( $2\theta = 144,8^\circ$ ), l'aluminium présentant un pic à  $137,5^\circ$  qui vient perturber les mesures effectuées sur la raie {331} (Figure 2.22). Une fois l'interface atteinte et nettoyée de tout le cuivre restant, ce pic à  $2\theta = 137,5^\circ$  (raie {422}) a ensuite été utilisé pour calculer les contraintes dans le substrat d'aluminium. Les mesures ont été effectuées avec un collimateur avant (polycapillaire avec une divergence de  $0,3^\circ$ ) de 1 mm de diamètre pour les échantillons. Devant le détecteur, des fentes de Soller longues ont été utilisées pour limiter la divergence axiale du faisceau. Les mesures sont effectuées suivant 16 angles de déclinaison  $\psi$  :  $-48^\circ, -42^\circ, -36^\circ, -30^\circ, -24^\circ, -18^\circ, -12^\circ, -6^\circ, 0^\circ, 9^\circ, 15^\circ, 21^\circ, 27^\circ, 33^\circ, 39^\circ, 45^\circ$ . L'intervalle de mesure  $2\theta$  est compris entre  $132^\circ$  et  $142^\circ$  avec un pas d'acquisition de  $0,1^\circ$  et un temps d'acquisition de 5 secondes par pas.



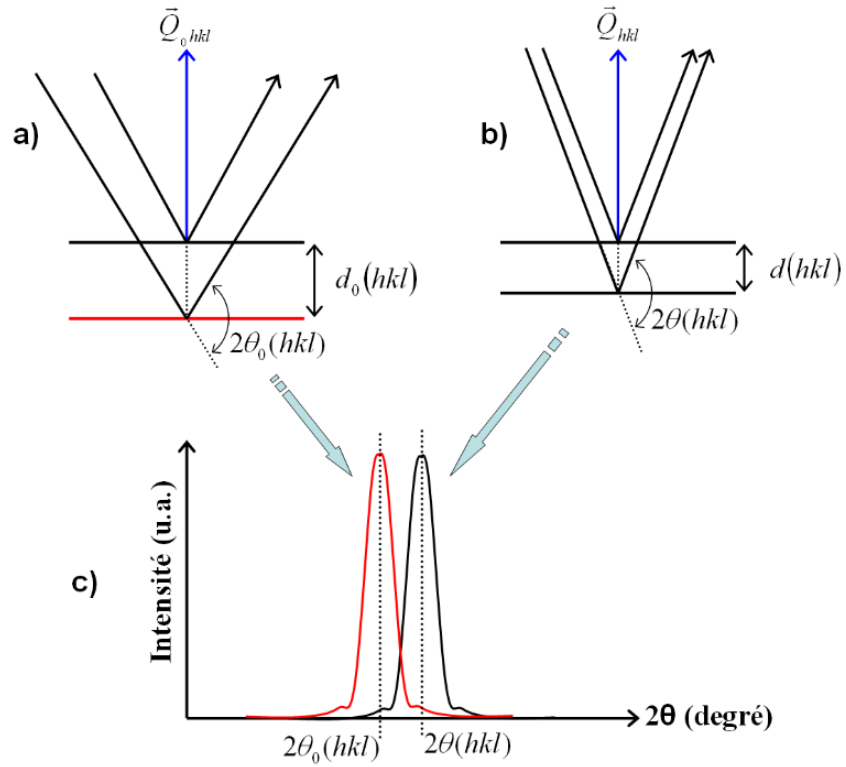


Figure 2.19 : Explication du principe de la DRX. a) Rayon incident et diffracté par un réseau cristallin non déformé b) Réseau déformé, soumis à une contrainte c) Déplacement du pic de Bragg [25]

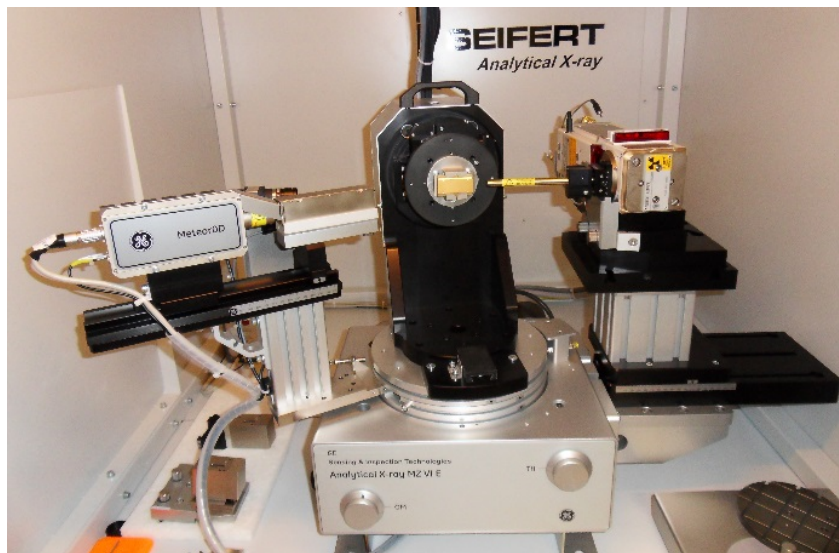


Figure 2.20 : Goniomètre Calypso SEIFERT

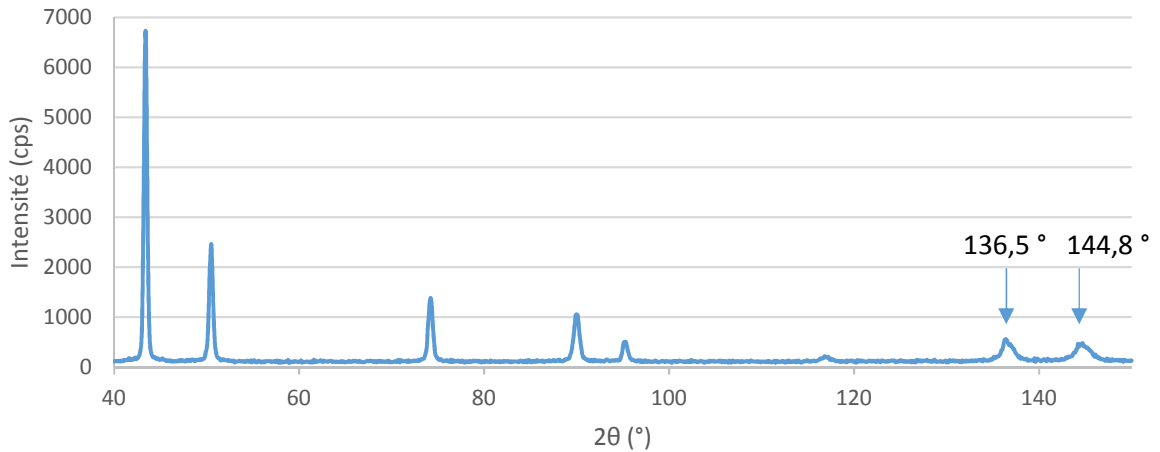


Figure 2.21 : Diffractogramme d'un dépôt de cuivre pur

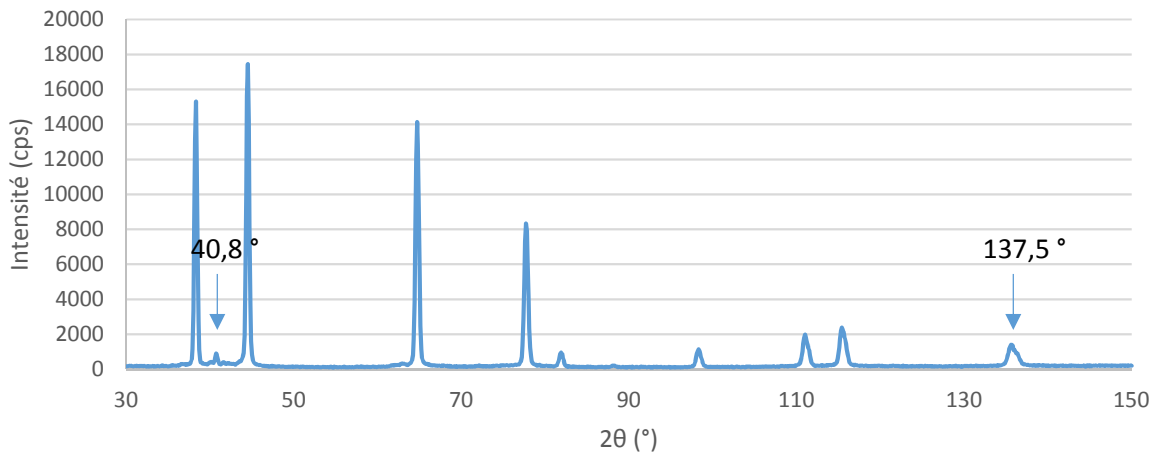


Figure 2.22 : Diffractogramme du substrat en alliage d'aluminium AW 5083

Il est à noter que malgré le fait que le substrat soit un alliage, le diffractogramme est extrêmement similaire à celui de l'aluminium pur. Seul un pic présent à  $2\theta = 40,8^\circ$  diffère, présentant une intensité très faible. L'absence d'autres pics singuliers ne permet pas de déterminer avec certitude la provenance de ce pic, qui peut néanmoins selon toute vraisemblance être attribué à la présence d'un oxyde.

Pour calculer les contraintes résiduelles, un repère macroscopique a été défini pour les échantillons par rapport au balayage de la torche Cold Spray. Le calcul complet du tenseur des contraintes est effectué au travers de la méthode des  $\sin^2\psi$  pour trois directions  $\phi$  différentes, respectivement  $0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$  (Figure 2.23). Les Constantes d'Élasticité Radiocristallographiques (CER)  $S_1$  et  $(1/2)S_2$  du cuivre et de l'aluminium sont déterminées par un modèle autocohérent élastique à partir des constantes d'élasticité du monocristal en supposant un échantillon macroscopiquement isotrope [24]. La contrainte  $\sigma_{11}$  correspond au sens longitudinal du balayage,  $\sigma_{22}$  au sens transversal et  $\sigma_{33}$  au sens de la profondeur du dépôt (Figure 2.24). L'hypothèse  $\sigma_{33} = 0$  est posée en raison de la faible pénétration des RX dans le cuivre ( $7,9 \mu\text{m}$  pour la famille de plans cristallins  $\{331\}$  pour une anticathode de Cu) [26].

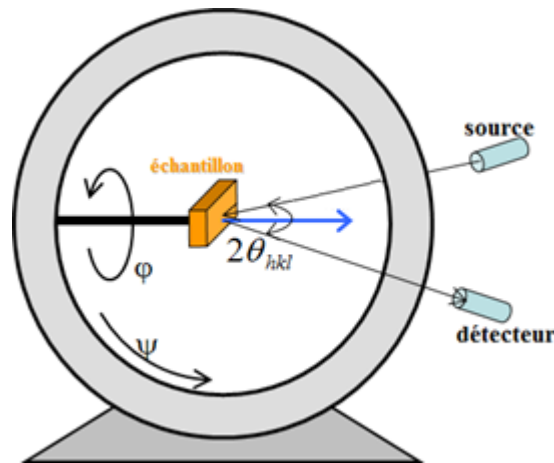


Figure 2.23 : Schéma des angles  $\psi$  et  $\phi$  utilisés lors de la mesure par diffraction

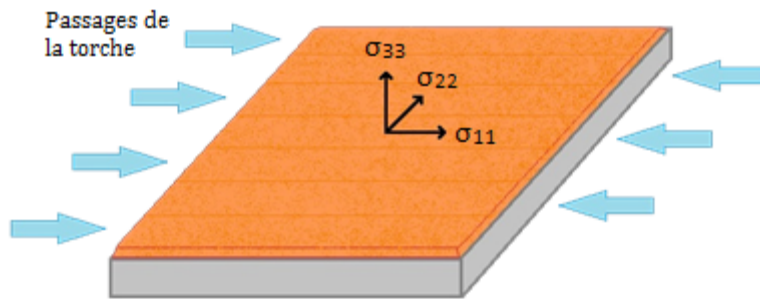


Figure 2.24 : Schéma du repère local utilisé pour le calcul des contraintes

La principale limitation de la diffraction des rayons X est la très faible pénétration des rayons dans les matériaux, généralement de l'ordre de quelques microns, et dépend de la longueur d'onde utilisée. Dans le cas du cuivre qui nous intéresse dans cette étude, la pénétration est de moins de  $10\ \mu\text{m}$  [27]. L'analyse est donc surfacique et ne permet pas d'obtenir une évaluation des contraintes dans le volume.

Dans notre cas, l'objectif était d'évaluer les contraintes résiduelles dans l'épaisseur de dépôts de plus de  $300\ \mu\text{m}$  d'épaisseur. Il a donc fallu venir creuser dans l'épaisseur des dépôts par petites étapes afin d'obtenir plusieurs points de mesures DRX et ainsi tracer l'évolution des contraintes sur l'ensemble du dépôt. Le polissage électrolytique a été retenu comme solution pour cette étude afin d'éviter toute influence néfaste sur l'état structural du matériau.

### 3.3.2. Préparation des échantillons par polissage électrolytique

Le polissage électrolytique, ou électropolissage, est un procédé de préparation de surface basé sur la dissolution superficielle d'une pièce métallique placée en anode au contact d'un électrolyte acide. Un courant continu est appliqué à l'ensemble, ce qui va déclencher le processus électrochimique de dissolution anodique et permettant ainsi d'arracher des atomes de la surface de la pièce, le temps de polissage et l'intensité du courant utilisée déterminant l'épaisseur enlevée à chaque passage dans la machine.

Cette préparation de surface possède plusieurs avantages pour notre étude :

- Rugosité résiduelle de la surface très faible ( $< 5 \mu\text{m}$ ), permettant aux RX de bien pénétrer dans la surface et de ne pas diffracter dans des grains proéminents
- Possibilité de polir une faible surface (dans notre cas un disque de rayon  $R = 1 \text{ cm}$ ) ce qui diminue le risque de relaxation des contraintes résiduelles
- N'engendre pas de contraintes résiduelles supplémentaires qui viendraient se mêler à celles présentes dans le dépôt et fausser les mesures, comme le ferait un polissage mécanique

Les polissages ont été réalisés à l'aide d'une machine POLIMAT (Jean Wirtz). Ce système se compose d'une unité de contrôle comprenant l'alimentation électrique et de l'unité de polissage (Figure 2.25), contenant l'électrolyte qui est mis en mouvement par une pompe pour affleurer au niveau de la zone de polissage et être en contact avec l'échantillon. L'ensemble est refroidi par un circuit d'eau indépendant et la température est contrôlée, une sécurité se déclenchant et coupant automatiquement le courant en cas d'échauffement trop important de l'électrolyte. Un électrolyte A2 (Struers) a été utilisé pour le cuivre et un électrolyte A3 pour creuser dans le substrat aluminium lorsque l'interface a été atteinte. Seuls des échantillons présentant un dépôt de cuivre pur sur substrat en aluminium ont été étudiés, les grains d'alumine dans les dépôts  $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$  perturbant le polissage et les mesures DRX.

Des polissages successifs ont donc été effectués afin d'obtenir des valeurs de  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  dans toute l'épaisseur du dépôt et dans le substrat. Les dépôts ont été réalisés de manière à atteindre au minimum  $400 \mu\text{m}$  d'épaisseur pour permettre suffisamment de points de mesure. Suite à des tests préliminaires, la polisseuse a été réglée pour le cuivre sur une tension de 30 V. Le premier polissage a été plus accentué (3 sessions de 40 secondes) afin d'obtenir une rugosité de surface convenable pour une première mesure de DRX puis les temps de polissage ont été réduits au fur et à mesure des étapes pour décaper plus finement et obtenir plus de points de mesure (1 session de 20 secondes proche de l'interface dépôt/substrat). Au total entre 9 et 11 sessions de décapage ont été nécessaires pour atteindre l'interface selon les échantillons. Une fois le substrat atteint, un décapage de 1 min a été effectué pour enlever le cuivre restant dans la zone. Ensuite l'électrolyte a été changé pour attaquer l'aluminium avec une tension de 44 V par sessions de 20 secondes.

L'épaisseur décapée a été mesurée à l'aide d'un comparateur mécanique Mitutoyo (ID-H0530/0560). La surface décapée présentant tout de même une légère rugosité résiduelle, 5 mesures ont été effectuées dans la zone décapée et l'épaisseur moyenne calculée a été arrondie à la dizaine de microns près.

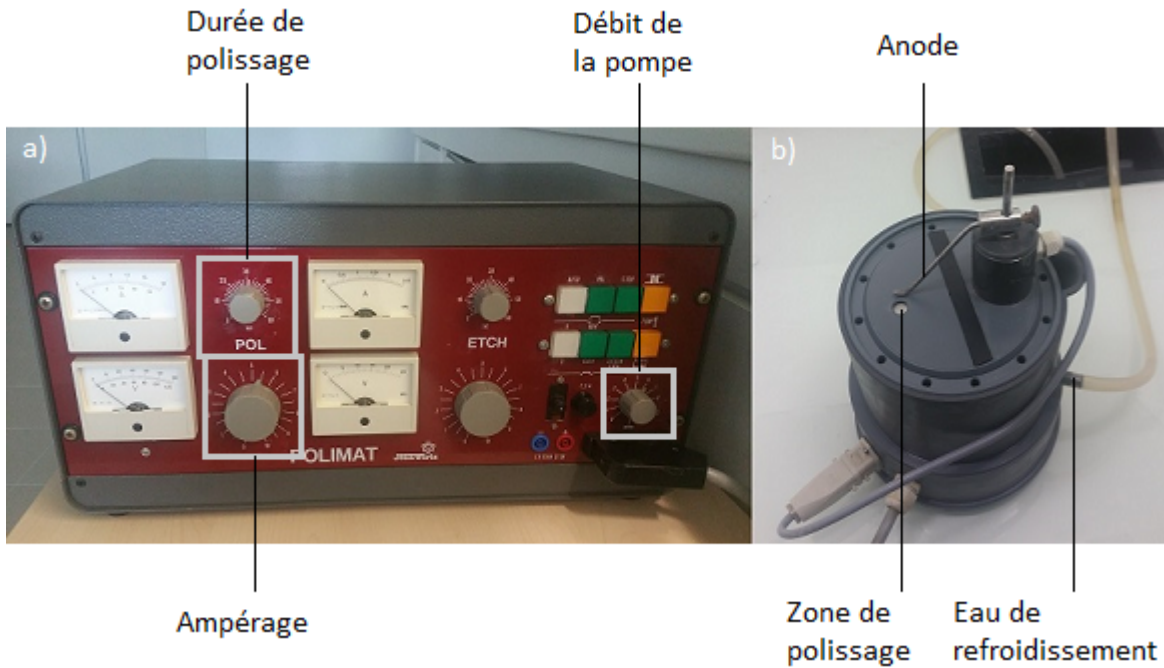


Figure 2.25 : Système POLIMAT avec a) le panneau de contrôle incluant le générateur de courant et b) l'unité de polissage

### 3.4. Évaluation de l'adhérence des revêtements par traction (Pull Off Test)

L'adhérence d'un dépôt se définit par sa résistance à la rupture. Dans le domaine de la projection thermique le test le plus fréquemment utilisé est le test de traction adhérence (Norme ASTM C633-79), qui permet d'obtenir une valeur globale de l'adhérence d'un revêtement sur un échantillon [28].

Les échantillons se présentent sous la forme de pions ( $\varnothing = 25 \text{ mm}$ ) sur lesquels sont effectués les dépôts sur une face, avec une épaisseur minimale de  $300 \mu\text{m}$  environ. L'échantillon revêtu est ensuite collé à deux contre-pions en acier de même diamètre et d'environ  $50 \text{ mm}$  de long. La colle utilisée est de type époxy sous forme de film afin de limiter la pénétration de la colle au sein des anfractuosités du revêtement (FM1000) et nécessite un maintien au four à  $190 \text{ }^\circ\text{C}$  pendant 2 heures afin de polymériser.

Le montage est ensuite placé sur une machine de traction ( $50 \text{ kN}$ - $500 \text{ mm}$  ESCOTEST) et est fixé à la traverse à l'aide de pas de vis usinés dans les contre-pions. Un essai de traction est alors effectué à une vitesse constante de  $1,26 \text{ mm/s}$  jusqu'à la rupture. L'adhérence ( $R_H$ , en MPa) est calculée en divisant la force à la rupture ( $F_m$ , en N) par la surface du substrat ( $S$ , en  $\text{mm}^2$ ) :

$$R_H = \frac{F_m}{S} \quad \text{Équation 2.4}$$

Selon la norme, l'essai doit être effectué sur au minimum 5 éprouvettes afin d'assurer la répétabilité des résultats. L'adhérence est alors simplement la moyenne des résultats obtenus.

La rupture peut se produire en plusieurs endroits. Dans le cas d'une rupture dite adhésive, elle apparaît à l'interface entre le dépôt et le substrat. Si elle se produit dans l'épaisseur du dépôt, on parle alors de rupture cohésive (Figure 2.26).

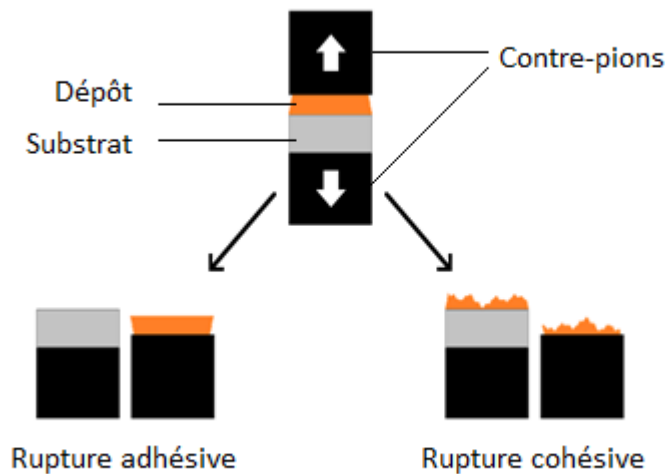


Figure 2.26 : Schéma d'un test de traction adhérence et des deux modes de rupture

Dans certains cas la rupture peut s'initier dans la colle, soit à cause d'un défaut de la colle (mauvaise cuisson, répartition non uniforme...), soit car la résistance à la rupture de l'ensemble substrat/dépôt est supérieure à la limite de la colle (75 MPa d'après les données du fabricant, en réalité la valeur est souvent plus faible). Les résultats de ces éprouvettes ne doivent pas être pris en compte.

### 3.5. Caractérisation thermique de la matrice organique par DSC

La calorimétrie différentielle à balayage (généralement connue sous le nom de DSC, pour Differential Scanning Calorimetry) est une technique permettant l'étude de la température d'un échantillon et ses échanges thermiques avec le milieu extérieur lorsqu'il est soumis à des variations de température. La DSC se caractérise par sa grande versatilité : détermination de températures caractéristiques (transition vitreuse, fusion...), étude du polymorphisme, études des diagrammes de phases binaires et ternaires, étude des réactions d'oxydation, de réduction, de réticulation et bien d'autres applications sont possibles [29].

Un équipement DSC 1 STAR System (METTLER-TOLEDO) équipé d'une cellule de mesure FRS 5 (Figure 2.27) a été utilisé au cours de cette étude. Les mesures ont été effectuées sur le composite PEEK/Fibre de carbone et sur le film de PEEK afin de quantifier les températures de transition vitreuse et de fusion des deux matériaux. Le taux de cristallinité du film avant et après l'ajout du film à la surface du composite (§1.2) a également été caractérisé pour repérer une éventuelle évolution de cette propriété due au traitement thermique de l'ensemble lors du procédé de modification du composite. En effet, il a été montré que plus le taux de cristallinité du PEEK augmente, plus ses propriétés mécaniques (notamment sa résistance à la rupture) augmentent [30], [31].

Les échantillons ont été encapsulés dans des creusets en aluminium de 40  $\mu$ L, un creuset vide servant d'échantillon témoin. Les deux creusets ont été percés avec une aiguille après avoir été scellés afin de prévenir un éventuel dégagement gazeux ou une dilatation thermique trop importante. Les mesures ont été effectuées sous balayage d'azote.



Figure 2.27 : Four et cellule de mesure FRS 5 de la machine DSC 1 STAR System

Le principe de la DSC repose sur la mesure de la différence d'énergie thermique fournie à l'échantillon à analyser par rapport à celle apportée à un corps inerte (témoin) au cours d'une variation contrôlée de température. On mesure alors les gradients de puissance électrique nécessaires pour maintenir l'échantillon et le témoin à une température identique, ce qui permet de tracer un diagramme de cette variation de puissance en fonction de la température du four. Lorsqu'une variation endo- ou exothermique se produit dans l'échantillon (Figure 2.28), on observe alors un pic qui peut être caractérisé grâce au logiciel associé pour obtenir les températures caractéristiques du pic étudié ( $T_{\text{Onset}}$  qui correspond au début du pic et  $T_{\text{Pic}}$  le maximum ou minimum du pic) ainsi que l'intégrale du pic (en mJ). Cette intégrale permet par exemple dans le cas d'un pic de fusion de remonter à l'enthalpie de fusion du matériau en connaissant la masse de l'échantillon introduite dans le creuset.

La masse des échantillons a été mesurée grâce à une balance RADWAG (modèle XA 82/220.3Y) précise à 0,01 mg. Cette masse varie entre 1 et 3 mg selon les échantillons et est incorporée dans le logiciel de la DSC pour le calcul automatique du taux de cristallinité qui est le rapport entre l'enthalpie de fusion mesurée sur l'enthalpie de fusion théorique du PEEK dans le cas où il serait 100% cristallin (130 J/g) [32] :

$$\chi_{\text{cv}\infty} = \frac{\Delta_{\text{h fusion}}}{\Delta_{\text{h 100\%}}} \quad \text{Équation 2.5}$$



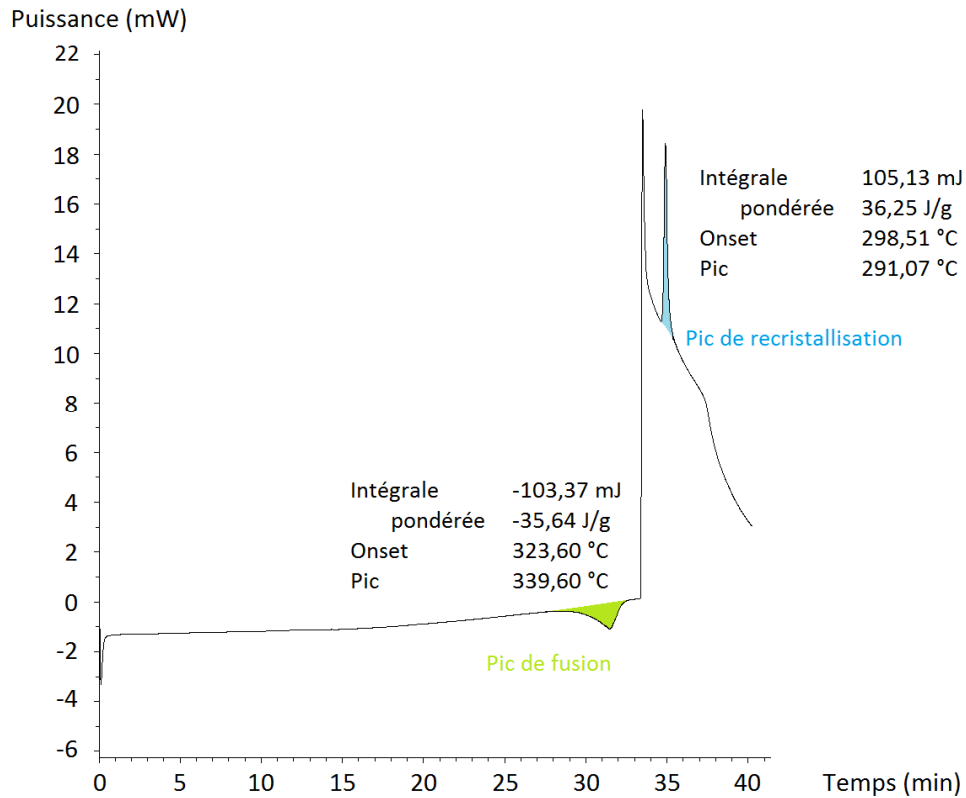


Figure 2.28 : Exemple d'une courbe de DSC réalisée sur le film de PEEK lite (§1.2), présentant un pic de fusion lors de la chauffe et un pic de recristallisation lors du refroidissement

### 3.6. Impacteur dynamique

La réponse dynamique d'un matériau soumis à un impact est intéressante pour comparer différents substrats dans le cas du Cold Spray. Il est alors possible de qualifier les comportements des matériaux en fonction de leurs caractéristiques initiales. Dans cette étude l'objectif a été de caractériser l'évolution de la réponse à l'impact des composites en fonction de leur état de surface, à savoir à l'état non modifié ou en présence d'une surcouche de PEEK, et d'essayer de corréliser les différences observées avec la construction (ou non) des dépôts de cuivre.

La caractérisation d'impacts dynamiques a été réalisée à l'aide d'un dispositif constitué d'une masse accélérée par un électro-aimant pour venir poinçonner un substrat par déformation plastique. Dans cette étude, une bille en céramique de 2 mm de diamètre (Spherotech, Fulda, Allemagne) est disposée à l'extrémité de la masse pour s'affranchir de toutes interactions physico-chimiques.

Ce dispositif a été converti en outil de caractérisation par le biais d'un capteur de force piézoélectrique (Kistler ICAM 5073) situé sous l'échantillon impacté et d'un capteur optique de déplacement (Figure 2.29). Ces deux capteurs permettent de tracer la force mesurée sous l'échantillon lors de l'impact (Figure 2.30) et le déplacement de l'impacteur en fonction du temps (Figure 2.31) avec une fréquence d'échantillonnage de 500 kHz. L'ensemble est relié à un ordinateur équipé du logiciel Labview avec un programme permettant de contrôler l'impacteur. L'acquisition est déclenchée lorsque le capteur de force mesure une variation de 5 Newtons, correspondant au début de l'impact. Les 2 millisecondes précédant le début de l'impact sont alors extraites de la mémoire tampon pour être



ajoutées aux mesures. Lors de l'impact (généralement 1 milliseconde de mesure), les capteurs enregistrent alors la remontée de l'impacteur après rebond jusqu'à la fin de l'acquisition, pour une durée totale de 5 ms.

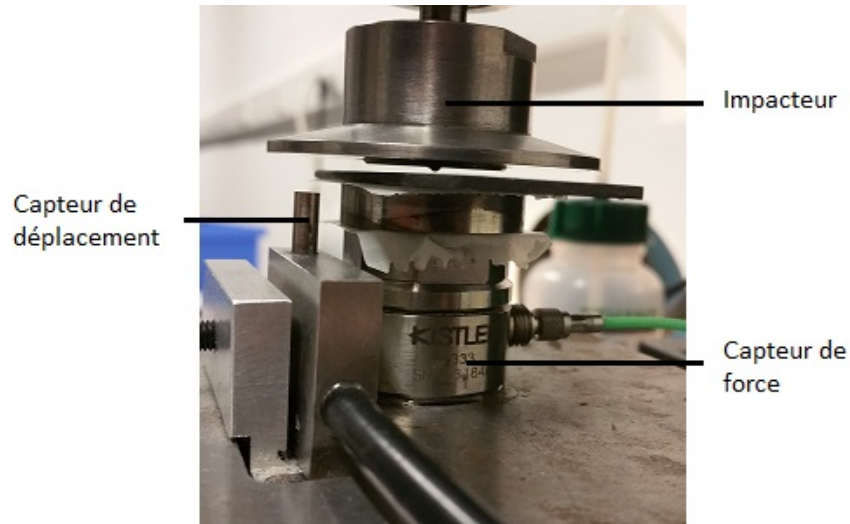


Figure 2.29 : Dispositif de mesure d'impacts dynamiques

Le temps d'excitation de l'électro-aimant permet de contrôler la vitesse de l'impacteur, la hauteur avant impact étant fixée à 1 mm entre la bille et la surface du substrat. La masse totale de l'impacteur a été mesurée à 174 grammes, permettant de raisonner sur l'énergie cinétique du système en calculant la vitesse de l'impacteur à l'aide du capteur de déplacement et en effectuant deux régressions linéaires sur la courbe, avant et après l'impact (Figure 2.31). La différence d'énergie mesurée peut être ainsi assimilée à l'énergie dissipée lors de l'impact pour déformer plastiquement la surface du substrat.

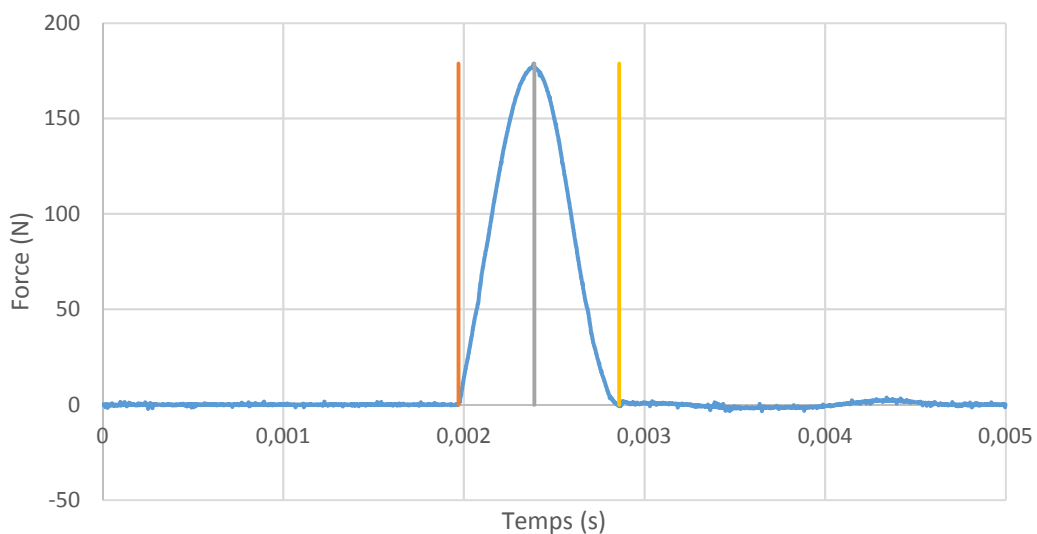


Figure 2.30 : Exemple de l'allure d'une mesure de force par le capteur piézoélectrique présent sous l'échantillon au cours d'un essai d'impact dynamique

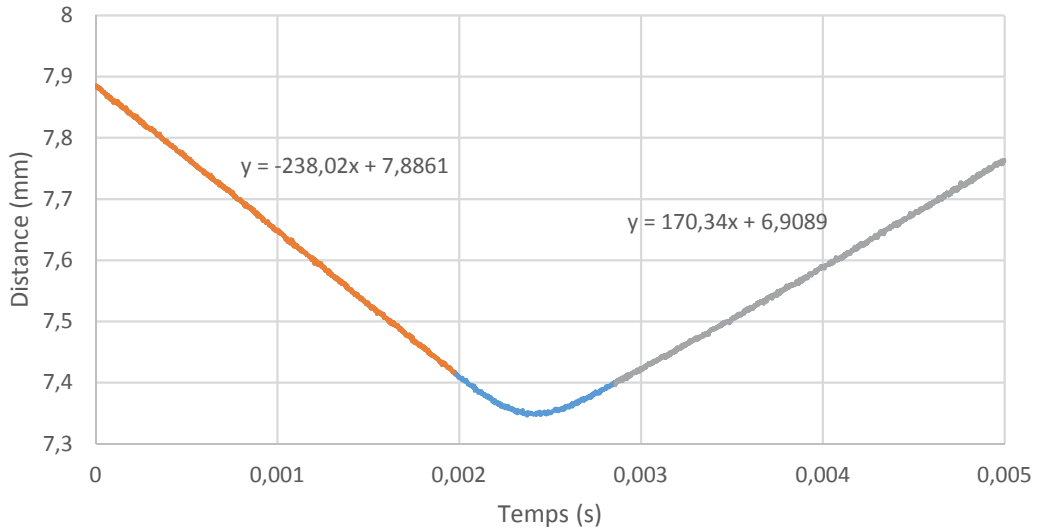


Figure 2.31 : Exemple de la mesure du capteur de distance au cours d'un impact, montrant une vitesse de 238 mm/s avant l'impact et de 170 mm/s après le rebond de l'impacteur

### 3.7. Mesures de conductivité des revêtements métalliques

L'objectif étant d'obtenir une couche conductrice électriquement sur des substrats organiques (§1.2), une caractérisation de la conductivité des dépôts nouvellement réalisés était enfin nécessaire. Ces mesures ont été réalisées à l'aide d'une sonde 4 points produite par Jandel (Linslade, Royaume-Uni). Cette méthode consiste à injecter un courant dans un matériau conducteur ou semi-conducteur et à recueillir la tension ohmique ou la tension de Hall au moyen de pointes rapprochées [33]. La sonde utilisée présente 4 pointes en carbure de tungstène alignées avec un espacement de 1 mm entre chaque (Figure 2.32). Les pointes sont usinées de manière à obtenir un diamètre de 25  $\mu\text{m}$  à l'extrémité, permettant ainsi un meilleur contact électrique avec l'échantillon et une bonne précision de mesure.

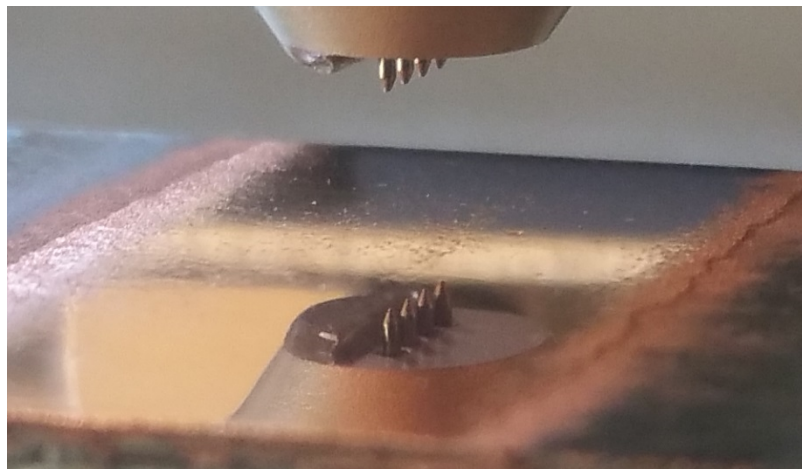


Figure 2.32 : Sonde 4 points Jandel utilisée pour les mesures de conductivité, en position relevée au-dessus d'un dépôt de cuivre poli mécaniquement

Cette sonde est reliée à un générateur de courant continu et permet de mesurer une résistance, que l'on peut relier à une résistivité du matériau dépendant de l'épaisseur de l'échantillon suivant la relation suivante [34] :

$$\rho_0 = 4,532 R_m t \quad \text{Équation 2.6}$$

Avec :

- $\rho_0$  la résistivité ( $\Omega \cdot \text{cm}$ )
- 4,532 le coefficient correcteur prenant en compte la géométrie de la sonde
- $R_m$  la résistance mesurée ( $\Omega$ )
- $t$  l'épaisseur du dépôt (cm)

La sonde est maintenue en contact avec l'échantillon grâce à un mécanisme à ressort permettant d'appliquer toujours la même force sur le dépôt. Les échantillons sont placés sur un support en alumine afin d'isoler électriquement l'échantillon du reste du montage de mesure et ainsi éviter toute dispersion du courant électrique pouvant fausser la mesure.

Cette méthode possède l'avantage d'être très simple à mettre en place, mais en contrepartie donne une valeur de la résistivité dépendant fortement de l'épaisseur de l'échantillon testé. La comparaison entre différents dépôts doit donc être effectuée sur des échantillons d'épaisseurs similaires. Dans le cadre de notre étude, les mesures de conductivité ont été effectuées sur les dépôts de Cu – Ag 0,1% réalisés sur les substrats composites. Certains dépôts ont été polis mécaniquement avec des papiers SiC 1200 et 4000 avant la mesure dans le but de vérifier si l'état de surface très rugueux des dépôts Cold Spray influence la mesure par perturbation du contact électrique entre les pointes et le dépôt.

## CONCLUSION

Les propriétés des poudres et des substrats sélectionnés pour cette étude dans le cadre du projet EMLACS ont été présentées ainsi que leur morphologie. Les procédés de production des échantillons, à savoir le Cold Spray Basse Pression et la texturation laser, ont également été décrits ainsi que les conditions expérimentales mises en place.

Les techniques de caractérisation ont été développées selon plusieurs approches. Certaines comme le calcul du rendement, de l'épaisseur du dépôt et les mesures DPV ont été sélectionnées pour qualifier les conditions réelles de projection en fonction des paramètres d'entrée de la machine.

Les substrats composites, modifiés ou non, ont été caractérisés avant la projection par DSC et par des tests d'impacts dynamiques pour mieux appréhender le rapport entre les propriétés du PEEK et l'élaboration (ou non) d'un dépôt de cuivre. L'application principale des dépôts de cuivre sur le composite étant d'obtenir une couche conductrice électriquement, la méthode de mesure de conductivité par sonde 4 points a donc été retenue pour qualifier les matériaux, couplée à des mesures de porosité.

Les dépôts obtenus sur les substrats métalliques texturés ont été caractérisés mécaniquement par des essais d'adhérence ainsi que par l'étude des contraintes résiduelles par DRX. L'utilisation de l'EDX a aussi été nécessaire pour la cartographie élémentaire de certains dépôts Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> afin de différencier les fissures, les porosités et les grains d'alumine sur les images MEB.

## RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 2

- [1] "Composition de l'alliage d'aluminium 5083." [Online]. Available: <http://www.euralliage.com/5083.htm>.
- [2] T. Radetić, M. Popović, and E. Romhanji, "Microstructure evolution of a modified AA5083 aluminum alloy during a multistage homogenization treatment," *Mater. Charact.*, vol. 65, pp. 16–27, 2012.
- [3] Aubert&Duval, "Aluminium 5083." .
- [4] Y. Liu, W. Wang, J. Xie, S. Sun, L. Wang, Y. Qian, Y. Meng, and Y. Wei, "Microstructure and mechanical properties of aluminum 5083 weldments by gas tungsten arc and gas metal arc welding," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 549, pp. 7–13, 2012.
- [5] *Metals Handbook, Vol.2 - Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*, 10th Ed. ASM International, 1990.
- [6] C. Soutis, "Carbon fiber reinforced plastics in aircraft construction," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 412, no. 1–2, pp. 171–176, 2005.
- [7] A. Larsson, "The interaction between a lightning flash and an aircraft in flight," *Appl. Phys.*, vol. 3, pp. 1423–1444, 2002.
- [8] P. Industries, "Composites Selector Guide." pp. 11–25, 2017.
- [9] Lipp-Terler, "Film PEEK Lite TK." [Online]. Available: <http://www.lipp-terler.com/index.php?page=03english-lite-tk-mod>.
- [10] Victrex, "PEEK 450g technical data sheet," *PEEK 450g technical data sheet*, vol. 2016, no. July. pp. 1–2, 2014.
- [11] I. Manolakis, P. Cross, S. Ward, and H. M. Colquhoun, "Ring-opening polymerization in molten PEEK: transient reduction of melt-viscosity by macrocyclic aromatic thioetherketones," *J. Mater. Chem.*, vol. 22, no. 38, p. 20458, 2012.
- [12] "Dycomet." [Online]. Available: <http://dycomet.co.uk/>.
- [13] M. Winnicki, A. Małachowska, T. Piwowarczyk, M. Rutkowska-Gorczyca, and A. Ambroziak, "The bond strength of Al + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cermet coatings deposited by low-pressure cold spraying," *Arch. Civ. Mech. Eng.*, vol. 16, no. 4, pp. 743–752, 2016.
- [14] H. Koivuluoto and P. Vuoristo, "Effect of Powder Type and Composition on Structure and Mechanical Properties of Cu + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Coatings Prepared by using Low-Pressure Cold Spray Process," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 19, no. 5, pp. 1081–1092, 2010.
- [15] M. Winnicki, A. Ma, A. Baszczuk, M. Rutkowska-gorczyca, and D. Kukla, "Corrosion protection and electrical conductivity of copper coatings deposited by low-pressure cold spraying," *Surf. Coat. Technol.*, 2016.
- [16] Q. Wang, K. Spencer, N. Birbilis, and M. X. Zhang, "The influence of ceramic particles on bond strength of cold spray composite coatings on AZ91 alloy substrate," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. 1, pp. 50–56, 2010.
- [17] F. S. Biancaniello, J. J. Conway, P. I. Espina, G. E. Mattingly, and S. D. Ridder, "Particle size measurement of inert-gas-atomized powder," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 124, no. 1, pp. 9–14, 1990.

- [18] X. Wang, B. Zhang, J. Lv, and S. Yin, "Investigation on the Clogging Behavior and Additional Wall Cooling for the Axial-Injection Cold Spray Nozzle," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 24, no. 4, pp. 696–701, 2015.
- [19] S. Gojon, R. Kromer, S. Costil, G. Douchy, C. Verdy, and H. Liao, "Effect of substrate roughness on the cratering phenomenon on the surface cold sprayed coating," in *Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2015*, 2015, pp. 339–344.
- [20] R. Kromer, J. Cormier, and S. Costil, "Role of Powder Granulometry and Substrate Topography in Adhesion Strength of Thermal Spray Coatings," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 25, no. 5, pp. 933–945, 2016.
- [21] R. Kromer, S. Costil, J. Cormier, L. Berthe, P. Peyre, and D. Courapied, "Laser Patterning Pretreatment before Thermal Spraying : A Technique to Adapt and Control the Surface Topography to Thermomechanical Loading and Materials," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 25, no. 3, pp. 401–410, 2017.
- [22] H. Fukanuma, N. Ohno, B. Sun, and R. Huang, "In-flight particle velocity measurements with DPV-2000 in cold spray," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, no. 5, pp. 1935–1941, 2006.
- [23] M. Karlik and B. Jouffrey, "Etude des matériaux par microscopie électronique en transmission (MET)- Analyse chimique locale," *Tech. l'ingénieur*, vol. MB1, no. M4136, 2008.
- [24] V. Hauk, *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*. Elsevier Science, 1997.
- [25] N. Broll, "Caractérisation de solides cristallisés par diffraction X," *Tech. l'ingénieur*, vol. 33, no. 0, pp. 0–18, 2013.
- [26] I. C. Noyan and J. B. Cohen, *Residual Stress - Measurement by Diffraction and Interpretation*. 1987.
- [27] S. J. Skrzypek, M. Goły, J. Kowalska, and K. Chruściel, "Thickness of Polycrystalline Copper Coating Measured by X-Ray Diffraction," *Solid State Phenom.*, vol. 163, pp. 9–12, 2010.
- [28] A. International, "ASTM C633-79, Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings." 2001.
- [29] J. Grenet and B. Legendre, "Analyse calorimétrique différentielle à balayage ( DSC )," *Tech. l'ingénieur*, vol. 33, no. 0, pp. 1–2, 1999.
- [30] L. Martineau, F. Chabert, L. Martineau, and F. Chabert, "Mechanical behavior of amorphous PEEK in the rubbery state," in *Proceedings of ECCM17 - 17th European Conference on Composite Materials*, 2016.
- [31] P. Cebe, S. Chung, and S. Hong, "Effect of Thermal History on Mechanical Properties of polyetheretherketone Below the Glass Transition Temperature," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 33, pp. 487–503, 1987.
- [32] E. Bessard, O. De Almeida, and G. Bernhart, "Etude et modélisation de la cinétique de cristallisation du PEEK lors de refroidissements isothermes et anisothermes," *Comptes Rendus des JNC17*, pp. 1–10, 2011.
- [33] J. Laplume, "Bases théoriques de la mesure de la résistivité et de la constant de Hall par la méthode des pointes." 1955.
- [34] F. Smits, "Measurement of sheet resistivities with the four-point probe," *Bell System Technical Journal*, vol. 34. pp. 711–718, 1958.





---

## CHAPITRE 3 : SIMULATION NUMÉRIQUE DE L'IMPACT DE PARTICULES PROJETÉES PAR LPCS

---



<b>CHAPITRE 3 : SIMULATION NUMÉRIQUE DE L'IMPACT DE PARTICULES PROJETÉES PAR LPCS</b>	<b>89</b>
INTRODUCTION	91
1. DÉFINITION ET EXPLICATION DU MODÈLE ABAQUS/EXPLICIT	92
1.1. Introduction	92
1.2. Paramètres matériaux	92
1.2.1. Discussion sur la base d'unités utilisées	92
1.2.2. Réponse élastique des matériaux, équation d'état de Mie-Grüneisen	93
1.2.3. Modèle de plasticité et d'endommagement de Johnson-Cook	94
1.3. Géométrie et maillage, introduction des éléments infinis	97
1.4. Conditions initiales et limites	101
1.5. Step, incrémentation et output	102
1.6. Gestion du contact	102
2. COMPARAISON DU MODÈLE À UN CAS D'ÉTUDE	103
3. ÉTUDE D'IMPACTS DE PARTICULES DE CUIVRE SUR UN SUBSTRAT EN ALUMINIUM	106
3.1. Optimisation de la résolution du maillage	106
3.1.1. Incidence de la résolution du maillage du substrat	107
3.1.2. Incidence de la résolution du maillage de la particule	110
3.1.3. Conclusion intermédiaire	113
3.2. Influence du couple diamètre/vitesse	113
3.2.1. Détermination de la relation diamètre - vitesse	113
3.2.2. Évolution des déformées finales	115
3.2.3. Évolution des contraintes lors de l'impact	118
3.2.4. Évolution des températures lors de l'impact	120
3.2.5. Conclusion intermédiaire	122
3.3. Influence de la température	123
3.3.1. Évolution des déformées finales	123
3.3.2. Évolution des contraintes lors de l'impact	124
3.3.3. Évolution des températures lors de l'impact	126
3.3.4. Conclusion intermédiaire	128
4. ÉTUDE D'IMPACTS DE PARTICULES SUR SUBSTRAT EN PEEK	130
4.1.1. Étude comparative d'impacts sur aluminium et PEEK	130
4.1.2. Conclusion intermédiaire	131
CONCLUSION	133
RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 3	135

## INTRODUCTION

La simulation de l'impact de particules, dans le cadre du procédé Cold Spray, a été au centre de nombreuses recherches. En effet l'étude expérimentale de l'impact d'une particule en temps réel est très compliquée, voire impossible, notamment compte tenu de la petite taille des particules et de la brièveté de l'impact (quelques dizaines ou centaines de nanosecondes). Étudier un tel phénomène nécessiterait une caméra ultra rapide avec une résolution de l'ordre du micromètre, équipement qui est très onéreux et peu disponible. De plus une telle étude ne donnerait que des informations sur les déformations de la particule, et ne permettrait pas de remonter aux températures ou aux contraintes. Seules quelques bribes d'informations peuvent être obtenues post-impact par des méthodes indirectes (identification de composés intermétalliques pour déterminer la température minimale atteinte dans la zone d'impact par exemple).

Le passage par la simulation est donc une solution intéressante pour étudier ces impacts. De nombreux logiciels commerciaux disponibles sur le marché peuvent être utilisés pour effectuer ces calculs. L'utilisation d'ABAQUS/Explicit est la solution retenue par beaucoup de chercheurs [1]–[5], ce logiciel ayant déjà largement démontré ses capacités et sa fiabilité. D'autres supports tels que LS-DYNA [6]–[8] ou ANSYS-Autodyn [9] peuvent aussi être utilisés.

Le modèle ABAQUS/Explicit développé dans cette étude est tout d'abord détaillé, avec une attention particulière portée sur le paramétrage et l'utilisation d'un nouveau type d'élément introduit dans le maillage du modèle. Puis, une vérification du modèle par comparaison avec des éléments de bibliographie est effectuée afin de pouvoir par la suite étudier l'influence de plusieurs paramètres sur l'impact de particules de cuivre sur les substrats choisis.

Concernant les impacts sur l'aluminium AW5083, l'influence du maillage est mise en évidence pour pouvoir étudier la réponse du modèle soumis à des variations de diamètre et de vitesse de la particule incidente. L'influence des températures initiales de la particule et du substrat est ensuite étudiée, ces paramètres pouvant être très fortement influencés par les conditions de projection lors des essais expérimentaux.

Pour finir, la nature du substrat est modifiée afin d'étudier des impacts de particules de cuivre sur du PEEK pur et comparer ces résultats à ceux obtenus sur de l'aluminium, avec pour objectif de caractériser la réponse du substrat et les différences de comportement à l'impact entre ces deux matériaux.

## 1. DÉFINITION ET EXPLICATION DU MODÈLE ABAQUS/EXPLICIT

### 1.1. Introduction

Pour cette étude le choix s'est porté sur ABAQUS/Explicit en utilisant une méthode Lagrangienne, c'est-à-dire que le maillage numérique se déplace et se déforme en suivant le matériau. Cette méthode a l'avantage d'être peu coûteuse en temps de calcul et est idéale pour représenter des solides. Néanmoins elle peut montrer des faiblesses lors de déformations sévères d'éléments, ce qui induit des erreurs potentiellement fatales au calcul. Un contrôle rigoureux du maillage est donc nécessaire lors de l'utilisation de cette méthode. Les paramètres matériaux, modèles d'élasticité et de plasticité, les conditions limites et la gestion du contact seront abordés dans cette partie.

### 1.2. Paramètres matériaux

#### 1.2.1. Discussion sur la base d'unités utilisées

ABAQUS possède un point commun avec la plupart des logiciels d'éléments finis, à savoir que les différentes valeurs entrées par l'utilisateur pour alimenter un modèle sont toutes considérées sans unités. Il est donc primordial pour l'utilisateur de bien utiliser une base d'unités cohérentes, ce qui revient généralement à utiliser le Système International (SI). Certaines modélisations nécessitent cependant de changer cette base d'unités, comme justement la simulation de l'impact d'une particule de Cold Spray. Une telle modélisation dynamique combine en effet à la fois des éléments de dimensions très petites (inférieures au micromètre) avec des vitesses d'impact extrêmement élevées (300-600 m/s, voire plus). L'utilisation du Système International avec ABAQUS/Explicit est alors techniquement impossible pour ce type de cas : le logiciel n'est pas capable d'effectuer les calculs si les ondes de choc créées lors de l'impact traversent plus d'un élément par incrément de temps.

Une nouvelle base d'unités doit donc être choisie pour cette étude. Elle se doit d'être cohérente et se construit sur 4 unités fondamentales pour l'analyse structurelle, toutes les autres unités pouvant être écrites à partir de ces dernières [10] :

- unité de masse ;
- unité de longueur ;
- unité de temps ;
- unité de température.

Pour le cas de la simulation d'impacts Cold Spray, plusieurs bases ont été testées et le choix final s'est porté sur la base millimètres/tonnes/secondes/kelvins. La conversion des paramètres a alors été effectuée en prenant la valeur en SI et en lui affectant un multiplicateur, comme indiqué dans le Tableau 3.1.

Tableau 3.1 : Base d'unité et multiplicateurs utilisés pour la conversion des paramètres

Quantité	Unité en SI	Nouvelle base	
		Unité	Mult.
Masse	kg	t (tonne)	10 <sup>-3</sup>
Longueur	m	mm	10 <sup>3</sup>
Temps	s	s	1
Température	K	K	1
Vitesse	m.s <sup>-1</sup>	mm.s <sup>-1</sup>	10 <sup>3</sup>
Vitesse de déformation	s <sup>-1</sup>	s <sup>-1</sup>	1
Pression, Module d'Young, Module de cisaillement...	Pa = kg.m <sup>-1</sup> .s <sup>-2</sup>	t.mm <sup>-1</sup> .s <sup>-2</sup> = MPa	10 <sup>-6</sup>
Conductivité thermique	W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> = kg.m.s <sup>-3</sup> . K <sup>-1</sup>	t.mm.s <sup>-3</sup> . K <sup>-1</sup>	1
Masse volumique	kg.m <sup>-3</sup>	t.mm <sup>-3</sup>	10 <sup>-12</sup>
Chaleur spécifique	J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> = m <sup>2</sup> .s <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup>	mm <sup>2</sup> .s <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup>	10 <sup>6</sup>

Dans la suite de ce manuscrit, les valeurs seront toutefois données dans le Système International pour une meilleure lisibilité.

### 1.2.2. Réponse élastique des matériaux, équation d'état de Mie-Grüneisen

La réponse élastique des matériaux de cette étude a été modélisée à l'aide de l'équation d'état de Mie-Grüneisen, basée sur le modèle de solide de Debye.

Cette loi de comportement est directement implémentée dans ABAQUS sous une forme réécrite. L'équation se présente habituellement sous la forme suivante (Équation 3.1), où la pression du solide  $P$  est déterminée en fonction de la masse volumique  $\rho$  et de l'énergie spécifique  $E_m$  (énergie interne par unité de masse) [11] :

$$P - P_H = \Gamma \rho (E_m - E_H) \quad \text{Équation 3.1}$$

Le terme  $P - P_H$  peut être interprété comme la pression de radiation du gaz de phonons associés aux vibrations thermiques du réseau cristallin.  $P_H$  et  $E_H$  sont respectivement la pression (Équation 3.2) et l'énergie spécifique de Hugoniot (Équation 3.3). La courbe de Hugoniot est tracée dans le plan  $(P, V)$  et permet de connaître les états successifs pris par un corps lors de sa transformation par choc entre un état de référence, généralement à une température de 0 K  $(P_0, V_0)$ , et son état final  $(P_H, V_H)$  [12].

$$P_H = \frac{\rho_0 c_0^2 \eta}{(1 - s\eta)^2} \quad \text{Équation 3.2}$$

$$E_H = \frac{P_H \eta}{2\rho_0} \quad \eta = 1 - \frac{\rho_0}{\rho} \quad \text{Équation 3.3}$$

$c_0$  est la vitesse du son dans le matériau et  $s$  est calculé par la régression linéaire entre  $U_s$  la vitesse de l'onde de choc linéaire et  $U_p$  la vitesse de la particule (Équation 3.4) :

$$U_s = c_0 + sU_p \quad \text{Équation 3.4}$$

$\Gamma$  est le ratio de Grüneisen défini en fonction de  $\Gamma_0$  qui est une constante du matériau et  $\rho_0$  la masse volumique à l'état de référence (Équation 1.1) :

$$\Gamma = \Gamma_0 \frac{\rho_0}{\rho} \quad \text{Équation 3.5}$$

Il est alors possible de réécrire l'équation d'état de Mie-Grüneisen, qui est intégrée dans ABAQUS sous cette forme (Équation 3.6) :

$$P = \frac{\rho_0 c_0^2 \eta}{(1 - s\eta)^2} \left( 1 - \frac{\Gamma_0 \eta}{2} \right) + \Gamma_0 \rho_0 E_m \quad \text{Équation 3.6}$$

Les paramètres utilisés pour la résolution de Mie-Grüneisen par ABAQUS sont regroupés dans le Tableau 3.2.

### 1.2.3. Modèle de plasticité et d'endommagement de Johnson-Cook

Le modèle de plasticité de Johnson-Cook a été choisi, car il permet de prendre en compte le taux de déformation des matériaux en fonction de la température, en établissant une relation entre la contrainte et la déformation [13] :

$$\sigma = [A + B\varepsilon_p^n] \left[ 1 + C \ln \left( \frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right] [1 - (T^*)^m] \quad \text{Équation 3.7}$$

Avec  $\varepsilon_p$  la déformation plastique équivalente,  $\dot{\varepsilon}_p$  le taux de déformation plastique équivalent,  $\dot{\varepsilon}_0$  le taux de déformation de référence et  $T^*$  la température homologue définie par :

$$T^* = \frac{T - T_t}{T_m - T_t} \quad \text{Équation 3.8}$$

Où  $T$  est la température en Kelvin,  $T_t$  la température de transition du modèle et  $T_m$  la température de fusion du matériau.

Trois termes composent l'Équation 3.7, à savoir dans l'ordre un terme d'écroûissage, un terme de durcissement dynamique et un terme d'adoucissement thermique :

- Dans le terme d'écroûissage, A correspond à la limite élastique du matériau lors d'un test de traction (ou compression) quasi statique, B et n sont respectivement les paramètres linéaires et non linéaires d'écroûissage ;
- Concernant le terme de durcissement dynamique, C est un coefficient de sensibilité du matériau à la vitesse de déformation et  $\dot{\epsilon}_0$  une vitesse de déformation de référence ;
- Enfin, le troisième terme regroupe m l'exposant d'adoucissement thermique et  $T_t$  la température de transition à partir de laquelle on considère un mécanisme d'adoucissement thermique. En dessous de cette température, l'effet de la température sur la loi est négligé. Pour des températures comprises entre  $T_t$  et la température de fusion  $T_m$ , la contrainte diminue avec la température jusqu'à devenir nulle pour  $T = T_m$ .

Les différents coefficients du modèle de Johnson-Cook peuvent être déterminés à l'aide de tests de torsion statique et dynamique sur un montage expérimental de barre d'Hopkinson, et ont été pris dans la littérature concernant cette étude.

L'utilisation du modèle de Johnson-Cook peut être discutée. En effet ce modèle est adapté pour caractériser des matériaux avec un taux de déformation allant de  $10^3$  à  $10^5$   $s^{-1}$ . Or dans le cas d'impacts de particules Cold Spray, ce taux de déformation peut monter jusqu'à  $10^7$   $s^{-1}$ . Néanmoins ce modèle, largement répandu, possède l'avantage d'être peu coûteux en temps de calcul et déjà implanté dans ABAQUS ce qui permet d'accéder rapidement à des résultats acceptables [1]–[9].

Le critère de rupture de Johnson-Cook a également été implémenté dans la simulation. Ce modèle, purement phénoménologique, définit l'endommagement scalaire  $\omega$  comme le rapport de l'incrément  $\Delta\bar{\epsilon}_p$  de déformation plastique équivalente et de la déformation plastique équivalente à la rupture  $\bar{\epsilon}_{pf}$  [14] :

$$\omega = \sum \frac{\Delta\bar{\epsilon}_p}{\bar{\epsilon}_{pf}} \quad \text{Équation 3.9}$$

La rupture se produit lorsque la somme de ces rapports sur tous les incréments de temps effectués au point d'intégration d'un élément atteint la valeur  $\omega = 1$ . La déformation plastique équivalente à la rupture  $\bar{\epsilon}_{pf}$  est calculée grâce à l'équation suivante [15] :

$$\bar{\epsilon}_{pf} = \left[ d_1 + d_2 \exp\left(d_3 \frac{\sigma_h}{\sigma_{\dot{\epsilon}_q}}\right) \right] \left[ 1 + d_4 \frac{\dot{\epsilon}_p}{\dot{\epsilon}_0} \right] [1 + d_5 T^*] \quad \text{Équation 3.10}$$

$\dot{\epsilon}_p$ ,  $\dot{\epsilon}_0$  et  $T^*$  sont les mêmes paramètres que ceux utilisés pour le modèle de plasticité défini précédemment.  $\sigma_h$  est la contrainte de pression et  $\sigma_{\dot{\epsilon}_q}$  la contrainte de Von Mises. Les coefficients de  $d_1$  à  $d_5$  sont des constantes du matériau mesurées à ou en dessous de la température de transition  $T_t$  [3].

Tableau 3.2 : Paramètres alimentant la simulation ABAQUS pour l'aluminium, le cuivre [5], [14], [16], [17] et le PEEK [18], [19]

Paramètre		Aluminium	Cuivre	PEEK
Propriétés générales				
G	Module de cisaillement (GPa)	27	48,3	1,3
$\lambda$	Conductivité thermique (W/m.K)	237,2	386	0,29
$\rho$	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	2700	8960	1304
C <sub>p</sub>	Chaleur spécifique (J/kg.K)	898,2	383	2180
E	Module d'Young (GPa)	70	124	3,8
$\nu$	Coefficient de Poisson	0,33	0,34	0,4
Mie-Grüneisen				
$\Gamma_0$	Coefficient de Grüneisen	1,97	2	0,33
c <sub>0</sub>	Vitesse du son dans le matériau (m/s)	5386	3972	2540
s	Pente de U <sub>s</sub> en fonction de U <sub>p</sub>	1,339	1,478	1,57
Johnson-Cook plasticité				
A	Limite élastique (MPa)	148,4	90	132
B	Constante d'écroissage (MPa)	345,5	292	10
C	Constante de taux de déformation	0,001	0,025	0,034
n	Exposant d'écroissage	0,183	0,31	1,2
m	Exposant de sensibilité à la température	0,895	1,09	0,7
T <sub>m</sub>	Température de fusion (K)	893	1356	616
T <sub>t</sub>	Température de transition (K)	298	298	416
$\dot{\epsilon}_0$	Vitesse de déformation de référence (s <sup>-1</sup> )	1	1	0,001
Johnson-Cook endommagement				
d1	Coefficient 1	0,071	0,54	0,05
d2	Coefficient 2	1,248	4,89	1,2
d3	Coefficient 3	-1,142	-3,03	-0,254
d4	Coefficient 4	0,147	0,014	-0,009
d5	Coefficient 5	1	1,12	1

Il est important de préciser que la température n'influe pas sur les paramètres des matériaux dans le cadre de cette simulation : d'un point de vue expérimental une variation de certains paramètres en fonction de la température comme les valeurs des modules de cisaillement et de Young devrait être observée. Il a par exemple été montré qu'au-delà de 75 °C le module d'Young d'un aluminium diminue en fonction de la température [20]. D'autres paramètres seraient aussi susceptibles de varier comme les coefficients de Johnson-Cook, ceux-ci étant déterminés à température ambiante. Cette variation des paramètres en fonction de la température n'a pas été implantée dans le modèle, car il n'y a pas de données disponibles dans la littérature pour les matériaux de cette étude.

### 1.3. Géométrie et maillage, introduction des éléments infinis

Le choix et l'optimisation du maillage sont deux aspects primordiaux dans le cadre de la modélisation par éléments finis. Il est nécessaire de choisir des éléments permettant de calculer les variables pertinentes, tout en minimisant leur nombre afin de garantir des temps de calcul raisonnables.

Il est assez commun pour la simulation d'impacts de particules Cold Spray de considérer un modèle axisymétrique [2], [14], [16], [21], [22]. Ce type de modèle permet en effet de réduire le nombre d'éléments et donc d'effectuer les calculs rapidement.

Le cas d'un substrat texturé peut aussi être étudié dans le cas d'un modèle axisymétrique, à condition que le trou de texturation soit lui aussi axisymétrique. Néanmoins lors de la construction du modèle des trous de texturation anglés étaient envisagés. Ces trous n'étant pas axisymétriques, il a alors été décidé de construire une géométrie en 3D (Figure 3.1). Cette géométrie se base sur un plan de symétrie vertical permettant de modéliser seulement la moitié du modèle. Une particule impactant est donc modélisée par une demi-sphère et le substrat par un demi-cylindre. Le maillage a été construit de manière à utiliser des éléments C3D8RT, qui sont des éléments parallélépipédiques composés de 8 nœuds permettant un couplage température/déplacement et une intégration réduite diminuant les temps de calcul.

Ce type de géométrie impose normalement de créer un substrat de grandes dimensions avec une taille de substrat 10 à 15 fois supérieure au diamètre de la particule. Une telle géométrie permet d'éviter une réflexion des ondes de choc sur le bord du substrat. En effet un rebond de ces ondes peut perturber le calcul si celles-ci reviennent jusque dans la zone d'impact, faussant les résultats et multipliant exponentiellement le temps de calcul.

Au cours de cette étude, un nouveau type d'éléments a aussi été utilisé : les éléments infinis CIN3D8. Ces éléments possèdent la particularité d'être des parallélépipèdes dont la face « extérieure » permet de dissiper les ondes et les contraintes, agissant alors comme un substrat de grandes dimensions. En orientant correctement ces éléments, il est alors possible de réduire considérablement la taille du substrat modélisé. Ces éléments sont soumis à une autre condition pour être utilisés, à savoir qu'ils ne peuvent partager qu'une seule face avec un élément de calcul. Le nombre d'éléments de calcul C3D8RT est donc lui aussi réduit, permettant de diminuer drastiquement les temps de calcul.

L'influence des éléments infinis CIN3D8 est illustrée par la Figure 3.2. Pour cet exemple, une particule de cuivre de 13,6  $\mu\text{m}$  de diamètre a été projetée à 400 m/s sur un substrat en aluminium (40  $\mu\text{m}$  de diamètre et 20  $\mu\text{m}$  de hauteur), sans et avec éléments infinis (respectivement 1 et 2). Le modèle présenté est composé de 107408 éléments C3D8RT, particule et substrat confondus, auxquels sont ajoutés dans un deuxième temps 4956 éléments infinis CIN3D8 (Tableau 3.3).



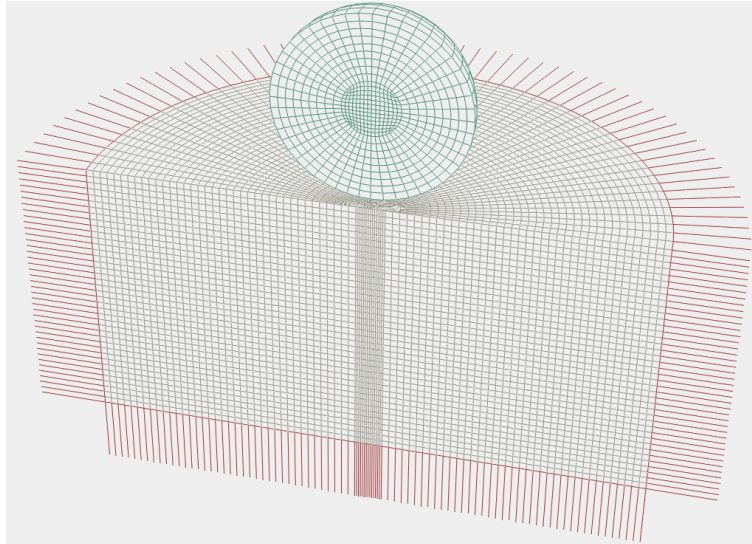


Figure 3.1 : Illustration du maillage avec la particule (vert, éléments C3D8RT), la zone de calcul du substrat (gris, éléments C3D8RT) et les éléments infinis (rouge, éléments CIN3D8)

Sur le substrat 1, les contours de contraintes affichés présentent plusieurs défauts sur les côtés du substrat (zones marquées en rouge sur la Figure 3.2) en raison des conditions aux limites d'encastrement qui rigidifient le substrat sur les bords. Une zone présentant de très faibles contraintes peut aussi être repérée sous la particule ainsi qu'une déformation du dessous du substrat, montrant bien que les dimensions du substrat ne sont pas assez grandes. Dans le cas du substrat 2, les contours des contraintes sont bien plus réguliers et cohérents avec les contours que l'on peut observer en effectuant un calcul avec un substrat deux fois plus grand ( $80 \mu\text{m} \times 40 \mu\text{m}$ , substrat 3) composé uniquement d'éléments C3D8RT (Figure 3.3).

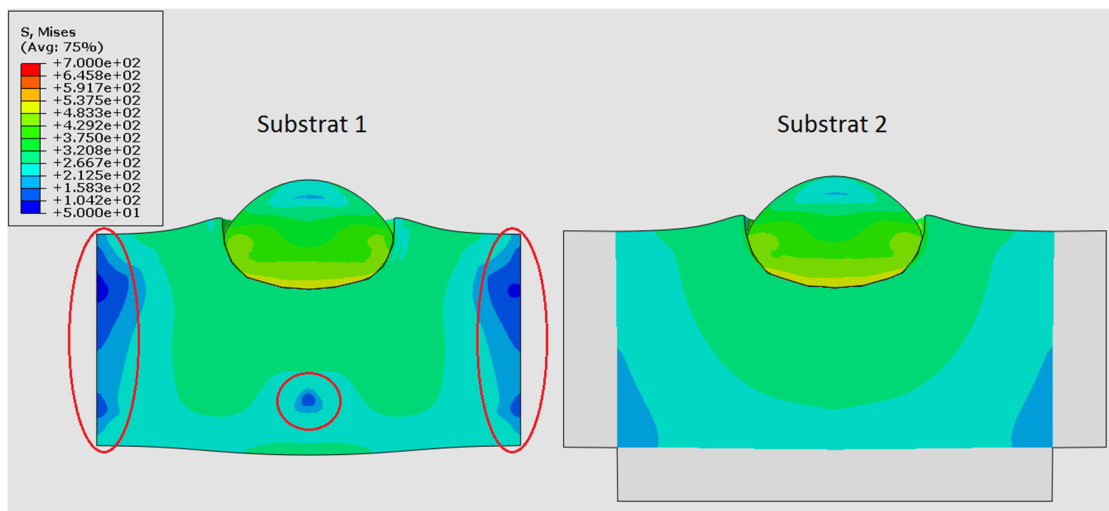


Figure 3.2 : Profils des contraintes de Von Mises pour une simulation de 45 ns d'une particule de cuivre (diamètre  $13,6 \mu\text{m}$ ) impactant à 400 m/s sur un substrat en aluminium sans éléments infinis (1) et avec éléments infinis (2)

Tableau 3.3 : Nombre d'éléments et temps de calcul nécessaire pour atteindre les 45 ns de simulation pour chaque substrat testé

Modèle	Éléments C3D8RT	Éléments CIN3D8	Temps de calcul (45 ns)
Substrat 1 ∅ = 40 μm / h = 20 μm	107408	0	1251,5 s
Substrat 2 ∅ = 40 μm / h = 20 μm + éléments infinis	107408	4956	966,6 s
Substrat 3 ∅ = 80 μm / h = 40 μm	277488	0	1542,6 s

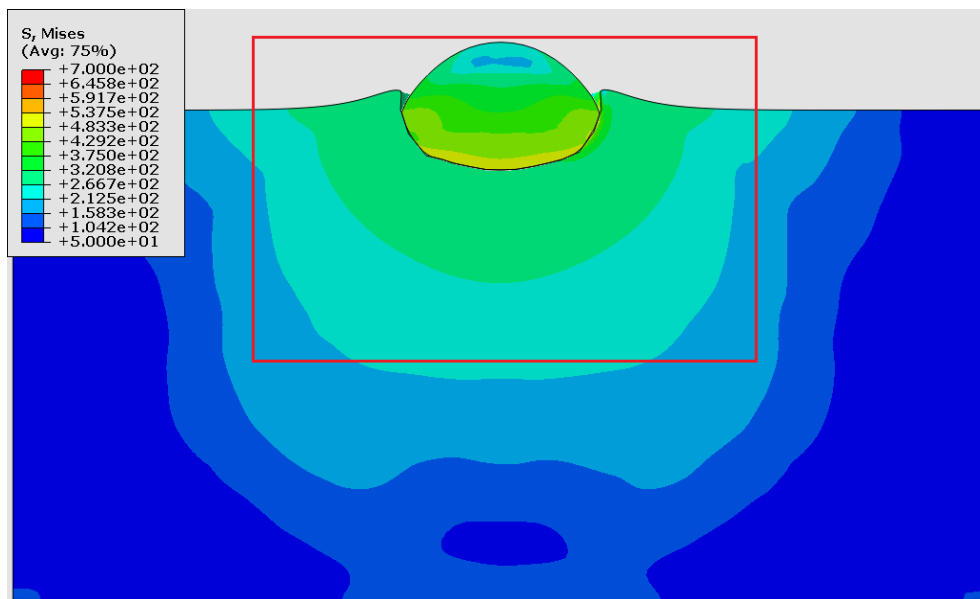


Figure 3.3 : Profil des contraintes de Von Mises pour une particule de 13,6 μm impactant à 400 m/s, sur un substrat élargi. La zone encadrée en rouge correspond à la taille du substrat présenté sur la Figure 3.2.

L'influence des éléments infinis est donc bien visible sur les contours des contraintes et se révèle aussi être bénéfique au niveau du temps de calcul (Tableau 3.3) qui passe de 1251,5 s pour le substrat 1 à 966,6 s pour le substrat 2, soit une diminution de 23% pour un nombre d'éléments équivalent. Si l'on compare le substrat 3 et le substrat 2, qui donnent tous les deux des résultats satisfaisants, le gain de temps est de 62,6%.

L'évolution de l'énergie totale du système en cours de calcul a été étudiée (Figure 3.4). L'énergie totale dépendant du nombre d'éléments utilisés pour le calcul, les valeurs ont été normalisées pour pouvoir comparer les systèmes entre eux.

Dans ABAQUS/Explicit, l'équation de balance d'énergie peut être écrite de la façon suivante [23] :

$$E_I + E_V + E_{FD} + E_{KE} + E_{IHE} - E_W - E_{HF} = E_{TOT} = \text{constante} \quad \text{Équation 3.11}$$

Avec :

- $E_i$  l'énergie interne (élastique, inélastique et déformation) ;
- $E_v$  l'énergie absorbée par dissipation visqueuse ;
- $E_{FD}$  l'énergie dissipée par friction ;
- $E_{KE}$  l'énergie cinétique ;
- $E_{IHE}$  l'énergie de chaleur interne ;
- $E_w$  le travail des chargements externes ;
- $E_{HF}$  l'énergie des flux de chaleur externes ;
- $E_{TOT}$  l'énergie totale du système.

L'énergie totale du système est en théorie constante. Dans les faits lors d'une simulation numérique de légères variations (< 1%) peuvent apparaître en raison d'approximations de calculs. Dans le cas où une variation aussi faible est observée, la documentation ABAQUS spécifie de ne pas en tenir compte [23] et de considérer que le calcul est bien conservateur en énergie. C'est le cas du calcul effectué avec le substrat 2 (avec éléments infinis) où l'on observe une variation de l'énergie totale de seulement 0,23% entre le début et la fin du calcul (Figure 3.4). En revanche, l'absence d'éléments infinis (substrats 1 et 3) induit une augmentation de l'énergie totale à partir de 25 ns. Cette augmentation d'énergie (2,88% et 2,15% pour le substrat 1 et 3 respectivement) n'est plus négligeable et n'a aucune justification physique pour les modèles utilisés dans cette simulation, aucun mécanisme n'impliquant une création d'énergie. La documentation ABAQUS [24] nous indique que cette soudaine augmentation peut provenir de la présence de contraintes « parasites ». Les contraintes se déplaçant tel un front d'onde dans ABAQUS/Explicit celles-ci peuvent en effet atteindre un bord du substrat et « rebondir », venant alors perturber les résultats. Les éléments infinis permettent de dissiper les contraintes sur les bords, éliminant ainsi ce phénomène parasite et l'énergie totale du système s'en retrouve stabilisée.

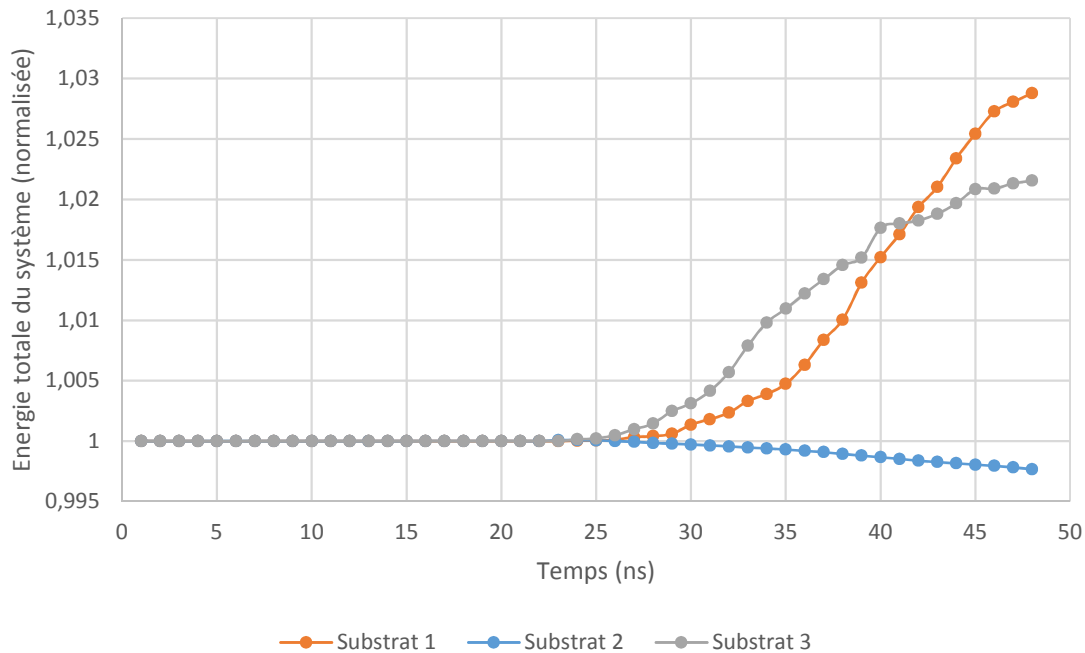


Figure 3.4 :  $E_{TOT}$  pour les 3 cas testés en fonction du temps

La discussion portant sur la taille des mailles sera menée ultérieurement (§ 3.1), cette optimisation pour les problèmes dynamiques étant particulière, car dépendante fortement des conditions d'impact (vitesse, taille de l'impacteur...).

#### 1.4. Conditions initiales et limites

La vitesse d'une particule incidente est implémentée à l'aide d'un champ de vitesse uniforme appliqué sur l'ensemble de la particule et défini comme une translation normale à la surface du substrat, ce champ étant appliqué uniquement lors de l'étape initiale. Pour les étapes de calcul suivantes, la particule n'est plus soumise à un champ de vitesse et se déplace uniquement grâce à son énergie cinétique.

Les températures des particules et des substrats sont définies par deux champs distincts afin de pouvoir spécifier des températures différentes pour les deux parties. Ces champs sont constants sur toute la partie concernée et sont appliqués là encore uniquement lors de l'étape initiale. Concernant le substrat ce champ est appliqué uniquement sur les éléments C3D8RT, les éléments infinis CIN3D8 ne permettant pas la définition d'un champ de température. Les éléments infinis se situant loin de la zone d'impact, cette absence de calcul du champ de température sur les bords du substrat n'est pas problématique pour les cas étudiés.

Deux conditions aux limites sont utilisées pour ce modèle. La première est une condition d'encastrement appliquée sur les bords extérieurs et inférieurs du substrat (Figure 3.5 a), à l'extrémité des éléments infinis. La seconde est une condition appliquée sur les faces où s'applique la symétrie du modèle, bloquant le déplacement selon l'axe Z et les rotations selon les axes X et Y afin d'éviter des déplacements et déformations impossibles des éléments des particules et des substrats (Figure 3.5 b).

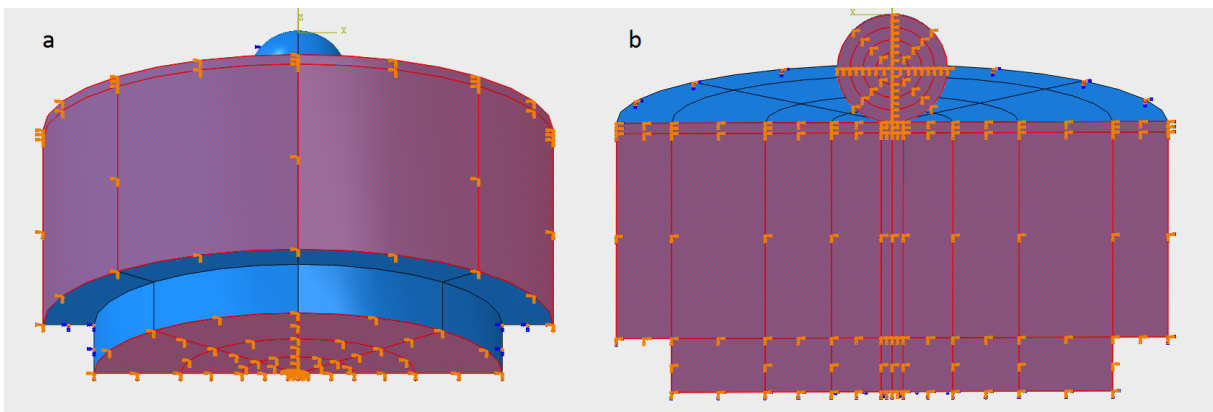


Figure 3.5 : Illustration des conditions limites appliquées sur le modèle

L'influence du jet de gaz et la diffusion de chaleur vers le milieu extérieur sont négligées, car la durée de l'impact (de l'ordre de la centaine de nanosecondes au maximum) et les surfaces d'échanges sont très réduites. Le caractère dynamique de l'impact et les temps de contact très courts (quelques centaines de nanosecondes maximum) limitent les échanges thermiques entre la particule et le substrat. La diffusion de chaleur à travers l'interface particule/substrat a donc été considérée comme

négligeable au regard des autres mécanismes thermiques ayant lieu lors de l'impact et n'a pas été incluse dans la modélisation.

### 1.5. Step, incrémentation et output

Le nombre et la durée des pas de calculs sont adaptés pour chaque calcul effectué et dépendent de plusieurs paramètres :

- le nombre de particules envoyées ;
- la vitesse des particules ;
- de l'ajout ou non du contact cohésif pour coller les particules (§1.6) ;
- de la prolongation éventuelle du calcul longtemps après l'impact pour permettre la relaxation des contraintes (Chapitre 4 §2.4)

Il a été décidé de laisser ABAQUS déterminer automatiquement l'incrémentation adaptée pour chaque calcul, l'utilisation de la méthode Explicit étant très sensible à l'incrémentation et pouvant induire très rapidement une explosion du temps de calcul en cas de mauvais réglages.

La durée d'un impact étant généralement comprise entre 20 et 100 ns pour une particule isolée, l'output a été réglé pour extraire les valeurs toutes les 0,5 ns.

### 1.6. Gestion du contact

Dans le cas d'un impact simulé sous ABAQUS/Explicit, il est nécessaire de définir des propriétés de contact pour obtenir un comportement réaliste. Dans le cadre de cette étude il a été choisi de définir 3 comportements influant le modèle simultanément :

- un comportement normal de type « Hard », empêchant notamment une interpénétration des maillages des deux surfaces et autorisant les deux surfaces à se décoller l'une de l'autre après avoir été mises en contact ;
- un comportement tangentiel de type « Penalty » isotrope, permettant d'inclure un coefficient de frottement. Ce coefficient a été fixé arbitrairement à 0,2. Cette valeur est régulièrement utilisée dans des articles traitant la modélisation d'impacts sur le couple Aluminium/Cuivre et une variation de ce paramètre entre 0,1 et 0,5 ne modifie que très légèrement la déformation des particules [4], [5], [17] ;
- un comportement permettant la génération de chaleur, régissant la fraction d'énergie dissipée par friction qui est convertie en chaleur en cours de calcul. Les paramètres de ce contact ont été laissés aux valeurs par défaut du logiciel.

Ces 3 types de contacts sont activés et influent simultanément l'ensemble du modèle (contact général) lors du déroulement de l'impact. Néanmoins, ces définitions du contact impliquent que la particule n'adhère jamais au substrat après impact : la particule va en effet toujours rebondir sous la réponse élastique du substrat. Si cet effet de rebond n'est pas trop dérangeant dans le cas de l'étude de l'impact d'une particule isolée (il suffit alors d'arrêter la simulation juste avant le début du rebond), cela se révèle être un problème dès lors que la simulation comporte plusieurs particules. En effet une

particule ayant rebondi peut alors percuter une autre particule n'ayant pas encore impacté et fausser le résultat du calcul. De plus, si les particules se décollent, il est impossible de laisser le calcul continuer après la fin de l'impact pour observer la relaxation des contraintes et obtenir une estimation des contraintes résiduelles dans un dépôt (Chapitre 4 §2.4).

Pour pallier à ce problème, un quatrième type de contact a donc été activé lors de certains calculs, à savoir un contact cohésif. Ce contact est défini uniquement sur la surface inférieure de la particule et sur la surface du substrat affectée par l'impact. Il est également activé seulement sur certains pas bien précis afin d'éviter de perturber les impacts. En effet ce contact cohésif est incompatible avec le contact tangentiel défini précédemment, les surfaces se retrouvant « collées » et empêchant tout frottement. Lorsque ce contact a été nécessaire, le calcul a donc été lancé une première fois sans activer le comportement cohésif pour repérer le temps précis où l'impact se termine. Le calcul est ensuite relancé en définissant une première étape de la durée exacte de l'impact comportant les contacts normaux, tangentiels et génération de chaleur, pour ensuite basculer sur une seconde étape avec le comportement cohésif permettant de faire adhérer la particule au substrat.

## 2. COMPARAISON DU MODÈLE À UN CAS D'ÉTUDE

Valider un modèle de simulation d'impact Cold Spray est problématique. Les particules étant microscopiques et impactant à des vitesses très élevées voir même dans certains cas supersoniques, il est techniquement difficile avec les caméras actuelles d'aller observer un impact en direct pour le comparer au déroulement d'une simulation. La validation d'un modèle doit donc être effectuée à l'aide d'observations post-impact.

Afin de valider le présent modèle, il a été choisi de comparer les résultats obtenus à un article de Peter C. King et coll. [16]. Cet article présente en effet l'avantage de comparer un modèle ABAQUS/Explicit de l'impact en 3D de particules de cuivre sur deux substrats en aluminium (très similaires à celui de cette étude), ainsi que des validations expérimentales directement réutilisables avec notamment des observations et mesures MEB après une découpe des particules (FIB).

La simulation développée par King est également basée sur le modèle de Johnson-Cook, mais n'utilise pas l'équation de Mie-Grüneisen et la remplace par les paramètres matériaux plus usuels que sont le module d'Young et le coefficient de Poisson. La nuance d'aluminium étudiée dans l'article est l'aluminium Al-1100 et certains paramètres ont donc des valeurs différentes de celles de l'aluminium AW 5083 présentées dans le Tableau 3.2. Les paramètres matériaux utilisés pour cette validation de modèle sont présentés dans le Tableau 3.4. Les paramètres de Johnson-Cook sont identiques à ceux utilisés pour l'aluminium AW 5083.

La déformation des particules a été caractérisée en calculant le ratio  $P/D_0$  où  $P$  correspond à la profondeur de pénétration de la particule, c'est-à-dire la distance verticale entre le bas de la particule impactée et la surface du substrat avant déformation [25], [26], et  $d_0$  le diamètre initial de la particule.

Tableau 3.4 : Paramètres matériaux spécifiques utilisés pour la validation du modèle [16]

Matériau	Cuivre	Al-1100
Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	8960	2710
Module d'Young (GPa)	124	68,9
Coefficient de Poisson	0,34	0,33
Chaleur spécifique (J/kg.K)	383	904
Température de fusion (K)	1356	916
A (MPa)	90	148,4
B (MPa)	292	345,5
n	0,310	0,183
C	0,025	0,001
m	1,09	0,895
Température de référence (K)	298	293
Taux de déformation de référence (s <sup>-1</sup> )	1	1

Si  $D_0$  est un paramètre d'entrée de la simulation, il est nécessaire d'estimer sa valeur pour la comparaison avec les images MEB de particules déformées. Dans leur article, King et coll. proposent de calculer cette donnée à partir du volume  $V$  de la particule déformée. Pour obtenir ce volume, le diamètre horizontal  $d_i$  de la particule déformée est mesuré  $n$  fois sur les observations MEB à un intervalle  $\Delta h_i$  régulier. Le volume est alors calculé grâce à la somme de Riemann suivante :

$$V = \sum_{i=1}^n \frac{\pi d_i^2}{4} \Delta h_i \quad \text{Équation 3.12}$$

En posant l'hypothèse d'une particule parfaitement sphérique, il est possible de remonter au diamètre initial  $D_0$  grâce à l'Équation 3.13 :

$$D_0 = \sqrt[3]{\frac{6V}{\pi}} \quad \text{Équation 3.13}$$

Les valeurs de  $D_0$  sont extraites directement de l'article à partir des observations MEB, soit 3 particules de diamètres respectifs 7,7, 13,6 et 15  $\mu\text{m}$ . Les vitesses de particules sont elles aussi extraites de l'article afin de reproduire le plus fidèlement possible les résultats, avec des valeurs respectives issues de calculs numériques de 760, 690 et 670 m/s. Des calculs ont aussi été effectués en prenant des vitesses égales à -10% et +10% des vitesses initiales, afin de reproduire la dispersion des vitesses observées expérimentalement par DPV (Figure 3.16). Bien évidemment, l'influence de la température du substrat est aussi discutée par King et coll., qui montrent que le passage de la torche entraîne une augmentation de la température du substrat de 298 K (ambiante) à 413 K. Les simulations ont donc été effectuées avec ces deux températures pour mettre en évidence l'influence de ce paramètre. La température de la particule est estimée à 298 K.

Enfin, le Tableau 3.5 regroupe les valeurs de  $P/D_0$  des mesures expérimentales de l'article, de la simulation recalculée avec les diamètres et les vitesses adaptées, et celles de la simulation développée pour cette étude (appelée « Simu Mie-Grüneisen » dans le tableau). Il est à noter que le calcul

reprenant le modèle de l'article pour une particule de 15 µm impactant à 737 m/s n'est pas arrivé à terme pour cause d'une distorsion trop importante du maillage.

Tableau 3.5 : Valeurs de  $P/D_0$

Diamètre		7,7 µm			13,6 µm			15 µm		
Vitesse (m/s)		684 (-10%)	760	836 (+10%)	621 (-10%)	690	759 (+10%)	603 (-10%)	670	737 (+10%)
T° substrat (K)		413	298 413	413	413	298 413	413	413	298 413	413
P/D <sub>0</sub>	FIB	/	/ 0,97	/	/	/ 1,15	/	/	/ 1	/
	Simu article	0,66	0,67 0,79	0,92	0,67	0,74 0,86	0,92	0,67	0,71 0,82	Erreur
	Simu Mie-Grüneisen	0,68	0,69 0,82	0,95	0,7	0,77 0,9	0,97	0,73	0,74 0,86	0,99

Les deux modèles de simulation se révèlent être très sensibles à la vitesse d'impact, le ratio  $P/D_0$  augmentant d'environ 30% pour chaque particule dans la plage de vitesses étudiée. L'influence de la température du substrat est vérifiée avec une augmentation de 10-15% du ratio  $P/D_0$  en fonction de la température.

La Figure 3.6 illustre l'évolution du ratio  $P/D_0$  pour les 3 particules de l'article (760, 690 et 670 m/s). L'évolution de toutes les courbes est similaire, la particule de 13,6 µm présentant la pénétration la plus importante. Les deux modèles de simulation ont cependant une tendance assez nette à sous-estimer la pénétration des particules. On peut néanmoins remarquer que le modèle de cette étude utilisant l'équation d'état de Mie-Grüneisen donne des valeurs plus proches des mesures expérimentales que le modèle utilisé par King et coll. L'influence de la température est à nouveau mise en évidence, les valeurs se rapprochant des ratios calculés expérimentalement avec une température du substrat fixée à 413 K par rapport aux valeurs à 298 K.

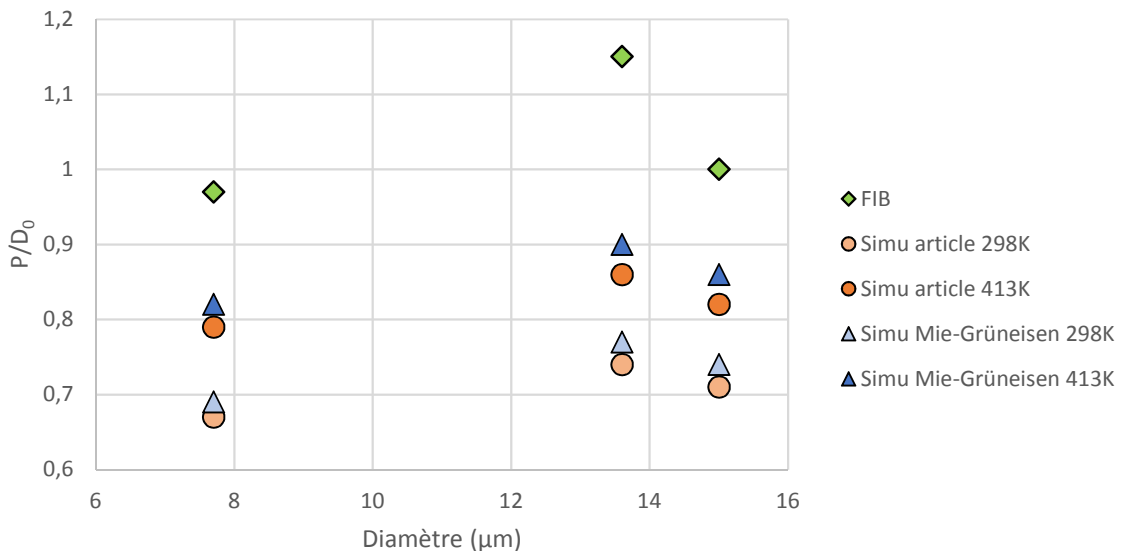


Figure 3.6 : Ratios  $P/D_0$  pour les particules de 7,7, 13,6 et 15 µm impactant à respectivement 760, 690 et 670 m/s



L'utilisation de l'équation d'état de Mie-Grüneisen permet d'obtenir des résultats plus proches des données expérimentales en comparaison de celles obtenues à l'aide du modèle issu de la littérature. L'allure des courbes étant cohérente avec les observations expérimentales et les valeurs des paramètres de l'aluminium AW 5083 et de l'Al-1100 étant très proches, le modèle peut donc être considéré comme validé pour les substrats de cette étude.

Il faut néanmoins garder à l'esprit que la pénétration de la particule est globalement sous-estimée. Une explication possible de cette sous-estimation provient du fait que, comme expliqué précédemment (§1.2.3), les paramètres matériaux utilisés comme entrées dans le modèle n'évoluent pas en fonction de la température. La chute des propriétés mécaniques du substrat en fonction de la température n'étant pas modélisée, il est raisonnable de supposer qu'une telle dépendance à la température pourrait permettre d'atteindre des profondeurs de pénétration plus proches de la réalité. Les différences observées par rapport aux résultats expérimentaux peuvent aussi provenir d'une mauvaise estimation de la vitesse d'impact des particules. Un ratio  $P/D_0$  de 0,99 a par exemple été calculé par la simulation de cette étude pour une vitesse de 737 m/s (Tableau 3.5), cette valeur étant très proche du ratio de 1,00 calculé expérimentalement. Des mesures par DPV de la vitesse des particules auraient permis d'éclaircir ce point.

Le modèle étant désormais validé, l'étude numérique à proprement parler des impacts de particules de cuivre sur un substrat en aluminium peut débuter.

### 3. ÉTUDE D'IMPACTS DE PARTICULES DE CUIVRE SUR UN SUBSTRAT EN ALUMINIUM

Fort d'un tel outil de prédiction, l'impact normal d'une particule de cuivre sur un substrat aluminium AW5083 a donc été étudié dans diverses conditions énergétiques. Dans un premier temps l'influence du maillage a été caractérisée, puis plusieurs couples diamètre/vitesse ont été considérés afin de balayer plusieurs conditions de projection observées expérimentalement. La réponse du modèle à une variation de la température initiale du substrat et de la particule sera également étudiée. Enfin, un trou de texturation à géométrie variable sera implanté à la surface du substrat pour étudier son influence lors d'un impact.

#### 3.1. Optimisation de la résolution du maillage

L'étude de l'influence de la résolution du maillage sur les résultats de la simulation a tout d'abord été réalisée. En effet, une taille d'éléments trop réduite peut causer une distorsion excessive du maillage menant à un échec de la simulation et à l'inverse une taille d'éléments trop importante peut mener à des déformées et des valeurs non réalistes.

Pour cette partie, la simulation a été envisagée dans le cas d'une particule de cuivre de 20  $\mu\text{m}$  de diamètre à 298 K impactant à 400 m/s un substrat en aluminium AW5083 lui-même préchauffé à 413 K. Ce choix de température pour le substrat permet de prendre en compte son échauffement local par le flux de gaz chaud de la projection, comme expliqué précédemment lors de la validation du modèle. Dans un premier temps, l'influence de la résolution du maillage du substrat a été caractérisée, puis celle du maillage de la particule. Dans les deux parties, les variations des contraintes de Von Mises et de la température ont donc été caractérisées en fonction du temps sur deux éléments (Figure 3.7) :

un à la surface de la particule et un à la surface du substrat. Ces éléments ont été choisis en prenant en considération des travaux de modélisation des impacts Cold Spray ayant démontré que les évolutions de température et de contraintes sont maximales dans cette région de l'impact [27]. Le nombre d'éléments total et le temps de calcul nécessaire pour atteindre les 50 nanosecondes de simulation (temps correspondant approximativement à la fin de l'impact) ont également été caractérisés.

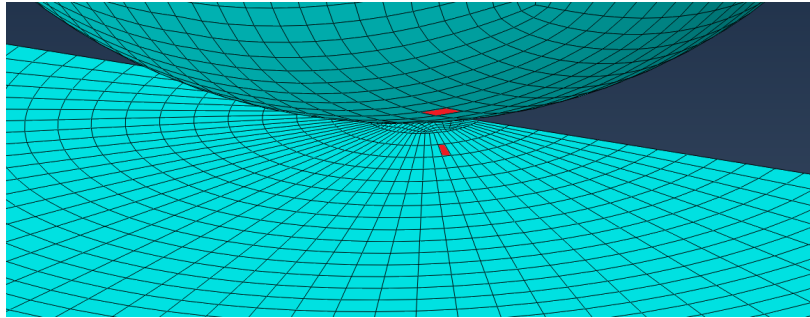


Figure 3.7 : Localisation des éléments utilisés pour la caractérisation de l'influence de la résolution du maillage

### 3.1.1. Incidence de la résolution du maillage du substrat

Le Tableau 3.6 regroupe les différents maillages testés pour le substrat. La dimension indiquée dans le tableau est celle entrée dans ABAQUS lors de la création du maillage, la dimension pour la particule étant fixée arbitrairement à 0,5  $\mu\text{m}$  pour cette partie de l'étude.

Tableau 3.6 : Récapitulatif du nombre d'éléments et des temps de calcul nécessaires pour atteindre une simulation de 50 nanosecondes pour les différentes dimensions de mailles du substrat

Maille	Substrat Taille approx. ( $\mu\text{m}$ )	Particule Taille approx. ( $\mu\text{m}$ )	Nombre d'éléments			Temps calcul à 50 ns (s)
			Part.	Sub.	Total	
1	0,8	0,5	18468	66998	85466	335
2	0,7	0,5	18468	86461	104929	528
3	0,6	0,5	18468	144174	162642	924
4	0,55	0,5	18468	166827	185295	1714
5	0,5	0,5	18468	253206	271674	Échec

La dimension de maille pour le substrat a été testée entre 0,8 et 0,5  $\mu\text{m}$ . Une valeur maximale de 0,8  $\mu\text{m}$  a été choisie dans ce cas dès lors que le maillage créé avec une valeur plus grande n'est plus assez raffiné.

Le temps de calcul nécessaire pour simuler 50 nanosecondes est alors directement corrélé au nombre d'éléments du substrat, passant de 335 s (5,6 min) avec 66998 éléments dans le substrat (taille 0,8  $\mu\text{m}$ ) à 1714 s (28,6 min) avec 185295 éléments (taille 0,55  $\mu\text{m}$ ). À l'inverse, le calcul effectué avec une taille de maille de 0,5  $\mu\text{m}$  a échoué pour cause de déformation excessive des éléments du substrat

pouvant générer des problèmes d'interpénétration de mailles dues à une mauvaise gestion du contact par ABAQUS.

L'évolution des contraintes de Von Mises est présentée quant à elle pour l'élément de la particule (Figure 3.8) et celui du substrat (Figure 3.9). Un écart réduit peut être observé sur chaque graphique entre les différentes courbes, avec une différence maximale d'une dizaine de MPa pour l'élément de la particule et de quelques MPa pour l'élément du substrat. Les mailles les moins fines 1, 2 et 3 donnent des allures de courbes très similaires. La maille 4 (0,55  $\mu\text{m}$ ) en revanche engendre des courbes chaotiques avec des évolutions brusques, démontrant que le calcul est instable. La taille des éléments pour la maille 4 est déjà trop petite pour obtenir un calcul régulier et même si le calcul arrive à son terme les résultats ne sont pas fiables. Le phénomène s'aggrave pour la maille 5 dont la dimension de maille est très proche (0,5  $\mu\text{m}$ ) puisque le calcul n'arrive pas à terme. La brusque chute des contraintes à environ 50 ns confirme donc la fin de l'impact, les contraintes se relâchant lorsque la particule entame son rebond étant donné qu'aucun contact cohésif n'a été défini pour ces calculs.

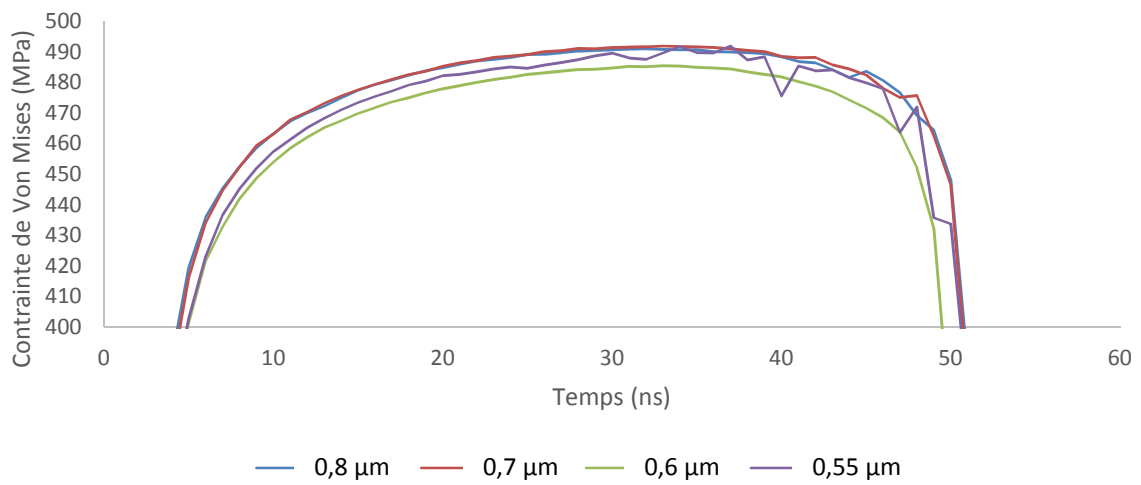


Figure 3.8 : Évolution de la contrainte de Von Mises pour l'élément de la particule, avec une variation de la résolution du maillage du substrat

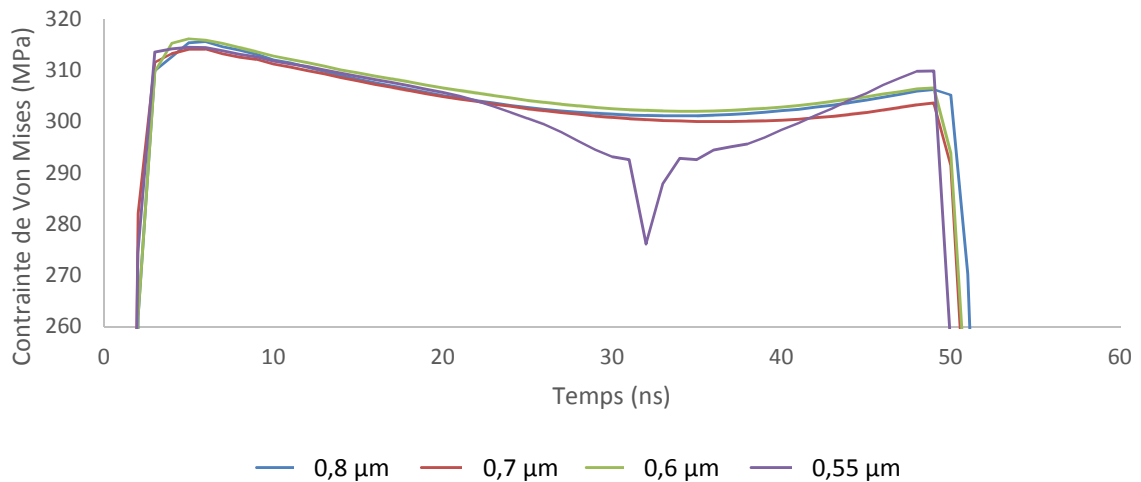


Figure 3.9 : Évolution de la contrainte de Von Mises pour l'élément du substrat, avec une variation de la résolution du maillage du substrat

L'évolution de la température se révèle quant à elle également peu dépendante de la taille de maille du substrat, avec un écart maximal d'une vingtaine de degrés sur l'élément de la particule (Figure 3.10) et de quelques degrés sur l'élément du substrat (Figure 3.11). Les allures des courbes sont similaires pour toutes les tailles de mailles.

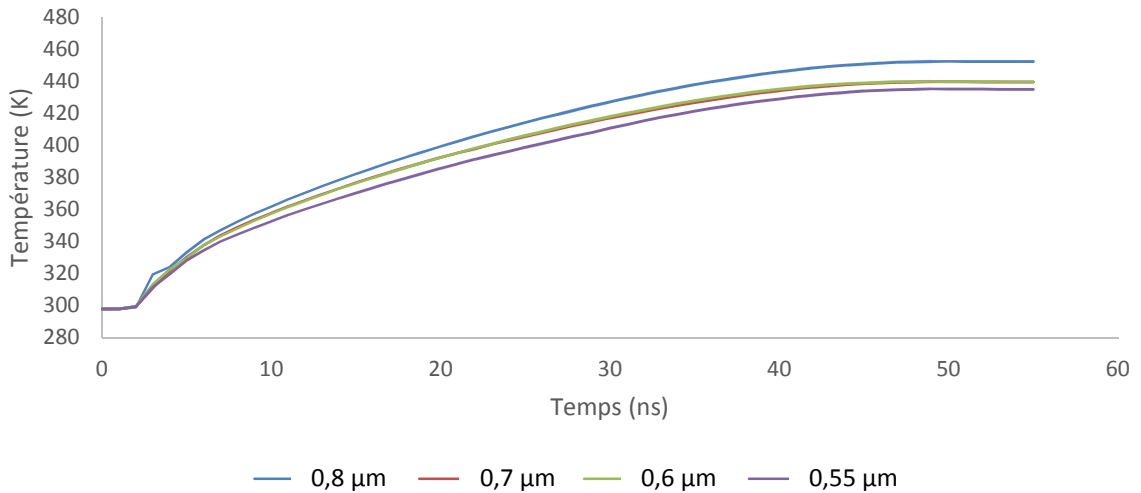


Figure 3.10 : Évolution de la température pour l'élément de la particule, avec une variation de la résolution du maillage du substrat

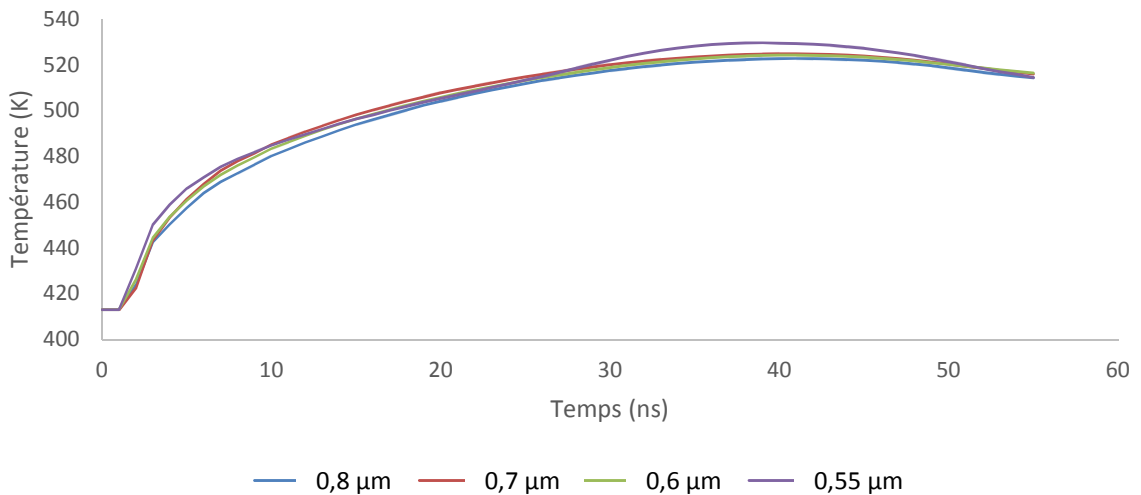


Figure 3.11 : Évolution de la température pour l'élément du substrat, avec une variation de la résolution du maillage du substrat

Dans tous les cas étudiés, les valeurs relevées sur le substrat ne varient quasiment pas, avec seulement quelques MPa ou quelques degrés d'écart. Les valeurs relevées sur la particule montrent une sensibilité un peu plus prononcée au maillage, mais qui reste néanmoins faible au regard des valeurs atteintes avec écart d'une dizaine de MPa pour des valeurs atteignant les 490 MPa (soit 2% de

variation) et une vingtaine de degrés pour une température maximale relevée de 450K (4% de variation).

Le calcul se révèle donc peu sensible à la résolution du maillage du substrat. Le choix de cette résolution peut donc être basé sur des considérations purement techniques, en prenant une dimension de maillage raisonnable (typiquement 0,7  $\mu\text{m}$  pour ce cas) permettant à la fois d'obtenir un calcul rapide et d'éviter les problèmes d'instabilité de calcul résultant d'une dimension de maille trop réduite.

### 3.1.2. Incidence de la résolution du maillage de la particule

Le Tableau 3.7 regroupe les différents maillages testés pour la particule, la dimension indiquée étant celle entrée dans ABAQUS lors de la création du maillage. La dimension de maille pour le substrat a été fixée à 0,7  $\mu\text{m}$  au vu des résultats précédents.

Tableau 3.7 : Récapitulatif du nombre d'éléments et des temps de calcul nécessaires pour atteindre une simulation de 50 nanosecondes pour les différentes dimensions de mailles de la particule

Maille	Substrat Taille approx. ( $\mu\text{m}$ )	Particule Taille approx. ( $\mu\text{m}$ )	Nombre éléments			Temps calcul à 50 ns (s)
			Part.	Sub.	Total	
6	0,7	0,5	18468	86461	104929	528
7	0,7	0,4	37375	86461	123836	670
8	0,7	0,3	84940	86461	171401	946
9	0,7	0,25	153064	86461	239525	1502

Comparativement aux résultats précédents, il est à noter dans ce cas que le maillage d'une particule peut se faire plus finement que le substrat. Une maille de particule de 0,25  $\mu\text{m}$  a en effet été atteinte sans entraîner un échec du calcul, là où le calcul avait échoué avec une maille de substrat de 0,5  $\mu\text{m}$ . Ceci s'explique notamment par le fait que le cuivre composant la particule se déforme moins que l'aluminium du substrat lors de l'impact. Les éléments de la particule sont donc moins enclins à se distordre excessivement.

De plus, le temps de calcul à 50 nanosecondes est de nouveau corrélé à la dimension de maille de la particule et donc au nombre d'éléments de la particule, passant de 528 s (8,8 min) pour une dimension de 0,5  $\mu\text{m}$  (18468 éléments) à 1502 s (25 min) pour 0,25  $\mu\text{m}$  (153064 éléments).

Enfin, l'évolution de la contrainte de Von Mises a été tracée pour l'élément de la particule (Figure 3.12) et celui du substrat (Figure 3.13). Ainsi, il est à noter que la résolution du maillage de la particule ne semble avoir aucun impact significatif sur l'évolution de la contrainte sur le substrat. L'influence est au contraire fortement visible sur les contraintes relevées sur la particule. En effet même si la valeur maximale de la contrainte varie assez peu (485 MPa pour une maille de 0,5  $\mu\text{m}$  contre 495 MPa pour 0,25  $\mu\text{m}$ , soit 2% de variation), l'allure générale de la courbe quant à elle est fortement modifiée. Plus la dimension de maille diminue, plus les valeurs de contraintes augmentent brusquement au début de l'impact (< 5 ns) avant de se stabiliser quasiment en palier pour des mailles

de 0,25 et 0,3  $\mu\text{m}$  (8 et 9). L'évolution des contraintes est moins brutale pour les mailles de 0,4 et 0,5  $\mu\text{m}$  (6 et 7).

Il est aussi possible de remarquer que la courbe de la maille 9 (0,25  $\mu\text{m}$ ) présente un aspect moins régulier que dans les autres cas de figure ce qui laisse supposer un début d'instabilité. La maille 8 (0,3  $\mu\text{m}$ ) présente elle aussi quelques irrégularités, surtout entre 45 et 50 ns, mais dans une moindre mesure.

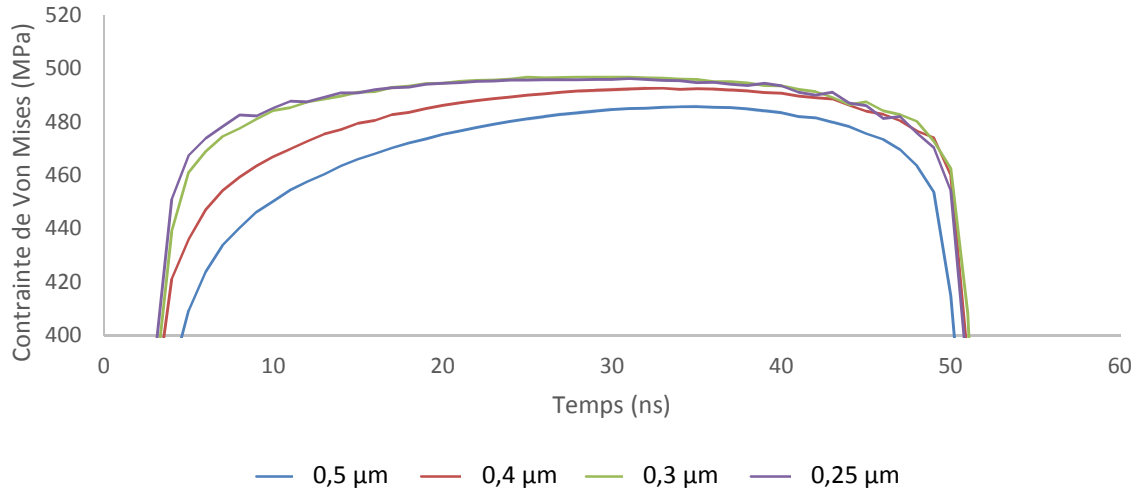


Figure 3.12 : Évolution de la contrainte de Von Mises pour l'élément de la particule, avec une variation de la résolution du maillage de la particule

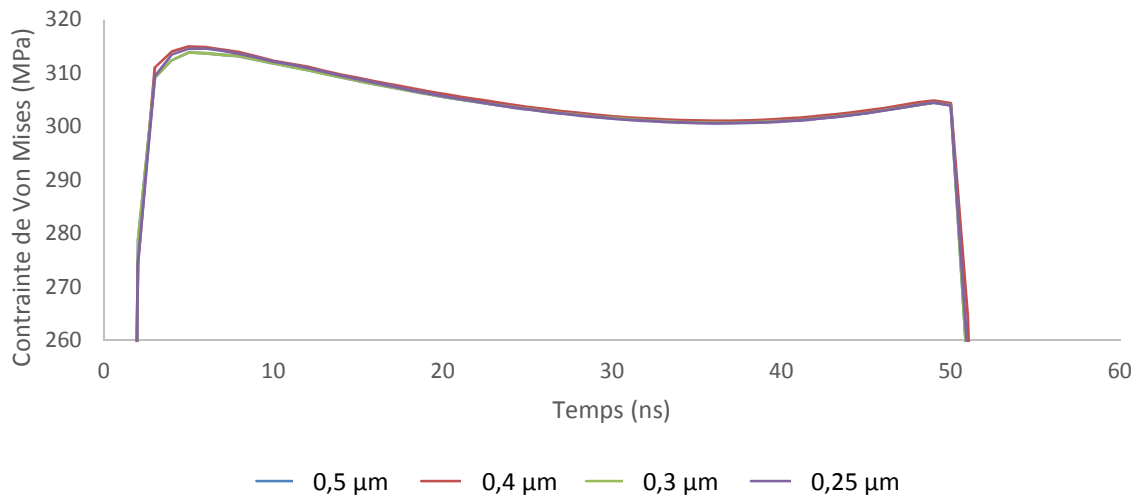


Figure 3.13 : Évolution de la contrainte de Von Mises pour l'élément du substrat, avec une variation de la résolution du maillage de la particule

Enfin, il apparaît que l'évolution de la température présente les mêmes caractéristiques que l'évolution de la contrainte. La température du substrat (Figure 3.15) semble en effet peu impactée par la variation du maillage de la particule contrairement à la température de la particule (Figure 3.14) variant d'une valeur maximale de 433 K pour la maille de 0,5  $\mu\text{m}$  à 488 K pour la maille de 0,25  $\mu\text{m}$

(11% de variation). L'allure des courbes pour la température reste cependant relativement similaire, à la différence des contraintes étudiées précédemment. Un saut assez brusque de température dans les toutes premières nanosecondes de l'impact est en effet remarquable, correspondant à l'entrée en contact de l'élément de la particule avec le substrat.

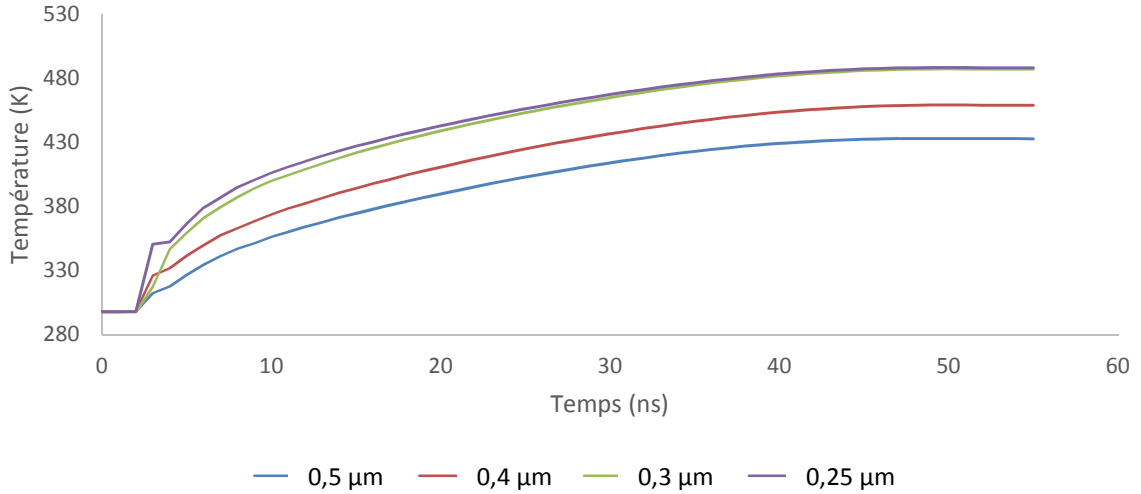


Figure 3.14 : Évolution de la température pour l'élément de la particule, avec une variation de la résolution du maillage de la particule

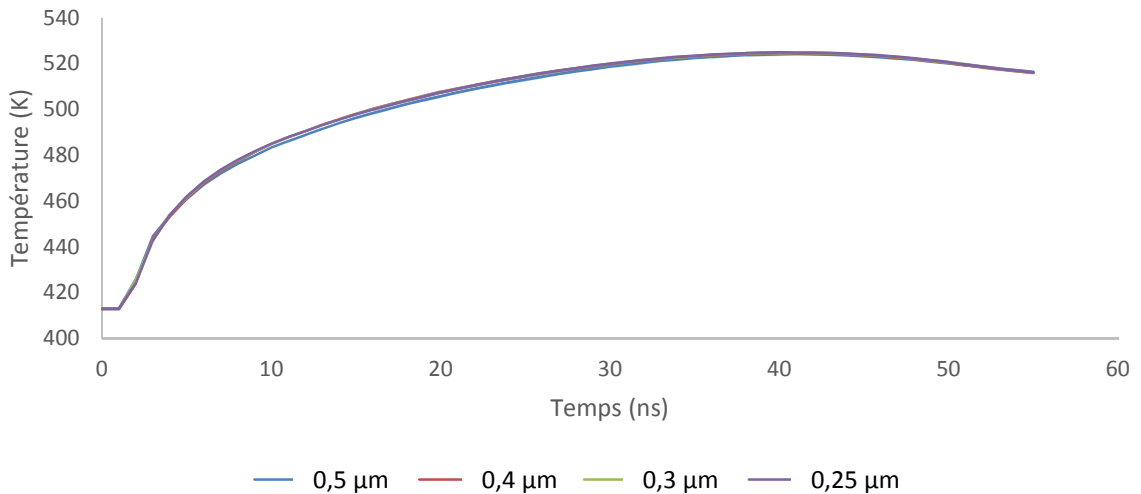


Figure 3.15 : Évolution de la température pour l'élément du substrat, avec une variation de la résolution du maillage de la particule

### 3.1.3. Conclusion intermédiaire

L'étude des variations du maillage a démontré l'influence de celui-ci sur les résultats de la simulation et plusieurs conclusions peuvent être tirées :

- Le maillage du substrat influe peu sur les résultats, que ce soit sur les contraintes ou les températures. Un maillage trop fin du substrat pouvant mener à des calculs instables, il est nécessaire de garder une taille de maille raisonnable. Dans la suite de l'étude, une dimension de maille minimale pour le substrat de  $0,7 \mu\text{m}$  a donc été fixée.
- Le maillage de la particule influe grandement sur les résultats. Là encore, le calcul peut devenir instable en cas de maillage trop fin, mais dans une moindre mesure que pour le substrat. Une dimension de maille de  $0,3 \mu\text{m}$  a donc été instaurée pour la particule.

Enfin, après avoir éclairci ces points liés uniquement à des considérations numériques l'étude de différents cas a donc pu commencer, avec en premier lieu l'étude de la réponse du système à des variations du diamètre et de la vitesse d'impact de la particule.

## 3.2. Influence du couple diamètre/vitesse

Comme il se doit, la variation de la vitesse d'une particule entraîne une variation de son énergie cinétique. Or la vitesse et le diamètre d'une particule projetée par Cold Spray sont deux paramètres liés. En effet, pour une poudre donnée, toutes les particules d'un certain diamètre vont être accélérées pour impacter le substrat avec une vitesse comprise dans un intervalle restreint. L'influence du couple diamètre/vitesse sera donc étudiée pour différents cas énergétiques avec l'accent mis sur l'évolution de la déformation des particules et des substrats en fin d'impact. La température et les contraintes induites dans la zone d'impact seront aussi étudiées, la simulation permettant d'obtenir ces informations difficiles, voire impossibles, d'accès expérimentalement.

### 3.2.1. Détermination de la relation diamètre - vitesse

Des mesures de la vitesse des particules par DPV (Chapitre 2 §3.1.2) ont été effectuées pour les deux lots de poudres de cuivre sphériques notées « M » pour moyenne et « L » pour large dont les granulométries sont présentées Chapitre 2 (§1.3). Les mesures ont été réalisées en utilisant de l'air comprimé comme gaz porteur avec différentes pressions comprises entre 5 et 9 bars (température du gaz :  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ ). Néanmoins, l'absence de différence significative ayant été remarquée entre les 3 pressions d'entrée, les résultats issus des 3 mesures ont donc été regroupés en un seul nuage de point par poudre. Une régression linéaire a été utilisée afin d'obtenir une tendance pour chaque lot de poudre. Les résultats sont présentés sur la Figure 3.16.



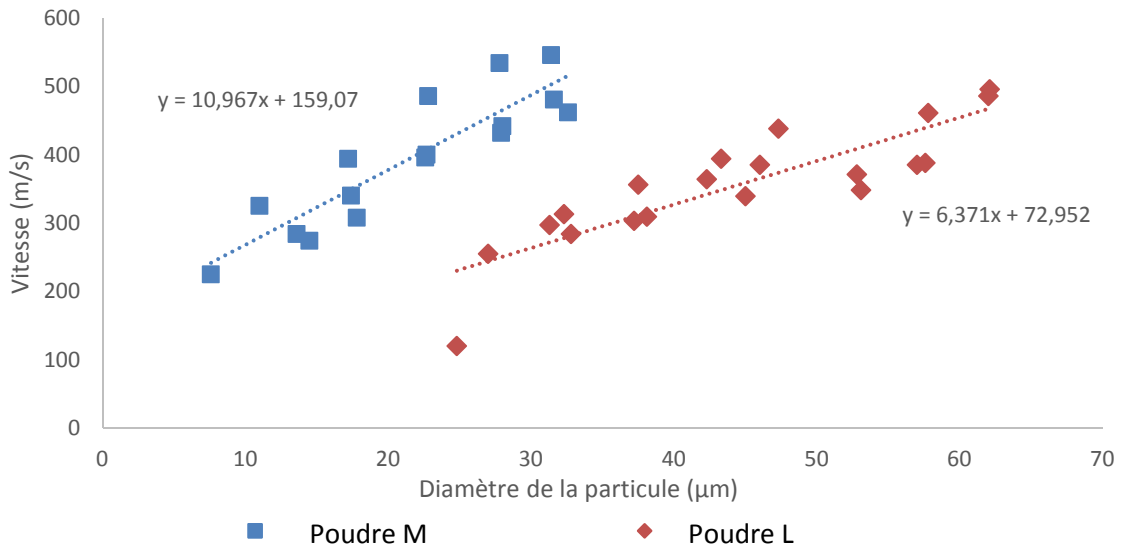


Figure 3.16 : Mesures par DPV de la vitesse des particules pour les poudres sphériques M et L

Du point de vue des simulations, trois diamètres proches du  $d_{50}$  ont été sélectionnés pour chaque poudre :

- 15, 20 et 25 µm pour la poudre M
- 40, 45 et 50 µm pour la poudre L

Les calculs ont ensuite été réalisés en utilisant 2 substrats de tailles différentes, un pour chaque poudre afin d'adapter le nombre d'éléments à la taille de la particule et accélérer les calculs. La vitesse de chaque particule a été calculée à l'aide des deux régressions linéaires présentées précédemment. Deux autres vitesses ont été déterminées pour chaque diamètre en retranchant ou en ajoutant 10% de sa valeur à la vitesse initiale, afin de mieux rendre compte de la dispersion des vitesses observées par DPV pour un diamètre donné. Les résultats et conclusions étant quasiment identiques pour les deux poudres, seule la poudre M sera présentée dans ce chapitre. Les résultats pour la poudre L sont regroupés dans l'Annexe C et les valeurs de vitesses pour la poudre M sont regroupées dans le Tableau 3.8.

Tableau 3.8 : Couples diamètre/vitesse sélectionnés comme paramètres d'entrée de la simulation

Poudre M			
Diamètre $D_0$ (µm)	Vitesse -10%	Vitesse (m/s)	Vitesse +10%
15	291	323	356
20	340	378	416
25	390	433	476

### 3.2.2. Évolution des déformées finales

La déformation finale est considérée atteinte au moment où l'énergie cinétique du modèle atteint son minimum, ce qui correspond au moment où le rebond de la particule commence. Les déformations de la particule et du substrat ont donc été caractérisées à l'aide de 3 paramètres (Figure 3.17) :

- P la profondeur de pénétration atteinte par la particule et mesurée en prenant la distance entre la surface du substrat non déformé et le fond du cratère d'impact ;
- H la hauteur permettant de quantifier l'écrasement de la particule ;
- L la largeur caractérisant l'étalement de la particule et l'ouverture du cratère.

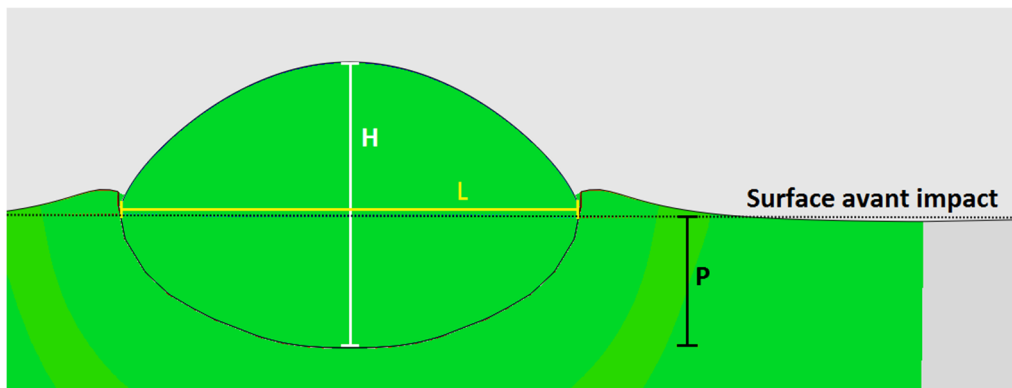


Figure 3.17 : Illustration des paramètres géométriques pour la caractérisation des déformées

Les paramètres P, H et L sont évidemment fortement dépendants du diamètre initial  $D_0$  de la particule. Afin de pouvoir comparer les particules entre elles, ce sont donc les ratios  $P/D_0$ ,  $H/D_0$  et  $L/D_0$  qui sont étudiés. La morphologie des impacts de la poudre M a alors été caractérisée et l'évolution des paramètres géométriques a été tracée (Figures 3.18, 3.19 et 3.20).

Comme l'illustre la Figure 3.18, l'évolution du ratio  $P/D_0$  suit une allure régulière selon la vitesse et le diamètre. Le ratio augmente en effet pour tous les diamètres en fonction de la vitesse, passant de 0,285 à 0,395 pour un  $D_0$  de 20  $\mu\text{m}$  par exemple. Le ratio augmente également en fonction de l'évolution du diamètre, de 0,307 pour  $D_0 = 15 \mu\text{m}$  à 0,504 pour  $D_0 = 25 \mu\text{m}$  en considérant la vitesse moyenne augmentée de 10%. Ces évolutions sont cohérentes avec l'énergie cinétique initiale des particules qui augmente avec la vitesse : pour une particule d'un diamètre donné, l'énergie cinétique augmente avec la vitesse. Cette énergie étant convertie en déformation plastique du substrat et de la particule, la profondeur de pénétration augmente donc de la même manière.

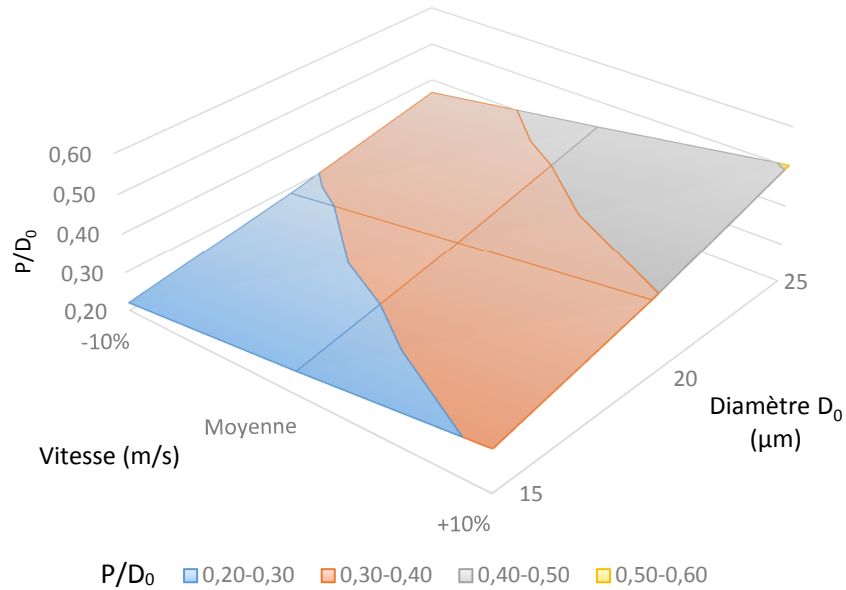


Figure 3.18 : Évolution du ratio  $P/D_0$  en fonction de la vitesse et du diamètre  $D_0$  pour la poudre M

En complément de tous ces éléments, les évolutions des ratios  $H/D_0$  (Figure 3.19) et  $L/D_0$  (Figure 3.20) montrent que pour un diamètre donné la déformation des particules s'accroît avec la vitesse de celles-ci ( $H$  diminue et  $L$  augmente). Lorsque le diamètre initial augmente pour une même gamme de vitesse, le ratio  $H/D_0$  augmente également. Plus surprenant au premier abord, le ratio  $L/D_0$  quant à lui diminue. Ceci peut s'expliquer par le fait que la particule se retrouve bloquée par les parois du cratère d'impact et ne peut donc pas s'étaler. Les éléments ont alors tendance à remonter au lieu de se déplacer horizontalement. L'évolution de  $L$  n'est alors plus capable de compenser l'augmentation de  $D_0$  dans le calcul du ratio, d'où sa diminution. Bien évidemment, le lien peut de nouveau être fait avec l'énergie cinétique de la particule, plus celle-ci étant importante plus les déformations subies par la particule à l'impact deviennent aussi importantes.

L'évolution de  $P/D_0$  en fonction de la vitesse ou du diamètre semble suivre une loi polynomiale d'ordre 2 et non linéaire. Le domaine d'étude se révèle néanmoins trop restreint pour déterminer précisément l'évolution précise avec seulement trois points pour chaque diamètre et trois pour chaque gamme de vitesse. Des travaux complémentaires s'avèreraient donc nécessaires sur ce point.

Pour conforter de telles hypothèses, la déformée finale d'une particule a enfin été comparée avec une observation MEB de particules impactées sur un substrat en aluminium AW5083 (Figure 3.21). La particule sélectionnée pour la Figure 3.21 présente une largeur  $L$  estimée à environ  $17 \mu\text{m}$ . D'après les résultats de la simulation, cela pourrait correspondre à une particule de diamètre initial  $D_0$  de  $15 \mu\text{m}$  impactant la surface avec une vitesse de l'ordre de  $323 \text{ m/s}$ . Les deux observations expérimentales et numériques concordent donc au niveau de la forme générale. Les particules restent en effet bombées en surface, avec une profondeur de pénétration partielle. Au niveau du substrat, peu de modifications peuvent en revanche être relevées (peu d'éjections) contrairement à ce qui peut être observé pour des impacts de particules plus grosses. Le bord droit de la particule observée expérimentalement semble arraché. L'impact voisin d'une particule de plus gros diamètre n'ayant pas adhéré au substrat a probablement endommagé la particule observée avec arrachement lors du rebond (cratère d'impact d'une particule plus imposante dans le coin supérieur droit de l'image).

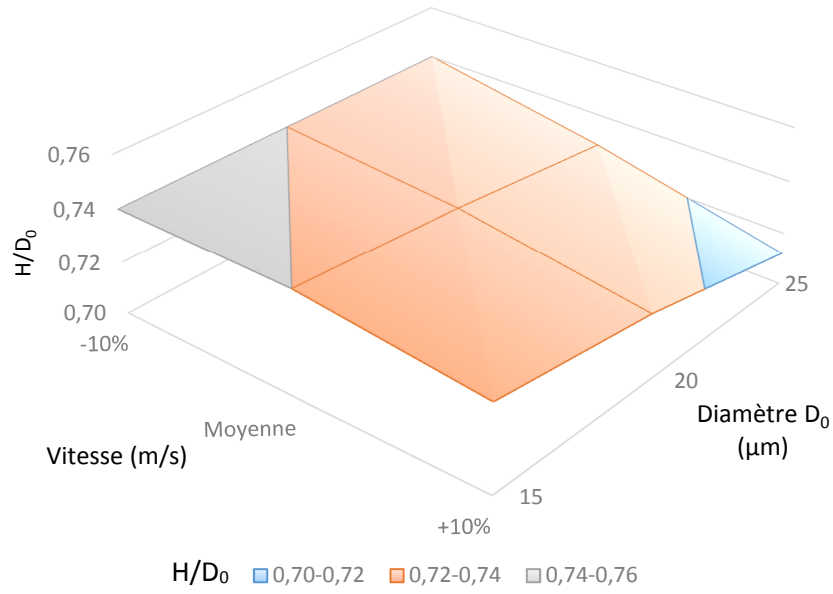


Figure 3.19 : Évolution du ratio  $H/D_0$  en fonction de la vitesse et du diamètre  $D_0$  pour la poudre M

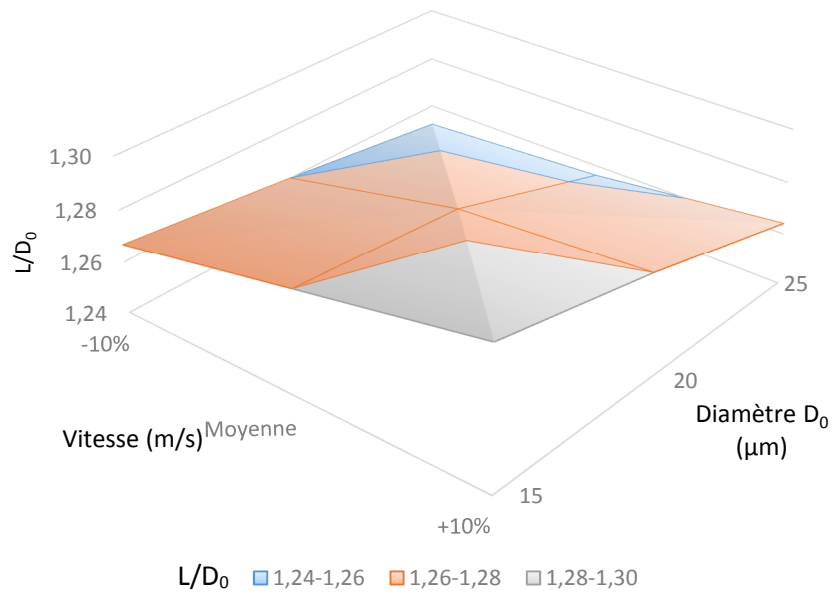


Figure 3.20 : Évolution du ratio  $L/D_0$  en fonction de la vitesse et du diamètre  $D_0$  pour la poudre M

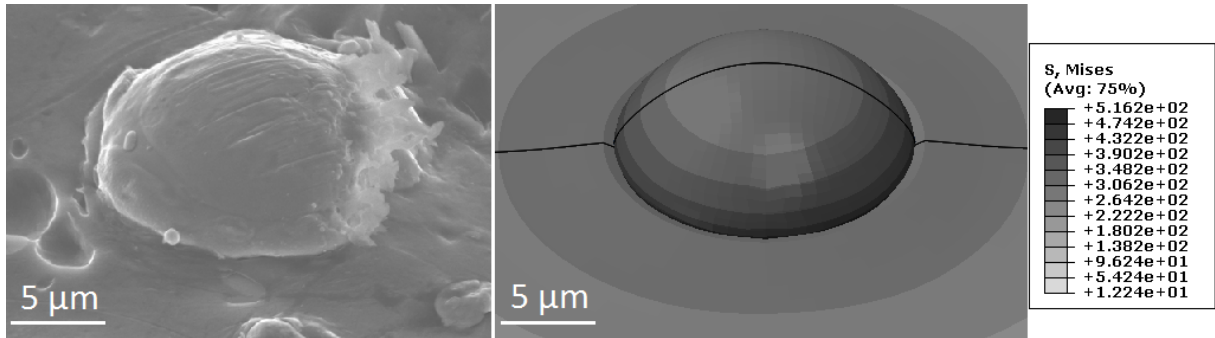


Figure 3.21 : Comparaison d'une particule impactée observée au MEB et de la déformée obtenue par simulation d'une particule de 15  $\mu\text{m}$  impactant à 323 m/s

### 3.2.3. Évolution des contraintes lors de l'impact

Après ces considérations morphologiques, l'intérêt s'est porté sur les contraintes calculées lors de l'impact. L'évolution temporelle des contraintes localisées dans la zone d'impact est en effet difficile à caractériser expérimentalement alors que numériquement ces informations sont disponibles. C'est pourquoi l'évolution des contraintes a donc été étudiée ici sur deux éléments du substrat et de la particule (Figure 3.7). Le substrat étant toujours le même entre les différents cas, le même élément a été sélectionné à chaque fois. Concernant la particule, l'élément a été sélectionné manuellement à chaque fois le plus proche possible de la position de référence afin d'obtenir des résultats comparables (Figure 3.22), le maillage de la particule dépendant évidemment de son diamètre initial.

Ainsi, l'évolution temporelle des contraintes sur les éléments du substrat et de la particule montre une augmentation brutale de quelques nanosecondes des contraintes dès le début effectif de l'impact. Ces contraintes varient ensuite peu, atteignant un palier plus ou moins marqué à des niveaux variables selon le matériau considéré. Les contraintes maximales atteintes au niveau du substrat (300-330 MPa) sont inférieures à celles de la particule (450-550 MPa). Le terme d'adoucissement thermique et les paramètres de l'équation de Johnson-Cook sont donc selon toute vraisemblance à l'origine de ces valeurs différentes dans les deux matériaux.

L'influence du diamètre des particules sur la durée de l'impact est aussi clairement identifiable lors de telles évolutions. En effet, une chute de la contrainte peut être remarquée à la surface du substrat dès 40 ns pour des particules de diamètre 15  $\mu\text{m}$ , pour atteindre des délais de 52 ns et 67 ns pour des diamètres considérés de 20  $\mu\text{m}$  et 25  $\mu\text{m}$ . Une telle variation peut être corrélée avec les contraintes mesurées à la surface de la particule, qui chutent elles aussi aux mêmes moments. Ces variations peuvent alors être attribuées à la fin de l'impact lui-même, marquant le début du rebond de la particule.

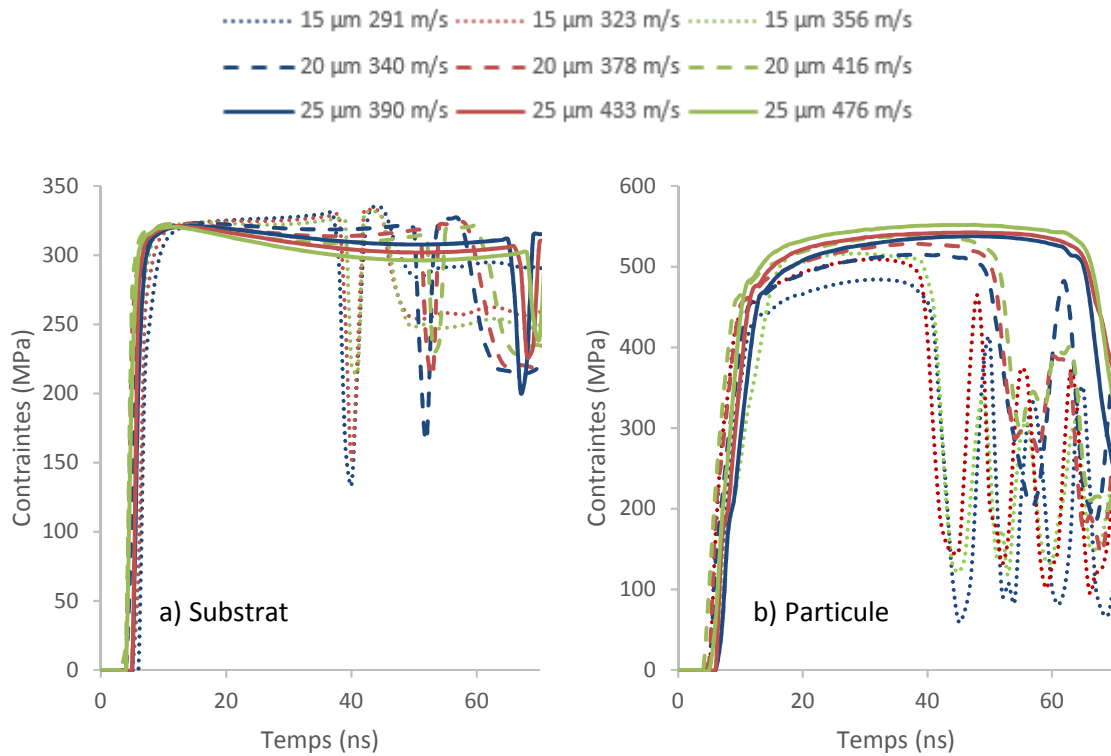


Figure 3.22 : Évolution temporelle des contraintes de Von Mises de l'élément du substrat (a) et de la particule (b) pour la poudre M en fonction du diamètre et de la vitesse de la particule

Concernant l'évolution en fonction des vitesses, pour un diamètre donné, plus la particule impacte à haute vitesse et plus la contrainte maximale sur le substrat diminue. La tendance est inversée sur la particule où une augmentation de la vitesse d'impact entraîne une contrainte maximale plus importante.

Ces tendances et les valeurs relevées démontrent qu'en augmentant le diamètre et/ou la vitesse, la fraction de l'énergie initiale transformée en déformation de la particule augmente par rapport au substrat. Ceci peut être corrélé avec les évolutions des déformations expliquées précédemment où un écrasement plus important de la particule est observé en fonction de son diamètre (§3.2.2).

De plus, une oscillation des contraintes post-impact est visible dans la particule, provenant de réflexions d'ondes de contraintes lors du rebond. Aux mêmes instants une brutale chute suivie d'une remontée des contraintes sur les substrats est observée. L'hypothèse du rebond pour expliquer ces brusques variations a été vérifiée en simulant l'impact d'une particule de 20 µm impactant à 378 m/s et en introduisant un contact cohésif (§1.6) à partir de 52 ns pour empêcher la particule de rebondir. La disparition de la chute de contraintes dans le substrat à 52 ns (Figure 3.23) démontre bien qu'il s'agit d'un phénomène de relaxation de contraintes induit par le rebond de la particule et de la réponse partiellement élastique des métaux lors d'un impact.

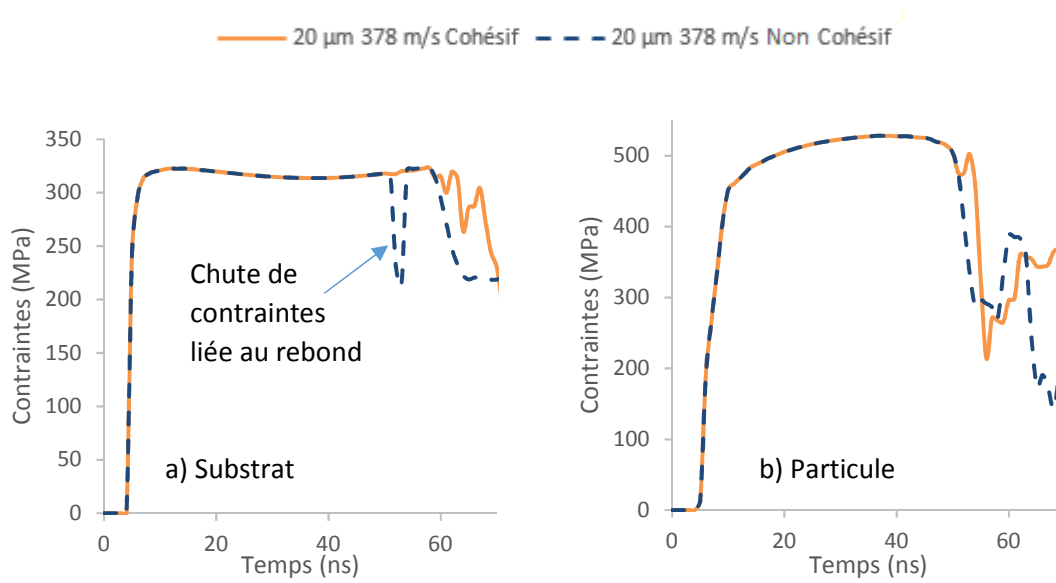


Figure 3.23 : Évolution temporelle des contraintes de Von Mises de l'élément du substrat (a) et de la particule (b) pour une particule de 20 µm impactant à 378 m/s, avec et sans contact cohésif

### 3.2.4. Évolution des températures lors de l'impact

Pour poursuivre dans cette analyse prédictive, l'influence du diamètre et de la vitesse des particules sur l'évolution de la température interfaciale a été visualisée comme en témoignent les résultats présentés Figure 3.24. Les évolutions ont été tracées en relevant les valeurs sur les mêmes éléments du substrat et de la particule que ceux choisis pour tracer les évolutions de contraintes précédentes (§3.2.3).

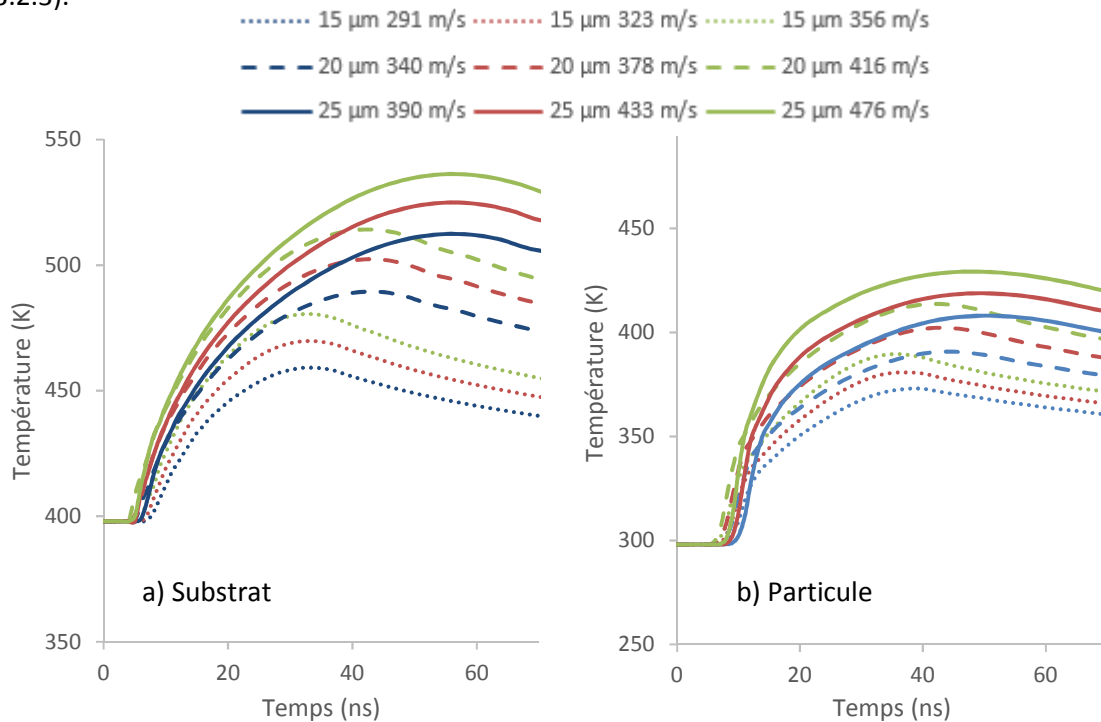


Figure 3.24 : Évolution temporelle de la température de l'élément du substrat (a) et de la particule (b) pour la poudre M en fonction du diamètre et de la vitesse de la particule

À la vue des courbes caractéristiques des différentes conditions d'impact en surface du substrat et de la particule, une évolution thermique similaire semble apparaître systématiquement. La température relevée augmente brusquement dès le début effectif de l'impact avant d'atteindre une valeur maximale puis de diminuer légèrement sur la fin de l'impact. Bien évidemment, une augmentation du diamètre des particules entraîne une élévation des températures maximales des deux éléments (substrat et particule) tout comme l'augmentation de la vitesse pour un diamètre donné. Comme cela a déjà été établi, l'augmentation du diamètre et/ou de la vitesse de la particule génère un excès d'énergie cinétique susceptible d'entraîner une plus grande déformation de la particule et du substrat et donc des frottements plus importants entre les deux surfaces (§3.2.2). La génération de chaleur dans le modèle étant régie par les frottements induits par les déformations respectives de la particule et du substrat (§1.6), la température interfaciale augmente alors comme observé numériquement. L'évolution des températures à l'interface en fonction du diamètre et de la vitesse est donc cohérente.

Sur le substrat, une hausse maximale de 136 K peut être relevée pour l'impact d'une particule de 25  $\mu\text{m}$  à 476 m/s, l'augmentation minimale calculée étant de 59 K (15  $\mu\text{m}$  à 291 m/s). Dans ces mêmes conditions à l'échelle de la particule, une élévation de 129 K et de 74 K du cuivre peut donc être notée respectivement. La valeur maximale se trouve néanmoins décalée dans le temps quand le diamètre augmente dû à l'accroissement de la durée de l'impact : pour le substrat par exemple le maximum est relevé à 33 ns pour une particule de 15  $\mu\text{m}$ , à 42 ns pour 20  $\mu\text{m}$  et 57 ns pour 25  $\mu\text{m}$ .

Comme réalisé préalablement pour les contraintes et afin de vérifier l'effet des conditions d'impacts, l'évolution des températures a aussi été visualisée pour une particule de 20  $\mu\text{m}$  de diamètre impactant la surface à 378 m/s avec l'implantation d'un contact cohésif. Aucune influence notable sur l'évolution des températures n'a dans ce cas été remarquée (Figure 3.25). L'absence de transfert de chaleur entre la particule et le substrat ainsi que vers le milieu extérieur explique l'absence de différence lorsque l'on empêche le rebond. Les frottements générant de la chaleur sont également réduits à zéro dès que le contact cohésif bloque la particule. Seule une dissipation de la chaleur par conduction dans l'épaisseur du substrat et de la particule intervient, expliquant la baisse progressive de la température à l'interface en fin de calcul.

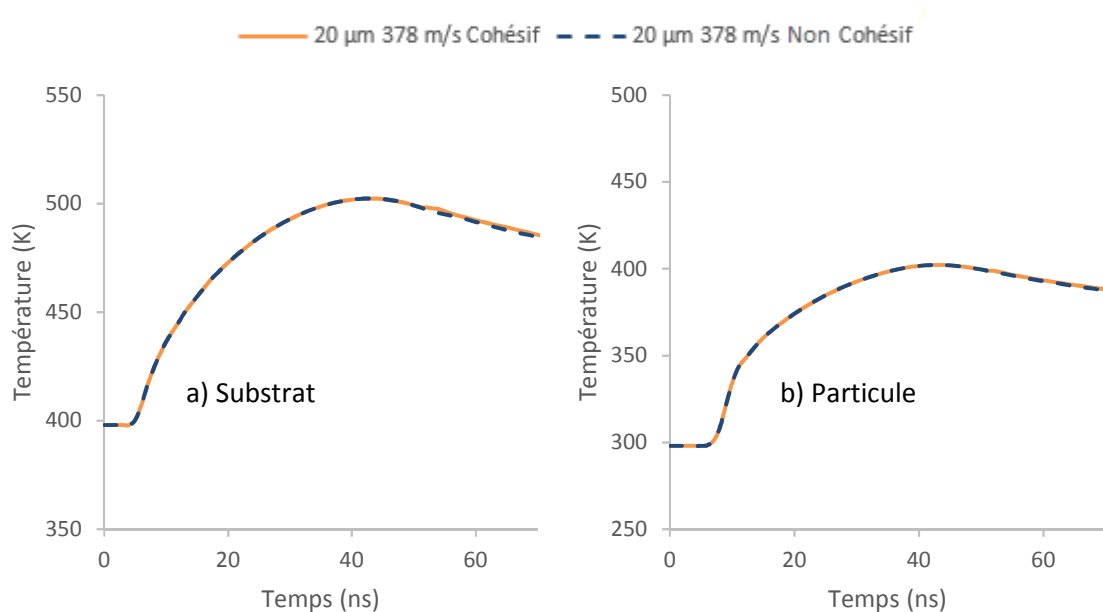


Figure 3.25 : Évolution temporelle des températures de l'élément du substrat (a) et de la particule (b) pour une particule de 20  $\mu\text{m}$  impactant à 378 m/s, avec et sans contact cohésif



3.2.5. Conclusion intermédiaire

Ainsi, pour un même diamètre, une augmentation de la vitesse initiale entraîne un plus grand écrasement de la particule et une pénétration plus importante dans le substrat.

Ces déformations plus importantes induisent une élévation des frottements entre la particule et le substrat et donc un accroissement plus important de la température à l'interface. Au niveau des contraintes, celles qui sont engendrées à la surface du substrat ont tendance à légèrement baisser alors que celles de la particule augmentent.

En cas de hausse du diamètre pour une vitesse donnée, les observations sont identiques sauf pour l'évolution de  $L/D_0$ . En effet, les parois du cratère d'impact contraignent la particule et l'empêchent de s'étaler librement. L'augmentation de  $L$  est alors inférieure à celle de  $D_0$ , d'où la diminution du ratio. Toutes ces considérations sont synthétisées dans le Tableau 3.9.

Tableau 3.9 : Synthèse des évolutions observées pour des variations de la vitesse ou du diamètre

Paramètre d'entrée	Évolution de $P/D_0$	Évolution de $H/D_0$	Évolution de $L/D_0$
↗ Vitesse	↗	↘	↗
↗ Diamètre	↗	↘	↘
	Contraintes à l'interface du substrat		Contraintes à l'interface de la particule
↗ Vitesse	↘		↗
↗ Diamètre	↘		↗
	Températures à l'interface du substrat		Températures à l'interface de la particule
↗ Vitesse	↗		↗
↗ Diamètre	↗		↗

De plus, l'augmentation du diamètre et/ou de la vitesse allonge le temps d'interaction entre le substrat et la particule. Toutes ces observations peuvent être reliées à l'élévation de l'énergie cinétique de la particule.

La définition d'un contact cohésif a permis de corriger un artefact présent sur l'évolution des contraintes relevées sur le substrat. Il a été aussi montré que l'introduction de ce contact n'entraîne pas de modifications des évolutions de températures. Ce contact permettant de bloquer la particule et l'empêcher de rebondir sera utilisé ultérieurement pour l'étude des contraintes résiduelles présentée dans le Chapitre 4. Néanmoins, ce contact est compliqué à mettre en place numériquement et est coûteux en temps de calcul. Il ne sera donc plus utilisé dans la suite de ce chapitre.

Enfin, après toutes ces considérations sur l'influence du couple diamètre/vitesse, l'étude s'est portée sur la caractérisation numérique de l'influence de la température initiale de la particule et du substrat. La même approche a été adoptée, dans un premier temps morphologique pour ensuite étudier plus précisément les contraintes et les températures.

### 3.3. Influence de la température

Sous l'effet de la température, une modification de la déformation du substrat et de la particule a pu être notée. En effet, le modèle présente un couplage contrainte/température dû à l'utilisation du modèle de plasticité de Johnson-Cook (§1.2.3), induisant donc une réponse mécanique différente des éléments selon la température. Des simulations numériques d'impact d'une particule de 20 µm projetée à 400 m/s ont donc été menées en faisant varier la température initiale de la particule et du substrat. Les valeurs de température utilisées sont 298 K (ambiante), 398 K et 498 K, soit un total de neuf combinaisons testées. Il n'a pas été jugé nécessaire de monter plus haut en température, ces températures étant dans la gamme habituelle du Cold Spray Basse Pression. Le maillage de la particule et du substrat a quant à lui été fixé afin d'exclure toute influence de la dimension des mailles sur les évolutions des contraintes et des températures calculées.

#### 3.3.1. Évolution des déformées finales

Comme préalablement (§3.2.2), la morphologie des impacts ainsi que l'évolution des paramètres géométriques  $P/D_0$ ,  $H/D_0$  et  $L/D_0$  ont été suivies en fonction d'un critère de température (Figure 3.26, 3.27 et 3.28).

Comme l'illustre la Figure 3.26, la température initiale de la particule n'a quasiment aucune influence sur le ratio  $P/D_0$ , contrairement à une élévation de la température du substrat qui entraîne une augmentation importante du rapport  $P/D_0$ . Une augmentation de 3,2 µm de la valeur de  $P$  (hausse de 0,16 du ratio  $P/D_0$ ) peut en effet être remarquée pour une augmentation de 200 K, quelle que soit la température initiale de la particule.

L'influence de la température peut donc conduire à différents effets :

- élargissement de la particule impactée avec la température ( $H$  diminue et  $L$  augmente) ;
- accentuation de la déformation du substrat avec la température ( $H$  augmente et  $L$  diminue).

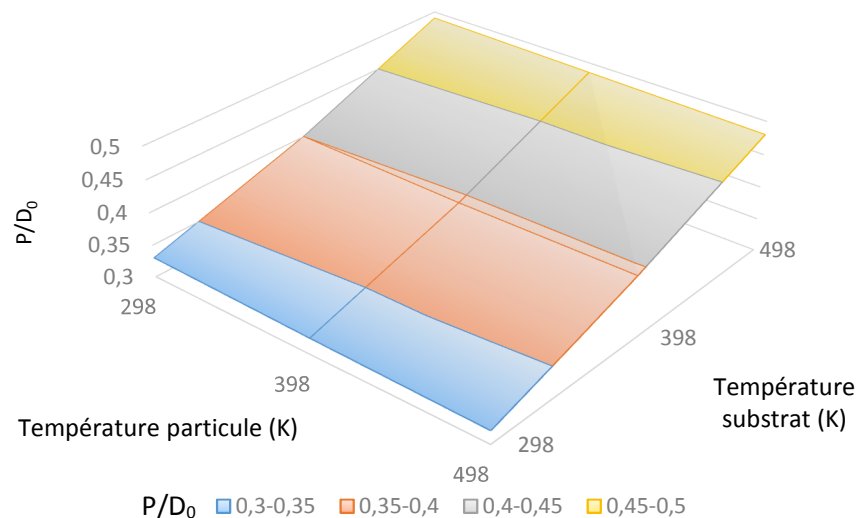


Figure 3.26 : Évolution du ratio  $P/D_0$  en fonction de la température de la particule et de celle du substrat pour une particule de 20 µm impactant à 400 m/s

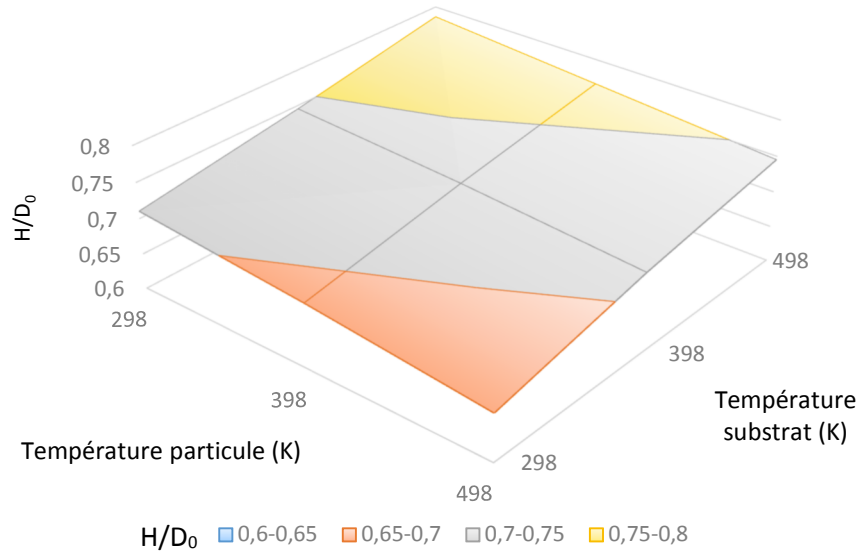


Figure 3.27 : Évolution du ratio  $H/D_0$  en fonction de la température de la particule et de celle du substrat pour une particule de  $20 \mu\text{m}$  impactant à  $400 \text{ m/s}$

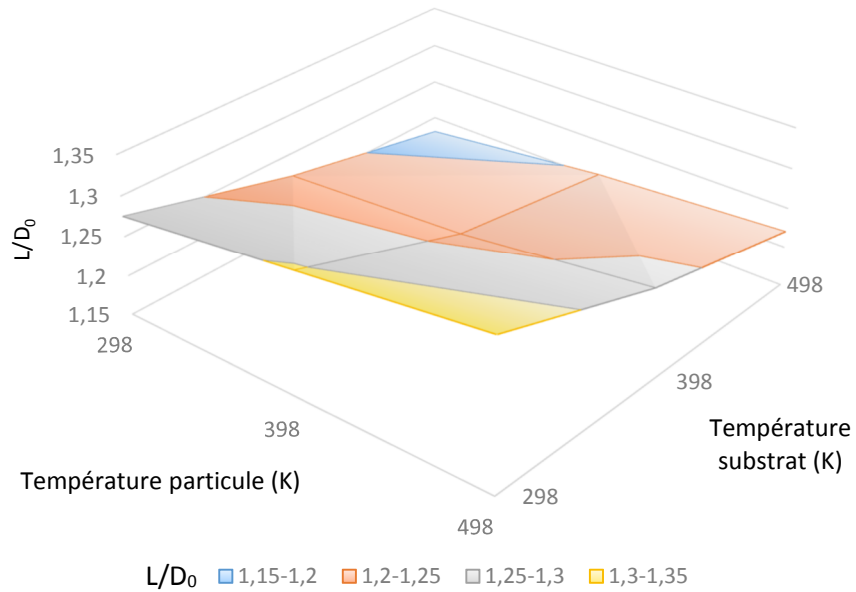


Figure 3.28 : Évolution du ratio  $L/D_0$  en fonction de la température de la particule et de celle du substrat pour une particule de  $20 \mu\text{m}$  impactant à  $400 \text{ m/s}$

### 3.3.2. Évolution des contraintes lors de l'impact

À la suite de l'étude des déformées et en suivant la même progression que précédemment (§3.2.3), l'évolution temporelle des contraintes de Von Mises a été étudiée au cours de l'impact en faisant cette fois varier les températures initiales du substrat et de la particule. Les résultats sont présentés sur la

Figure 3.29, les courbes étant tracées à partir des résultats relevés pour un élément du substrat et un élément de la particule définis toujours de la même façon.

Les évolutions des contraintes sur le substrat sont fortement dépendantes de la température du substrat et très peu de la température de la particule. À l'inverse les contraintes à l'échelle de la particule dépendent clairement de la température de cette dernière et plus faiblement de la température du substrat. Ces observations se justifient par le fait qu'aucun transfert de chaleur n'est considéré entre la particule et le substrat. La température initiale de la particule n'influe donc pas sur l'échauffement du substrat et inversement. Seuls les frottements apparaissant à l'interface par déformations induisent un échauffement lors de l'impact et le coefficient de frottement est indépendant de la température.

Concernant le substrat, la contrainte diminue de 155 MPa lorsque la température du substrat augmente de 200 K. La tendance est similaire pour la particule, mais la diminution est moins importante (85 MPa).

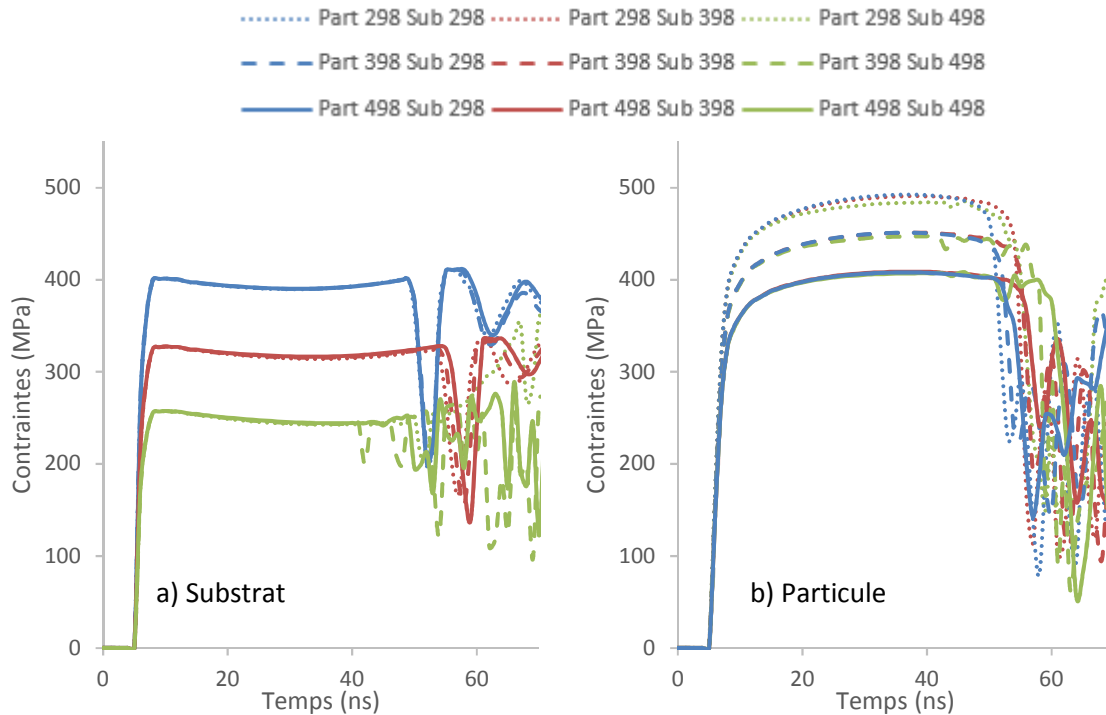


Figure 3.29 : Évolution temporelle des contraintes de Von Mises de l'élément du substrat (a) et de la particule (b) en fonction des variations des températures initiales

Ces résultats peuvent facilement être corrélés avec les déformées des particules (§3.3.1) et la définition de l'équation de Johnson-Cook (Équation 3.7). En effet, dans cette relation, le dernier terme  $(1 - (T^*/T_m)^m)$  correspond à l'adoucissement thermique (§1.2.3), qui induit une chute des contraintes dans le matériau en fonction de la température ( $298 \text{ K} < T < T_m$ ). L'influence du terme adoucissement thermique sur la contrainte calculée augmente donc avec l'augmentation de la température et peut

expliquer la diminution variable des contraintes observées dans l'aluminium ( $T_m = 893 \text{ K}$ ) par rapport à celle dans le cuivre ( $T_m = 1356 \text{ K}$ ).

Des irrégularités sur les courbes peuvent aussi être remarquées à partir de 40 ns environ lorsque la température du substrat est de 498 K. Les calculs deviennent en effet instables pour cette température sur quelques-uns des éléments subissant les déformations les plus critiques. Ceux-ci sont situés dans la zone où les frottements sont les plus importants, à savoir sur les côtés de la particule et du cratère, proches de la zone où ont été justement choisis les éléments utilisés pour tracer les courbes de la Figure 3.29. L'influence de ces éléments est à l'origine des irrégularités observées sur ces courbes. Néanmoins les calculs arrivent à leur terme, les déformées et les contours des contraintes ne sont pas aberrants si les quelques éléments problématiques sont négligés (Figure 3.30).

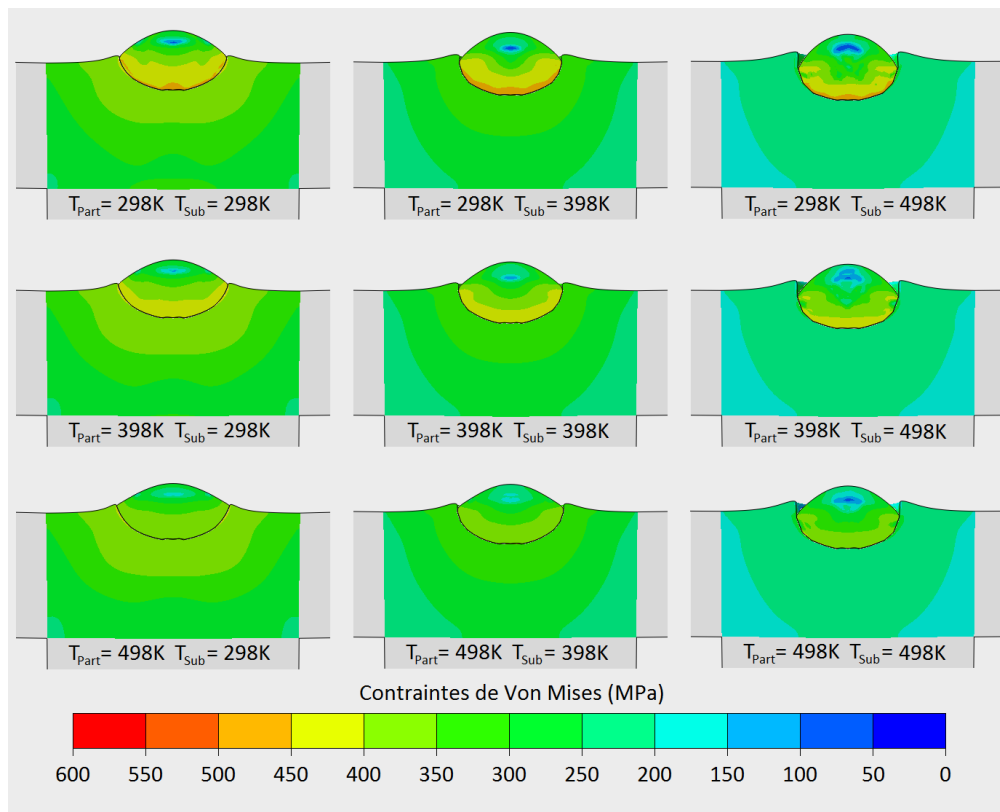


Figure 3.30 : Contours des contraintes de Von Mises à  $t = 60$  nanosecondes pour l'impact d'une particule de  $20 \mu\text{m}$  à  $400 \text{ m/s}$  en faisant varier les températures initiales

### 3.3.3. Évolution des températures lors de l'impact

À l'instar des contraintes (§3.3.2), la température initiale de la particule et celle du substrat influencent l'évolution temporelle des températures à l'interface lors de l'impact. Pour conforter de telles hypothèses, de nouvelles simulations ont aussi été réalisées comme en témoignent les Figures 3.31 et 3.32.

Il a ainsi été montré que l'évolution des températures sur le substrat est influencée par la température initiale du substrat et non par celle de la particule, et inversement pour l'évolution sur la particule. Ceci peut être expliqué par le fait que les échanges thermiques entre la particule et le substrat ne sont pas activés dans cette modélisation. Sur le substrat, les courbes ont toutes une allure similaire excepté à 498 K où des irrégularités apparaissent dès que la particule dépasse les 398 K. Ces irrégularités se retrouvent sur les températures relevées sur la particule où les deux cas correspondants présentent un décalage par rapport aux autres cas. Cette différence peut être reliée à une instabilité locale des calculs à cette température déjà discutée précédemment.

La hausse de température sur le substrat est d'autant plus élevée que sa température est basse initialement (+134 K pour  $T_{\text{sub}} = 298$  K et +108 K pour  $T_{\text{sub}} = 498$  K). Les mêmes observations sont d'ailleurs possibles sur la particule, mais les différences sont moins marquées, avec une hausse de 154 K et 142 K pour une température de particule respectivement de 298 K et 498 K. L'amplitude de l'échauffement est donc liée à la température initiale du milieu considéré. Les contours des températures à  $t = 60$  ns (Figure 3.32) démontrent bien un échauffement localisé principalement à l'interface sur les côtés du cratère, là où les frottements lors de l'impact sont les plus importants.

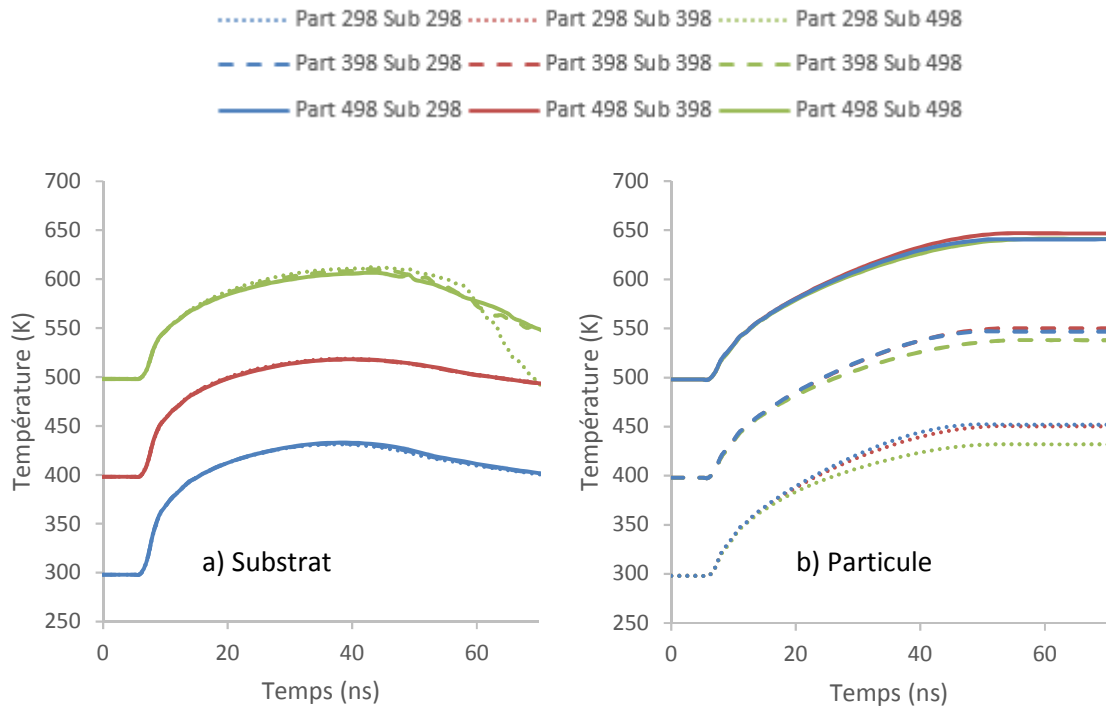


Figure 3.31 : Évolution temporelle de la température de l'élément du substrat (gauche) et de la particule (droite) en fonction des variations des températures initiales

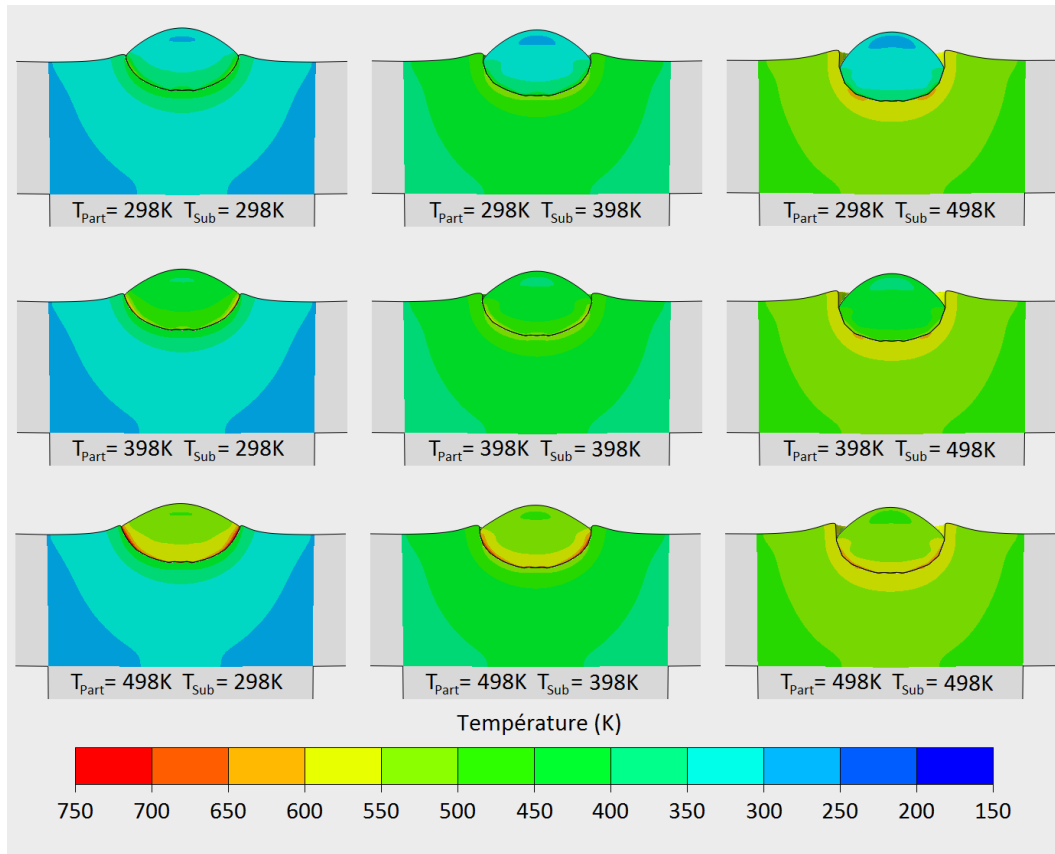


Figure 3.32 : Contours des températures à  $t = 60$  nanosecondes pour l'impact d'une particule de  $20 \mu\text{m}$  à  $400 \text{ m/s}$  en faisant varier les températures initiales

### 3.3.4. Conclusion intermédiaire

La déformée finale issue du modèle est donc fortement impactée par la température initiale du couple substrat/particule. La profondeur de pénétration est en effet régie quasiment exclusivement par la température du substrat, plus celle-ci est élevée et plus la particule s'incruste profondément dans la matière. La déformation plastique de la particule quant à elle dépend des deux températures. Une hausse de la température initiale de la particule entraîne un étalement plus important de celle-ci. À l'inverse, une hausse de la température du substrat induit une déformation moins importante de la particule.

Pour ce qui concerne les contraintes, une diminution à l'interface du substrat est à noter lorsque sa température initiale augmente due au facteur d'adoucissement des matériaux. Le comportement plastique modélisé par la relation dans le modèle de Johnson-Cook traduit en effet une évolution des métaux vers un comportement plus ductile suite à une hausse de température. Une augmentation de la température initiale du substrat induit logiquement une température maximale plus élevée du substrat lors de l'impact. Ces observations sont transposables à la particule. Enfin, l'évolution des températures à l'interface montre qu'une température initiale plus faible induit un échauffement plus important en amplitude, jusqu'à  $+154 \text{ K}$  relevés sur la particule pour une température initiale de celle-ci de  $298 \text{ K}$ . Une synthèse des évolutions a été effectuée dans le Tableau 3.10.

Les températures initiales de la particule et du substrat sont pour la suite du manuscrit fixées à respectivement 298 K et 398 K. Considérer une particule à la température ambiante est raisonnable au vu des morphologies obtenues lors de la validation du modèle qui sont cohérentes avec celles observées expérimentalement (Figure 3.21). De plus, des résultats numériques issus de la littérature aboutissent eux aussi à une conclusion similaire pour des températures de gaz équivalentes (aux alentours de 400 °C), voire même supérieures, à celles utilisées en LPCS [16], [28]–[30]. La température du substrat rend compte de l'échauffement lié à la température du gaz lors du passage de la torche devant l'échantillon comme cela a déjà été discuté lors de la validation du modèle (§2).

Tableau 3.10 : Synthèse des évolutions observées pour des variations de températures initiales

Paramètre d'entrée	Évolution de $P/D_0$	Évolution de $H/D_0$	Évolution de $L/D_0$
↗ Température initiale du substrat	↗	↗	↘
↗ Température initiale de la particule	→	↘	↗
	Contraintes à l'interface du substrat	Contraintes à l'interface de la particule	
↗ Température initiale du substrat	↘	→	
↗ Température initiale de la particule	→	↘	
	Température à l'interface du substrat	Température à l'interface de la particule	
↗ Température initiale du substrat	↗	→	
↗ Température initiale de la particule	→	↗	



## 4. ÉTUDE D'IMPACTS DE PARTICULES SUR SUBSTRAT EN PEEK

Un des objectifs expérimentaux de cette thèse étant la réalisation de dépôt de cuivre sur des substrats en composite PEEK/Fibres de carbone, une étude numérique comparative de l'impact d'une particule de cuivre sur des substrats en aluminium et en PEEK a été menée. Le choix de modéliser uniquement le PEEK et non le composite est motivé par des contraintes de temps limitées pour mener à bien cette étude, associées à la difficulté de modéliser l'hétérogénéité du composite. En effet, un modèle homogénéisé du composite n'est pas réaliste au vu des dimensions et des conditions d'impact observées expérimentalement. Il aurait été nécessaire de modéliser les fibres et la matrice organique afin de bien rendre compte de tous les phénomènes d'impact, les fibres pouvant effleurer la surface du composite en alternance de la matrice. Les paramètres matériaux du PEEK sont regroupés dans le Tableau 3.2.

C'est pourquoi, il a été décidé d'effectuer une comparaison entre deux impacts d'une même particule réalisés dans les mêmes conditions de températures initiales sur deux substrats distincts, l'un en aluminium déjà étudié précédemment et un autre en PEEK.

### 4.1.1. Étude comparative d'impacts sur aluminium et PEEK

Comme convenu préalablement, l'étude a donc été menée pour un impact à 378 m/s (vitesse déterminée par DPV, §3.2.1) d'une particule de cuivre de 20  $\mu\text{m}$  à 298 K sur un substrat à 398 K. Les substrats en aluminium et en PEEK ont été réalisés avec des dimensions et un maillage identiques pour éliminer toute influence de ces aspects sur les résultats obtenus.

Tout d'abord, les morphologies des déformées ont été caractérisées en reprenant les paramètres décrits précédemment (§3.2.2) et les résultats sont présentés dans le Tableau 3.11.

Tableau 3.11 : Ratios  $P/D_0$ ,  $H/D_0$  et  $L/D_0$  pour les deux substrats considérés

	$P/D_0$	$H/D_0$	$L/D_0$
Substrat aluminium	0,340	0,735	1,275
Substrat PEEK	0,855	0,943	1,030

La particule de cuivre pénètre deux fois plus profondément dans le PEEK que dans l'aluminium. Ce résultat pouvait être anticipé au vu des caractéristiques mécaniques du PEEK, celui-ci étant bien plus ductile que l'aluminium et pouvant donc se déformer beaucoup plus facilement à l'impact. De plus, la particule de cuivre ne subit quasiment pas de déformation lors de l'impact sur le PEEK, avec des ratios  $H/D_0$  et  $L/D_0$  proches de 1. La quasi-totalité de son énergie cinétique se trouve donc convertie en déformation du substrat. Ces observations morphologiques sont confirmées d'ailleurs par l'observation en coupe de particules de cuivre projetées sur du PEEK (Figure 3.33) où l'absence de déformation de plusieurs particules enchâssées dans la matrice peut être relevée. Certaines particules présentent une déformation, mais celle-ci est probablement due à l'impact d'une autre particule de

cuivre venant déformer celle préalablement déposée et non à des déformations liées à l'interaction cuivre/PEEK lors de l'impact.

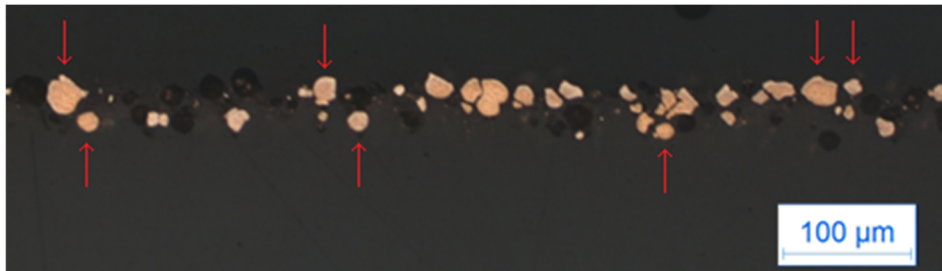


Figure 3.33 : Observation en coupe de particules de cuivre faiblement déformées à la surface d'un substrat en PEEK

Les profils des contraintes et des températures ont ensuite été examinés (Figure 3.34). Les contraintes pour le cas d'un substrat en PEEK sont beaucoup plus faibles dans l'ensemble (350 MPa maximum) que pour le substrat en aluminium (550 MPa). La particule impactant sur le PEEK présente même une zone où les contraintes sont inférieures à 50 MPa. Ceci peut être relié aux faibles déformations de la particule évoquées précédemment ainsi qu'aux paramètres matériaux du PEEK.

Les températures relevées en revanche montrent des valeurs similaires pour les deux matériaux avec une température maximale d'environ 550 K pour les deux substrats. Le rapprochement peut être effectué avec les faibles contraintes observées pour le substrat en PEEK, le terme d'adoucissement thermique de l'équation de Johnson-Cook étant très influent pour ce matériau du fait de sa température de fusion ( $T_m = 616$  K) plus basse que celle de l'aluminium ( $T_m = 893$  K).

Il est cependant important de noter que la température de transition vitreuse du PEEK (environ 423 K selon la méthode de mesure employée [31], [32]) est dépassée sur une épaisseur d'une dizaine de microns autour de la zone d'impact et principalement dans l'axe de la pénétration de la particule. La profondeur de pénétration se trouve donc sous-estimée, le PEEK entrant dans un état caoutchoutique et subissant une dégradation de ses propriétés mécaniques lorsque sa  $T_g$  est dépassée.

#### 4.1.2. Conclusion intermédiaire

Ainsi, au travers de la comparaison de l'impact d'une particule sur un substrat en aluminium et en PEEK, il a été démontré, comme l'on pouvait s'y attendre, que les deux matériaux se comportent complètement différemment. D'un point de vue morphologique, les particules impactant sur le PEEK pénètrent bien plus profondément sans déformation flagrante. Des contraintes bien plus faibles sont alors relevées pour les impacts sur le PEEK, provenant du terme d'adoucissement thermique de l'équation de Johnson-Cook qui est plus influent pour ce matériau par rapport à l'aluminium. Enfin, les champs de températures calculés sur le PEEK montrent que la température de transition vitreuse est localement dépassée.

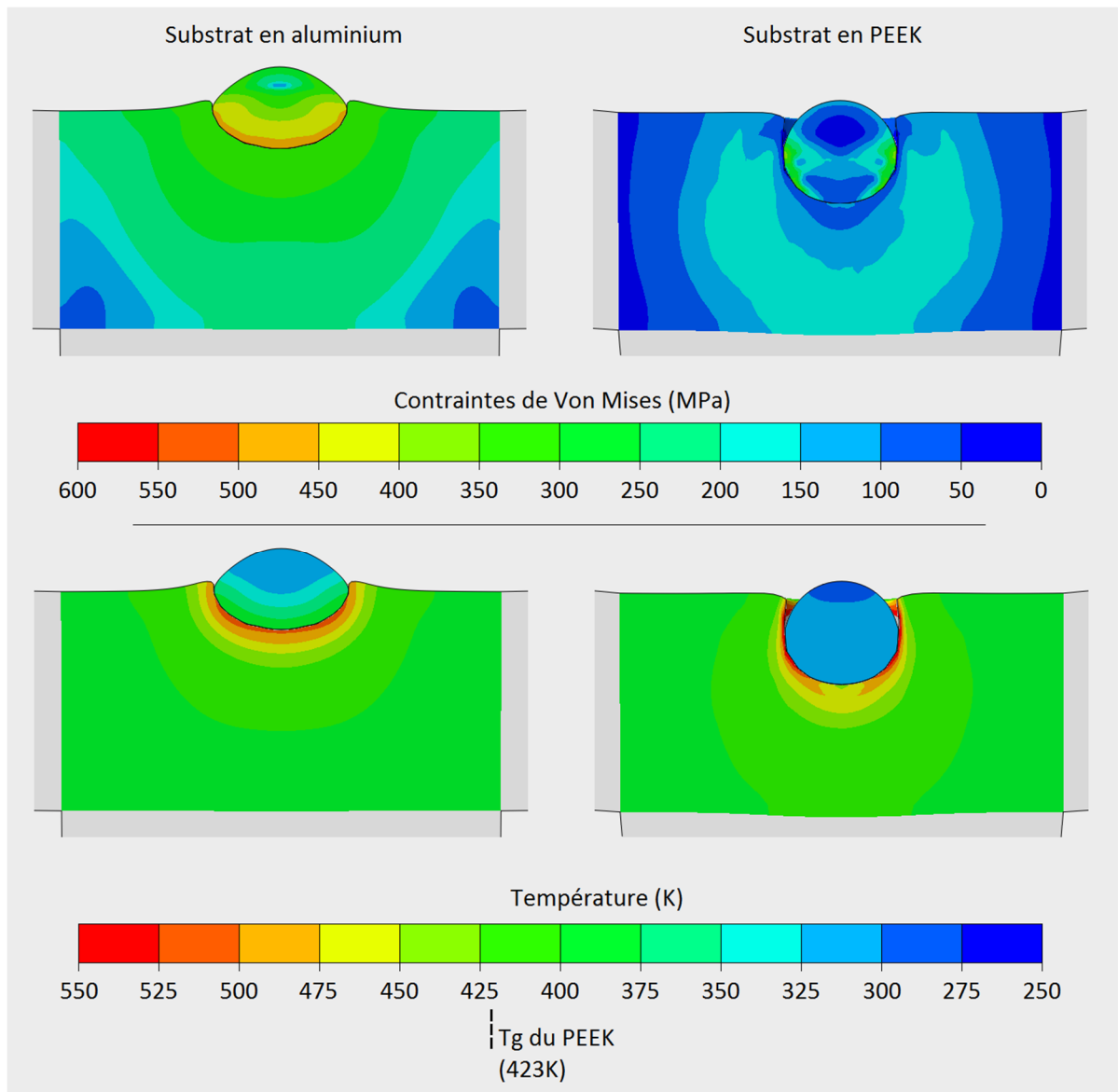


Figure 3.34 : Contour des contraintes de Von Mises et des températures pour l'impact d'une particule de 20  $\mu\text{m}$  à 378 m/s sur un substrat en aluminium et en PEEK

## CONCLUSION

La réponse mécanique et thermique du couple particule/substrat pour le Cold Spray a été étudiée par une approche numérique. De nombreuses simulations ont été réalisées à l'aide d'ABAQUS/Explicit en modélisant dynamiquement en 3D l'impact d'une particule isolée sur un substrat, le modèle étant régi par deux lois de comportement, à savoir l'équation d'état de Mie-Grüneisen pour la partie élastique et le modèle de Johnson-Cook pour la partie plastique.

Le modèle a été réalisé en utilisant un nouveau type d'éléments, les éléments infinis CIN3D8, et leur bénéfice a été mis en évidence. Une validation qualitative et quantitative du modèle a donc été effectuée en comparant les données obtenues à des cas de la bibliographie et certains cas issus de la partie expérimentale de cette étude.

L'étude de l'influence du maillage sur les résultats de la modélisation a été menée ensuite pour des impacts de particules de cuivre sur un substrat en aluminium AW 5083. Il a été montré qu'un compromis peut être trouvé entre un raffinement du maillage pour obtenir de bons résultats sans risques d'instabilités de calcul par une réduction trop prononcée de la taille des éléments. Le maillage du substrat influe peu sur les résultats contrairement au maillage des particules.

Ainsi, fort d'un tel outil, l'influence du couple diamètre/vitesse de la particule a été mise en évidence et validée par des mesures de vitesses expérimentales. L'influence de la température initiale de la particule et du substrat a ensuite été étudiée. Les résultats montrent qu'un préchauffage du substrat à 398 K, modélisant l'influence du jet de gaz sur le substrat, associé à une température de 298 K pour la particule semblent donner les résultats les plus cohérents avec les morphologies observées.

Pour synthèse, le Tableau 3.12 reprend les principales tendances relevées numériquement pour caractériser l'impact de particules de cuivre sur un substrat en aluminium.

Enfin, une comparaison a été effectuée pour différentes natures de substrats (aluminium et PEEK). La différence de comportement à l'impact a été mise en évidence, liée aux propriétés intrinsèques des deux matériaux. Un impact sur le PEEK se caractérise par une pénétration plus importante de la particule qui ne se déforme quasiment pas plastiquement, des contraintes moins élevées et un dépassement local de la température de transition vitreuse du polymère.

La simulation développée dans ce chapitre sera donc mise à contribution dans les chapitres suivants en renfort des considérations expérimentales. Dans le Chapitre 4 seront ainsi présentés des résultats numériques de l'impact d'une ou de plusieurs particules sur des substrats en aluminium texturés avec des cavités de dimensions variables. Dans le Chapitre 5 traitant des dépôts sur matériaux composites, une réflexion sera menée sur la réponse élastique des substrats suite à l'impact d'une particule.

Tableau 3.12 : Récapitulatif des différentes évolutions des valeurs maximales calculées numériquement lors de l'impact en fonction des variations du paramètre d'entrée considéré pour des particules de cuivre projetées par LPCS sur un substrat en aluminium

Paramètre d'entrée	Évolution de $P/D_0$	Évolution de $H/D_0$	Évolution de $L/D_0$
↗ Diamètre	↗	↘	↘
↗ Vitesse	↗	↘	↗
↗ Température initiale du substrat	↗	↗	↘
↗ Température initiale de la particule	→	↘	↗
	Contraintes à l'interface du substrat	Contraintes à l'interface de la particule	
↗ Diamètre	↘	↗	
↗ Vitesse	↘	↗	
↗ Température Substrat	↘	→	
↗ Température Particule	→	↘	
	Température à l'interface du substrat	Température à l'interface de la particule	
↗ Diamètre	↗	↗	
↗ Vitesse	↗	↗	
↗ Température Substrat	↗	→	
↗ Température Particule	→	↗	
<p><math>D_0</math> : Diamètre initial de la particule  <math>P</math> : Profondeur de pénétration de la particule dans le substrat en fin d'impact  <math>H</math> : Hauteur de la particule en fin d'impact  <math>L</math> : Largeur de la particule en fin d'impact</p>			

## RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 3

- [1] M. Grujicic, C. L. Zhao, W. S. DeRosset, and D. Helfritsch, "Adiabatic shear instability based mechanism for particles/substrate bonding in the cold-gas dynamic-spray process," *Mater. Des.*, vol. 25, no. 8, pp. 681–688, 2004.
- [2] H. Assadi, F. Gärtner, T. Stoltenhoff, and H. Kreye, "Bonding mechanism in cold gas spraying," *Acta Mater.*, vol. 51, no. 15, pp. 4379–4394, 2003.
- [3] W. Y. Li, C. Zhang, C. J. Li, and H. Liao, "Modeling aspects of high velocity impact of particles in cold spraying by explicit finite element analysis," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 18, no. 5–6, pp. 921–933, 2009.
- [4] B. Yildirim, S. Muftu, and A. Gouldstone, "Modeling of high velocity impact of spherical particles," *Wear*, vol. 270, no. 9–10, pp. 703–713, 2011.
- [5] W.-Y. Li and W. Gao, "Some aspects on 3D numerical modeling of high velocity impact of particles in cold spraying by explicit finite element analysis," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 255, no. 18, pp. 7878–7892, 2009.
- [6] W. Y. Li, H. Liao, C. J. Li, H. S. Bang, and C. Coddet, "Numerical simulation of deformation behavior of Al particles impacting on Al substrate and effect of surface oxide films on interfacial bonding in cold spraying," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no. 11, pp. 5084–5091, 2007.
- [7] S. Yin, X. F. Wang, B. P. Xu, and W. Y. Li, "Examination on the calculation method for modeling the multi-particle impact process in cold spraying," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 19, no. 5, pp. 1032–1041, 2010.
- [8] W. Y. Li, H. Liao, C. J. Li, G. Li, C. Coddet, and X. Wang, "On high velocity impact of micro-sized metallic particles in cold spraying," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, no. 5, pp. 2852–2862, 2006.
- [9] M. Grujicic, B. Pandurangan, W. C. Bell, M. Daqaq, L. Ma, N. Seyr, M. Erdmann, and J. Holzleitner, "A computational analysis and suitability assessment of cold-gas dynamic spraying of glass-fiber-reinforced poly-amide 6 for use in direct-adhesion polymer metal hybrid components," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 254, no. 7, pp. 2136–2145, 2008.
- [10] N. S. Gokhale, "Chapter 2: Coherent Units," in *Practical Finite Element Analysis*, 2008, pp. 55–57.
- [11] J. Maury and C. Levret, "Physique des phénomènes en zone proche des explosions nucléaires souterraines," *Serv. Cent. Doc. du CEA*, 1969.
- [12] A. Migault, "Détermination semi-analytique de l'équation d'état des métaux. Application à la détermination de propriétés élastiques et thermodynamiques des métaux sous haute pression.," *Le J. Phys.*, no. Tome 32, p. 437, 1971.
- [13] R. Laheurte, "Application de la théorie du second gradient à la coupe des matériaux," Université Bordeaux, 2004.
- [14] M. Winnicki, A. Małachowska, G. Dudzik, M. Rutkowska-Gorczyca, M. Marciniak, K. Abramski, A. Ambroziak, and L. Pawłowski, "Numerical and experimental analysis of copper particles velocity in low-pressure cold spraying process," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 268, pp. 230–240, 2015.
- [15] F. Kalay, "Simulation numérique de l'usure - Application à l'aluminium AU4G (A2024-T351)," *Tech. l'Ingenieur*, vol. 33, no. 0, 2010.

- [16] P. C. King, G. Bae, S. H. Zahiri, M. Jahedi, and C. Lee, "An experimental and finite element study of cold spray copper impact onto two aluminum substrates," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 19, no. 3, pp. 620–634, 2010.
- [17] D. Nelias, J. Xie, H. Walter-LeBierre, Y. Ichikawa, and K. Ogawa, "Simulation of the Cold Spray Deposition Process for Aluminum and Copper using Lagrangian, ALE and CEL Methods," *Thermomechanical Ind. Process.*, pp. 321–358, 2014.
- [18] D. Garcia-Gonzalez, A. Rusinek, T. Jankowiak, and A. Arias, "Mechanical impact behavior of polyether-ether-ketone (PEEK)," *Compos. Struct.*, vol. 124, pp. 88–99, 2015.
- [19] F. Chen, H. Ou, B. Lu, and H. Long, "A constitutive model of polyether-ether-ketone (PEEK)," *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.*, vol. 53, pp. 427–433, 2016.
- [20] A. Lipski and S. Mrozinski, "The effects of temperature on the strength properties of aluminium alloy 2024-T3," *Acta Mech. Autom.*, vol. 6, no. 3, pp. 62–66, 2012.
- [21] X. Wang, F. Feng, M. A. Klecka, M. D. Mordasky, J. K. Garofano, T. El-Wardany, A. Nardi, and V. K. Champagne, "Characterization and modeling of the bonding process in cold spray additive manufacturing," *Addit. Manuf.*, vol. 8, pp. 149–162, 2015.
- [22] M. Grujicic, J. R. Saylor, D. E. Beasley, W. S. DeRosset, and D. Helfrich, "Computational analysis of the interfacial bonding between feed-powder particles and the substrate in the cold-gas dynamic-spray process," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 219, no. 3–4, pp. 211–227, 2003.
- [23] D. System, "Abaqus documentation : Getting started with Abaqus, interactive edition," *Chapitre 13.4 Energy Balanc.*
- [24] D. System, "Overview of ABAQUS/Explicit, Lecture 1," *ABAQUS/Explicit Adv. Top.*, 2005.
- [25] L. E. Murr, S. A. Quinones, E. Ferreyra T, A. Ayala, O. L. Valerio, F. Hörz, and R. P. Bernhard, "The low-velocity-to-hypervelocity penetration transition for impact craters in metal targets," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 256, no. 1–2, pp. 166–182, 1998.
- [26] W. Herrmann and J. S. Wilbeck, "Review of hypervelocity penetration theories," *Int. J. Impact Eng.*, vol. 5, no. 1–4, pp. 307–322, 1987.
- [27] S. Guetta, "Influence des conditions d'impact sur l'adhérence de cuivre projeté dynamiquement sur de l'aluminium," MINES ParisTech, 2010.
- [28] H. Assadi, "Process optimization by modelling of in-flight and deformation behaviour of particles," in *3rd Cold Gas Spray Summer School*, 2015.
- [29] T. Schmidt, H. Assadi, F. Gärtner, H. Richter, T. Stoltenhoff, H. Kreye, and T. Klassen, "From particle acceleration to impact and bonding in cold spraying," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 18, no. 5–6, pp. 794–808, 2009.
- [30] T. Stoltenhoff, H. Kreye, and H. J. Richter, "An Analysis of the Cold Spray Process and Its Coatings," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 11, no. 4, pp. 542–550, 2002.
- [31] Z. D. Cheng, M. Y. Cao, and B. Wunderlich, "Glass Transition and Melting Behavior of Poly (oxy- 1,4-phenyleneoxy- 1,4-phenylenecarbonyl- 1,4-phenylene)," *Macromolecules*, vol. 19, no. 7, pp. 1868–1876, 1986.
- [32] R. Li, "Time-temperature superposition method for glass transition temperature of plastic materials," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 278, no. 1–2, pp. 36–45, 2000.







---

CHAPITRE 4 : DÉPÔT DE CUIVRE SUR UN ALLIAGE  
D'ALUMINIUM TEXTURÉ PAR LASER

---

<b>CHAPITRE 4 : DÉPÔT DE CUIVRE SUR UN ALLIAGE D'ALUMINIUM TEXTURÉ PAR LASER</b>	<b>139</b>
INTRODUCTION	141
1. DÉVELOPPEMENT D'UN MODÈLE DE CALCUL DE LA SURFACE DÉVELOPPÉE	142
1.1. Objectif, hypothèses et paramètres du modèle	142
1.2. Validation du modèle	144
2. EFFET DE LA TEXTURATION SUR L'ADHÉRENCE ET LE RENDEMENT DE PROJECTION	147
2.1. Choix des géométries de texturation	147
2.2. Réalisation des dépôts	152
2.3. Effet de la texturation laser sur les propriétés adhésives des revêtements	152
2.3.1. Observation des dépôts en coupe	152
2.3.2. Rendement de projection (DE) et mesures d'adhérence	154
2.3.3. Propagation de fissures	158
2.4. Effet de la texturation laser sur les contraintes résiduelles post-projection	160
2.5. Comparaison de l'influence de la texturation entre deux types de revêtements	165
CONCLUSION	169
RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 4	171

## INTRODUCTION

Il est possible de modifier les propriétés surfaciques d'un substrat par différents procédés. Dans le cas de substrats métalliques, les exemples les plus classiques regroupent des traitements chimiques ou physiques, le procédé variant selon l'application recherchée (dépôt d'un matériau complémentaire, nettoyage, modification de la rugosité, élimination d'une couche d'oxyde, activation par apport d'énergie...).

Pour des substrats métalliques destinés à être revêtus par un dépôt Cold Spray, il est souvent possible de se passer d'une préparation de surface [1]. En effet, les premières particules percutant le substrat déforment plastiquement la surface et induisent une rugosité permettant aux particules suivantes d'adhérer plus facilement et ainsi créer un dépôt sans traitement préalable [2], [3]. Ce bombardement de particules permet en outre de casser et éliminer l'éventuelle couche d'oxyde présente en surface du substrat [4]. Il a cependant été montré dans plusieurs études qu'une rugosité préalable du substrat permet souvent d'améliorer l'adhérence des dépôts construits par Cold Spray [5]–[7]. Le sablage néanmoins ne semble pas toujours adapté (même s'il s'agit du procédé le plus conventionnel dans ce domaine), l'impact des grains pouvant induire des microfissures à la surface de substrats ductiles [8], [9] et une contamination du substrat par inclusion de grains céramiques. De plus, l'opération de dégraissage requise préalablement nécessite l'utilisation de produits chimiques néfastes pour l'environnement.

C'est pourquoi d'autres procédés de préparations de surfaces tendent à être testés. Parmi ceux-ci, la texturation laser présente d'ores et déjà un fort potentiel par une maîtrise accrue de la rugosité induite, une excellente répétabilité et un meilleur respect de l'environnement. Ce procédé, intéressant pour de futures applications industrielles [10], a donc été choisi comme traitement de surface dans le cadre de cette étude.

Dans un premier temps, un modèle analytique permettant de calculer l'augmentation de surface développée par la texturation laser à l'aide de paramètres géométriques simples est proposé et vérifié. La variation morphologique des surfaces pourra ainsi plus aisément être reliée aux caractéristiques des dépôts (adhérence...), que ce soit pour des dépôts de cuivre pur ou de cuivre/alumine sur des substrats d'alliage d'aluminium AW 5083.

Dans la seconde partie, une étude reposant sur la diffraction des rayons X est présentée permettant de caractériser les systèmes en particulier d'un point de vue contraintes résiduelles susceptibles de se développer dans l'épaisseur des matériaux (dépôts et substrats) quel que soit leur état de surface pour éventuellement mettre en évidence des phénomènes d'écrouissage.

## 1. DÉVELOPPEMENT D'UN MODÈLE DE CALCUL DE LA SURFACE DÉVELOPPÉE

La caractérisation de la morphologie induite par un traitement de surface est importante pour faciliter la compréhension des phénomènes à l'interface substrat-dépôt. Quelle que soit la technique utilisée pour modifier l'état de surface d'un matériau, la caractérisation expérimentale est bien souvent nécessaire et plusieurs techniques peuvent être mises en œuvre. Les plus fréquemment utilisées sont la mesure par profilométrie [11]–[13] et rugosimétrie [14]. Simples d'utilisation, ces méthodes présentent néanmoins quelques limitations en particulier pour des morphologies très accidentées (problèmes de détection). C'est pourquoi d'autres techniques basées sur un traitement d'images en coupe ont été développées, notamment dans le but de calculer précisément les surfaces de contact entre les matériaux [15].

Intéressantes pour toute surface irrégulière, ces méthodes nécessitent cependant un travail fastidieux qui peut être évité dans le cas de la texturation laser. En effet, la texturation présente un motif de répétition régulier aux dimensions très contrôlées. Il est dès lors possible de déterminer l'augmentation de surface induite par le traitement, par rapport à la surface plane originelle de l'échantillon, à partir de paramètres géométriques simples à mesurer. Un modèle analytique est donc proposé, permettant de faciliter l'obtention de la valeur de la surface développée par la texturation.

### 1.1. Objectif, hypothèses et paramètres du modèle

L'objectif de ce modèle est de caractériser l'augmentation de surface développée par la texturation laser, en limitant au minimum les paramètres d'entrée. Ceci a permis d'automatiser les calculs à l'aide d'un tableur afin de pouvoir relier les valeurs obtenues aux évolutions d'adhérence attendues pour les dépôts réalisés sur les substrats texturés. Le choix s'est donc porté sur un modèle analytique basé sur les hypothèses suivantes :

- l'espacement entre le centre de chaque trou de texturation est considéré comme constant selon les deux axes de texturation ;
- le trou de texturation peut être considéré comme étant « anglé » par rapport à la surface du substrat, la valeur de cet angle est notée  $A$ .

Ainsi, sur la base d'un tel modèle (démonstration mathématique présentée dans l'Annexe B), 4 paramètres d'entrée facilement mesurables lors de l'observation au microscope d'un échantillon texturé (en surface et en coupe) suffisent pour estimer la surface développée :

- $E$  l'espacement entre les trous ;
- $A$  l'angle des trous ;
- $P$  et  $R$  la profondeur et le rayon des cavités estimés comme les deux rayons de l'ellipsoïde (surface jaune, Figure 4.1).

Il est à noter que si l'angle  $A$  est égal à  $0^\circ$ , ce qui correspond à des trous normaux à la surface, la surface d'un trou sera alors uniquement calculée à partir de la surface du demi-ellipsoïde.

Afin de simplifier l'écriture des équations obtenues, l'excentricité  $q$  d'un ellipsoïde est définie comme étant :

$$q = 1 - \frac{R^2}{P^2} \quad \text{Équation 4.1}$$

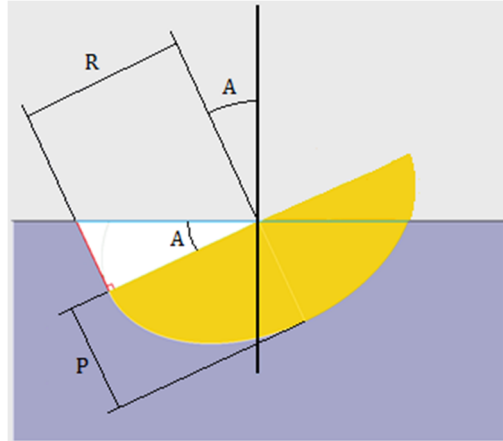


Figure 4.1 : Schéma récapitulatif des paramètres du modèle proposé

Selon la morphologie des cavités et en particulier le rapport entre la profondeur et le rayon, diverses équations peuvent alors être déduites comme en témoignent les données suivantes :

Cas de trous avec fond en demi-sphère ( $P = R$ )

$$\frac{S_d}{S_{tot}} = 1 + \frac{\pi R^2}{E^2} \left[ -\frac{1}{2} \left( \cos(A) + \frac{1}{\cos(A)} \right) + 2 + \frac{\tan(A)}{2} - \frac{4}{\pi} \left( \cos^2(A) + \frac{1}{4} \sin^2(A) \right) * \arctan \left( \frac{\sin(A)}{2\cos(A)} \right) \right] \quad \text{Équation 4.2}$$

Cas de trous avec fond en « demi-ellipsoïde allongé » ( $P > R$ )

$$\frac{S_d}{S_{tot}} = 1 + \frac{\pi R^2}{E^2} \left[ -\frac{1}{2} \left( \cos(A) + \frac{1}{\cos(A)} \right) + 1 + \frac{P * \arcsin(\sqrt{q})}{R\sqrt{q}} + \frac{\tan(A)}{2} - \frac{4}{\pi} \left( \cos^2(A) + \frac{1}{4} \sin^2(A) \right) * \arctan \left( \frac{\sin(A)}{2\cos(A)} \right) \right] \quad \text{Équation 4.3}$$

Cas de trous avec fond en « demi-ellipsoïde allongé » ( $P < R$ )

$$\frac{S_d}{S_{tot}} = 1 + \frac{\pi R^2}{E^2} \left[ -\frac{1}{2} \left( \cos(A) + \frac{1}{\cos(A)} \right) + 1 + \frac{P * \operatorname{arcsinh}(\sqrt{-q})}{R\sqrt{-q}} + \frac{\tan(A)}{2} - \frac{4}{\pi} \left( \cos^2(A) + \frac{1}{4} \sin^2(A) \right) * \arctan \left( \frac{\sin(A)}{2\cos(A)} \right) \right] \quad \text{Équation 4.4}$$

## 1.2. Validation du modèle

Afin de pouvoir utiliser ces équations pour déterminer la surface développée des texturations obtenues expérimentalement, il a d'abord été nécessaire de le valider. Pour ce faire une modélisation de différents trous de texturation a été effectuée sous CATIA. Ce logiciel permet de mesurer la surface d'un modèle CAO, afin de comparer des cas tests avec les calculs correspondants issus du modèle. Les cas tests retenus présentent des dimensions similaires aux texturations effectuées expérimentalement et sont présentés dans le Tableau 4.1. Les résultats des calculs de surfaces développées par le modèle et par CAO sont eux présentés dans le Tableau 4.2.

Tableau 4.1 : Illustration des cas tests de trous de texturation effectués en CAO, les dimensions des trous étant légendées de (1) à (5)

Angle	(1) R = 10 $\mu\text{m}$ P = 20 $\mu\text{m}$	(2) R = 20 $\mu\text{m}$ P = 20 $\mu\text{m}$	(3) R = 30 $\mu\text{m}$ P = 20 $\mu\text{m}$	(4) R = 20 $\mu\text{m}$ P = 40 $\mu\text{m}$	(5) R = 30 $\mu\text{m}$ P = 40 $\mu\text{m}$
0°					
15°					
25°					
35°					

Comme l'illustrent ces différents résultats (Tableau 4.2), il apparaît une forte similitude entre les deux modèles développés par CAO ou calculs analytiques. L'évaluation de la surface développée pour différents cas de texturation apparaît alors réalisable au moyen de tels outils. Par exemple, quel que soit l'angle des cavités, une augmentation systématique des surfaces peut être estimée au-delà même des 50% dans certaines configurations précises (E = 90  $\mu\text{m}$ , P = 40  $\mu\text{m}$  et R = 30  $\mu\text{m}$ ).

Tableau 4.2 : Récapitulatif de l'augmentation de surface donnée par la CAO et le modèle.





L'évolution des rapports de surfaces développées en pourcentage semble donc cohérente avec les résultats attendus. Il est à noter que :

- pour un espacement et un angle donnés, le pourcentage augmente quand les dimensions des trous augmentent ;
- pour des dimensions et un angle donnés, le pourcentage diminue quand l'espacement augmente ;
- l'angle de surface semble peu influent sur les pourcentages morphologiques.

L'écart entre le modèle et la CAO a néanmoins été calculé (Tableau 4.3). On peut observer en effet que pour un angle de 0°, les valeurs semblent égales (au dixième de pour cent) pour toutes les dimensions, à une exception près que l'on peut néanmoins raisonnablement négliger (0,1% de différence pour E = 90 µm, P = 20 µm et R = 20 µm). Les valeurs restent proches pour les angles 15° et 25°, en dessous des 1,5% d'écart. Le modèle commence à montrer ses limites à 35° avec 2,7% et 4,1% de différence pour E = 90 µm, P = 40 µm et R = 20 µm et 30 µm respectivement. Pour expliquer de telles variations, il est possible d'avancer l'effet sur l'approximation relative entre la portion de surface du demi-ellipsoïde (surface bleue, Annexe B) et le fuseau de la sphère. Cette surface augmente en effet en fonction de A et R donc l'approximation induit de plus en plus d'erreurs. Il est à noter que le modèle sous-estime toujours la valeur lorsque R > P.

Tableau 4.3 : Écart entre la CAO et le modèle

A = Angle		0°								
E = Espacement (µm)		90			120			150		
R = Rayon (µm)		10	20	30	10	20	30	10	20	30
P = Profondeur (µm)	20	0,0%	0,1%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%	0,0%
	40		0,0%	0,0%		0,0%	0,0%		0,0%	0,0%
A = Angle		15°								
E = Espacement (µm)		90			120			150		
R = Rayon (µm)		10	20	30	10	20	30	10	20	30
P = Profondeur (µm)	20	0,0%	-0,1%	-1,1%	0,0%	0,0%	-0,7%	0,0%	-0,1%	-0,4%
	40		0,2%	-0,1%		0,1%	0,0%		0,1%	0,0%
A = Angle		25°								
E = Espacement (µm)		90			120			150		
R = Rayon (µm)		10	20	30	10	20	30	10	20	30
P = Profondeur (µm)	20	0,3%	0,2%	-1,5%	0,1%	0,1%	-0,9%	0,1%	0,0%	-0,6%
	40		0,9%	1,2%		0,6%	0,7%		0,4%	0,4%
A = Angle		35°								
E = Espacement (µm)		90			120			150		
R = Rayon (µm)		10	20	30	10	20	30	10	20	30
P = Profondeur (µm)	20	0,6%	1,0%	-1,3%	0,4%	0,6%	-0,8%	0,2%	0,4%	-0,5%
	40		2,7%	4,1%		1,5%	2,2%		0,9%	1,5%

Quoi qu'il en soit, compte tenu de ces écarts malgré tout acceptables, cet outil numérique peut être validé. Il est donc désormais possible de caractériser l'augmentation de surface développée à partir de 4 paramètres facilement mesurables par une observation microscopique en coupe des trous de texturation.

Expérimentalement, la géométrie et la qualité des cavités envisagées dans cette étude semblent suffisamment proches de la théorie du modèle pour que ce dernier soit utilisé. En effet, le bourrelet de matière fondue projetée autour de chaque trou par les impacts répétés du laser (Figure 4.2) présente des dimensions suffisamment faibles, qui peuvent alors être considérées comme négligeables dans le modèle.

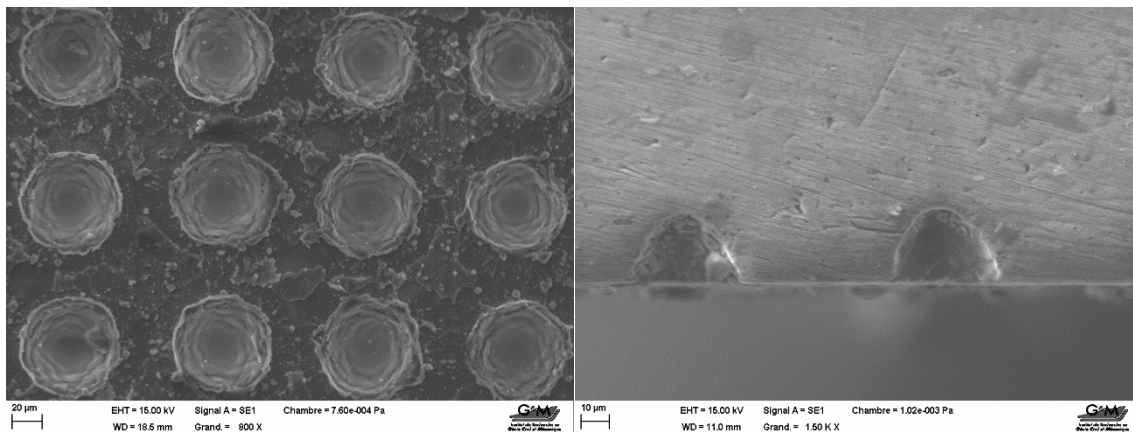


Figure 4.2 : Exemple de texturation réalisée expérimentalement avec  $R = 20 \mu\text{m}$ ,  $P = 30 \mu\text{m}$ ,  $E = 90 \mu\text{m}$  et  $A = 0^\circ$ , la vue surfacique mettant en évidence la présence d'un bourrelet de matière fondue autour de chaque trou et la vue en coupe montrant ses dimensions négligeables

## 2. EFFET DE LA TEXTURATION SUR L'ADHÉRENCE ET LE RENDEMENT DE PROJECTION

### 2.1. Choix des géométries de texturation

Les géométries retenues dans le cadre de ce travail ont toutes été sélectionnées au sein du projet EMLACS en prenant en compte les capacités techniques de la machine et différents essais préliminaires effectués. Le choix s'est donc finalement porté sur des trous régulièrement espacés avec un critère de forme relatif au diamètre [2]. En effet si le diamètre des trous est trop faible, les particules projetées présentent des difficultés à pénétrer la cavité, créant ainsi un vide entre la particule et le fond du trou (Figure 4.3). Un tel vide à l'interface peut favoriser l'amorce de fissures lors d'une sollicitation mécanique de l'ensemble et donc fragiliser la liaison entre le dépôt et le substrat. Ce type de défaut appelé « effet de pont » est donc à éviter absolument pour maximiser l'adhérence par un ajustement des dimensions des cavités aux diamètres des particules.

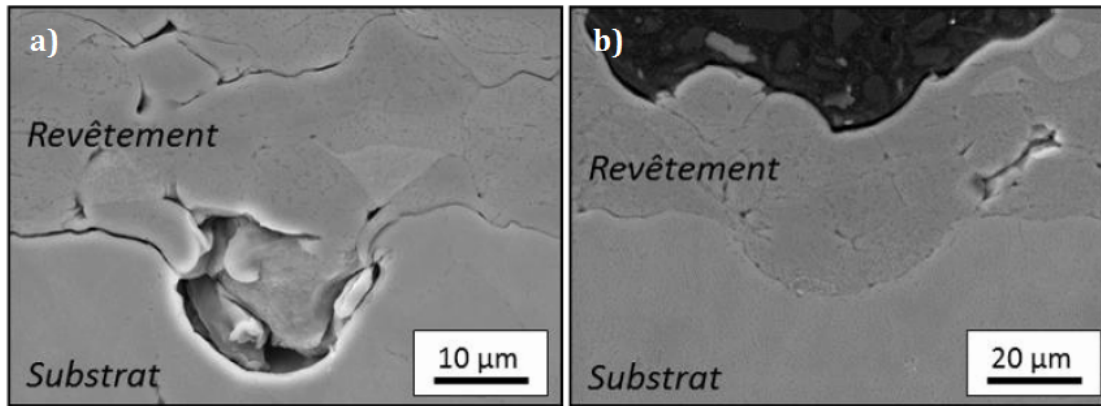


Figure 4.3 : Image MEB en coupe montrant le remplissage d'un trou de texturation avec a) l'effet de pont induisant un mauvais remplissage et b) un trou où le revêtement épouse la morphologie du substrat [2]

Pour renforcer de telles considérations, le modèle numérique développé dans le Chapitre 3 a bien évidemment été mis à contribution afin d'étudier l'influence de la morphologie du trou sur la déformation d'une particule de diamètre  $D_0$  connu (par exemple ici : 20  $\mu\text{m}$  avec une vitesse d'impact de 378 m/s). La température de la particule a été fixée à 298 K et celle du substrat à 398 K. Pour des raisons techniques, l'impact a toujours été placé au centre du trou de texturation. En effet, un impact sur le rebord d'un trou est difficile à mettre en place, car cela nécessite de retravailler entièrement le maillage du substrat. Dans un tel cas de figure, les éléments du substrat présents au bord du trou se déforment excessivement et mènent alors à un échec des calculs en cas de maillage non optimisé.

Neuf géométries de trous ont donc été testées en incluant des trous de dimensions proches de celles de la poudre. Ainsi des géométries de diamètres  $\varnothing$  10, 20 et 30  $\mu\text{m}$  et de profondeurs  $P_0$  variant entre 10, 20 et 30  $\mu\text{m}$  ont donc été testés (Figure 4.4).

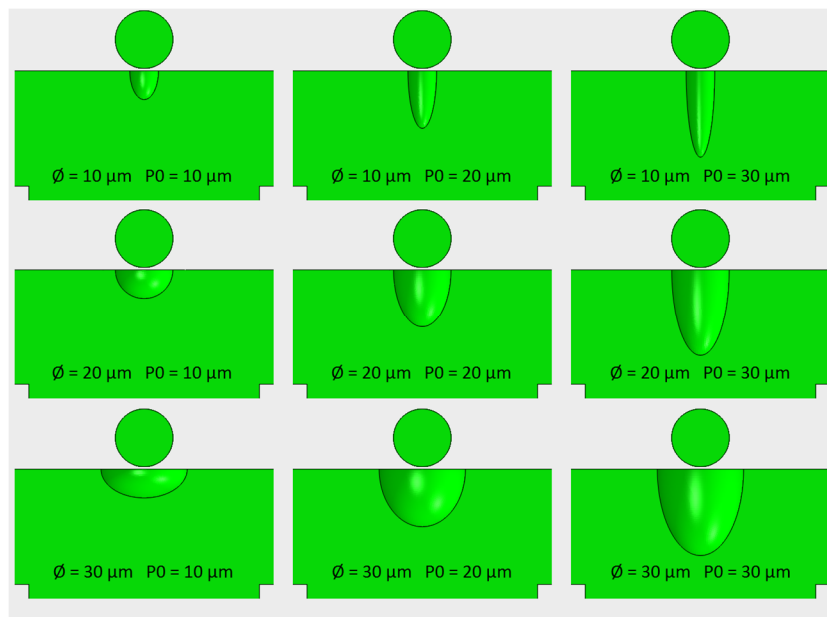


Figure 4.4 : Morphologies des neuf trous de texturation modélisés pour un impact d'une particule de 20  $\mu\text{m}$  à 378 m/s

Pour les neuf trous de texturation testés, les morphologies des déformées à la fin de l'impact ainsi que les contours des contraintes de Von Mises (Figure 4.5) sont présentés et comparés au cas de référence sans texturation. La durée de l'impact ( $t$ , en nanosecondes) est indiquée pour chaque cas, cette durée correspondant au temps s'écoulant entre le moment où la particule rentre en contact avec le premier élément du substrat et le moment où le rebond commence (pas d'activation du contact cohésif, Chapitre 3 §1.6).

Concernant les morphologies des déformées, il est possible de remarquer que lorsque le diamètre du trou est plus petit que celui de la particule ( $\emptyset < D_0$ ) cette dernière va se déformer fortement. De plus, lorsque la profondeur  $P_0$  du trou est égale à 20 et 30  $\mu\text{m}$  ( $P_0 \geq D_0$ ) la particule reste bloquée en haut du trou compte tenu des frottements contre les parois. Elle n'est alors pas capable de se déformer suffisamment pour atteindre le fond du trou, entraînant l'apparition d'un vide entre la particule et le substrat à la fin de la simulation. Ce type de configuration confirme donc la présence d'un « effet de pont » déjà observé expérimentalement sur la Figure 4.3 lorsque  $\emptyset < D_0$  et  $P_0 \geq D_0$ .

Lorsque le diamètre des trous  $\emptyset$  est égal au diamètre  $D_0$  ( $= 20 \mu\text{m}$ ) la particule s'encastre dans le substrat et se déforme jusqu'à atteindre le fond du trou de texturation prenant une forme d'autant plus allongée que  $P_0 = 20 \mu\text{m}$  et  $30 \mu\text{m}$ . Pour un diamètre de trou supérieur ( $\emptyset > D_0$ ), la particule pénètre dans le substrat au niveau du fond du trou. À la fin de l'impact, un résidu du trou de texturation non affecté par la déformation peut encore être repéré (Figure 4.5), d'un diamètre égal à celui défini initialement.

En plus de ces considérations morphologiques, les valeurs des contraintes sont systématiquement plus élevées à l'interface particule/substrat pour les configurations de diamètre  $\emptyset = 10 \mu\text{m}$  que pour les autres diamètres de trou (430 MPa contre 300 MPa environ pour les autres cas). Cela peut s'expliquer par le fait que plus le diamètre du trou augmente et plus l'impact adopte un comportement tangentiel dans les premiers instants compte tenu de l'inclinaison de la paroi du trou. Les contraintes de compression induites par l'impact sont donc moins importantes, la particule perdant de l'énergie par les frottements contre les parois des trous de texturation.

La valeur des contraintes présentes en surface du substrat aux alentours de l'impact est un autre point remarquable. Une réduction des contraintes en surface ( $< 110 \text{ MPa}$ ) peut en effet être observée pour les cavités de dimensions  $\emptyset \geq D_0$  et  $P_0 \geq D_0$  par rapport aux autres cas. Ces contraintes plus faibles induisent alors un écrouissage moins important de la surface du substrat au voisinage de l'impact, modifiant la réponse à l'impact d'une éventuelle deuxième particule venant s'écraser dans cette zone.

Enfin, les contours des champs de température en fin d'impact ont également été étudiés et sont présentés sur la Figure 4.6. Comme il pouvait être attendu, l'allure des champs de température en fin d'impact montre un échauffement plus important du substrat pour des cavités de faible diamètre (diam. 10  $\mu\text{m}$ ) par rapport à l'impact de référence, des températures dépassant les 525K pouvant être relevées proches de l'interface. Ces températures sont localisées au niveau des éléments du substrat subissant les déformations maximales, à savoir sur les bords des trous de texturation. Pour justifier de tels résultats, il est possible d'émettre l'hypothèse que ces températures plus élevées par rapport à la référence s'expliquent par l'influence du maillage du substrat maintenu constant. Les éléments du bord du trou de texturation ont alors plus de liberté pour se déformer que sur le substrat de référence, car ils ne sont pas gênés par les éléments voisins, induisant des frottements plus importants et donc une plus grande génération de chaleur. C'est pourquoi les trous de diamètres 20 et 30  $\mu\text{m}$  présentent des champs de températures plus faibles ne dépassant pas les 500 K sur le substrat. Le substrat subissant moins de déformations extrêmes, la génération de chaleur s'en trouve alors plus limitée.

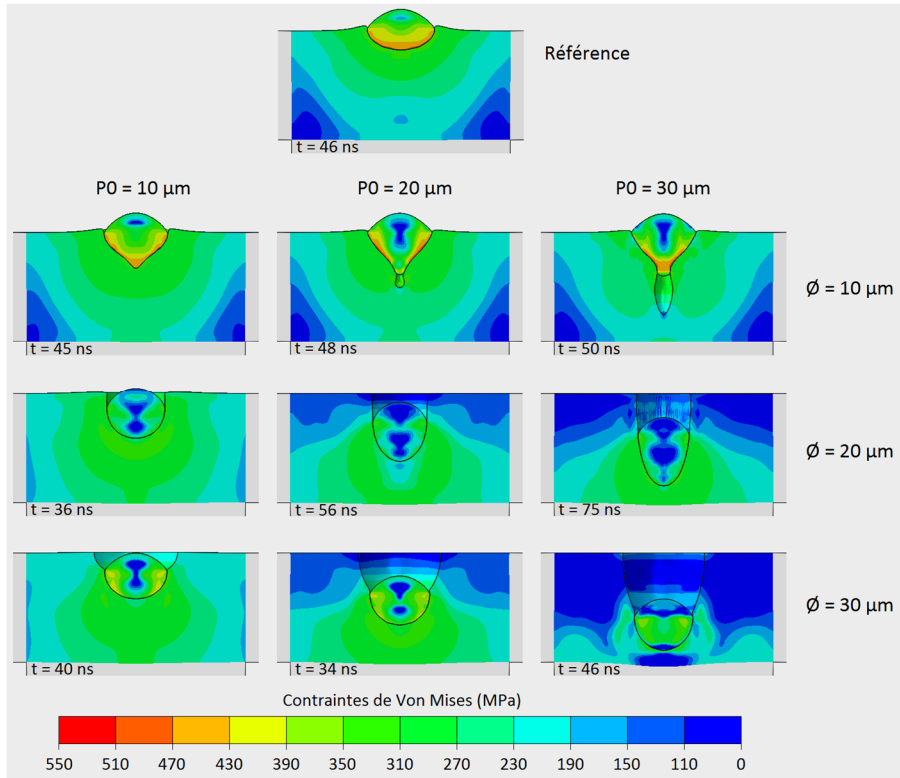


Figure 4.5 : Morphologies et champs de contraintes (Von Mises) de l'impact de référence et des neuf cas avec trou de texturation

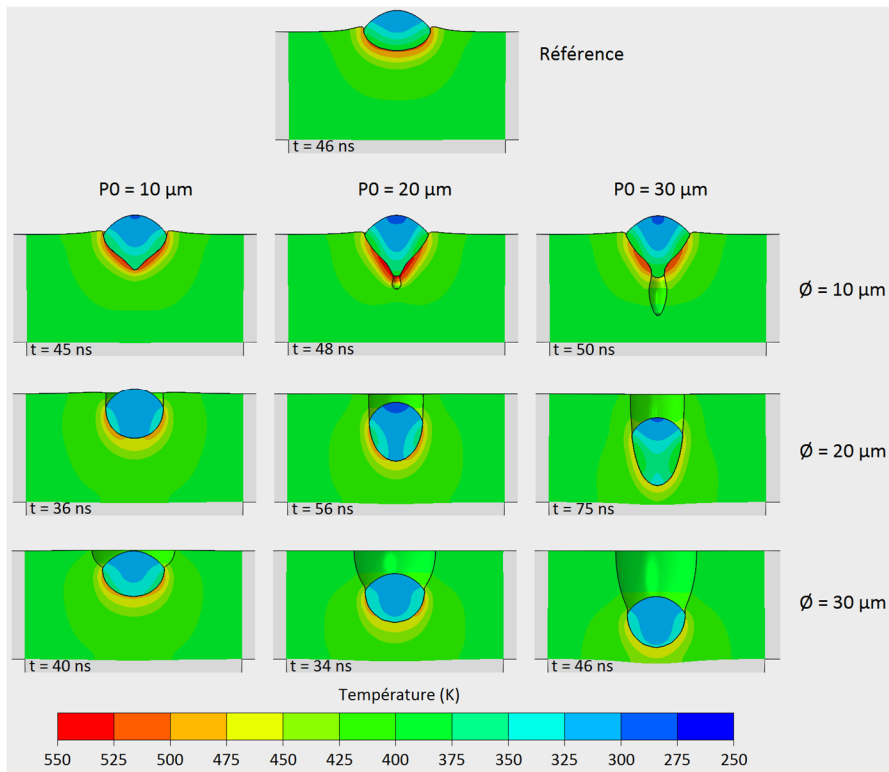


Figure 4.6 : Morphologies et champs de températures de l'impact de référence et des neuf cas avec trou de texturation

En conséquence aux vues de ces considérations expérimentales et numériques, il a été décidé pour cette étude d'effectuer des texturations présentant des cavités de diamètre équivalent au  $d_{90}$  de la poudre projetée, afin d'en faciliter leur accès à un maximum de particules.

Ce sont finalement quatre géométries de texturation qui ont donc été retenues (Tableau 4.4). Le diamètre des trous a été fixé à 60  $\mu\text{m}$ , ce qui correspond au  $d_{90}$  de la poudre  $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$  utilisée pour ces premiers essais ( $d_{10} = 15,2 \mu\text{m}$ ,  $d_{50} = 28,4 \mu\text{m}$  et  $d_{90} = 59,9 \mu\text{m}$ , Chapitre 2 §1.3). L'espacement entre les trous a été fixé à 90  $\mu\text{m}$  afin de limiter leur recouvrement avec un angle normal à la surface afin de permettre aux particules impactant sur le substrat de bien pénétrer jusqu'au fond des trous. Expérimentalement, de légères variations du diamètre ont pu être observées entre les différentes texturations compte tenu de contraintes techniques du laser. En effet pour augmenter la profondeur d'un trou, le laser doit impacter un plus grand nombre de fois au même endroit ce qui par accumulation d'énergie a tendance à augmenter légèrement le diamètre du trou obtenu. Les éjections de matière fondues peuvent néanmoins au-delà d'un certain nombre d'impacts du laser venir combler les ouvertures. L'éjection étant limitée dans les cas étudiés (Figure 4.2), ce phénomène n'a pas été observé.

Tableau 4.4 : Paramètres géométriques et surfaces développées des texturations réalisées

Texturation	Profondeur P ( $\mu\text{m}$ )	Rayon R ( $\mu\text{m}$ )	Espacement ( $\mu\text{m}$ )	Surface développée
P1	20	25	90	+17,9%
P2	40	27,5	90	+47,7%
P3	50	30	90	+67,4%
P4	60	30	90	+84,4%

Comme l'illustre la Figure 4.7, des observations MEB (surface et coupe) ont permis en effet d'évaluer précisément les dimensions de cavités. Le diamètre des trous a été évalué par une observation surfacique dans un premier temps. La profondeur a ensuite été évaluée après découpe et polissage de l'échantillon. Le polissage a été effectué de manière à bien conserver un plan de coupe perpendiculaire à la surface de l'échantillon. Les mesures de profondeur ont ensuite été effectuées sur des trous respectant le diamètre relevé précédemment sur la vue surfacique, garantissant ainsi que le plan de coupe était bien situé sur le plan de symétrie des trous sélectionnés.

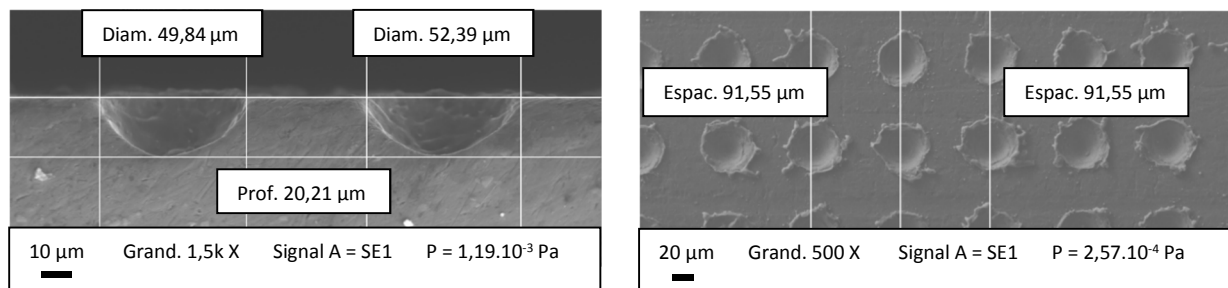


Figure 4.7 : Exemple d'observation MEB permettant le contrôle des dimensions et de la qualité de la texturation P1, en coupe et en surface

## 2.2. Réalisation des dépôts

Sur la base des différentes préparations de surface alors définies, les traitements par projections pour élaborer les revêtements ont alors pu être mis en œuvre. Pour ce faire, un support permettant de projeter sur les 6 pions de chaque série par un balayage du robot a été utilisé (Figure 4.8), la torche se déplaçant à une distance de 10 mm perpendiculairement à la surface des pions. La vitesse transversale du robot a été fixée à 50 mm/s, le robot se décalant de 1 mm vers le bas après chaque passage devant les pions jusqu'à ce que les échantillons soient entièrement recouverts d'un dépôt d'épaisseur homogène. De l'air comprimé a été utilisé comme gaz propulseur avec une pression d'entrée de 8 bars et une température en sortie de buse de 430 °C.



Figure 4.8 : Schéma présentant le balayage du robot devant le support

## 2.3. Effet de la texturation laser sur les propriétés adhésives des revêtements

Après ces considérations expérimentales et numériques ayant permis le choix des géométries de texturation, l'étude de l'effet de la texturation a enfin pu débuter. L'objectif est d'étudier son influence sur les propriétés adhésives des revêtements en les reliant à la surface développée calculée par le modèle analytique proposé précédemment.

### 2.3.1. Observation des dépôts en coupe

Les dépôts composites  $\text{Cu-Al}_2\text{O}_3$  élaborés sur les substrats d'aluminium texturés ont tout d'abord été observés en coupe afin de contrôler leur morphologie. Comme l'illustre la Figure 4.9, aucun défaut notable (porosité, fissure, délamination...) et aucun effet de pont au niveau des trous n'a été repéré sur les échantillons. Les trous de texturation sont encore bien visibles et n'ont pas été trop déformés par l'impact des particules lors de la projection. Il était en effet possible que les grains d'alumine, présents dans la poudre, agissent par effet de sablage du substrat et modifient fortement l'aspect de surface des substrats texturés. Il a donc été admis que le modèle permettant le calcul de la surface développée avant la projection pouvait être utilisé comme une approximation raisonnable de la surface de contact entre le dépôt et le substrat.

La morphologie des dépôts est globalement similaire entre tous les échantillons et leur épaisseur des dépôts a ensuite été mesurée (Tableau 4.5). Pour tous les échantillons les valeurs estimées sont bien supérieures aux 300  $\mu\text{m}$  requis pour les tests d'adhérence (Chapitre 2 §3.4).



Tableau 4.5 : Mesures d'épaisseur des dépôts  $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$  obtenus sur le substrat de référence et sur les substrats texturés P1 à P4

Échantillon	Référence	P1	P2	P3	P4
Épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	$431 \pm 12,4$	$393 \pm 14,3$	$372 \pm 13,0$	$394 \pm 13,9$	$414 \pm 18,7$

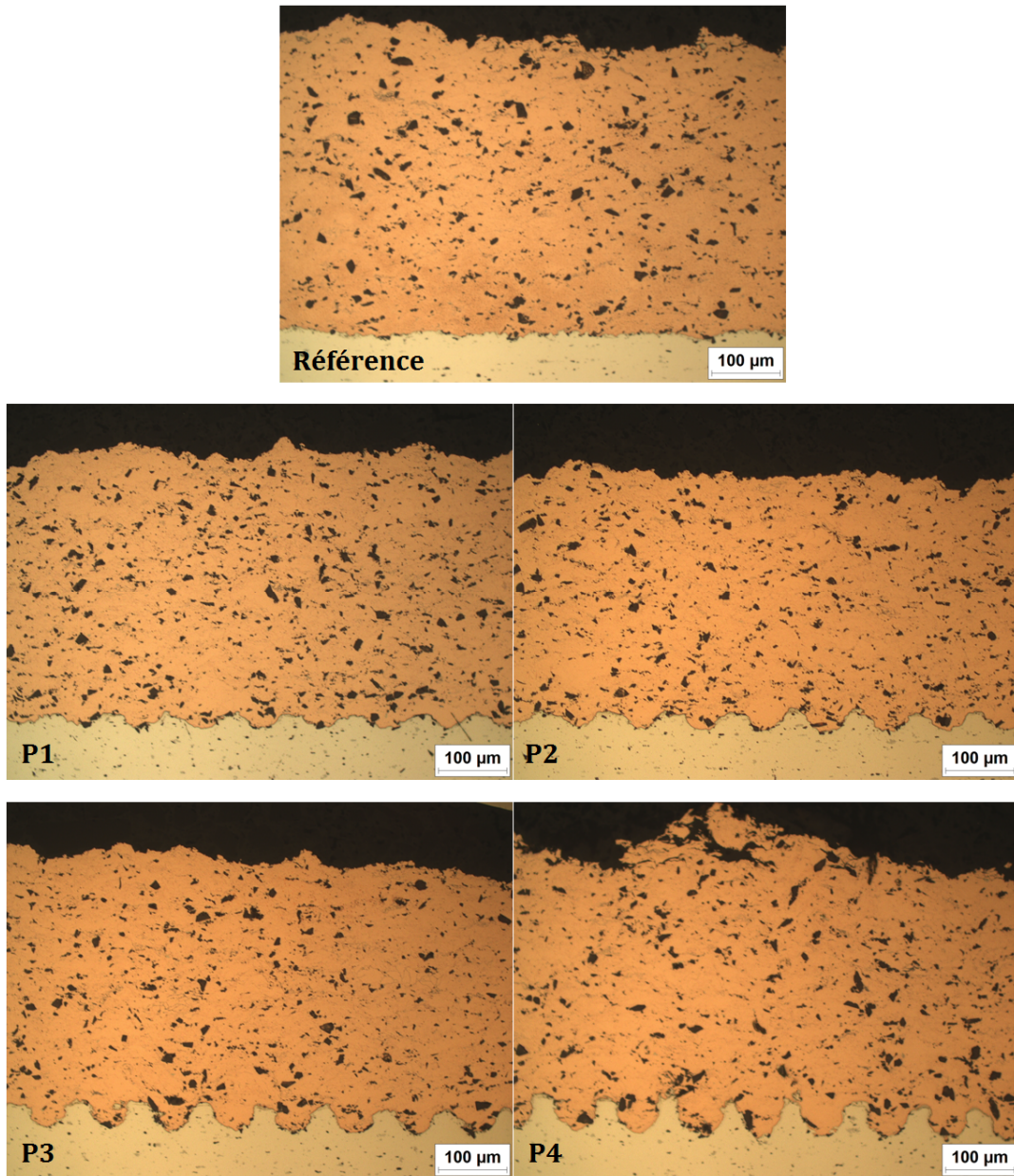


Figure 4.9 : Observation au microscope optique en coupe des dépôts  $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$  obtenus sur le substrat de référence et sur les substrats texturés P1 à P4



2.3.2. Rendement de projection (DE) et mesures d'adhérence

Pour poursuivre l'analyse phénoménologique, de l'impact de la texturation laser sur les revêtements, des mesures de rendement de projection (DE) et des mesures d'adhérence ont donc été réalisées (Chapitre 2 §3.1.1 et §3.4). En plus des échantillons non texturés servant de référence, une série d'échantillons a été sablée pour effectuer un point de comparaison supplémentaire. Considérant les revêtements  $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$ , il est à noter que la valeur de DE reste stable entre 30 et 32% (Figure 4.10). Le mécanisme de construction du dépôt ne semble donc pas considérablement influencé par la morphologie surfacique du substrat pour les géométries de texturation choisies. Néanmoins, il est raisonnable de supposer que le mécanisme d'accroche du revêtement est uniquement influencé sur les premières couches du revêtement (quelques  $10\ \mu\text{m}$ ) et que la morphologie de la texturation n'a donc plus aucun impact au-delà. Le rendement étant mesuré sur l'épaisseur complète du dépôt ( $> 300\ \mu\text{m}$ ), la possible influence de la texturation se retrouve donc lissée.

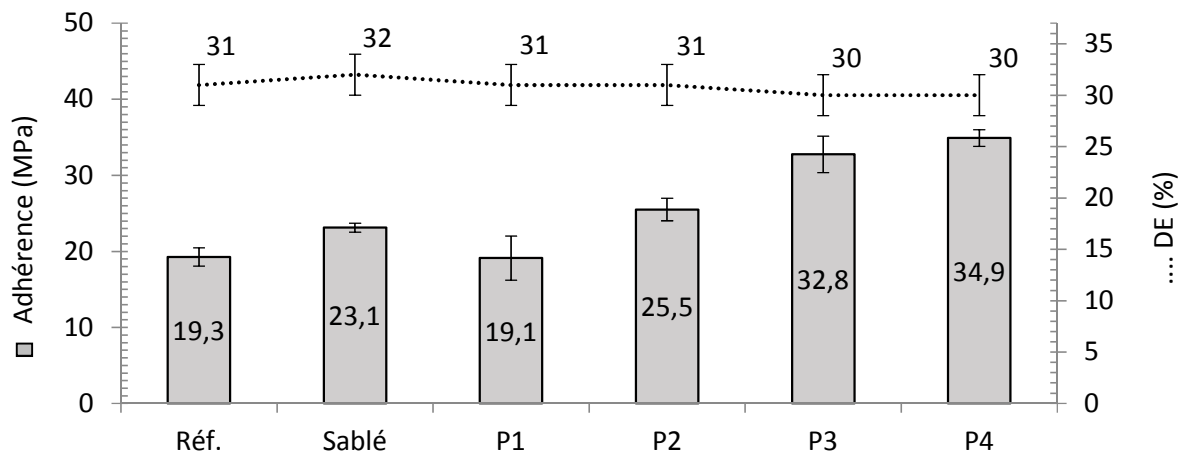


Figure 4.10 : Évolution du DE et de l'adhérence des revêtements  $\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$  suivant les différentes préparations de surface

En revanche, une évolution de l'adhérence des dépôts en fonction des morphologies de surfaces est bien visible. Sur la base des traitements de référence, une augmentation de 20% des propriétés interfaciales a d'ores et déjà pu être constatée après sablage des surfaces ( $23,1 \pm 1,2\ \text{MPa}$ ) par rapport aux surfaces brutes ( $19,3 \pm 2,4\ \text{MPa}$ ).

Concernant les séries d'échantillons texturés, une augmentation progressive des valeurs d'adhérence peut être notée ensuite suivant les motifs morphologiques allant jusqu'à dépasser les valeurs mesurées après sablage. Alors que le motif P1 n'entraîne aucune modification significative de l'adhérence par rapport à la référence ( $19,1 \pm 5,8\ \text{MPa}$ ), l'adhérence augmente ensuite régulièrement avec la profondeur des cavités jusqu'à 81% d'accroissement ( $25,5 \pm 3,0\ \text{MPa}$  pour le motif P2 ;  $32,8 \pm 4,8\ \text{MPa}$  pour le motif P3 et  $34,9 \pm 2,2\ \text{MPa}$  pour le motif P4).

Pour poursuivre l'analyse des mécanismes d'accroches revêtement-substrat, des observations des faciès de rupture des éprouvettes ont ensuite été réalisées. Trois échantillons de chaque série (sur les 5 testés) sont alors présentés sur la Figure 4.11.

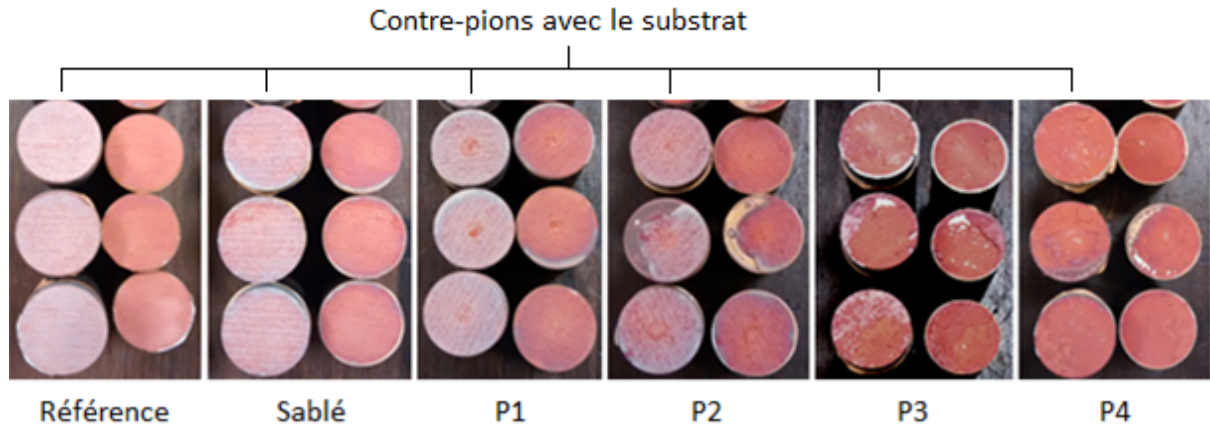


Figure 4.11 : Morphologies des faciès de rupture après les essais d'adhérence

Comme en témoignent les observations visuelles de la Figure 4.11, divers modes de rupture sont à noter selon les états de surface initiaux. En effet, si la majorité des échantillons présente une rupture adhésive pour les conditions morphologiques les moins modifiées (référence, sablage, texturation P1 et P2), un changement de mode de rupture apparaît pour les texturations P3 et P4 correspondant aux surfaces les plus développées. Ainsi, au-delà d'un certain profil de surface, le point limitant apparaît plutôt au cœur du revêtement caractérisé par une rupture cohésive du système.

Une étude plus précise des faciès de rupture a aussi été réalisée en observant les échantillons en coupe au MEB (Figure 4.12). L'orientation du motif de texturation n'étant plus repérable sur les échantillons ceux-ci ont été coupés selon une direction arbitraire et non selon le quadrillage du motif.

Les observations confirment néanmoins les premiers résultats obtenus par inspection visuelle :

- (1) Une rupture adhésive a lieu pour les échantillons de référence, sablés et faiblement texturés. L'observation en coupe des échantillons après rupture révèle que des résidus du revêtement sont encore présents à la surface de quelques substrats (Figure 4.12 a, b) voire même au fond de certaines cavités (Figure 4.12 c).
- (2) Une rupture mixte est observable pour les échantillons P2, la quantité de dépôt encore présente étant plus importante que pour les échantillons précédents. La majorité des trous de texturation reste encore remplie de poudre (Figure 4.12 d) et la rupture a toujours lieu au niveau de l'interface dans les espaces entre les trous.
- (3) Une rupture cohésive est clairement identifiable pour les échantillons P3 et P4, la rupture se produisant dans l'épaisseur du dépôt (Figure 4.12 e, f). Des fissures sont repérables dans les résidus de dépôt sur ces échantillons.

Le comportement adhésif et le peu de résidus de dépôts sur les échantillons sablés et P1 peuvent être corrélés aux valeurs d'adhérence mesurées pour ces échantillons, comprises entre  $23,1 \pm 1,2$  et  $19,1 \pm 5,8$  MPa. La surface de contact entre le dépôt et le substrat de ces échantillons reste proche des substrats références et n'entraîne donc pas de variation significative de l'ancrage mécanique des particules pour justifier une augmentation de l'adhérence substrat-dépôt.

Une amélioration de l'adhérence peut néanmoins être constatée pour les échantillons P2 ( $25,5 \pm 3,0$  MPa) où une augmentation de la surface de contact développée par les trous de texturation

apparaît. Le basculement vers un comportement de rupture mixte se justifie donc par le fait que des résidus de dépôt dans tous les trous persistent, démontrant une profondeur de trous suffisante pour améliorer l'ancrage mécanique des particules.

Enfin, l'apparition d'une rupture cohésive pour les échantillons P3 et P4 signifie que la limite à la rupture de l'interface substrat/dépôt a dépassé celle du dépôt en lui-même. La valeur d'adhérence ne pourra donc plus être améliorée en augmentant encore la surface de contact. Seule une modification des conditions de projection pourrait permettre d'optimiser le système en augmentant la limite à la rupture du dépôt.

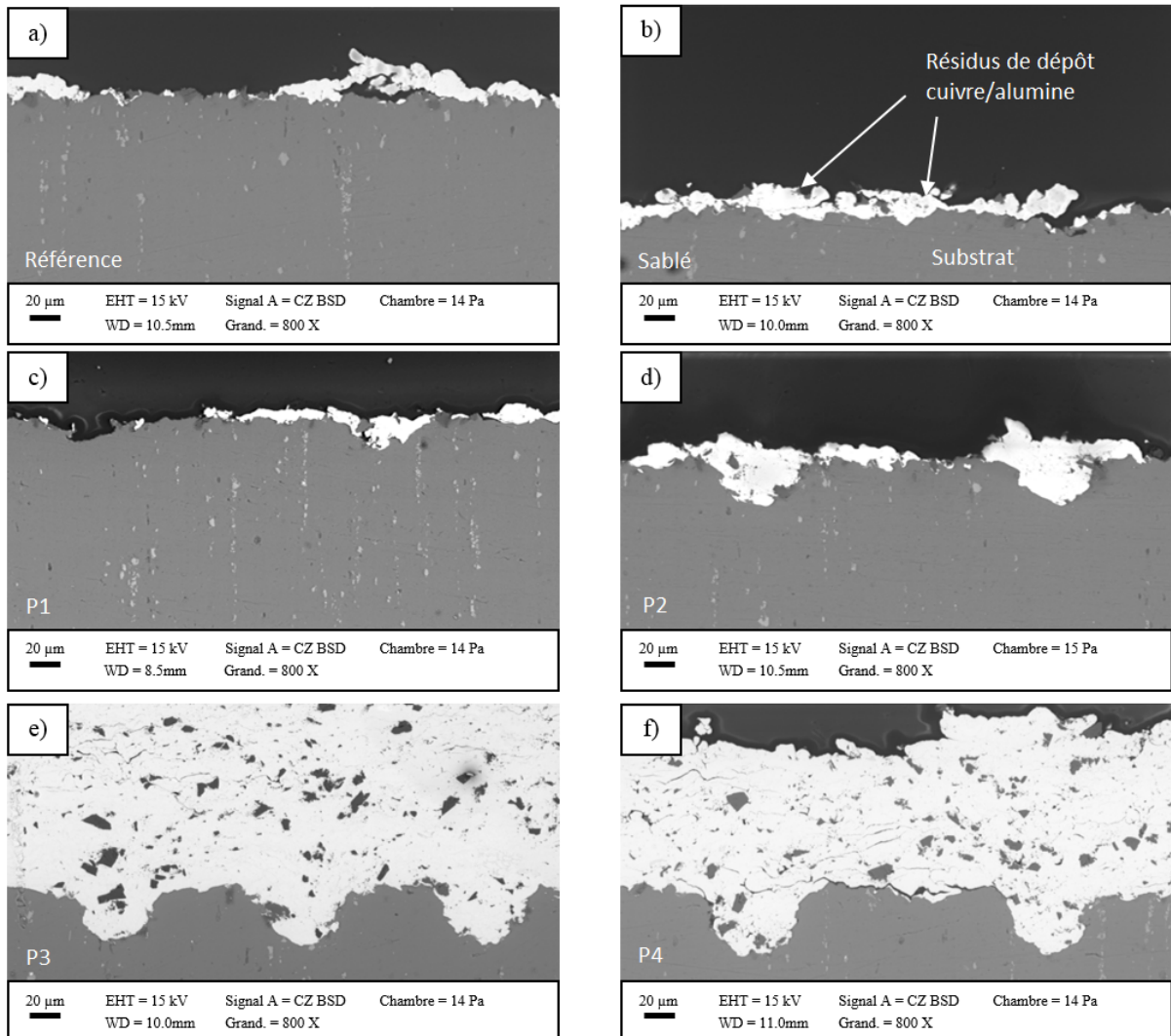


Figure 4.12 : Observation MEB en coupe des faciès de rupture après les tests d'adhérence

Ainsi, l'intérêt de la modification de la morphologie de surface sur les propriétés adhésives du couple substrat-dépôt apparaît évident. Comme en témoigne la Figure 4.13, une évolution croissante de l'adhérence peut être observée avec l'augmentation progressive de la surface développée du substrat (Tableau 4.4). Malheureusement, le faible nombre de points de mesures ne permet pas d'avoir une courbe précise. Néanmoins, l'allure semble de type sigmoïde et en considérant les valeurs d'adhérence et l'évolution des modes de rupture, il est possible de définir 3 zones. Jusqu'à environ 25% de surface

développée, la valeur de l'adhérence ne varie quasiment pas et la rupture est caractérisée par un mode adhésif. Au-delà de 70% environ de surface développée, l'adhérence atteint un palier ( $\approx 35$  MPa) correspondant aux échantillons ayant rompu de manière cohésive. Entre les deux zones, on observe une augmentation de l'adhérence et la rupture passe par un mode mixte (P2).

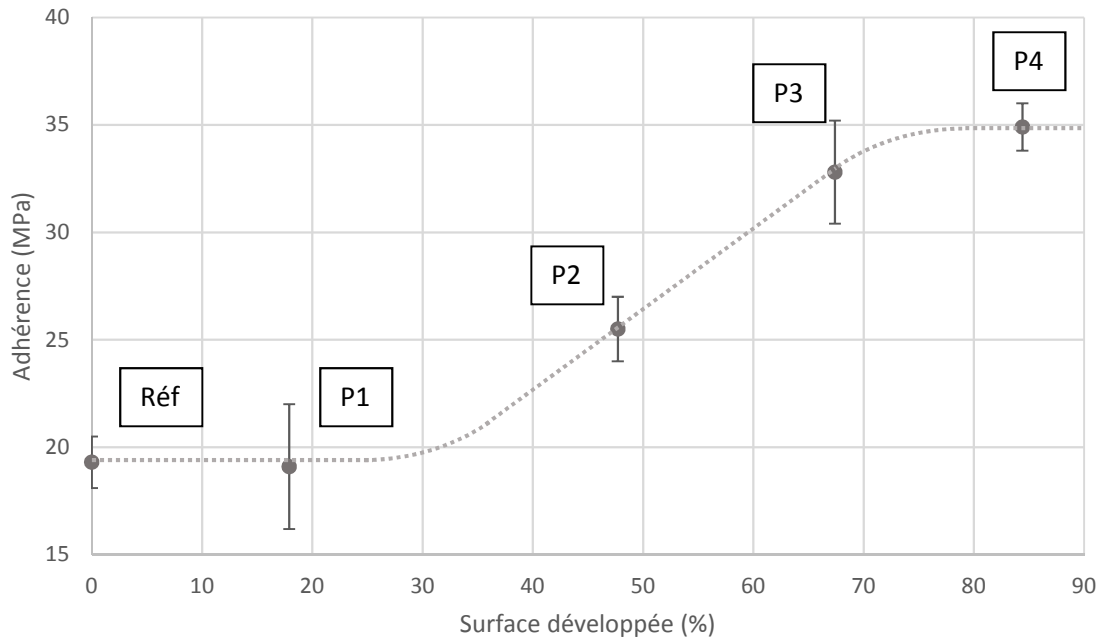


Figure 4.13 : Évolution de l'adhérence en fonction de la surface développée par la texturation laser

Une cartographie EDX (Chapitre 2 §3.2.5) a été menée après rupture sur les échantillons de référence et texturés P4 (Figure 4.14) afin de différencier les grains d'alumine des éventuelles porosités et fissures. Cinq éléments ressortent majoritairement. L'aluminium et le cuivre sont bien évidemment présents en grosses quantités. Le magnésium, élément le plus représenté (hors aluminium) dans l'alliage AW5083 avec un pourcentage compris entre 4 et 4,9% (Chapitre 2 §1.1) est bien visible. La cartographie EDX met d'ailleurs en évidence une répartition non homogène de cet élément dans les substrats, des zones à forte concentration en magnésium pouvant être repérées. Les autres éléments de l'alliage ne ressortent pas sur les spectres, leurs proportions étant trop faibles pour être détectées.

Enfin, l'oxygène et le carbone sont repérables. L'oxygène apparaît en taches de faible intensité, mais bien distinctes, soit dans les résidus de dépôt soit à l'interface. En corrélant ces taches avec la cartographie de l'aluminium et les images MEB d'origine, cet oxygène se révèle être celui présent dans l'alumine  $Al_2O_3$  provenant de la poudre utilisée pour construire les revêtements. Quatre grains d'alumine (entres autres) ont été repérés par des cercles sur chaque échantillon (Figure 4.14). Les grains repérés sur l'échantillon texturé P4 sont nombreux, répartis à la fois à l'interface et dans l'épaisseur du dépôt, confirmant que la plupart des points noirs repérés au microscope optique (Figure 4.9) sont bien des grains d'alumine et non des porosités. Sur l'échantillon de référence, les grains d'alumine restant après la rupture sont tous présents à l'interface substrat/dépôt et sont fortement ancrés dans le substrat, ce qui n'est pas sans rappeler la contamination de surface par inclusion de particules céramiques induite par un sablage du substrat avant la projection.

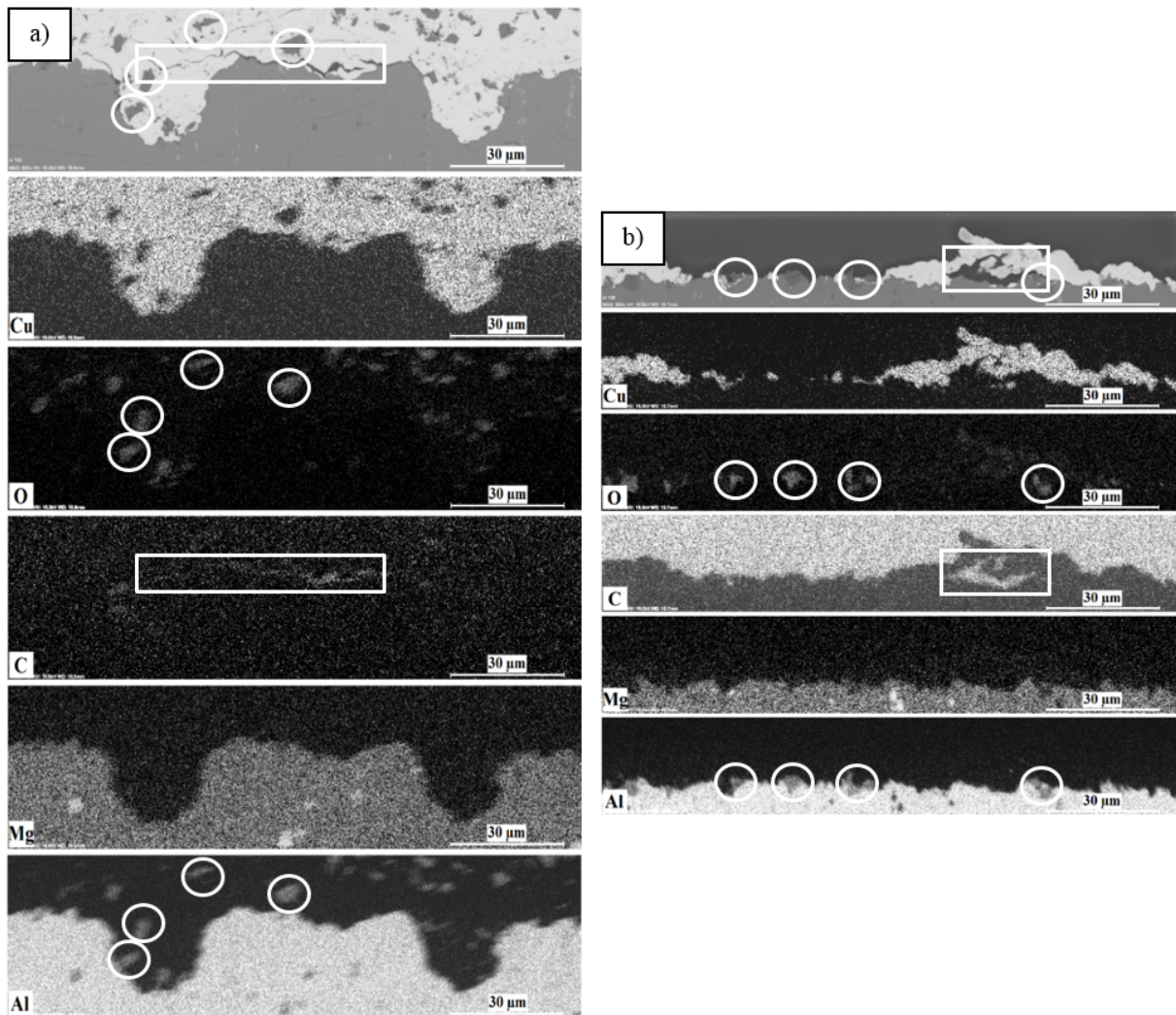


Figure 4.14 : Cartographie EDX des faciès de rupture pour a) l'échantillon texturé P4 et b) l'échantillon de référence, avec les spectres associés à chaque échantillon

Le carbone quant à lui ne provient ni de la projection, ni des substrats utilisés, mais de la résine d'enrobage utilisée pour préparer les échantillons avant observation. Le carbone est néanmoins utile pour confirmer la présence de fissures dans les échantillons. En effet, si le polissage arrache de petites particules de résine, ces dernières viennent ensuite (grâce au mouvement du disque de polissage) se déposer et boucher les fissures. Deux exemples sont visibles sur les images présentées, avec une fissure encadrée sur chaque échantillon (Figure 4.14).

### 2.3.3. Propagation de fissures

Pour caractériser les fissures apparues dans les échantillons, une analyse plus précise des échantillons texturés selon le motif P4 a ensuite été réalisée (Figure 4.15 a). Pour améliorer la visibilité des fissures, un post-traitement de correction de couleurs a tout d'abord été appliqué sur l'image MEB (Figure 4.15 b). Des petites fissures sont alors repérables dans l'épaisseur du dépôt, toutes



grossièrement parallèles entre elles. Une plus grosse fissure est ensuite repérable au niveau de l'interface et sa propagation semble suivre d'abord l'interface avant de continuer dans le dépôt lorsqu'elle atteint le bord du trou de texturation. Un tel comportement a déjà été abordé dans la littérature et traduit par un mode d'ouverture mixte (modes I et II) des fissures qui s'initient à l'interface [16], [17], souvent dû à la présence d'un défaut (porosité, microfissure, inclusion...).

L'analogie peut donc être faite avec les échantillons texturés avec le motif P2 où la rupture a lieu au niveau de l'interface (Figure 4.12), du dépôt résiduel restant dans tous les trous de texturation après rupture. Il est raisonnable de supposer que les fissures ont suivi le même chemin que celui mis en évidence pour la fissure principale sur P4, commençant à l'interface puis se propageant dans le dépôt au-dessus des trous de texturation.

Sur les échantillons de références, sablés et texturés avec le motif P1, la topologie de surface ne présente pas de variations suffisantes. Les fissures initiées à l'interface ne sont alors pas déviées lorsqu'elles rencontrent le bord d'un trou de texturation et continuent de suivre l'interface au lieu de se propager dans le dépôt. Ceci expliquerait pourquoi sur les échantillons P1 la plupart des trous de texturation ne sont plus remplis de poudre, les fissures ayant pu suivre le contour des trous de texturation et leur contenu s'étant donc arraché sous la traction.

Ces résultats sont fortement similaires à ceux observés par Kromer et coll. [15], [18] concernant la propagation de fissures à l'interface pour des dépôts NiAl et YSZ obtenus par projection plasma sur des substrats texturés par laser en aluminium 2017, acier AISI 304L et superalliage à base de nickel respectivement. Les résultats de ces publications démontrent qu'en plus des considérations effectuées dans ce manuscrit concernant la surface de contact il faut aussi tenir compte de l'existence d'un angle critique à partir duquel les fissures dévient de l'interface pour se propager dans le dépôt.

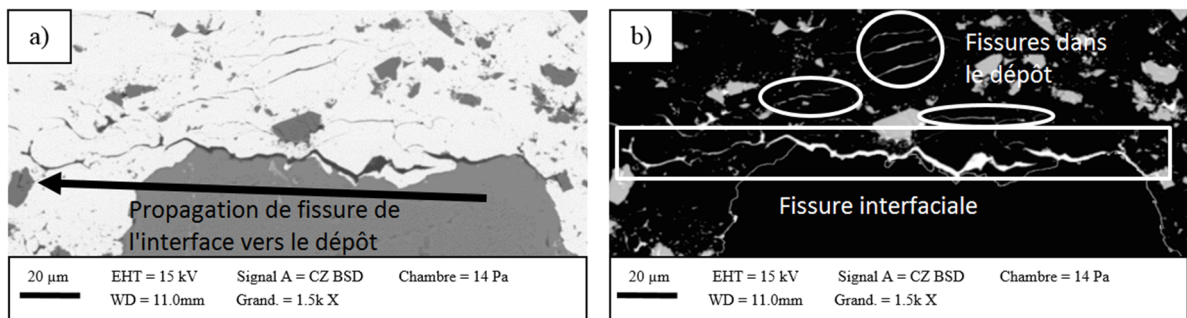


Figure 4.15 : a) Observation MEB des fissures observées sur l'échantillon P4 après rupture et b) la même image traitée pour faire ressortir les fissures

Mais outre les propriétés topologiques de surfaces, des facteurs relatifs aux matériaux à proprement parler peuvent aussi être considérés. En effet, les propriétés mécaniques des matériaux peuvent aussi influencer la propagation de fissures comme les contraintes résiduelles par exemple. De ce point de vue, il a été montré que des contraintes résiduelles en compression tendent plutôt à faire chuter la vitesse de propagation de fissures [19]–[21] pour l'augmenter en cas de traction [22], [23]. En plus de la surface de contact et de la notion d'angle critique, il pourrait donc aussi y avoir une influence des contraintes résiduelles sur la rupture des échantillons. L'étude des champs de contraintes dans des échantillons texturés ou non a donc été planifiée.

## 2.4. Effet de la texturation laser sur les contraintes résiduelles post-projection

L'étude des contraintes résiduelles post-projection a été menée par DRX en effectuant des polissages électrolytiques successifs pour obtenir plusieurs points de mesures dans l'épaisseur des dépôts et dans le substrat comme décrit Chapitre 2 (§3.3.2).

Trois échantillons ont donc été réalisés par projection de cuivre pur, sur substrat brut de référence et après texturations P3 et P4 (texturations optimales pour une adhérence maximisée). La contrainte  $\sigma_{33}$  est considérée comme nulle par hypothèse ce qui est classiquement justifié par la faible pénétration des RX dans l'échantillon. Le calcul complet du tenseur des contraintes est effectué au travers de la méthode des  $\sin^2\psi$  pour trois directions  $\phi$  différentes (0, 45 et 90°). Les Constantes d'Élasticité Radiocristallographiques (CER)  $(1/2)S_2$  et  $S_1$  du cuivre et de l'aluminium sont déterminées par un modèle autocohérent élastique comme précisé dans le Chapitre 2 (§3.3.1). Le repère local utilisé pour ces mesures est rappelé sur la Figure 4.16.

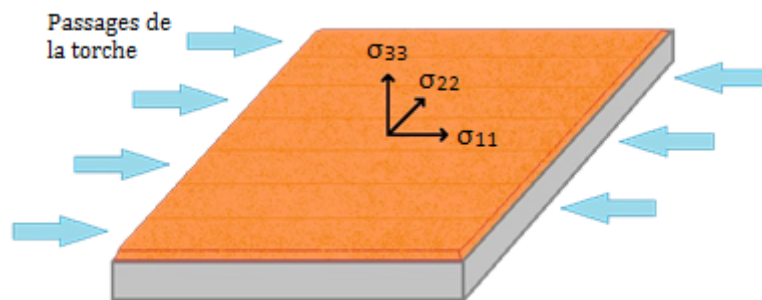


Figure 4.16 : Repère local utilisé pour le calcul des contraintes

Comme en témoignent les Figure 4.17 et 4.18, l'évolution des contraintes  $\sigma_{11}$  et  $\sigma_{22}$  selon l'épaisseur a été tracée pour les trois échantillons. Les contraintes de cisaillement ont également été calculées, mais se sont avérées négligeables, ne dépassant jamais la dizaine de MPa quelle que soit la profondeur analysée. Une épaisseur positive correspond à une mesure effectuée dans le dépôt, l'interface dépôt/substrat correspondant aux points de mesure à l'épaisseur 0. Les points placés pour des épaisseurs négatives correspondent aux mesures dans le substrat une fois que le dépôt a été entièrement décapé.

Il est important de préciser que le premier point de mesure ne correspond pas à la surface du dépôt. Un décapage électrolytique préalable des dépôts a en effet été effectué avant la première mesure afin d'obtenir un état de surface plan, la rugosité de surface des dépôts Cold Spray n'étant pas compatible avec la diffraction des rayons X. Le premier point de mesure est donc déjà dans l'épaisseur du dépôt, une cinquantaine de microns ayant été décapés avant d'obtenir un état de surface acceptable pour commencer les mesures.

La relaxation de contraintes résiduelles induite par le polissage ayant été négligée dans cette étude, les contraintes mesurées sont légèrement sous-estimées. L'erreur reste faible, mais est bien présente si l'on en croit des travaux similaires réalisés sur des essais de grenailage montrant une sous-

estimation d'environ 20 MPa après avoir décapé 280  $\mu\text{m}$  entre les mesures et le profil corrigé [24]. Cette réflexion est à prendre en compte lors de la lecture des profils de contraintes présentés dans ce manuscrit.

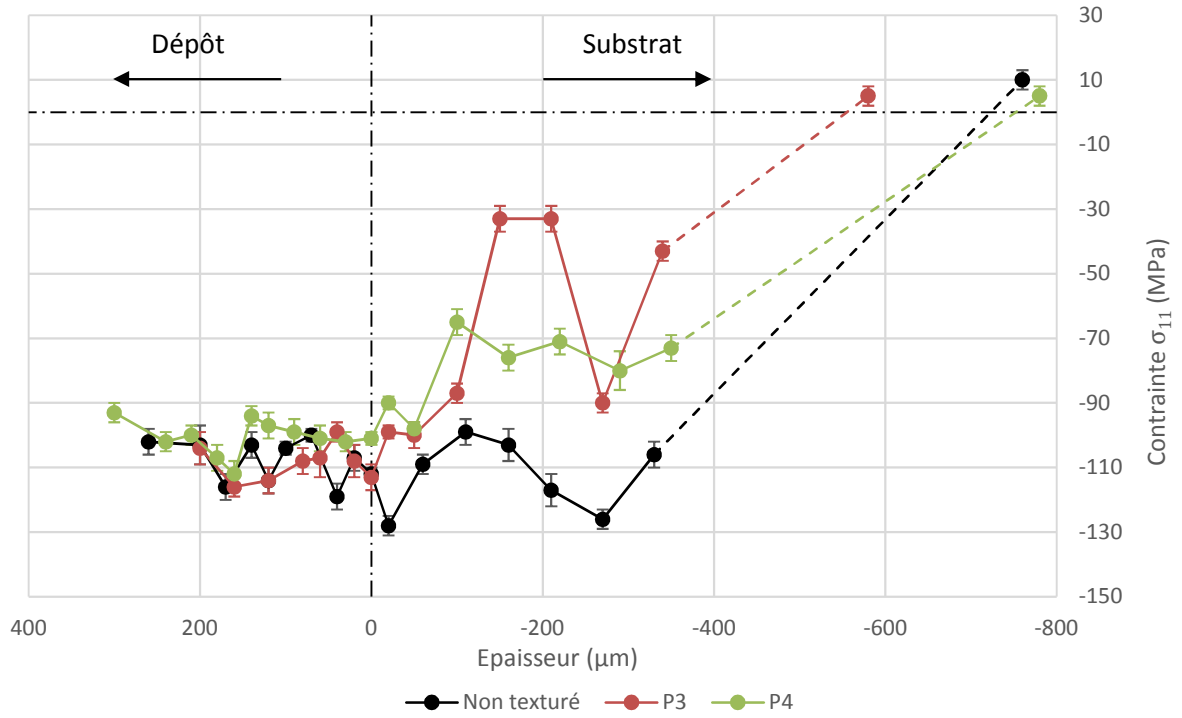


Figure 4.17 : Évolution de la contrainte  $\sigma_{11}$  en fonction de l'épaisseur

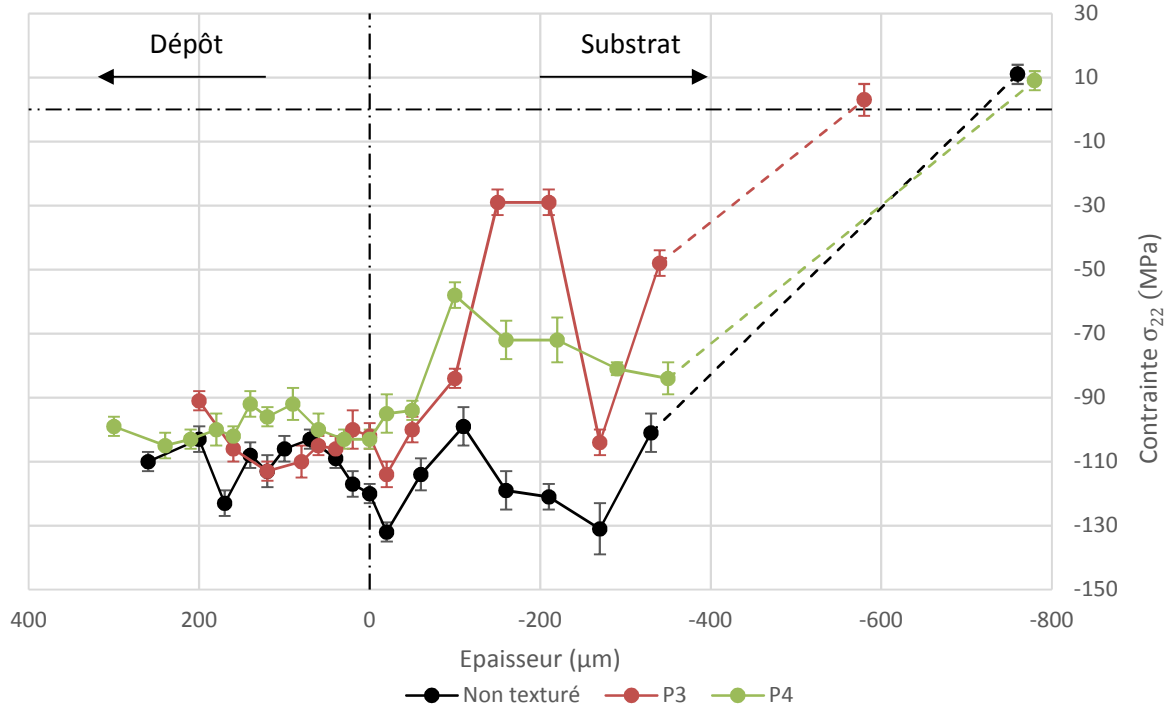


Figure 4.18 : Évolution de la contrainte  $\sigma_{22}$  en fonction de l'épaisseur



Considérant le comportement mécanique des dépôts notamment pour leur tenue en fatigue, des contraintes de compression homogènes dans les dépôts (valeurs comprises entre -90 et -120 MPa environ) peuvent être relevées. Ces valeurs en compression sont le résultat de l'impact des particules et de la compaction par déformation plastique induite par le martelage [25]–[30]. En revanche, aucune tendance nette ne peut être dégagée concernant une éventuelle différence entre les substrats texturés ou non et donc aucune conclusion probante concernant l'évolution du mode de rupture observé entre les échantillons ne peut être tirée à partir de ces mesures.

Les contraintes mesurées dans les substrats sont aussi comparables entre les échantillons pour les 50 premiers microns, avec des valeurs toujours comprises entre -90 et -120 MPa. Ensuite, les valeurs présentent des variations importantes, surtout pour P3 avec deux mesures à -30 MPa entre -150 et -210  $\mu\text{m}$ . Les substrats ayant été découpés dans des plaques ayant subi un laminage, ceux-ci étaient selon toute vraisemblance précontraints en compression à la surface avant même la projection. Une zone d'influence de l'ordre de 50 à 100  $\mu\text{m}$  peut être avancée avec des contraintes du même ordre de grandeur que celles présentes dans le dépôt. La profondeur affectée par la compression due au dépôt est donc difficile à déterminer expérimentalement.

Un système dépôt/substrat uniquement en compression est mécaniquement impossible, le bilan des contraintes sur l'ensemble du système devant être nul afin de respecter l'équilibre mécanique. Des contraintes en traction devaient donc être repérées. Elles ont effectivement été identifiées expérimentalement en creusant profondément dans le substrat, afin de valider leur présence par au moins un point de mesure (Figures 4.17 et 4.18). D'après la littérature, des contraintes en traction seraient également présentes en surface du dépôt de cuivre [26], là où la compaction des particules est moins importante.

Afin de confirmer ces observations et les valeurs obtenues expérimentalement, une simulation numérique a été effectuée de l'impact de quatre particules (diamètres 20 et 40  $\mu\text{m}$  impactant à respectivement 378 et 328 m/s) sur un substrat en aluminium. Malheureusement seul un substrat non texturé a pu être étudié, l'ajout d'un trou de texturation sur le modèle numérique n'ayant pu aboutir à cause d'une distorsion excessive du maillage en cours de calcul. Le contact cohésif (Chapitre 3 §1.6) a été activé en fin d'impact afin de bloquer les particules et les empêcher de rebondir. Ceci a permis de laisser le calcul continuer jusqu'à 300 nanosecondes après la fin de l'impact, laissant ainsi le temps aux contraintes de se propager et de se stabiliser dans l'ensemble du système. Le champ des contraintes  $\sigma_{11}$  est présenté sur la Figure 4.19.

Pour une profondeur située entre 0 et 50  $\mu\text{m}$ , les contraintes apparaissent globalement bien en compression dans le substrat avec des valeurs comprises, en moyenne, entre -80 et -200 MPa. Ces valeurs semblent donc bien en adéquation avec celles relevées expérimentalement (Figure 4.17).

A contrario, pour ce qui concerne les particules, un comportement globalement en traction est relevé là où des contraintes de compression ont été relevées expérimentalement. Ceci peut être expliqué par le fait de n'avoir effectué les calculs qu'avec quatre particules seulement, les temps de calcul augmentant drastiquement en rajoutant plus de particules. L'effet de compaction dû à l'accumulation de particules lors de la construction d'un dépôt, générant des contraintes en compression, est donc quasiment absent. Cet effet peut tout de même être repéré à l'emplacement où les particules de 20  $\mu\text{m}$  ont impacté par rapport à celles de 40  $\mu\text{m}$  sous-jacentes (Figure 4.19). Il est donc raisonnable de supposer qu'en ajoutant plus de particules, des contraintes en compression auraient bien été obtenues numériquement dans le dépôt. Ces contraintes démontrent cependant que des particules non compactées présentes en surface d'un dépôt sont majoritairement en traction, confirmant les résultats issus de la littérature discutés précédemment, qui n'avaient pu être confirmés

expérimentalement dans cette étude à cause du décapage préalable des dépôts nécessaire avant le premier point de mesure expérimental par diffraction.

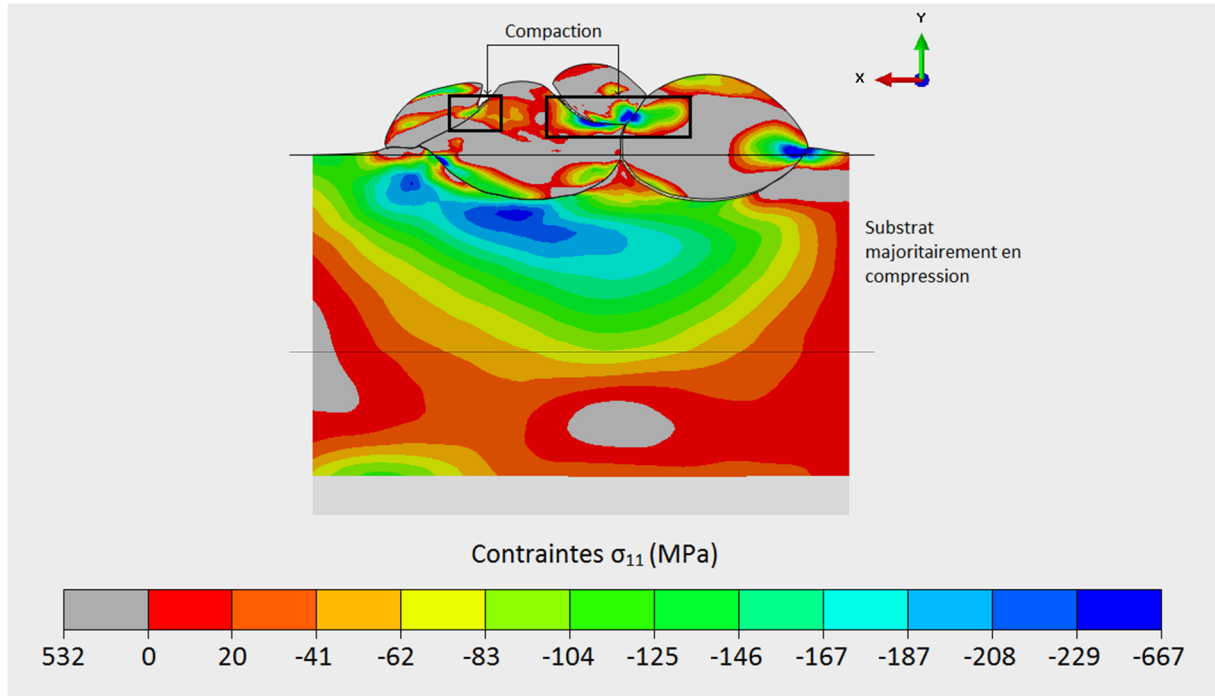


Figure 4.19 : Champ des contraintes  $\sigma_{11}$  (en MPa) 300 nanosecondes après la fin de l'impact de quatre particules de cuivre sur un substrat en aluminium non texturé

Mais la diffraction des rayons X permet également d'avoir une information sur l'écroutissage macroscopique du matériau diffractant à la suite d'une déformation mécanique au travers de la largeur du pic de diffraction. Cette dernière regroupe les effets d'élargissement du pic dus à la taille des domaines cohérents de diffraction, de la densité de dislocations et des microcontraintes. Pour cela il est nécessaire de calculer le coefficient B, représentant la largeur intégrale d'un pic de diffraction, qui n'est autre que la surface sous la courbe décrite par la raie pondérée par la hauteur nette. Cette largeur intégrale peut être obtenue à l'aide de la relation suivante :

$$B = \frac{\sum_{i=1}^n I(2\theta_i) \Delta 2\theta}{I(2\theta_{Max})} \quad \text{Équation 4.5}$$

n est le nombre de points de mesure,  $\Delta 2\theta$  est le pas d'acquisition,  $I(2\theta_i)$  correspond à l'intensité au point de mesure et  $I(2\theta_{Max})$  l'intensité maximale du pic de diffraction. Les valeurs de B ont été mesurées pour  $\Phi = 0^\circ$ ,  $45^\circ$  et  $90^\circ$  (Chapitre 2, §3.3.1). Ces valeurs selon  $\Phi$  pour un même échantillon étant égales pour chaque point de mesure, aux erreurs près, seules les valeurs pour  $\Phi = 0^\circ$  sont présentées sur la Figure 4.20 afin d'améliorer la lisibilité des courbes.

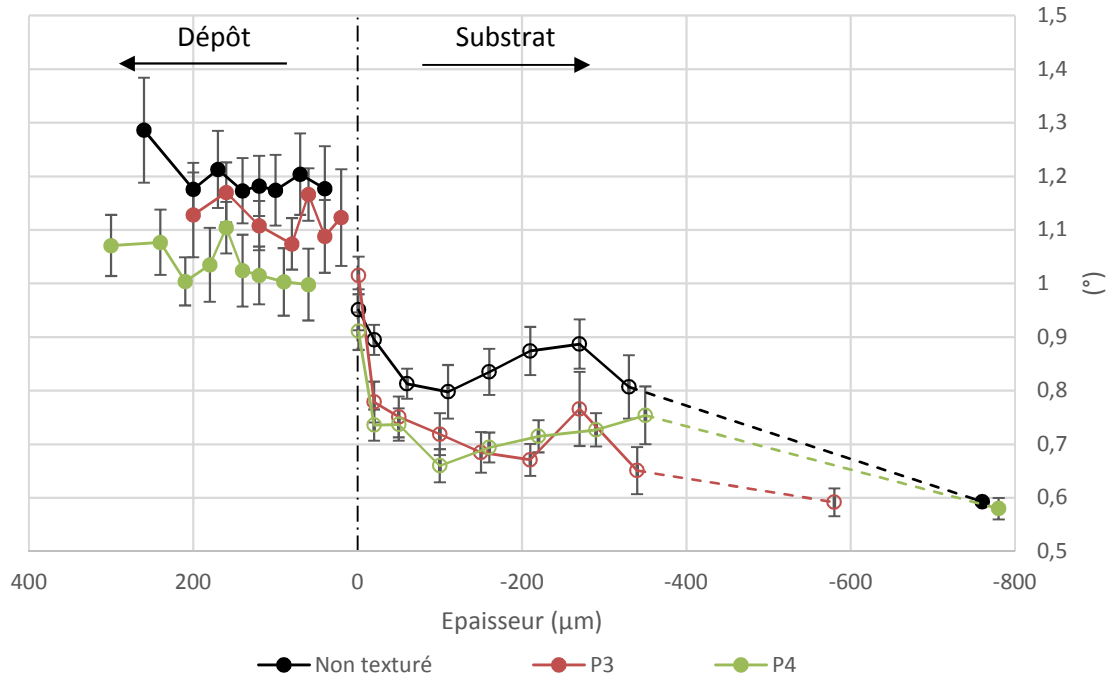


Figure 4.20 : Évolution de B en fonction de l'épaisseur

Pour permettre une comparaison du paramètre B entre plusieurs échantillons, un même pic de diffraction doit être caractérisé dans les mêmes conditions de mesure. Or le pic sélectionné pour les mesures de contraintes étant différent pour le dépôt et le substrat, il convient de traiter les deux parties de chaque courbe séparément. Ceci explique également l'absence de points proches de l'interface pour les échantillons non texturés et P4, le pic de mesure ayant dû être modifié pour les derniers points du cuivre en raison d'un pic de diffraction perturbateur de l'aluminium sous-jacent.

L'homogénéité de l'écroissage à travers l'épaisseur du dépôt a été confirmée pour les trois échantillons via la largeur des pics de diffraction. Les barres d'erreur ne permettent pas de conclure quant à une quelconque différence entre les échantillons.

À l'échelle de l'interface, l'évolution de l'écroissage est là aussi similaire entre les échantillons, avec un écroissage important relevé chutant rapidement jusqu'à un quasi-palier à partir de 60 μm de profondeur. La texturation laser n'a donc pas induit de modification notable de l'écroissage à la surface des substrats après projection.

Ainsi, par diffraction des rayons X, l'homogénéité des matériaux selon leurs préparations de surface à travers l'épaisseur tant sur le plan des contraintes résiduelles que de l'écroissage des dépôts a pu être démontrée. Ces résultats sont très intéressants, l'absence de forts gradients de contrainte étant un gage de bonnes caractéristiques des dépôts obtenus. L'hypothèse de départ d'une modification des modes de propagation des fissures à l'interface lors de la rupture due à des contraintes résiduelles différentes entre les substrats texturés ou non n'est cependant pas vérifiée. L'influence de la nature des matériaux peut cependant être posée au regard de tous ces phénomènes.

## 2.5. Comparaison de l'influence de la texturation entre deux types de revêtements

Afin de vérifier si les conclusions précédentes restent applicables pour une autre poudre de cuivre, une étude comparative a été menée en effectuant des dépôts de différentes natures (Cuivre pur ou Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) sur des substrats d'aluminium texturés. Sur la base des résultats alors obtenus préalablement pour le couple Al/Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, seules les texturations les plus avantageuses du point de vue de l'adhérence ont été retenues (P2, P3, P4). En complément, un nouveau motif (P5) a été testé (Tableau 4.6) proche des caractéristiques dimensionnelles des profils P1, mais avec un espacement réduit à 60 µm. Au vu des dimensions, l'angle en bord de trou des motifs P1 et de P5 peut être considéré en première approximation comme égal. Si, pour une même poudre, une différence d'adhérence ou de mode de rupture est relevée entre ces deux texturations, l'influence pourra donc être attribuée majoritairement à l'augmentation de la surface développée qui est pour rappel de +17,9% pour P1 contre +61,4% pour P5.

Tableau 4.6 : Paramètres géométriques et surfaces développées des texturations réalisées

Texturation	Profondeur P (µm)	Rayon R (µm)	Espacement (µm)	Surface développée
P2	40	27,5	90	+47,7%
P3	50	30	90	+67,4%
P4	60	30	90	+84,4%
P5	25	30	60	+61,4%

La granulométrie de la poudre de cuivre pur a été choisie volontairement plus faible que celle de la poudre Dycomet, avec un d<sub>90</sub> à 40,2 µm et un d<sub>50</sub> à 21,9 µm (Chapitre 2 §1.3). L'effet de pont est donc évité, les particules les plus grosses étant de diamètre plus faible que les trous de texturation, permettant de garantir un bon remplissage des cavités.

Il est à noter que ces texturations ont été réalisées dans le cadre du projet EMLACS en utilisant une plateforme de texturation encore en développement lorsque les échantillons ont été réalisés. La qualité globale des texturations s'est donc révélée moins bonne avec la présence de défauts comme illustrés sur la Figure 4.21 où il est possible de repérer des trous mal formés sur les échantillons réalisés avec la nouvelle plateforme.



Figure 4.21 : Observation en coupe de dépôts réalisés sur substrats texturés avec a) le laser nanoseconde, b) et c) la plateforme en cours de développement











Comme déployé préalablement, une analyse systématique des conditions de projection et de tenue des revêtements a donc été réalisée. Les faciès de rupture et les valeurs de DE sont regroupés dans le Tableau 4.7, tandis que les valeurs d'adhérence sont présentées Figure 4.22.

À la vue de ces résultats, plusieurs tendances semblent se dégager. Les valeurs de DE présentent quelques légères variations pour les deux poudres, mais aucune tendance nette ne peut être soulignée. De même, l'évolution des valeurs d'adhérence apparaît similaire pour les deux poudres avec un accroissement des tenues interfaciales avec la surface développée du substrat (de  $14 \pm 1,2$  MPa à  $30 \pm 1,9$  MPa).

Du point de vue des modes de rupture, trois mécanismes peuvent de nouveau être relevés pour les échantillons réalisés avec la poudre Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, à savoir une rupture adhésive pour les échantillons sablés, mixte pour P2 et cohésive pour P3 et P4. Ces observations sont cohérentes avec celles effectuées dans le §2.3.2. Cependant, pour ce qui est des échantillons P5, une rupture mixte ou cohésive est relevée selon les échantillons analysés. Il semble donc que pour cette poudre le palier (Figure 4.23) de rupture cohésive soit atteint à partir d'une valeur de surface développée proche de celle de P5 (+61,4%), même si la valeur précise reste indéterminée.

Pour les pions réalisés avec la poudre de cuivre pur, une rupture adhésive est là aussi observée pour les échantillons sablés ( $22,0 \pm 3,4$  MPa). La texturation P2 a abouti à une rupture mixte ( $40,3 \pm 2,4$  MPa). Le cas de P5 est plus tendancieux, certains pions ayant rompu de manière adhésive et d'autres avec un comportement mixte ( $48,2 \pm 3,8$  MPa). Les échantillons P3 et P4 ont rompu au niveau de la colle utilisée pour fixer les pions sur les contre-pions. Cela signifie que les valeurs d'adhérence mesurée, respectivement  $46,0 \pm 5,4$  MPa et  $50,7 \pm 5,4$  MPa, sont en réalité la résistance à la rupture de la colle elle-même, et donc que les vraies valeurs d'adhérence sont supérieures à celles mesurées.

Tableau 4.7 : DE et faciès de rupture après les essais d'adhérence, les contre-pions présentant le substrat étant toujours les trois de gauche sur chaque image

	Sablé	P2	P3	P4	P5
DE (%)	$30 \pm 2$	$24 \pm 2$	$27 \pm 2$	$28 \pm 2$	$31 \pm 2$
Cu/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	 Adhésive	 Mixte	 Cohésive	 Cohésive	 Mixte/Cohésive
DE (%)	$29 \pm 2$	$26 \pm 2$	$24 \pm 2$	$25 \pm 2$	$27 \pm 2$
Cu pur	 Adhésive	 Mixte	 Colle	 Colle	 Mixte/Adhésive

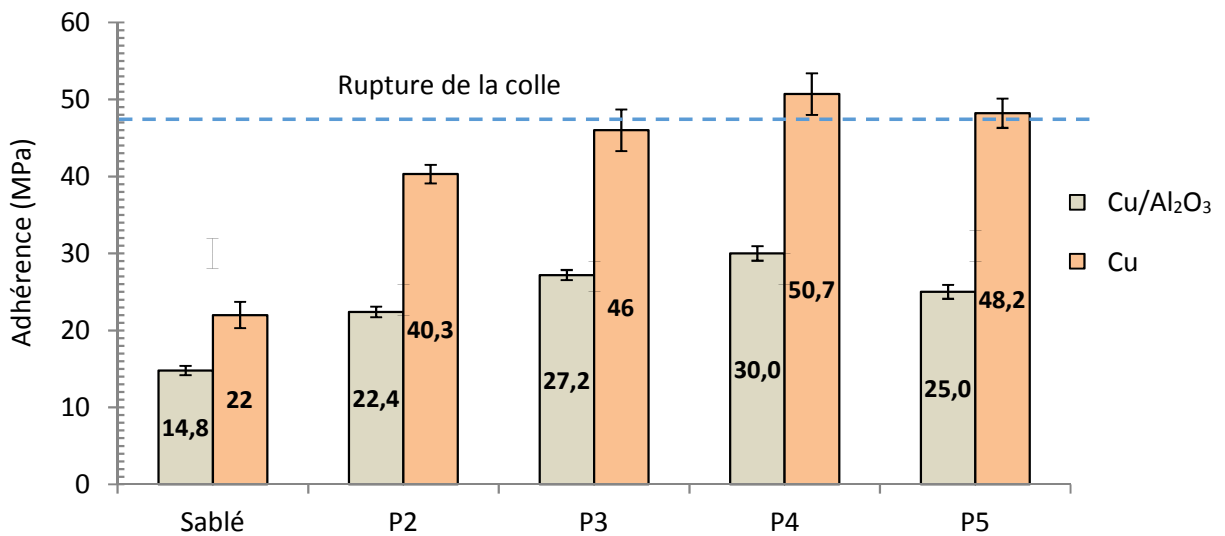


Figure 4.22 : Évolution des valeurs d'adhérence pour les revêtements Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et cuivre pur pour les différents états de surface

Les valeurs de l'adhérence ont été placées en fonction de la surface développée sur la Figure 4.23. Concernant la poudre Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, une tendance à la hausse peut être observée entre P2 et P3, le point correspondant à P5 situé entre les deux confortant cette évolution. Ces observations sont cohérentes avec celles présentées dans la partie précédente, avec l'apparition d'un palier (rupture cohésive) entre P5 et P3. La valeur très haute de l'adhérence pour P5 et son mode de rupture mixte/cohésif tranchent nettement avec le comportement observé pour P1 dans la partie précédente, démontrant bien l'influence notable de la surface développée pour un angle en bord de trou équivalent.

Les valeurs d'adhérence mesurées pour la poudre Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sont cependant légèrement inférieures à celles mesurées pour les échantillons texturés avec la première plateforme (Figure 4.10). Les défauts entraînés par l'utilisation de la nouvelle plateforme (Figure 4.21) sont probablement à l'origine de cette diminution de quelques MPa.

En ce qui concerne la poudre de cuivre pur, une forte augmentation de l'adhérence en fonction de la surface développée peut être constatée en particulier entre P2 et P5. La rupture ayant lieu dans la colle pour P3 et P4 il est cependant impossible de conclure sur l'évolution de la courbe lorsque la surface développée continue d'augmenter. Ces résultats tendent néanmoins vers une confirmation de l'influence positive de l'état de surface sur l'adhérence des dépôts qu'il s'agisse de cuivre pur ou de composite.

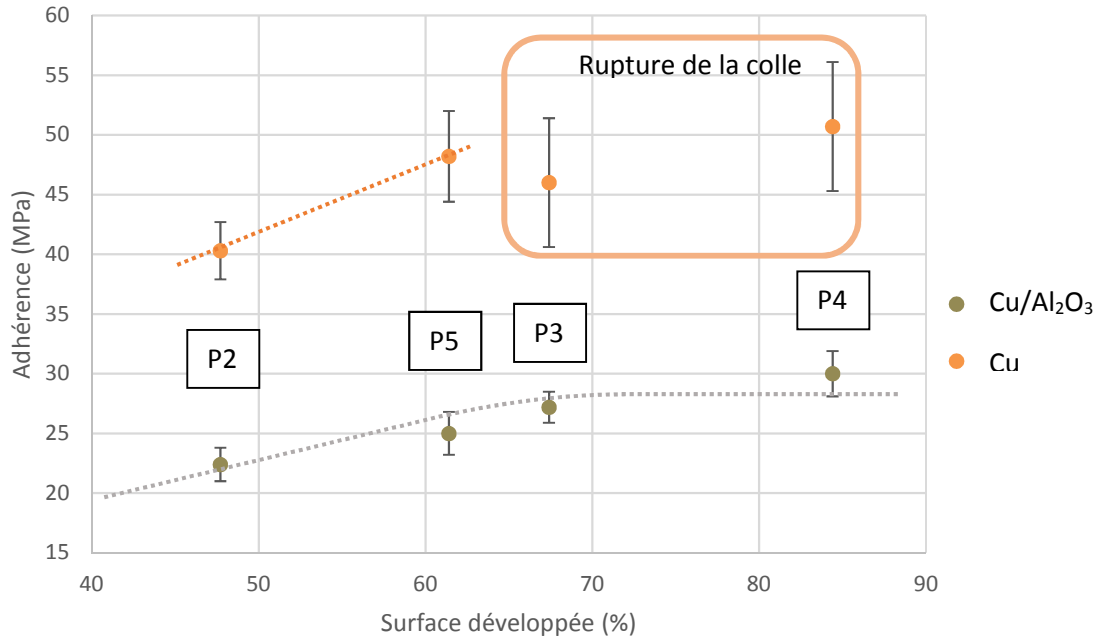


Figure 4.23 : Évolution de l'adhérence en fonction de la surface développée par la texturation laser pour les revêtements Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et cuivre pur

## CONCLUSION

L'objectif de ce chapitre était d'étudier l'intérêt d'effectuer une texturation laser sur des substrats en alliage d'aluminium AW 5083 avant projection. Des dépôts à base de cuivre ont donc été réalisés sur des substrats présentant des texturations sous la forme de trous de dimensions variables répartis selon un motif régulier. Diverses caractérisations ont été réalisées pendant et après la projection.

Dans un premier temps, un modèle mathématique a été développé afin de calculer l'augmentation de surface développée par la texturation à l'aide de quatre paramètres géométriques simples (Figure 4.1) :

- E l'espace entre les trous ;
- A l'angle des trous ;
- P et R les deux rayons de l'ellipsoïde.

Ce modèle a été validé en le comparant à une modélisation CAO des trous de texturation. L'augmentation de surface développée a donc été calculée pour les texturations choisies expérimentalement pour ce travail avec un diamètre adapté aux granulométries des poudres de façon à éviter l'effet de pont (Figure 4.3).

Contrairement à toute attente, les mesures de rendement de projection n'ont pas démontré d'effet significatif selon la nature des matériaux projetés ni même les morphologies de surfaces.

En revanche, il a été démontré que le traitement de surface par texturation laser joue un rôle essentiel dans l'amélioration de l'adhérence des dépôts permettant d'augmenter de 81% par exemple la tenue interfaciale des revêtements Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. L'approche choisie a donc permis de mettre en évidence la possibilité de maximiser l'adhérence en optimisant la topographie de surface du substrat.

De la même manière, une nette augmentation de l'adhérence de dépôts de cuivre pur en fonction de la surface développée a été observée, l'adhérence ayant été doublée pour les substrats texturés par rapport aux substrats sablés. Il est même raisonnable d'émettre l'hypothèse que les valeurs d'adhérence sont supérieures à cette valeur, les échantillons réalisés avec les texturations jugées optimales ayant rompu dans la colle.

L'intérêt de la texturation laser par rapport au sablage a donc été démontré pour les dépôts de cuivre réalisés par Cold Spray Basse Pression sur des substrats en aluminium AW 5083.

L'approche morphologique apporte dans un premier temps une explication satisfaisante à l'augmentation de l'adhérence en fonction de la surface développée, l'ancrage mécanique du dépôt à l'interface étant plus important sur les substrats texturés que sur les substrats non traités ou sablés. Néanmoins d'autres mécanismes sont probablement à l'œuvre, la mécanique de rupture interfaciale étant un phénomène complexe influencé par les variations de l'interface [31], mais aussi, entre autres, par l'angle de phase du chargement [32] et l'épaisseur du dépôt [33].

Une étude des contraintes résiduelles par DRX dans l'épaisseur a montré que la texturation laser n'a pas d'influence notable sur les contraintes résiduelles dans le dépôt, des valeurs de contraintes en compression comprises entre -90 et -120 MPa étant mesurées dans les deux directions planes. De plus, aucune différence notable n'a été notée dans les substrats, qui présentent également des contraintes en compression. L'écrouissage du cuivre et de l'aluminium a été caractérisé, montrant un écrouissage



constant dans le dépôt. Dans le substrat, un écrouissage plus important a été relevé au niveau de l'interface avant de se stabiliser dans l'épaisseur du substrat.

À la suite de cette étude de l'impact de la texturation laser et de la mise en évidence de ses bénéfices sur l'adhérence des revêtements de cuivre obtenus par LPCS, le deuxième axe majeur de ces travaux de thèse peut donc être abordé. Dans le chapitre 5 sont présentés justement les résultats et conclusions concernant le développement de dépôts de cuivre sur des substrats composites PEEK/Fibres de carbone.

## RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 4

- [1] S. Grigoriev, A. Okunkova, A. Sova, P. Bertrand, and I. Smurov, "Cold spraying: From process fundamentals towards advanced applications," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 268, pp. 77–84, 2015.
- [2] S. Gojon, R. Kromer, S. Costil, G. Douchy, C. Verdy, and H. Liao, "Effect of substrate roughness on the cratering phenomenon on the surface cold sprayed coating," in *Proceedings of the International Thermal Spray Conference (ITSC) 2015*, 2015, pp. 339–344.
- [3] S. Kumar, G. Bae, and C. Lee, "Influence of substrate roughness on bonding mechanism in cold spray," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 304, pp. 592–605, 2016.
- [4] S. V. Klinkov and V. F. Kosarev, "Measurements of Cold Spray Deposition Efficiency," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 15, no. 3, pp. 364–371, 2006.
- [5] M. Grujicic, C. L. Zhao, W. S. DeRosset, and D. Helfritsch, "Adiabatic shear instability based mechanism for particles/substrate bonding in the cold-gas dynamic-spray process," *Mater. Des.*, vol. 25, no. 8, pp. 681–688, 2004.
- [6] S. Kumar, G. Bae, and C. Lee, "Deposition characteristics of copper particles on roughened substrates through kinetic spraying," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 255, no. 6, pp. 3472–3479, 2009.
- [7] P. Richer, B. Jodoin, L. Ajdelsztajn, and E. J. Lavernia, "Substrate Roughness and Thickness Effects on Cold Spray Nanocrystalline Al-Mg Coatings," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 15, no. 2, pp. 246–254, 2006.
- [8] X. P. Jiang, X. Y. Wang, J. X. Li, D. Y. Li, C. S. Man, M. J. Shepard, and T. Zhai, "Enhancement of fatigue and corrosion properties of pure Ti by sandblasting," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 429, no. 1–2, pp. 30–35, 2006.
- [9] Y. Tanaka and M. Fukumoto, "Investigation of dominating factors on flattening behavior of plasma sprayed ceramic particles," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 120–121, pp. 124–130, 1999.
- [10] a. Lamraoui, S. Costil, C. Langlade, and C. Coddet, "Laser surface texturing (LST) treatment before thermal spraying: A new process to improve the substrate-coating adherence," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. SUPPL. 1, pp. S164–S167, 2010.
- [11] R. Singh, K. H. Rauwald, E. Wessel, G. Mauer, S. Schrufer, A. Barth, S. Wilson, and R. Vassen, "Effects of substrate roughness and spray-angle on deposition behavior of cold-sprayed Inconel 718," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 319, pp. 249–259, 2017.
- [12] A. Lamraoui, "Traitement de surface par texturation laser: une alternative" propre" de préparation de surface pour la projection thermique," Belfort-Montbéliard, 2012.
- [13] S. Gojon, "Etude sur l'élaboration et la caractérisation de revêtements en alliages d'aluminium et de magnésium par projection dynamique à froid pour la réparation de pièces aéronautiques," Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2015.
- [14] E. Pons, "Propriétés d'adhérence de revêtements projetés plasma sur substrats fragiles: caractérisation et identification de lois d'interface par Modèles de Zones Cohésives," Université Grenoble Alpes, 2016.
- [15] R. Kromer, J. Cormier, and S. Costil, "Role of Powder Granulometry and Substrate Topography in Adhesion Strength of Thermal Spray Coatings," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 25, no. 5, pp. 933–945, 2016.

- [16] J. W. Hutchinson, "Mixed Mode Fracture Mechanics of Interfaces," *Acta-Scripta Metallurgica Proceedings*, vol. 4. pp. 295–306, 1990.
- [17] M. Charalambides, A. J. Kinloch, Y. Wang, and J. G. Williams, "On the analysis of mixed-mode failure," *Int. J. Fract.*, vol. 54, no. 3, pp. 269–291, 1992.
- [18] R. Kromer, S. Costil, J. Cormier, L. Berthe, P. Peyre, and D. Courapied, "Laser Patterning Pretreatment before Thermal Spraying : A Technique to Adapt and Control the Surface Topography to Thermomechanical Loading and Materials," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 25, no. 3, pp. 401–410, 2017.
- [19] Y. Morikage, S. Igi, K. Oi, Y. Jo, K. Murakami, and K. Gotoh, "Effect of Compressive Residual Stress on Fatigue Crack Propagation," *Procedia Eng.*, vol. 130, pp. 1057–1065, 2015.
- [20] B. L. Averbach and B. Lou, "Fatigue crack propagation through residual stress fields," *Advances in Fracture Research*. pp. 1631–1640, 1984.
- [21] T. W. Clyne and S. C. Gill, "Residual Stresses in Thermal Spray Coatings and Their Effect on Interfacial Adhesion: A Review of Recent Work," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 5, no. 4, pp. 401–418, 1996.
- [22] S. J. Howard, Y. C. Tsui, and T. W. Clyne, "The effect of residual stresses on the debonding of coatings-I. A model for delamination at a bimaterial interface," *Acta Metall. Mater.*, vol. 42, no. 8, pp. 2823–2836, 1994.
- [23] J. H. Underwood, L. P. Pook, and J. K. Sharples, "Fatigue-Crack Propagation Through a Measured Residual Stress Field in Alloy Steel," *Flaw Growth Fract. ASTM STP 631, Am. Soc. Test. Mater.*, pp. 402–415, 1977.
- [24] V. Boyer, "Modélisation du grenailage d'un alliage de nickel avec prise en compte de l'érouissage et de la microstructure (à soutenir)," 2017.
- [25] R. Ghelichi, D. MacDonald, S. Bagherifard, H. Jahed, M. Guagliano, and B. Jodoin, "Microstructure and fatigue behavior of cold spray coated Al5052," *Acta Mater.*, vol. 60, no. 19, pp. 6555–6561, 2012.
- [26] R. C. McCune, W. T. Donlon, O. O. Popoola, and E. L. Cartwright, "Characterization of Copper Layers Produced by Cold Gas-Dynamic Spraying," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 9, no. 1, pp. 73–82, 2000.
- [27] Z. Arabgol, H. Assadi, T. Schmidt, F. Gärtner, and T. Klassen, "Analysis of thermal history and residual stress in cold-sprayed coatings," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 23, no. 1–2, pp. 84–90, 2014.
- [28] X. T. Luo, C. X. Li, F. L. Shang, G. J. Yang, Y. Y. Wang, and C. J. Li, "High velocity impact induced microstructure evolution during deposition of cold spray coatings: A review," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 254, pp. 11–20, 2014.
- [29] J. Matějček, S. Sampath, T. Gnäupel-Herold, and H. J. Prask, "Residual stress in sprayed Ni+5%Al coatings determined by neutron diffraction," *Appl. Phys. A Mater. Sci. Process.*, vol. 74, no. SUPPL.II, pp. 1692–1694, 2002.
- [30] V. Luzin, A. Valarezo, and S. Sampath, "Through-thickness residual stress measurement in metal and ceramic spray coatings by neutron diffraction," *Int. Conf. Stress Eval. Using Neutrons Synchrotron Radiat.*, vol. 571–572, pp. 315–320, 2008.
- [31] A. G. Evans and J. W. Hutchinson, "Effects of non-planarity on the mixed mode fracture resistance of bimaterial interfaces," *Acta Metall.*, vol. 37, no. 3, pp. 909–916, 1989.

- [32] M. -Y He, A. Bartlett, A. G. Evans, and J. W. Hutchinson, "Kinking of a Crack out of an Interface: Role of In-Plane Stress," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 74, no. 4, pp. 767–771, 1991.
- [33] I. E. Reimanis, B. J. Dalgleish, and A. G. Evans, "the Fracture Resistance of a Model Metal / Ceramic Interface," *Acta Metall. Mater.*, vol. 39, no. 12, pp. 3133–3141, 1991.
- [34] G. J. Tee, "Surface Area of Ellipsoid Segment," vol. 1, no. 4, pp. 1–25, 2005.



---

CHAPITRE 5 : DÉPÔT DE CUIVRE SUR COMPOSITE PEEK/FIBRES DE  
CARBONE

---

<b>CHAPITRE 5 : DÉPÔT DE CUIVRE SUR COMPOSITE PEEK/FIBRES DE CARBONE</b>	<b>175</b>
INTRODUCTION	177
1. IDENTIFICATION DES PROBLÉMATIQUES DE PROJECTION SUR LES COMPOSITES	178
1.1. Essais préliminaires	178
1.2. Ajout d'une surcouche de PEEK	179
1.3. Paramètres expérimentaux	182
2. OPTIMISATION DU PROCESSUS DE PROJECTION	183
2.1. Première couche de revêtement et réflexions sur le contact substrat/cuivre	183
2.2. Augmentation de l'épaisseur du dépôt	185
2.2.1. Ajout d'une deuxième couche de cuivre de granulométrie différente	187
2.2.2. Ajout d'une troisième couche de cuivre	189
3. INFLUENCE DE L'ÉPAISSEUR DU FILM DE PEEK SUR LA CONSTRUCTION DU DÉPÔT	192
3.1. Observations morphologiques	192
3.2. Mesures d'impacts dynamiques	194
CONCLUSION	200
RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 5	201

## INTRODUCTION

Les composites à matrice polymère et à renforts en fibre de carbone sont très intéressants, car ils combinent une grande légèreté et de bonnes propriétés mécaniques, permettant leur utilisation en remplacement de pièces métalliques [1]. À ce titre, le PEEK (Poly-Ether-Ether-Ketone, polymère thermoplastique semi cristallin) apparaît comme un choix de premier ordre pour de nombreuses applications industrielles, de par ses excellentes propriétés mécaniques couplées à sa bonne résistance aux agressions chimiques, sa température de service élevée (220 °C) et sa température de fusion de 343 °C. Pour exemple, il est possible de citer l'industrie automobile qui consomme près de 35% de la production mondiale de PEEK [2]. Mais ce polymère trouve aussi sa place dans les mécanismes de pompes en remplacement de pièces en acier ou en aluminium (pales, ailettes, joints...), ainsi que dans de nombreux implants et prothèses médicales, le PEEK étant biocompatible [3], [4].

Dans le domaine aéronautique, le PEEK est principalement utilisé comme matrice polymère pour des pièces composites renforcées par des fibres de carbone [5]. Ces pièces sont notamment destinées à remplacer des pièces métalliques (aluminium pour la plupart), afin de conserver des propriétés mécaniques intéressantes tout en allégeant la structure des avions. Néanmoins, l'un des principaux inconvénients de ces pièces composites par rapport à leurs homologues métalliques est qu'elles ne conduisent pas l'électricité. Ceci est un problème pour les structures des avions, qui doivent être conductrices pour éviter d'être endommagées lors des impacts de foudre, un avion de ligne étant frappé en moyenne une fois par an [6]. Des solutions ont donc été développées pour ajouter un chemin conducteur sur ces pièces composites. Le plus utilisé de nos jours est l'inclusion d'une grille ou d'une fine plaque métallique perforée dans le composite lors de la fabrication de la pièce [7]–[9].

Parallèlement à ces avancées technologiques, la projection thermique a été aussi envisagée comme une possible solution pour remplacer ces grilles métalliques qui se révèlent à la fois chères et difficiles à adapter dans certaines situations (géométrie, épaisseur...). Les procédés Plasma et Arc Fil ont tout d'abord été étudiés [10], [11], mais les niveaux thermiques induits ont montrés des endommagements matière inacceptables pour l'élaboration d'un revêtement métallique. Avec ses températures de projection bien plus faibles, le procédé Cold Spray apparaît alors bien plus prometteur. Considérant la température de transition vitreuse ( $T_g$ ) comme la température à laquelle un polymère passe d'un comportement dur et fragile à un état caoutchouteux (la  $T_g$  du PEEK est estimée entre 146 °C et 153 °C selon la méthode de mesure employée [13], [14]), il a été démontré que la  $T_g$  pouvait justement être atteinte lors de la projection Cold Spray. Cet état caoutchouteux permet alors aux particules métalliques de créer une interphase métal/polymère sur laquelle un dépôt peut parfois être élaboré [12], [15], [16]. Cependant, les premières tentatives ont aussi démontré une facilité à l'érosion du substrat propre au processus [12].

C'est pourquoi, dans ce chapitre, l'accent est mis justement sur les problématiques rencontrées lors des essais de projection sur les matériaux composites PEEK/Fibres de carbone et notamment les phénomènes d'érosion. Pour ce faire, une technique a donc été mise en place afin d'ajouter une couche de PEEK en surface du composite pour le rendre compatible avec le procédé de projection Cold Spray. L'influence de cette couche sur la création et la montée en épaisseur d'un dépôt est donc particulièrement étudiée. De plus, une réflexion sur l'influence de la granulométrie des poudres projetées et leur importance dans le processus d'élaboration de revêtements métalliques sur de tels matériaux composites est aussi conduite.



Une caractérisation de la réponse à l'impact des substrats par des tests numériques et expérimentaux d'impacts dynamiques est enfin proposée pour étayer ces observations et expliquer les différences de comportement.

## 1. IDENTIFICATION DES PROBLÉMATIQUES DE PROJECTION SUR LES COMPOSITES

### 1.1. Essais préliminaires

Le composite retenu pour cette étude est un tissé produit par Porcher industrie, présenté dans le Chapitre 2 (§1.2). Pour rappel, ce composite est composé de 12 plis en fibres de carbone agencés selon la séquence [(0,90)/(+45,-45)/(0,90)]s, pour une épaisseur de 1,86 mm. La structure tissée du matériau implique qu'il est possible de différencier des zones en surface des pièces où une majorité de PEEK peut être repérée et d'autres zones où les fibres de carbone affleurent à la surface.

Sur la base des paramètres de projection définis pour le traitement de substrats métalliques (Tableau 5.1), de nouvelles combinaisons paramétriques ont tout d'abord été testées afin de minimiser l'apport de chaleur au substrat. Ainsi, de nouvelles conditions énergétiques de jet (température de gaz), mais aussi d'interactions avec le substrat (distance de projection, vitesse de balayage) ont donc été considérées afin de limiter au maximum l'impact thermique sur le matériau.

Tableau 5.1 : Paramètres de projection pour les dépôts sur composite

Gaz porteur	N <sub>2</sub>
Pression du gaz [bars]	8
Température du gaz [°C]	330
Distance de projection [mm]	30
Vitesse de balayage [mm/s]	100
Temps de refroidissement entre deux balayages [s]	3

Bien évidemment, les premiers essais de projection ont permis d'éliminer rapidement les poudres commerciales Cu-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Chapitre 2 §1.3). En effet, les grains d'alumine présentent une dureté élevée et ne se déforment pas plastiquement à l'impact. De telles particules ont donc démontré de fait une forte érosion de la surface du composite, cassant même les fibres de carbone sans permettre la création d'un dépôt. Seules quelques particules de cuivre isolées peuvent être repérées à la surface (Figure 5.1).

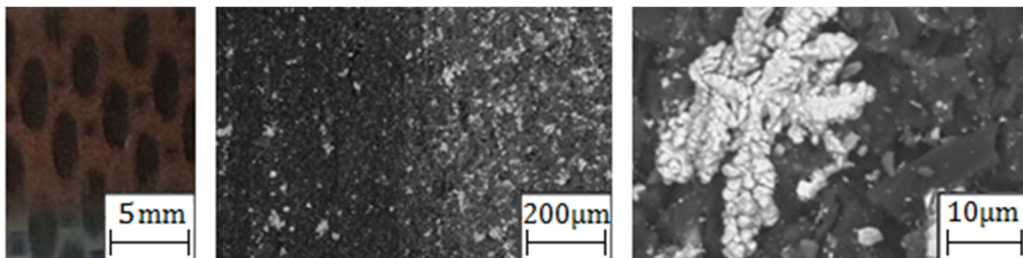


Figure 5.1 : Observation à l'échelle macroscopique d'un échantillon de composite après projection de la poudre Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et observation au MEB de l'échantillon

Pour s'affranchir d'un tel effet réducteur (érosion), une poudre de cuivre pur (sphérique) a donc ensuite été testée. Une couche de cuivre non homogène a ainsi été obtenue, avec un motif caractéristique du tissé sous-jacent (Figure 5.2).

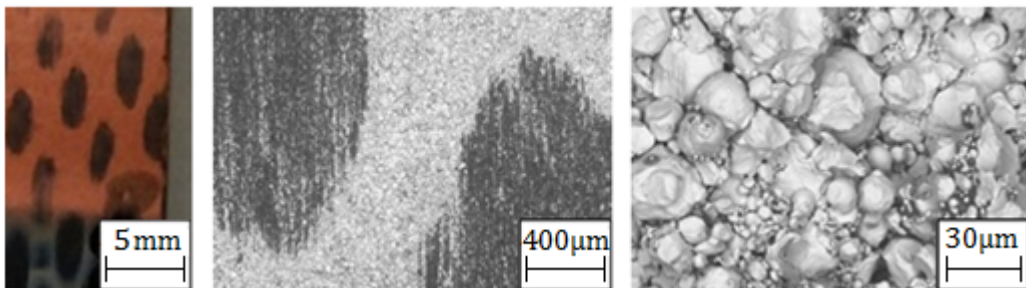


Figure 5.2 : Observation à l'échelle macroscopique d'un échantillon de composite après projection d'une poudre de cuivre sphérique et observation au MEB de l'échantillon

En observant précisément la surface traitée (MEB), il a été constaté que les particules formant cette couche inhomogène s'agglomèrent préférentiellement à la surface des zones où la matrice est apparente. Les zones où les fibres de carbone affleurent ne présentent quasiment aucune particule. Toutes tentatives ultérieures d'essayer de densifier la couche présente ou d'augmenter son épaisseur ont d'ailleurs mené à une érosion aggravée du substrat. Un tel comportement du substrat peut tout naturellement être expliqué par la grande dureté et la faible capacité à se déformer des fibres de carbone lors de l'impact des particules, entraînant une érosion dans les zones où celles-ci sont proches de la surface [16], [17]. À l'inverse, la ductilité du PEEK offre des conditions plus prometteuses permettant l'enclassement de particules.

À ce stade, nous avons donc conclu qu'une fine couche de matrice était nécessaire à la surface du composite pour permettre une accroche des premières particules, permettant d'espérer par la suite construire un dépôt.

## 1.2. Ajout d'une surcouche de PEEK

Un procédé a donc été mis au point afin de rajouter une couche de PEEK à la surface du composite. Le film de PEEK utilisé est présenté dans le Chapitre 2 (§1.2). Quatre plaques de composite PiPreg ont été découpées (280 x 70 mm). La face de chaque plaque, destinée à recevoir le film de PEEK, a ensuite été grattée avec du papier SiC P120 pour induire une rugosité de surface permettant au film de mieux accrocher.

La jonction du PiPreg et du film est ensuite réalisée grâce à un moule en acier, composé de deux plaques de 1 cm d'épaisseur et d'un support en aluminium de 1 mm d'épaisseur englobant le tout pour empêcher l'ensemble de glisser (Figure 5.3). La plaque de composite et le film de PEEK sont ensuite placés entre deux épaisseurs de film de Kapton. Ce polymère hautes performances présente notamment une exceptionnelle tenue à la chaleur avec une température de service aux alentours de 400 °C [18] et est utilisé ici comme démoulant pour éviter l'adhésion du PEEK sur le moule en acier. Un thermocouple (type K) est enfin placé entre le film de PEEK et le composite, permettant de suivre en temps réel l'évolution de la température à l'interface. L'ensemble est placé dans un four maintenu à 370 °C.

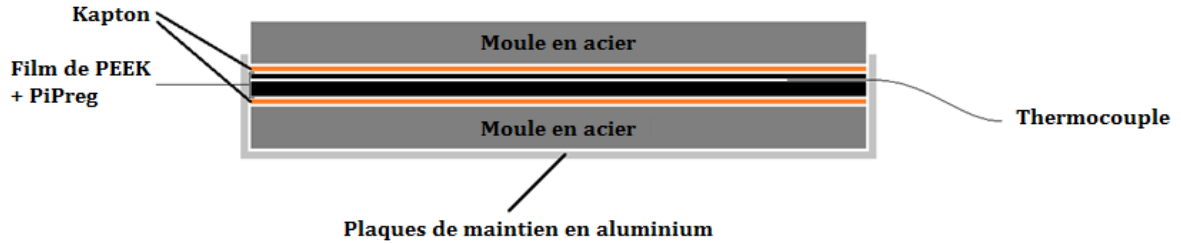


Figure 5.3 : Schéma du moule utilisé pour ajouter le film de PEEK sur les plaques de composite

Considérant la température de fusion du film de PEEK et de la matrice du composite mesurée par DSC (Chapitre 2 §3.5), respectivement 342,88 °C et 340,71 °C, l'ensemble est donc maintenu dans le four jusqu'à atteindre la température de fusion du film de PEEK au niveau du thermocouple (environ 1h30 de chauffe). Dès lors, le moule est alors sorti rapidement et immédiatement mis sous une presse hydraulique placée devant la porte du four. Une pression de 40 bars, déterminée par des essais préliminaires et équivalente à un poids de dix tonnes, est alors appliquée grâce au vérin. La pression est répartie sur tout le moule grâce à une troisième plaque d'acier utilisée comme raidisseur (Figure 5.4).

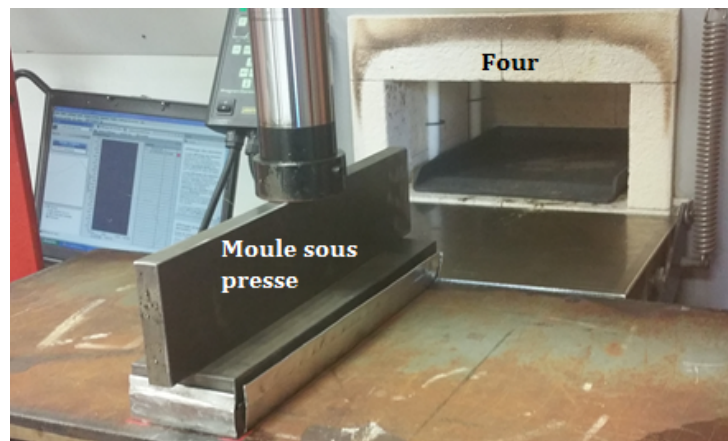


Figure 5.4 : Moule sous le vérin de la presse hydraulique, avec le raidisseur en acier visible

Maintenu sous presse jusqu'à ce que le thermocouple indique une température de 50 °C, l'ensemble est alors déchargé et la plaque démoulée. L'aspect visuel général du composite ainsi qu'une vue en coupe du matériau modifié ou non sont présentés sur la Figure 5.5. L'épaisseur de film a été caractérisée sur les vues en coupes en effectuant les mesures aux endroits où les fibres affleuraient à la surface avant l'ajout du PEEK. Une moyenne de  $57 \pm 3 \mu\text{m}$  a été obtenue après dépôt d'une couche contre  $105 \pm 4 \mu\text{m}$  pour deux couches.

Le taux de cristallinité du film de PEEK a été contrôlé par DSC (Chapitre 2 §3.5) avant et après traitement thermique du procédé (Figure 5.6). Une légère variation a été observée, le taux de cristallinité passant de 27,21% avant l'application sur le composite à 22,78% une fois l'ensemble recuit. Cette évolution confirme donc que le film de PEEK est bien passé par l'état fondu lors du procédé, ce qui est nécessaire à une bonne adhésion du film sur le composite.

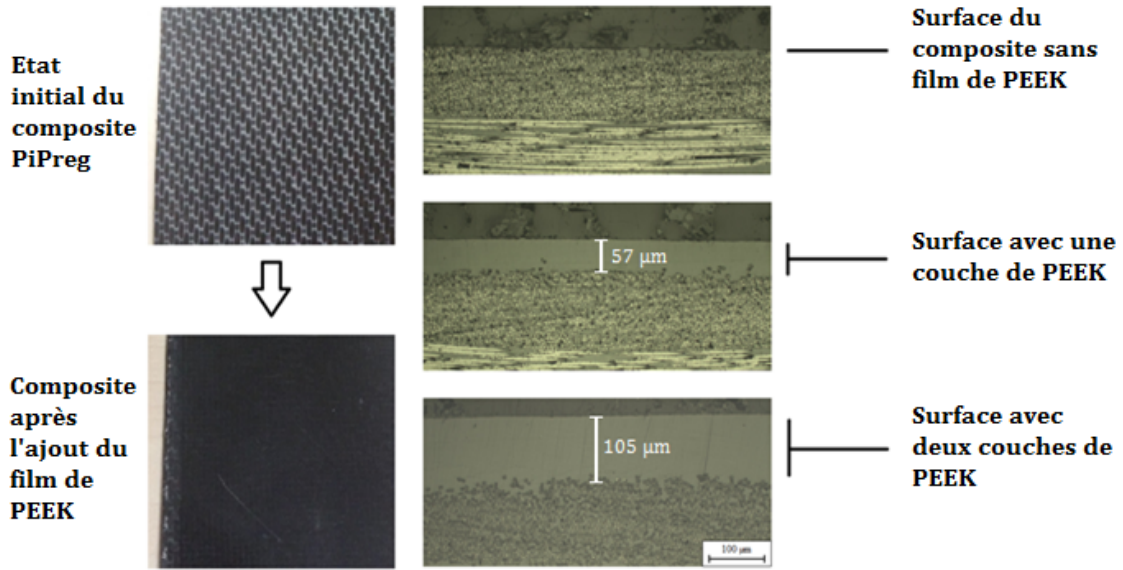


Figure 5.5 : Observations en surface et en coupe du composite avant et après l'ajout d'une ou de deux couches de PEEK

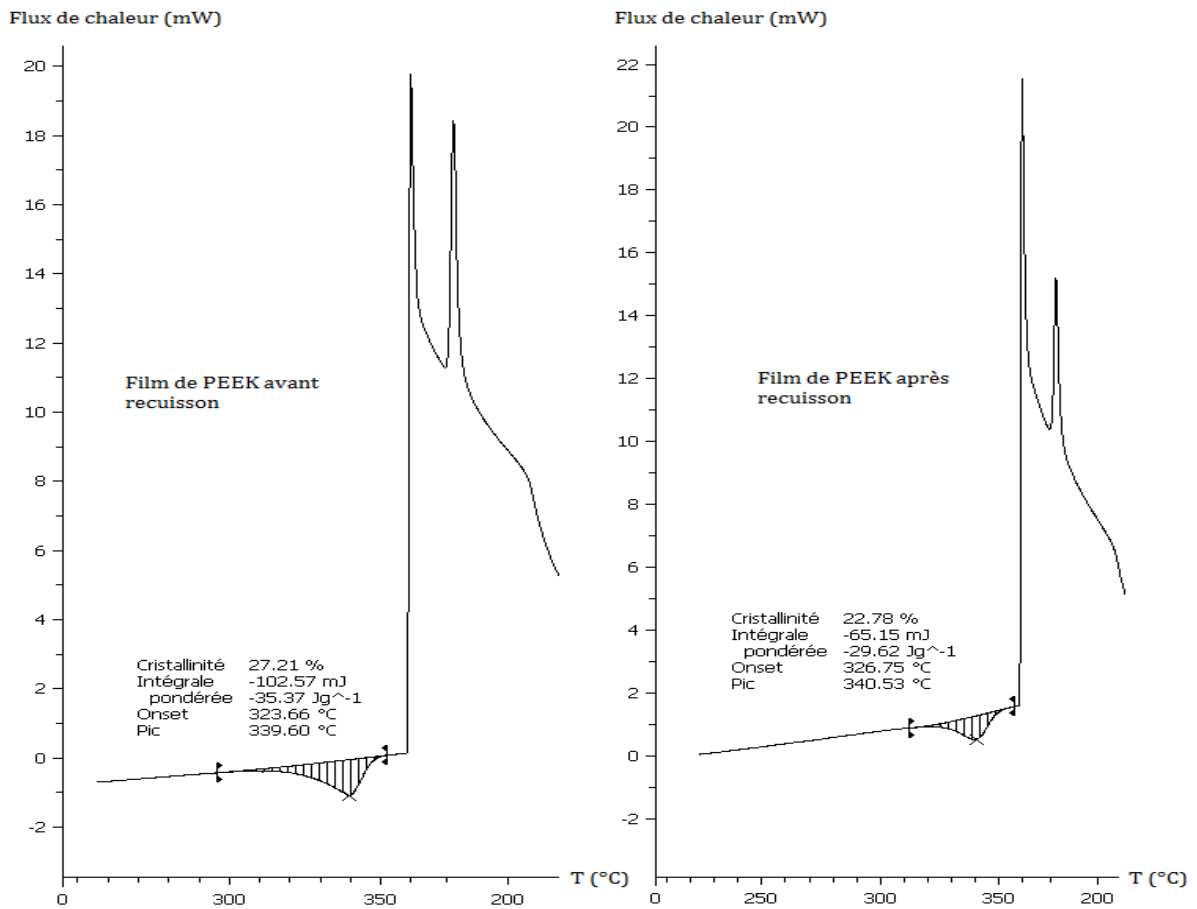


Figure 5.6 : Courbes de DSC pour la mesure du taux de cristallinité du PEEK avant et après recuisson

### 1.3. Paramètres expérimentaux

Sur la base de ces matériaux nouvellement modifiés, des dépôts ont alors été à nouveau envisagés avec une poudre sphérique Cu – 0,1% Ag produite par atomisation à l’UTBM (Chapitre 2 §1.3). Afin de mieux contrôler l’énergie cinétique disposée en surface du substrat et essayer de réduire son érosion, trois lots de poudre de granulométrie restreinte ont été considérés après tamisage. Les granulométries sont rappelées dans le Tableau 5.2 et la distribution présentée sur la Figure 5.7. Les trois lots de poudres présentent des gammes classiques de diamètres pour de la projection Cold Spray avec des diamètres médians de 10,1  $\mu\text{m}$  (F), 23,2  $\mu\text{m}$  (M) et 37,9  $\mu\text{m}$  (L).

Tableau 5.2 : Granulométrie des trois lots de poudre Cu – 0,1% Ag

Poudre	$d_{10}$ ( $\mu\text{m}$ )	$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	$d_{90}$ ( $\mu\text{m}$ )
Fine (F)	5,1	10,1	18,3
Moyenne (M)	13,6	23,2	39,4
Large (L)	19,3	37,9	68,6

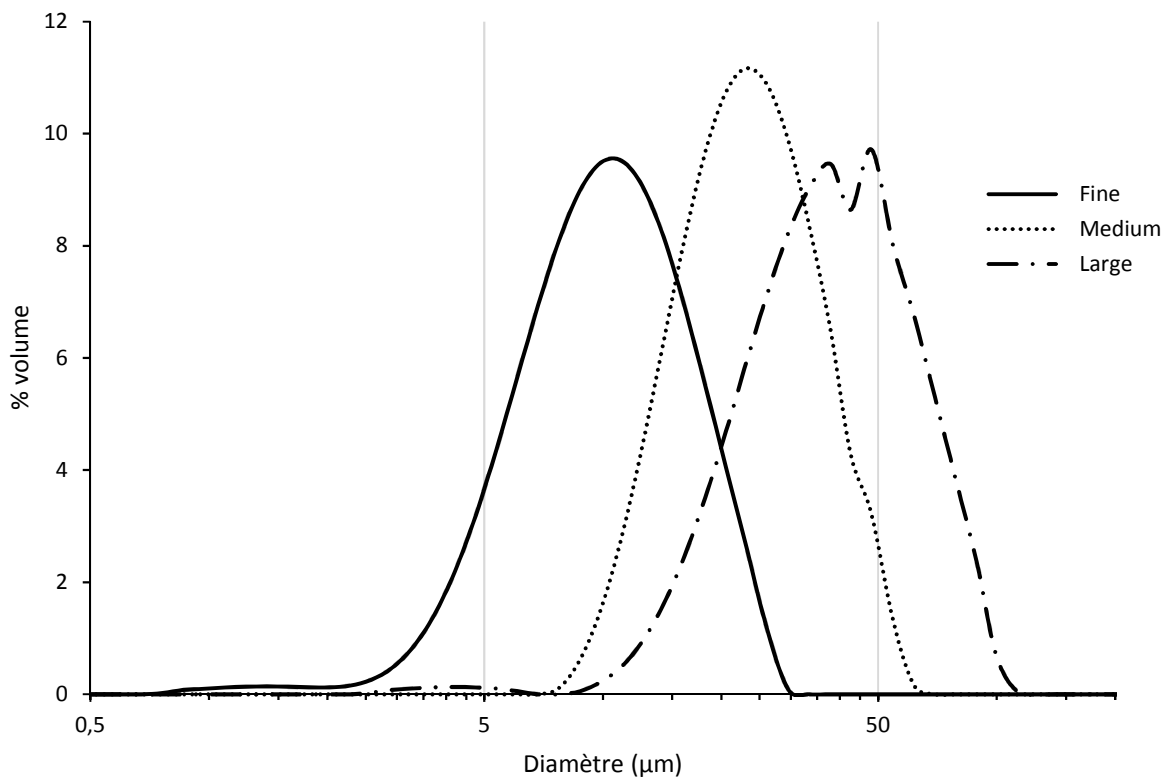


Figure 5.7 : Distributions en volume des diamètres pour les trois lots de poudre Cu – 0,1% Ag

Si les paramètres de projection n’ont pas été modifiés par rapport aux essais préliminaires (Tableau 5.1), quelques adaptations ont néanmoins été nécessaires d’un point de vue stratégique. Le robot a en effet été programmé pour effectuer un balayage avec un pas de 3 mm entre chaque

traversée. Le programme est ensuite relancé une deuxième fois en décalant le départ de 1,5 mm pour venir projeter la poudre entre les traversées précédentes et ainsi créer une couche complète et homogène (Figure 5.8).

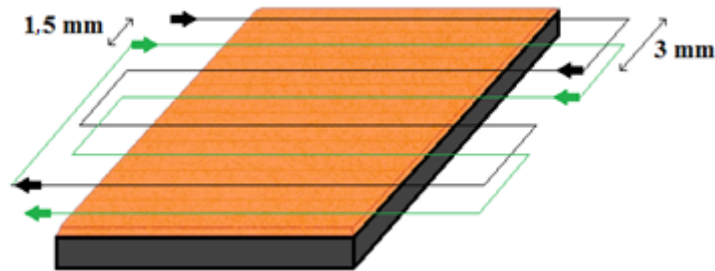


Figure 5.8 : Schéma du balayage effectué par le robot pour les substrats composites

## 2. OPTIMISATION DU PROCESSUS DE PROJECTION

L'hypothèse sur laquelle se base cette optimisation est qu'un contrôle fin de la granulométrie des projectiles peut permettre de réduire ou d'éliminer les phénomènes d'érosion et permettre ainsi la construction d'un dépôt. Afin de mettre en évidence un tel effet, seuls les composites renforcés de  $57 \pm 4 \mu\text{m}$  de PEEK en surface ont donc été considérés. L'influence de l'épaisseur du film de PEEK est étudiée dans un second temps.

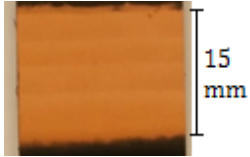

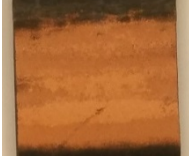
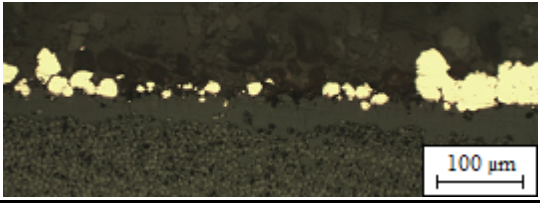

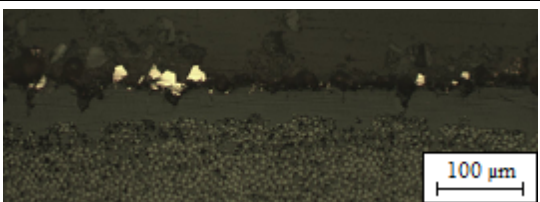
### 2.1. Première couche de revêtement et réflexions sur le contact substrat/cuivre

Afin d'étudier la faisabilité d'un dépôt en surface d'un composite renforcé de  $57 \mu\text{m}$  de PEEK, les trois granulométries de poudres (Fine, Médium, Large) ont tout d'abord été projetées. Pour estimer l'influence du diamètre des particules impactantes sur le matériau, plusieurs analyses ont donc été envisagées qu'il s'agisse d'observations morphologiques en surface et en coupe des matériaux ou des rendements de projection (Tableau 5.3).

Divers constats ont donc pu être réalisés selon les conditions d'élaboration. Tout d'abord, il est à noter que l'utilisation de la poudre Fine a permis l'obtention d'un dépôt homogène sur toute la surface de projection d'une épaisseur de  $121 \mu\text{m}$  avec un rendement de projection de  $28,2 \pm 5,5\%$ . Inversement, la projection des poudres Médium et Large n'a pas permis d'obtenir de dépôts uniformes, mais uniquement des particules isolées ou de petits agrégats incrustés à la surface du substrat. Les rendements mesurés se sont montrés alors significativement faibles, avec des valeurs de  $8,2 \pm 1,2\%$  et  $5,2 \pm 1,2\%$  respectivement pour les poudres Médium et Large.



Tableau 5.3 : Morphologies, DEs et observations en coupe au microscope optique des premières couches déposées en fonction des granulométries de poudres utilisées

Poudre	Morphologie	DE (%)	Observations en coupe
Fine (F)		28,2 (± 5,5)	
Médium (M)		8,2 (± 1,2)	
Large (L)		5,2 (± 1,2)	

Une différence importante de comportement à l'impact peut donc être notée suivant la granulométrie des poudres. Pour justifier de telles différences, l'hypothèse la plus probable peut bien évidemment être reliée à l'énergie cinétique des particules. En effet selon la taille des particules de poudres, l'énergie d'impact transférée au substrat peut se montrer suffisante pour construire un revêtement, mais aussi être trop élevée et induire ainsi des phénomènes d'érosion. Pour conforter de telles notions, des mesures par DPV (Chapitre 2 §3.1.2) de la vitesse des particules ont donc été mises en œuvre pour permettre ensuite d'évaluer leur énergie cinétique (Figure 5.9). Malheureusement, la caractérisation de la poudre Fine n'a pas été possible en raison des limites techniques de la machine, le trop petit diamètre des particules couplé à leur très grande vitesse empêchant leur détection.

Néanmoins, malgré la dispersion des mesures, l'évolution pour chaque poudre peut être assimilée à une droite et la vitesse pour le diamètre médian  $d_{50}$  de chaque poudre peut être approximée à 400 m/s. En assumant que la relation entre la vitesse et le diamètre des particules est alors similaire pour la poudre Fine, l'énergie cinétique des poudres a donc pu être estimée pour chaque catégorie en se basant sur cette vitesse de 400 m/s (Tableau 5.4).

À la vue de ces résultats, de fortes variations peuvent être notées selon les granulométries considérées puisqu'un facteur 10 peut être remarqué entre le  $d_{50}$  des poudres Fine ( $3,9 \cdot 10^{-7}$  Joules) et Médium ( $4,7 \cdot 10^{-6}$  Joules), pour monter à 100 entre Fine et Large ( $2,0 \cdot 10^{-5}$  Joules). Des différences significatives d'un point de vue énergétique se dégagent donc de ces mesures pour conforter les observations. Tout porte à croire en effet, comme observé expérimentalement, que seules des particules de faible énergie cinétique suffisent pour construire un revêtement, les poudres Médium et Large menant à une érosion en raison de leur énergie cinétique trop élevée [21]–[23]. Ainsi, au regard des granulométries des poudres (Tableau 5.2) il apparaît donc que les particules dépassant la vingtaine de microns de diamètre constituent la frontière entre l'adhésion et l'érosion. Le contact cuivre-PEEK semble donc particulièrement sensible à la morphologie des matériaux.

Tableau 5.4 : Évaluation de l'énergie cinétique pour le diamètre médian de chaque poudre

Poudre	$d_{50}$ ( $\mu\text{m}$ )	Masse (kg)	$E_c$ (Joules)
Fine (F)	10,1	$4,8 \cdot 10^{-12}$	$3,9 \cdot 10^{-7}$
Médium (M)	23,2	$5,9 \cdot 10^{-11}$	$4,7 \cdot 10^{-6}$
Large (L)	37,9	$2,6 \cdot 10^{-10}$	$2,0 \cdot 10^{-5}$

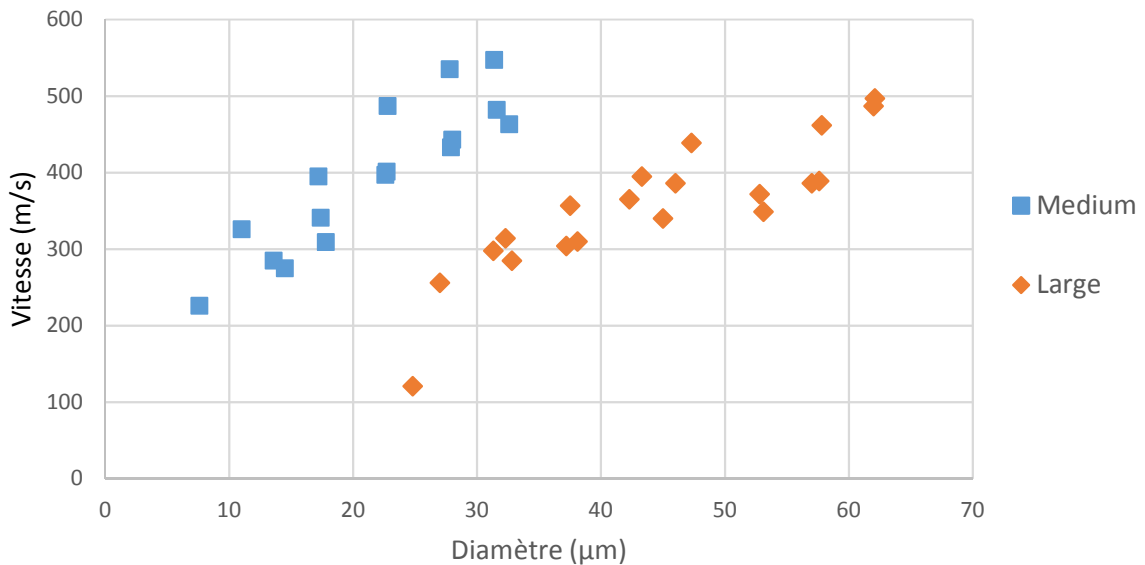


Figure 5.9 : Vitesse des particules en fonction de leur diamètre pour les poudres Médium et Large (mesures par DPV)

## 2.2. Augmentation de l'épaisseur du dépôt

L'objectif principal de cette étude étant d'élaborer des dépôts de cuivre épais (100  $\mu\text{m}$  minimum) les plus denses possible sur des matériaux composites PEEK/Fibres de carbone, des essais pour poursuivre l'augmentation d'épaisseur des revêtements ont donc tout naturellement été conduits.

Un premier test de montée en épaisseur a tout d'abord été réalisé en projetant uniquement de la poudre Fine. Comme l'illustre la Figure 5.10a, un revêtement de 300  $\mu\text{m}$  d'épaisseur après 4 balayages a alors pu être élaboré.



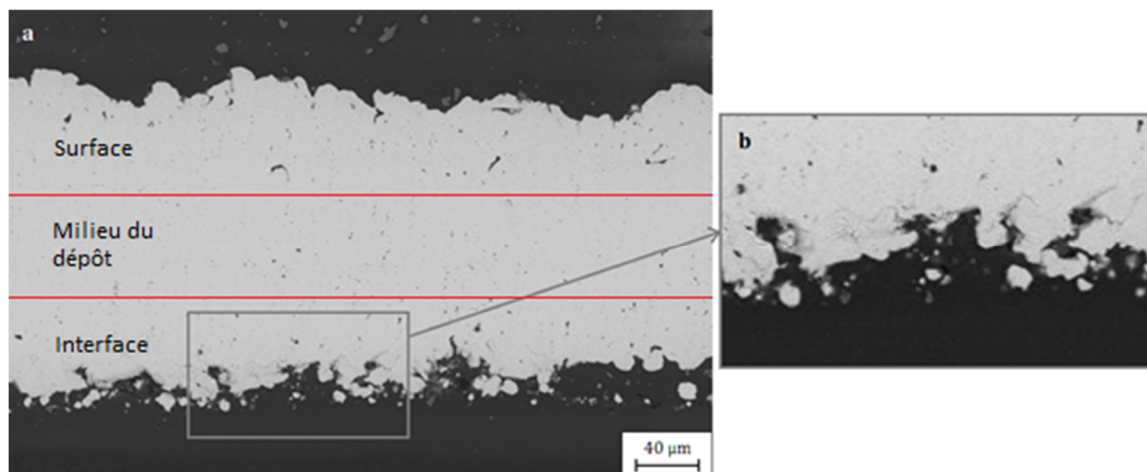


Figure 5.10 : a) Observation MEB en coupe. b) Zoom à l'interface entre le dépôt et le PEEK,

Ce dépôt présente les caractéristiques morphologiques classiques d'un dépôt Cold Spray, à savoir une rugosité de surface de l'ordre de grandeur de la granulométrie projetée et une porosité faible. L'interface entre le dépôt et le film de PEEK présente néanmoins un aspect irrégulier. De précédentes études ont démontré que le Cold Spray Haute Pression peut ramollir la surface d'un substrat en polymère en le chauffant au-delà de sa température de transition vitreuse, permettant une incrustation aisée des particules projetées sur plusieurs dizaines de micromètres sous la surface du substrat [16], [19]. Il a aussi été montré que le polymère peut se déformer sous l'impact et remonter entre les particules jusqu'à en englober complètement certaines. Les mêmes mécanismes peuvent être mis en évidence pour le Cold Spray Basse Pression comme en témoigne l'observation à l'interface cuivre/PEEK à plus fort grossissement (Figure 5.10 b). Des particules de cuivre peuvent en effet être repérées complètement immergées dans le PEEK, créant une interphase polymère/métal. Des déformations sévères du substrat peuvent d'ailleurs aussi être repérées où du PEEK semble remonter entre les particules, menant à une mauvaise cohésion entre les particules de cuivre.

D'un point de vue microstructural, la variation du taux de porosité à travers l'épaisseur du dépôt a été prise en compte par analyse de trois bandes d'épaisseur égale (Figure 5.10) par traitement d'images (Chapitre 2 §3.2).

Le taux de porosité dans la bande du milieu du dépôt a été calculé à  $0,36 \pm 0,04\%$  et à  $0,74 \pm 0,23\%$  pour la bande la plus proche de la surface du dépôt. Cette évolution est caractéristique de la compaction du dépôt provoquée par l'impact des particules sur les couches précédemment déposées, comportement classique de la formation d'un dépôt Cold Spray [20]. La compaction n'a cependant pas été assez importante pour faire disparaître les irrégularités à l'interface, où une valeur de  $2,64 \pm 0,62\%$  a été calculée. Cette valeur peut être expliquée par le fait que le calcul du taux de porosité par traitement d'image appliqué sur cette bande prend en compte non seulement les porosités à l'intérieur du dépôt, mais aussi certaines irrégularités remplies par du PEEK présentes à l'interface.

Les dépôts obtenus avec la poudre Fine remplissent l'objectif et démontrent la faisabilité de monter en épaisseur en utilisant uniquement cette poudre sur des composites modifiés, mais au détriment d'une mauvaise cohésion entre les particules à l'interface substrat/dépôt. C'est pourquoi il a été envisagé d'étudier la montée en épaisseur des dépôts en utilisant des combinaisons de poudres afin de continuer le processus d'optimisation.

2.2.1. Ajout d'une deuxième couche de cuivre de granulométrie différente

Toujours dans le but d'augmenter l'épaisseur des revêtements, différentes stratégies de projection en termes de granulométries de poudres ont donc été testées, comme en témoignent les vues en surface des échantillons présentées Figure 5.11. Trois comportements différents peuvent être observés : construction du dépôt, délamination et érosion.

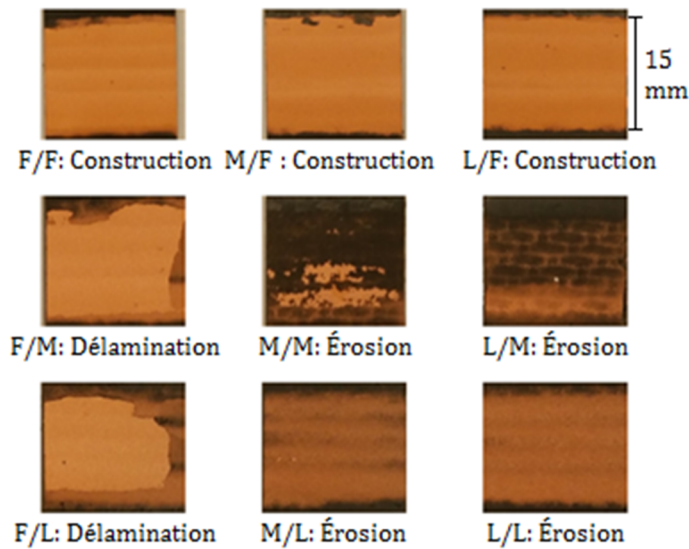


Figure 5.11 : Morphologie de surface des échantillons avec 2 couches de cuivre

En effet, certaines combinaisons (M/M, L/M, M/L et L/L) ont entraîné une érosion plus ou moins importante de la première couche et du substrat. Ces observations confirment donc que les poudres M et L possèdent une énergie cinétique certainement trop élevée et susceptible de briser la fragile interphase polymère/particules formée précédemment par l'incrustation de particules isolées.

Inversement, seules les combinaisons F/F, M/F et L/F permettent de poursuivre la construction du dépôt sans endommager la morphologie du revêtement. Les observations en coupe (MEB) des échantillons (Figure 5.12) révèlent à nouveau des morphologies classiques de dépôt Cold Spray, à l'exception de F/F qui présente une couche d'environ 50 µm d'épaisseur à l'interface PEEK/dépôt, semblable à celle déjà observée sur la Figure 5.10. Pour ce dépôt, le taux de porosité est de 2,00% et l'épaisseur de 173 µm (Tableau 5.5), ces valeurs étant bien supérieures aux combinaisons M/F (0,88%/119 µm) et L/F (0,94/106 µm). La couche non dense de 50 µm est responsable du taux de porosité et de l'épaisseur anormalement élevés.

Tableau 5.5 : Rendements (DE), épaisseur et taux de porosité pour les échantillons avec 2 couches de cuivre

	DE 1ère couche (%)	DE 2ème couche (%)	Épaisseur (µm)	Porosité (%)
F/F	27,8	36,7	173 ± 16	2,00 ± 0,77
M/F	8,6	34,8	119 ± 14	0,88 ± 0,22
L/F	6,9	36,9	106 ± 8	0,94 ± 0,18
F/M	24,2	15,4	164 ± 9	2,18 ± 0,45
F/L	28,7	15,4	135 ± 11	1,30 ± 0,41

Comme en témoigne le Tableau 5.5, les rendements des deuxièmes couches réalisées avec la poudre Fine présentent des valeurs proches comprises entre 34,8% et 36,9% (Tableau 5.5). Le comportement à l'impact de cette poudre est donc similaire, peu importe la poudre utilisée pour réaliser la première couche, ce qui confirme bien que la poudre F peut être utilisée pour augmenter l'épaisseur des dépôts. De même, l'accroissement de l'épaisseur semble aussi réaliste au moyen de poudres plus grossières (F/M ou F/L) témoignant de la bonne tenue de la première couche de matière élaborée avec des poudres fines.

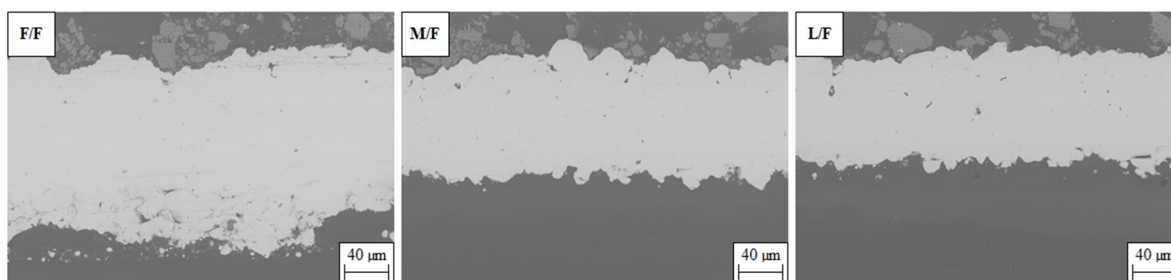


Figure 5.12 : Observation MEB en coupe des échantillons F/F, M/F et L/F.

La couche F s'avère donc capable de supporter les impacts de plus grosses particules (M ou L) sans s'éroder. Néanmoins, une délamination partielle peut apparaître en particulier au niveau de l'interphase cuivre/polymère pour ces échantillons F/M et F/L (Figure 5.11). En effet, comme il peut être observé sur la Figure 5.13, le manque de cohésion entre les deux matériaux peut fragiliser leur adhérence. Les porosités et la matrice organique incluse dans les zones proches de l'interface apparaissent de la même couleur sur les observations MEB. Le traitement d'image permettant le calcul du taux de porosité prend donc en considération ces deux aspects, rendant compte à la fois de la présence de porosités dans le dépôt et d'une interface irrégulière. Des valeurs de 2,18% pour F/M et 1,30% pour F/L ont été ainsi calculées sur l'ensemble de l'épaisseur du dépôt. La valeur pour F/L peut paraître faible considérant l'aspect de l'interface sur la Figure 5.13. Ceci peut être expliqué par la technique de traitement d'image ne prenant pas en compte les irrégularités « ouvertes » à l'interface. En modifiant manuellement l'image pour fermer l'interface la valeur augmente à 2,94% pour cet échantillon, cette valeur étant plus représentative.

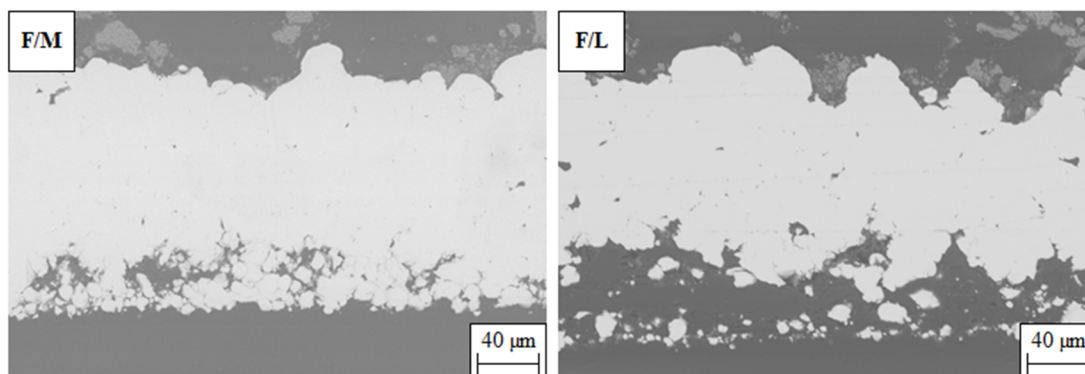


Figure 5.13 : Observation MEB en coupe des échantillons F/M et F/L.

Les échantillons M/F et L/F présentent une interphase régulière avec une bonne cohésion entre les particules de cuivre, une épaisseur supérieure à 100  $\mu\text{m}$  et un taux de porosité inférieur à 1%. Ces combinaisons ont donc été retenues pour la suite et les autres abandonnées.

### 2.2.2. Ajout d'une troisième couche de cuivre

Fort des avancées technologiques obtenues, une troisième couche de cuivre a donc été ajoutée sur les échantillons M/F et L/F. L'utilisation de la poudre Fine aurait permis d'augmenter l'épaisseur, mais l'effet de compaction de cette poudre étant faible cela aurait pu favoriser la persistance de porosités. C'est pourquoi, l'objectif de ce travail étant d'augmenter l'épaisseur des revêtements tout en minimisant le taux de porosité, le choix s'est donc porté sur une troisième couche déposée avec de la poudre plus grossière. Afin d'éviter d'avoir 3 poudres différentes sur un même échantillon, ce qui engendre des lourdeurs techniques, la projection a donc été effectuée en suivant une stratégie de « poudres alternées » (Figure 5.14).

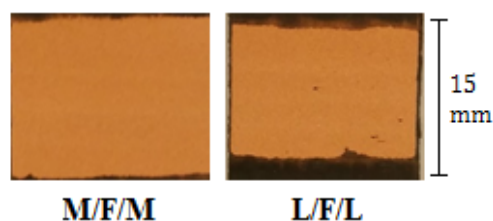


Figure 5.14 : Dépôts obtenus avec la stratégie de « poudres alternées ».

Comme en témoigne les premières observations de surface, les dépôts M/F/M et L/F/L semblent réalisés avec succès, sans délamination repérable. La qualité interfaciale des deux revêtements apparaît de façon satisfaisante avec une bonne cohésion entre les deux matériaux (Figure 5.15) même si bien entendu des différences de porosités et d'épaisseurs peuvent être mesurées suivant la stratégie retenue (Tableau 5.6). Une épaisseur de  $149 \pm 8 \mu\text{m}$  a été mesurée pour le triplet M/F/M et le dépôt observé en coupe au MEB présente une interface PEEK/cuivre régulière avec une bonne cohésion (Figure 5.15). La même morphologie peut être observée pour l'échantillon L/F/L, mais avec une épaisseur plus faible ( $118 \pm 20 \mu\text{m}$ ). Les taux de porosité calculés sur l'ensemble de l'épaisseur des dépôts pour ces échantillons présentent les valeurs les plus faibles relevées dans cette étude, à savoir 0,35% pour M/F/M et 0,50% pour L/F/L. Au milieu du dépôt M/F/M, le taux de porosité chute même jusqu'à une valeur de 0,12%, correspondant approximativement à la couche F ayant été compactée par l'ajout de la troisième couche.

Tableau 5.6 : Rendement couche par couche, épaisseur et taux de porosité des échantillons avec trois couches de cuivre. Le DE de la 2<sup>ème</sup> couche pour L/F/L est manquant dû à une erreur de mesure de masse de l'échantillon

	DE 1 <sup>ère</sup> couche (%)	DE 2 <sup>ème</sup> couche (%)	DE 3 <sup>ème</sup> couche (%)	Épaisseur ( $\mu\text{m}$ )	Porosité (%)
M/F/M	7,9	31,9	11,8	$149 \pm 8$	$0,35 \pm 0,09$
L/F/L	5,3	/	13,0	$118 \pm 20$	$0,50 \pm 0,12$

Du point de vue du rendement de projection, des variations significatives peuvent aussi être relevées. Une augmentation du DE de 5–8% à 12–13% peut être notée entre la troisième et la première couche pour les deux poudres Médium et Large (Tableau 5.6). Cette évolution peut probablement être attribuée à une modification du mécanisme de construction du revêtement, le contact passant de « métal sur polymère » à « métal sur métal ». Cependant, les valeurs de DE sont toujours plus faibles que les valeurs classiques mesurées pour de la projection basse pression de cuivre, généralement située aux alentours de 30–40% sur des substrats métalliques (par exemple pour les dépôts réalisés avec des poudres de cuivre sur l'aluminium dans le Chapitre 4). L'utilisation de paramètres de projection volontairement en dessous des paramètres conventionnels (8 bars, 330 °C, Tableau 5.1), afin de minimiser l'échauffement des substrats, peut néanmoins être la cause de ces rendements faibles pour les poudres M et L. De même la distance de projection, fixée à 30 mm au lieu des 10 mm usuels, peut aussi affecter négativement le rendement.

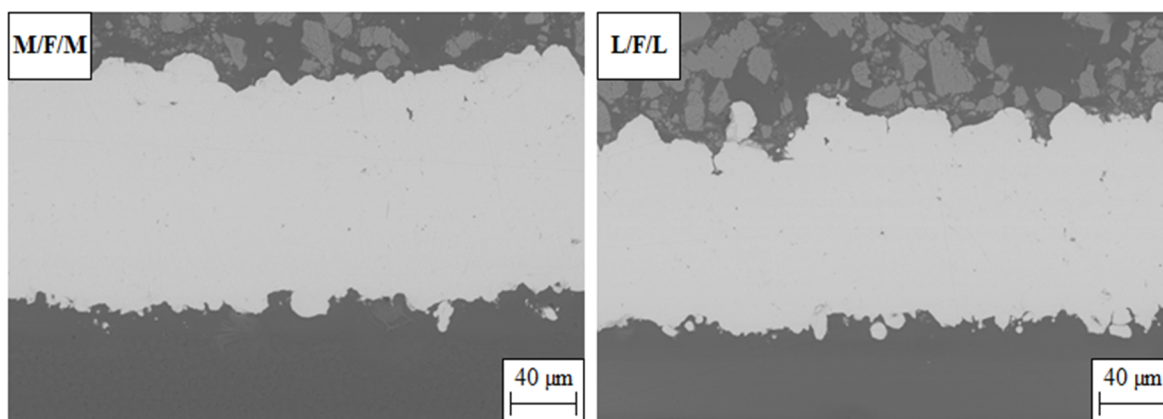


Figure 5.15 : Observation MEB en coup des échantillons M/F/M et L/F/L.

Afin de révéler les contours des particules déformées et leur agencement au sein des dépôts, les échantillons M/F/M et L/F/L ont été attaqués chimiquement au réactif de Sans (Chapitre 2 §3.2.1). Un post-traitement se basant sur une technique de seuillage a ensuite été appliqué sur les images MEB des échantillons attaqués pour mieux distinguer les contours. Ce traitement a été appliqué sur plusieurs images MEB de chaque échantillon, une image représentative de chacun étant présentée sur la Figure 5.16.

Au niveau de l'interface PEEK/cuivre, des particules isolées de taille relativement grosse peuvent être repérées, correspondant selon l'échantillon aux particules de la première couche (M ou L). La deuxième couche composée de poudre Fine impactant sur l'interphase métal/polymère peut ensuite être identifiée. Cette couche densifie bien la première en incluant des petites particules dans les interstices ce qui permet d'augmenter l'épaisseur des dépôts une fois cette couche complétée. Une certaine déformation plastique des fines particules peut néanmoins être observée. La troisième couche, composée de particules de poudres M ou L, est repérable au-dessus avec des particules de diamètre supérieur à 20 µm pour les deux dépôts. Ces particules présentent là aussi une déformation plastique certaine, ce qui signifie que les couches inférieures sont suffisamment denses et résistantes pour supporter l'impact de ces particules plus grossières.



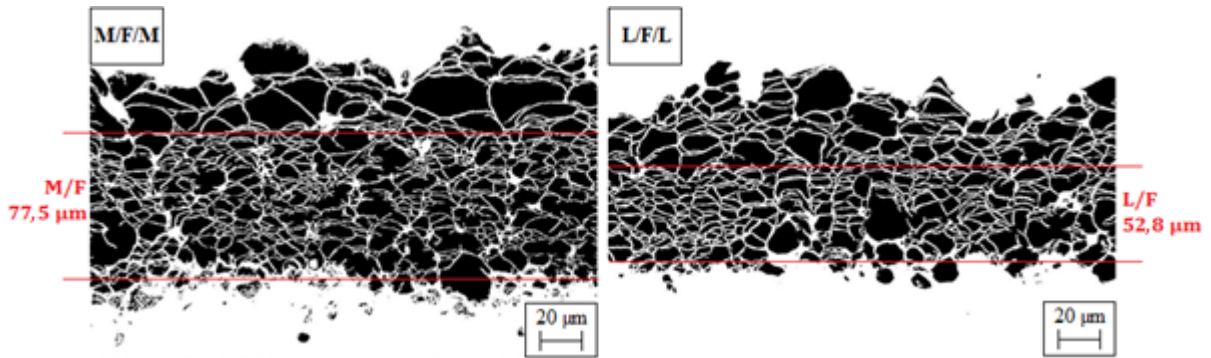


Figure 5.16 : Observation MEB en coupe après attaque chimique et seuillage des échantillons M/F/M et L/F/L

Pour confirmer de tels phénomènes, une nouvelle réflexion relative à l'épaisseur des dépôts a alors été menée. Par exemple, l'épaisseur des deux premières couches M/F et L/F a été évaluée respectivement à 77,5 µm et 52,8 µm (Figure 5.16). Or ces valeurs sont plus faibles celles obtenues pour les échantillons avec deux couches (118,9 µm et 106,1 µm, Tableau 5.5), avec une diminution de 41,4 µm pour M/F et 53,3 µm pour L/F. Cette baisse est donc directement imputable à l'ajout de la troisième couche, le taux de porosité inférieur à 0,5% (Tableau 5.6) pour les deux échantillons confirmant bien le phénomène de compaction. Il est cependant difficilement envisageable d'attribuer l'intégralité de cette baisse uniquement à la compaction. La forte énergie cinétique des particules de poudres M et L, déjà discutée précédemment et présentée dans le Tableau 5.4, peut entraîner en effet en parallèle de la compaction un phénomène d'érosion du matériau. Ceci entraîne donc une perte de masse de l'échantillon, pouvant être liée aux faibles rendements mesurés pour la troisième couche (12–13%).

Ainsi, l'objectif initial d'obtention d'un dépôt de cuivre épais sur ces matériaux composites est donc rempli. Grâce à la stratégie de projection par « poudres alternées », le taux de porosité a pu être de plus minimisé, la valeur la plus faible atteinte étant de 0,35% pour la combinaison M/F/M (Tableau 5.6). Or la principale application des dépôts de cuivre sur des composites à matrice organique est de créer une couche conductrice d'électricité pour des applications aérospatiales.

En conséquence, quatre échantillons M/F/M ont été produits et leur résistivité électrique a été mesurée à l'aide d'une sonde 4 points Jandel (Chapitre 2 §3.7). Un échantillon de composite modifié avec une surcouche de 57 µm de PEEK sans dépôt de cuivre a aussi été caractérisé. La résistivité a été mesurée en 14 points différents de chaque échantillon, les valeurs présentées dans le Tableau 5.7 étant les moyennes des valeurs mesurées.

La résistivité électrique des dépôts métalliques dépend de multiples caractéristiques, telles que leur microstructure ou la présence de défauts. Concernant plus spécifiquement les dépôts réalisés par Cold Spray, les deux principaux facteurs pouvant augmenter la résistivité sont le taux de porosité et la présence d'oxydes à la surface des particules projetées [24], [25].

Tableau 5.7 : Mesures de résistivité électrique

Échantillon	Composite	MFM1	MFM2	MFM3	MFM4
Épaisseur de dépôt (µm)	/	126 ± 12	138 ± 10	164 ± 17	159 ± 11
Résistivité (Ω.cm)	1,4.10 <sup>8</sup> ± 1,0.10 <sup>6</sup>	5,1.10 <sup>-3</sup> ± 1,2.10 <sup>-3</sup>	5,1.10 <sup>-3</sup> ± 1,3.10 <sup>-3</sup>	6,5.10 <sup>-3</sup> ± 1,6.10 <sup>-3</sup>	6,2.10 <sup>-3</sup> ± 1,2.10 <sup>-3</sup>

Le composite modifié est donc résistant électriquement, avec une résistivité de  $1,4 \cdot 10^8 \Omega \cdot \text{cm}$ . L'ajout du dépôt de cuivre induit une chute de la résistivité jusqu'à des valeurs de  $5-6 \cdot 10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$ , les variations de résistivité entre les échantillons pouvant être imputées aux épaisseurs variables des dépôts, l'épaisseur intervenant dans le calcul de la résistivité (Équation 2.6).

De telles mesures peuvent facilement être comparées à la littérature. En effet, concernant le Cold Spray Basse Pression (LPCS), Małachowska et coll. [25] ont mesuré une résistivité de  $26 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$  pour un dépôt de cuivre obtenu sur un substrat en PVC avec une couche intermédiaire de  $\text{Sn} + \text{Al}_2\text{O}_3$ . Koivuluoto et coll. [26] ont comparé aussi des dépôts de cuivre obtenus LPCS et HPCS (Cold Spray Haute Pression) sur des substrats sablés en acier. Leurs mesures effectuées sur les dépôts LPCS ont mis en évidence des valeurs de  $3,7 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$  pour des dépôts de cuivre pur et de  $2,8 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$  pour des dépôts de  $\text{Cu} + \text{Al}_2\text{O}_3$ . D'un autre côté, les auteurs ont obtenu une résistivité de  $2,2 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$  pour un dépôt HPCS de cuivre pur, cette valeur étant très proche de la valeur de référence du cuivre massif à la température ambiante ( $1,7 \cdot 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$  [27]). D'autres études sur des dépôts HPCS ont permis d'obtenir des valeurs de résistivité de  $10^{-5}-10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$  [24], [28]. Toutes ces valeurs sont inférieures à celles relevées dans cette étude. L'étude menée par Ohmann [29] fait néanmoins exception avec des résistivités supérieures à  $10^5 \Omega \cdot \text{cm}$  qui ont été mesurées pour des dépôts de cuivre contenant 0,21% d'oxygène et présentant un taux de porosité important et une mauvaise déformation plastique des particules.

Ainsi, les valeurs de résistivité mesurées sur les échantillons M/F/M sont 1000 fois supérieures aux meilleures valeurs relevées dans la bibliographie. La porosité des dépôts étant de seulement 0,35%, ce paramètre ne peut pas être tenu pour responsable de cette résistivité relativement importante. Le taux d'oxydation des dépôts n'a en revanche pas pu être caractérisé lors de ces travaux. L'utilisation d'une pression de 8 bars pour le gaz couplée à une température de 330 °C peut entraîner en effet des conditions de projection où la couche d'oxyde présente en surface des particules de cuivre n'est pas complètement brisée lors de l'impact, induisant un mauvais contact métal/métal entre les particules. Ce mauvais contact dû aux oxydes résiduels peut donc apparaître comme une explication potentielle aux valeurs de résistivité mesurées, mais aucune confirmation n'a pu être apportée concernant ce point.

### 3. INFLUENCE DE L'ÉPAISSEUR DU FILM DE PEEK SUR LA CONSTRUCTION DU DÉPÔT

#### 3.1. Observations morphologiques

Après avoir développé la stratégie de projection sur des échantillons disposant d'une surépaisseur de PEEK en surface, l'influence de l'épaisseur du film de PEEK a ensuite été étudiée en effectuant les mêmes combinaisons de poudres sur des échantillons présentant 105  $\mu\text{m}$  de PEEK (au lieu de 57  $\mu\text{m}$ ). Les résultats obtenus sont similaires à ceux présentés précédemment pour presque tous les échantillons, tant du point de vue de la morphologie (Figures 5.11 et 5.14), de l'épaisseur, du DE que du taux de porosité (Tableaux 5.5 et 5.6). Les seules différences observées concernent les combinaisons F/M et F/L. En effet, comme cela est présenté sur la Figure 5.11, les revêtements obtenus avec ces combinaisons sur une épaisseur de PEEK de 57  $\mu\text{m}$  ont présenté une délamination

partielle. En revanche, l'augmentation de l'épaisseur de PEEK à 105  $\mu\text{m}$  semble réduire cet effet puisqu'aucune délamination n'a été observée pour les deux combinaisons (Figure 5.17).

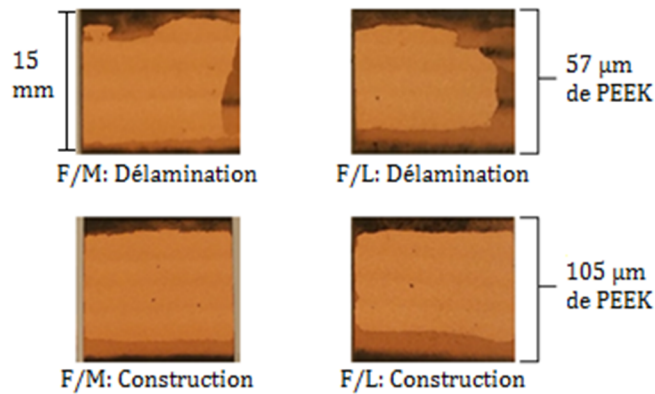


Figure 5.17 : Morphologie de surface des échantillons F/M et F/L avec 57 et 105  $\mu\text{m}$  de PEEK

L'observation en coupe des échantillons (Figure 5.18) met en évidence une différence au niveau de l'interface substrat/dépôt pouvant expliquer cette évolution. Là où les échantillons avec 57  $\mu\text{m}$  de PEEK présentent une interface irrégulière, celle des échantillons avec 105  $\mu\text{m}$  de film apparaît beaucoup plus cohérente et homogène. Cette interface plus régulière pourrait donc être mécaniquement plus résistante et susceptible de mieux supporter l'impact des particules composant les couches supérieures en évitant ainsi toute délamination lors de l'augmentation d'épaisseur du dépôt.

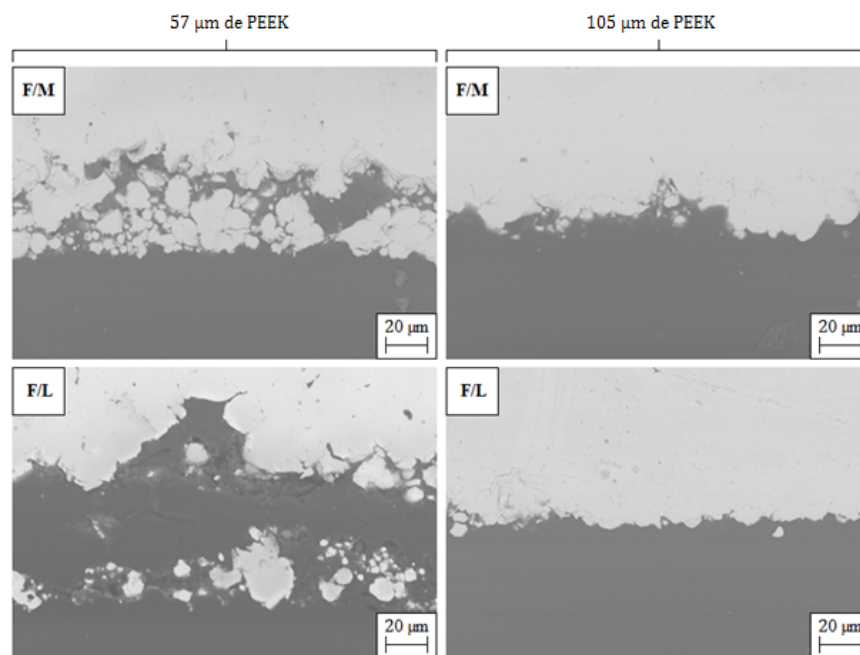


Figure 5.18 : Observation MEB en coupe des interfaces substrat/dépôts pour les échantillons F/M et F/L avec 57 et 105  $\mu\text{m}$  de PEEK.

Ainsi, les différences observées précédemment entre les échantillons F/M et F/L laissent supposer que le comportement à l'impact des substrats dépend de l'épaisseur de la surcouche de PEEK. Cette influence est difficile à caractériser expérimentalement à l'échelle micrométrique d'une particule, l'impact étant trop faible et trop rapide pour être mesuré. Une étude expérimentale à une échelle plus



grande peut permettre en revanche d'apporter des éléments de réponse telle la mesure d'impacts dynamiques.

### 3.2. Mesures d'impacts dynamiques

Pour apporter quelques éléments de réponses à ces premières constatations, une caractérisation de la réponse à l'impact de substrats modifiés ou non a donc été réalisée à l'aide du dispositif de mesure d'impacts dynamiques (Chapitre 2 §3.6).

Les substrats ont été testés en paramétrant l'impacteur avec différentes vitesses, correspondant à un temps d'excitation (en millisecondes) de l'électroaimant plus ou moins long. La vitesse de l'impacteur a donc pu être testée variant de 80 mm/s pour 0,6 ms de temps d'excitation à 390 mm/s pour 2,4 ms.

En première approximation, plusieurs tests ont donc été opérés sur les différents matériaux afin d'évaluer rapidement la réponse de ces derniers. Différents comportements ont donc pu être observés selon la vitesse d'impact. En effet, il est apparu qu'au-delà de 230 mm/s la vitesse de l'impacteur semblait trop élevée, la bille s'enfonçant trop profondément dans le substrat pour ne générer qu'une réponse de la couche de PEEK (forte influence du composite sous-jacent). Afin de détecter une influence du film de PEEK, il a donc été nécessaire d'effectuer les mesures aux vitesses les plus faibles permises par le dispositif, à savoir 80 mm/s et 230 mm/s.

Six impacts ont alors été exécutés sur chaque échantillon pour chaque vitesse. Les vitesses avant et après l'impact ont été mesurées grâce au capteur de déplacement, le début de l'impact étant repéré quand le capteur de force placé sous l'échantillon commence à enregistrer un signal. La masse de l'impacteur étant connue (174 g), l'énergie cinétique de l'impacteur a donc été calculée avant et après l'impact. Le ratio d'énergie cinétique avant/après impact a été calculé pour chaque échantillon (Figure 5.19).

Comme en témoignent les différents résultats, l'évolution du ratio d'énergie cinétique avant/après impact évolue de façon similaire pour les deux vitesses testées, avec une diminution du ratio en fonction de l'épaisseur de film de PEEK. La diminution apparaît cependant plus marquée pour une vitesse de 80 mm/s (de  $86 \pm 10\%$  à  $39 \pm 3\%$ ) que pour 230 mm/s (de  $55 \pm 1\%$  à  $43 \pm 2\%$ ). La réponse élastique du substrat se trouve donc moins influente après avoir ajouté le film de PEEK.

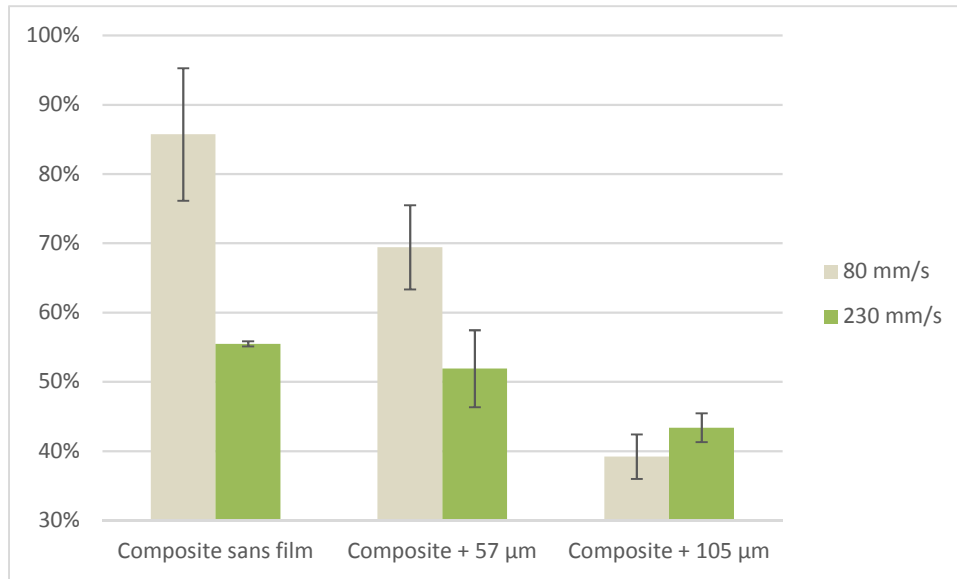


Figure 5.19 : Ratios d'énergie cinétique avant/après l'impact testés avec l'impacteur dynamique à des vitesses de 80 et 230 mm/s pour les différents substrats

Pour confirmer une telle observation à l'échelle d'une particule, la simulation a aussi pu être envisagée. Pour ce faire, le composite a été modélisé dans ABAQUS en prenant en compte son caractère anisotrope. En effet, les propriétés mécaniques d'un composite sont différentes dans la direction des fibres par rapport à la direction transverse. Le repère utilisé pour le modèle est donc présenté sur la Figure 5.20, la direction Y correspondant à la direction transverse.

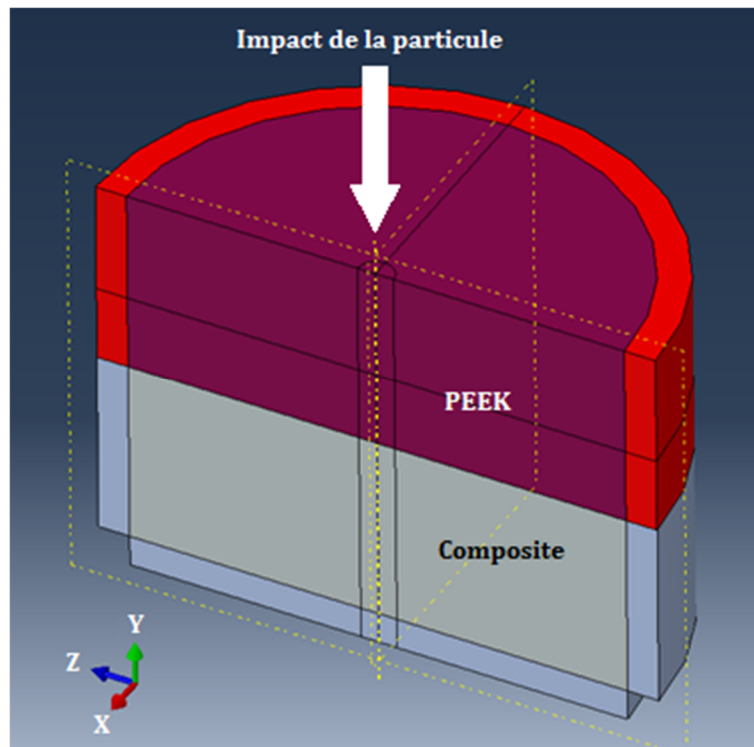


Figure 5.20 : Représentation du modèle numérique avec l'orientation du repère utilisé

Les paramètres pour la particule de cuivre et la couche de PEEK ont déjà été présentés dans le Chapitre 3 (Tableau 3.2). Les coefficients de Johnson-Cook et de Mie-Grüneisen du composite n’ayant pas pu être trouvés dans la littérature, le composite a donc été intégré au modèle à l’aide de paramètres usuels (Tableau 5.8). Ce choix peut être justifié par le fait que le composite se situe assez loin de l’impact et donc ne va affecter que la réponse élastique de l’ensemble du substrat. Seule la couche de PEEK présente en surface va se déformer plastiquement et donc nécessite l’utilisation de Johnson-Cook.

La masse volumique du composite a été déterminée expérimentalement, la conductivité thermique et la chaleur spécifique ayant été considérées comme égales à celles du PEEK sans fibres. Les paramètres mécaniques ont quant à eux été déterminés lors d’autres travaux menés au laboratoire, indépendamment de cette étude, à l’aide d’essais de traction et de flexion. Le module d’Young selon la direction Y est donc bien différent de ceux selon les directions X et Z.

Tableau 5.8 : Paramètres alimentant la simulation ABAQUS pour le matériau composite.

Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	1500
Conductivité thermique (W/m.K)	0,29
Chaleur spécifique (J/kg.K)	2180
Module d’Young selon X (GPa)	37
Module d’Young selon Y (GPa)	10
Module d’Young selon Z (GPa)	37
Module de cisaillement (GPa)	5
Coefficient de Poisson	0,05

Les calculs ont été effectués en faisant impacter une particule de cuivre sphérique de 20 µm de diamètre à 378 m/s (vitesse déterminée expérimentalement par DPV, Chapitre 3, Figure 3.16) sur des substrats présentant une épaisseur de PEEK variable en surface (30, 57, 70, 85 et 105 µm). La vitesse de la particule selon la direction Y en fonction du temps a été tracée en relevant les valeurs sur le nœud inférieur de la particule (Figure 5.21).

L’allure de toutes les courbes est similaire, avec des vitesses négatives correspondant à l’enfoncement de la particule dans le PEEK jusqu’à environ 85 nanosecondes, puis des vitesses positives correspondant à la réponse élastique du substrat entraînant le rebond de la particule. Un palier peut néanmoins être remarqué à partir de 115 nanosecondes pour toutes les épaisseurs de PEEK, pouvant être attribué au fait que la particule se détache complètement du substrat et donc sa vitesse n’est plus influencée par celui-ci.

En observant de plus près ce palier (Figure 5.22), une tendance nette se dessine. En effet, plus l’épaisseur de PEEK en surface du composite augmente, moins la vitesse de rebond semble importante (de 80 m/s pour 30 µm de PEEK à 71 m/s pour 105 µm). De plus, des oscillations d’environ 1 m/s peuvent être remarquées pour toutes les courbes. Ces variations peuvent être attribuées à des rebonds d’ondes de contraintes dans la particule après l’impact déformant la particule de cuivre.

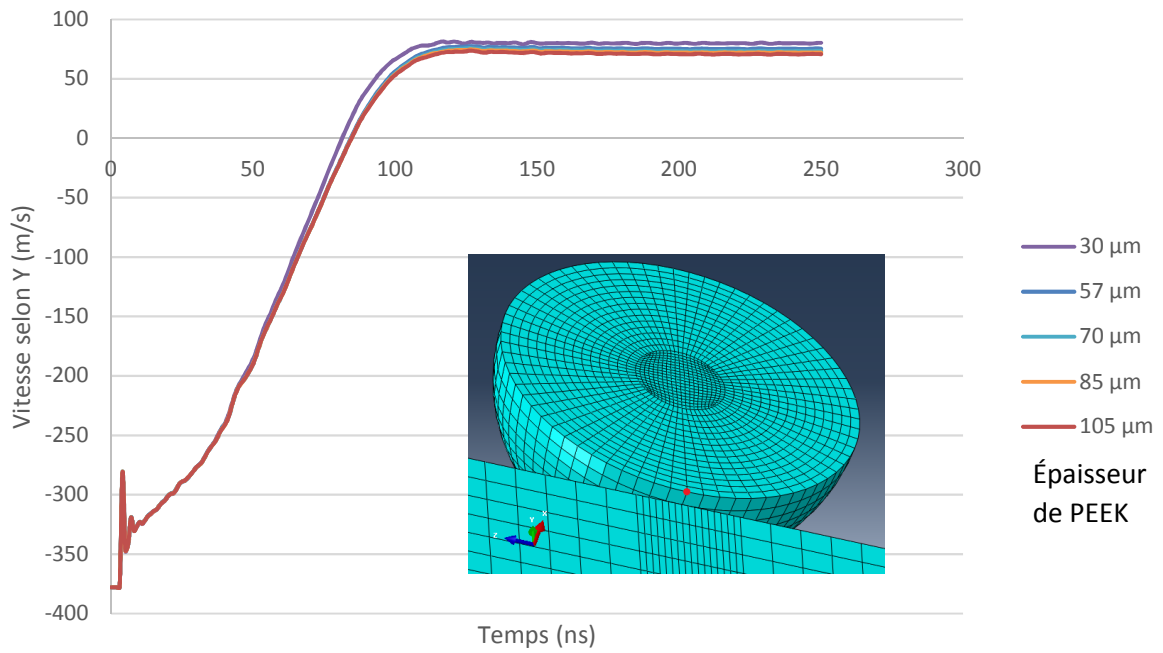


Figure 5.21 : Vitesse selon Y en fonction du temps relevée pour le nœud marqué en rouge sur la particule, en fonction de l'épaisseur de PEEK à la surface du substrat

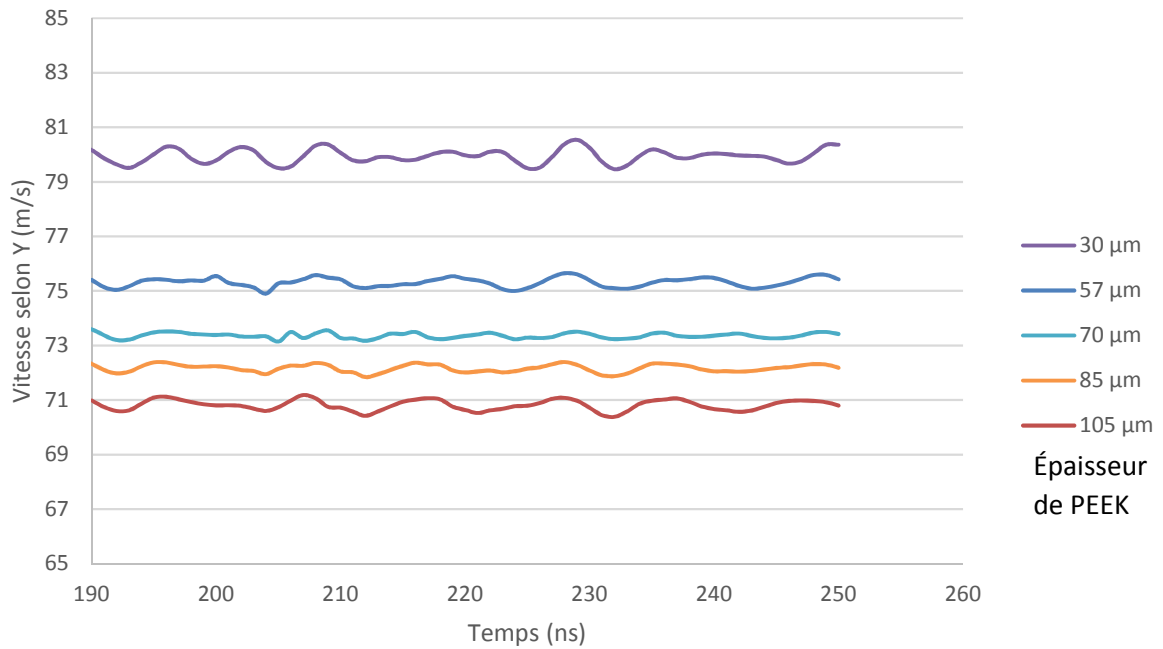


Figure 5.22 : Vitesse selon Y en fonction du temps au niveau du palier

Ainsi, le ratio d'énergie cinétique avant/après impact a été calculé afin de comparer les résultats numériques avec les tests d'impacts dynamiques. Présentés sur la Figure 5.23, les résultats confirment la tendance observée sur la Figure 5.19 montrant une diminution du ratio en fonction de l'épaisseur de PEEK. L'effet d'échelle est néanmoins remarquable, les valeurs des ratios calculés par la simulation pour une particule de 20  $\mu\text{m}$  étant bien plus faibles (entre 3,5 et 4,5%) par rapport aux tests réalisés avec l'impacteur dynamique (entre 38 et 86%).

Quoi qu'il en soit, ces résultats expérimentaux et numériques démontrent bien que pour une énergie cinétique de départ fixée, la réponse du substrat évolue en fonction de l'épaisseur de PEEK en surface. En effet, plus l'épaisseur augmente, plus le substrat est capable d'encaisser l'impact et moins sa réponse élastique est importante. Ce mécanisme apparaît donc favorable à la création d'un dépôt, les particules de cuivre rebondissant moins, elles peuvent plus facilement rester au contact du substrat. De telles constatations pourraient d'autant plus expliquer les différences observées en surface (Figure 5.17) ou aux interfaces substrat/dépôt (Figure 5.18) des systèmes alors élaborés témoignant de perturbations et de délaminations interfaciales en particulier pour les échantillons avec 57  $\mu\text{m}$  de PEEK.

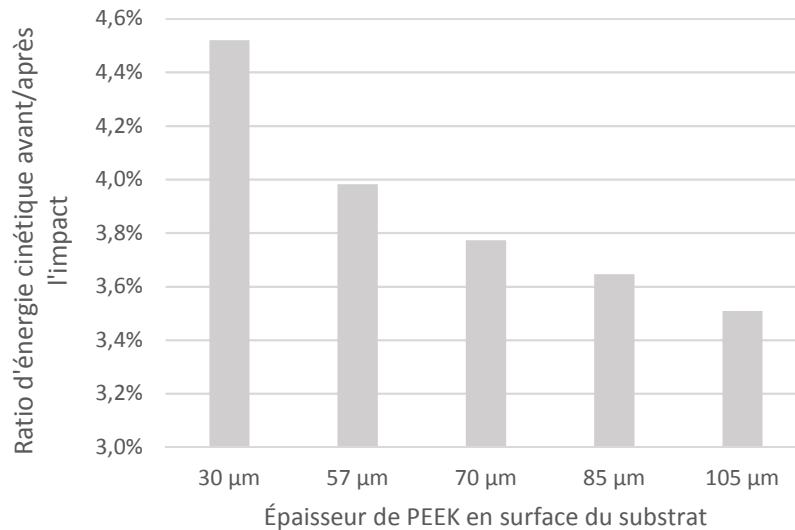


Figure 5.23 : Ratios d'énergie cinétique avant/après l'impact calculés numériquement en fonction de l'épaisseur de PEEK en surface du substrat

Ces différences de morphologie entre les dépôts n'ont cependant été observées que pour les échantillons F/M et F/L, toutes les autres combinaisons testées ayant abouti à des morphologies similaires quelle que soit l'épaisseur de PEEK ajoutée en surface du composite. Des simulations ont alors été effectuées avec des particules de 20, 30 et 40  $\mu\text{m}$  sur des substrats présentant 57 et 105  $\mu\text{m}$  de PEEK surfacique afin de vérifier l'influence de l'énergie cinétique d'impact sur les résultats finaux (Tableau 5.9).

Bien évidemment les valeurs des ratios calculés augmentent avec la masse de l'objet impactant. La différence entre les ratios d'énergie cinétique avant/après l'impact montre en effet que plus l'énergie cinétique de départ est importante plus la différence des ratios diminue. Même si les différences sont faibles, elles peuvent être néanmoins mises en relation avec la tendance similaire observée à l'échelle

de l'impacteur (Figure 5.19). En effet, la différence de ratio d'énergie cinétique entre les échantillons présentant 57 et 105 µm de PEEK est plus importante pour une vitesse de 80 m/s (30%) que pour 270 m/s (9%). Ces observations confirment donc bien que les conclusions tirées à l'échelle de l'impacteur peuvent être appliquées à l'échelle d'une particule micrométrique.

Ceci conforte également les observations morphologies précédentes sur les dépôts F/M et F/L. En effet, la poudre Fine présentant l'énergie cinétique la plus faible, c'est donc pour cette catégorie de poudre que la plus forte influence est observée en particulier au contact cuivre-PEEK vis-à-vis de l'épaisseur du film. À l'inverse, les poudres Médium et Large présentant une énergie cinétique plus importante sont moins affectées, ce qui peut expliquer qu'aucune différence morphologique n'est observée pour les échantillons réalisés avec ces poudres en première couche sur des substrats à épaisseur de PEEK variable.

Tableau 5.9 : Ratios d'énergie cinétique avant/après l'impact obtenus numériquement pour différents diamètres de particule

Diamètre de particule	Énergie cinétique de départ (Joules)	Ratio Ec avant/après impact		Différence
		57 µm	105 µm	
20 µm	$2,7 \cdot 10^{-6}$	4,0%	3,5%	0,5%
30 µm	$7,8 \cdot 10^{-6}$	4,2%	4,0%	0,2%
40 µm	$1,6 \cdot 10^{-5}$	4,5%	4,4%	0,1%

La combinaison « optimale » M/F/M n'est donc pas affectée par l'augmentation de la couche de PEEK et il n'est donc pas nécessaire de dépasser les 57 µm de PEEK pour produire ces dépôts. Ces composites sont destinés à des applications aéronautiques où ils sont notamment utilisés pour leur faible masse volumique comparée aux pièces métalliques afin d'alléger les structures des avions et permettre d'économiser du carburant. Cette conclusion sur l'épaisseur de PEEK est donc aussi intéressante sur le plan purement industriel. En effet l'ajout de 57 µm de film de PEEK sur une plaque en composite de 50x50 cm entraînant une augmentation de masse de seulement 18,5 g, là où une épaisseur de 105 µm de film de PEEK l'augmente de 34,1 g. En comparaison, la solution proposée par Małachowska et coll. [25] consistant à ajouter une sous-couche de 40 µm d'étain à la place du film de PEEK entraîne une augmentation de 72,8 g.

## CONCLUSION

Une nouvelle méthode permettant d'obtenir des dépôts de cuivre par Cold Spray Basse Pression sur des matériaux composites PEEK/Fibres de carbone a été présentée et la nécessité d'avoir une couche de matrice organique en surface du composite pour pouvoir réaliser le dépôt a été démontrée.

Ainsi, une nouvelle stratégie dite de « poudres alternées » a alors été développée pour permettre de réaliser des revêtements d'épaisseur croissante. Cette méthode consiste à effectuer une première passe de projection avec de la poudre de relativement gros diamètre, permettant d'incruster les particules de cuivre à la surface de la matrice organique pour créer une interphase polymère/métal. Dans un deuxième temps, de la poudre plus fine est alors projetée, les particules de petit diamètre comblant les interstices entre les grosses particules et construisant ainsi une couche métallique homogène. Fort d'une telle structure, une troisième couche a pu alors être envisagée pour atteindre des épaisseurs de revêtements au-delà des 100  $\mu\text{m}$  avec des taux de porosité faibles ( $0,35 \pm 0,09\%$  et  $0,50 \pm 0,12\%$ ), le comportement à l'impact des particules passant de « métal sur polymère » à « métal sur métal ». La forte influence de la granulométrie des poudres employées sur la construction du dépôt a ainsi été mise en évidence.

Cette étude a donc permis de démontrer qu'il est possible d'obtenir des dépôts de cuivre épais, et denses qui plus est, par Cold Spray Basse Pression sur des composites à matrice thermoplastique. En vue des applications industrielles de tels dépôts, leur résistivité électrique a été caractérisée et des valeurs de  $5-6.10^{-3} \pm 1,2.10^{-3} \Omega.\text{cm}$  ont été obtenues. Ces valeurs ont été comparées à des études similaires et se sont révélées 1000 fois supérieures aux meilleures valeurs, mais aussi bien inférieures aux pires valeurs ( $10^5 \Omega.\text{cm}$ ). Diverses hypothèses peuvent alors être considérées à propos de l'oxydation des particules de poudre ou encore des conditions de projection faibles (8 bars, 330 °C) ne permettant pas de briser la couche d'oxyde présente en surface des particules et ainsi d'assurer le bon contact électrique entre les particules du dépôt.

Du point de vue de l'épaisseur de matrice en surface, l'augmentation de la couche de PEEK (57 à 105  $\mu\text{m}$ ) a démontré peu d'influence sur les dépôts obtenus. Seuls les dépôts produits à partir de poudre de faible diamètre en première couche ont présenté des différences morphologiques. Pour comprendre l'impact de tels phénomènes, des tests par impacts dynamiques complétés par des calculs de simulation numérique ont permis de montrer une évolution de la réponse élastique du substrat en fonction de l'épaisseur de la couche de PEEK. Cette évolution étant nettement plus marquée lorsque l'énergie cinétique des particules impactantes est faible, elle pourrait alors justifier de telles différences de comportement avec la granulométrie des poudres.

## RÉFÉRENCES DU CHAPITRE 5

- [1] C. Soutis, "Carbon fiber reinforced plastics in aircraft construction," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 412, no. 1–2, pp. 171–176, 2005.
- [2] J. Villoutreix and J. Acetarin, "Polyétheréthercétone Polyétheréthercétone ( PEEK )," *Techniques*, vol. 33, no. 0, 2017.
- [3] S. Najeeb, M. S. Zafar, Z. Khurshid, and F. Siddiqui, "Applications of polyetheretherketone (PEEK) in oral implantology and prosthodontics," *J. Prosthodont. Res.*, vol. 60, no. 1, pp. 12–19, 2016.
- [4] P. Cebe, S. Chung, and S. Hong, "Effect of Thermal History on Mechanical Properties of polyetheretherketone Below the Glass Transition Temperature," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 33, pp. 487–503, 1987.
- [5] J. Denault, C. Canada, M. Dumouchel, and A. Division, "Consolidation Process of PEEK / Carbon Composite for Aerospace Applications," *Adv. Perform. Mater.*, vol. 5, pp. 83–96, 1998.
- [6] A. Larsson, "The interaction between a lightning flash and an aircraft in flight," *Appl. Phys.*, vol. 3, pp. 1423–1444, 2002.
- [7] M. Gagné and D. Therriault, "Lightning strike protection of composites," *Prog. Aerosp. Sci.*, vol. 64, pp. 1–16, 2014.
- [8] H. Kawakami and P. Feraboli, "Lightning strike damage resistance and tolerance of scarf-repaired mesh-protected carbon fiber composites," *Compos. Part A*, vol. 42, no. 9, pp. 1247–1262, 2011.
- [9] "<http://www.astrosealproducts.com/index.html>." .
- [10] F. Decla, "Metalisation of an organic matric composite (CFRP) with Plasma Spray," Ecole nationale suprieure des mines de Paris, FRANCE, 1997.
- [11] S. Vyawahare, "Protective thermal spray coatings for polymer matrix composites," Faculty of the Graduate School of Wichita State University, 2006.
- [12] R. Lupoi and W. O'Neill, "Deposition of metallic coatings on polymer surfaces using cold spray," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 205, no. 7, pp. 2167–2173, 2010.
- [13] Z. D. Cheng, M. Y. Cao, and B. Wunderlich, "Glass Transition and Melting Behavior of Poly (oxy- 1,4-phenyleneoxy- 1,4-phenylenecarbonyl- 1,4-phenylene)," *Macromolecules*, vol. 19, no. 7, pp. 1868–1876, 1986.
- [14] R. Li, "Time-temperature superposition method for glass transition temperature of plastic materials," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 278, no. 1–2, pp. 36–45, 2000.
- [15] D. Giraud, "Study of the mechanical and metallurgical contributions ot coating-substrate bonding in cold spray for 'Aluminum/Polyamide 66' and 'Titanium/Ti-6Al-4V,'" Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014.
- [16] X. L. Zhou, a. F. Chen, J. C. Liu, X. K. Wu, and J. S. Zhang, "Preparation of metallic coatings on polymer matrix composites by cold spray," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 206, no. 1, pp. 132–136, 2011.
- [17] J. Affi, H. Okazaki, M. Yamada, and M. Fukumoto, "Fabrication of Aluminum Coating onto CFRP Substrate by Cold Spray," *Mater. Trans.*, vol. 52, no. 9, pp. 1759–1763, 2011.



- [18] Dupont, “DuPont™ Kapton®,” <http://www.dupont.com/content/dam/dupont/products-and-services/membranes-and-films/polyimide-films/documents/DEC-Kapton-summary-of-properties.pdf>, vol. 50, pp. 1–7, 2012.
- [19] I. Burlacov, J. Jirkovský, L. Kavan, R. Ballhorn, and R. B. Heimann, “Cold gas dynamic spraying (CGDS) of TiO<sub>2</sub> (anatase) powders onto poly(sulfone) substrates: Microstructural characterisation and photocatalytic efficiency,” *J. Photochem. Photobiol. A Chem.*, vol. 187, no. 2–3, pp. 285–292, 2007.
- [20] H. Koivuluoto and P. Vuoristo, “Effect of Powder Type and Composition on Structure and Mechanical Properties of Cu + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Coatings Prepared by using Low-Pressure Cold Spray Process,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 19, no. 5, pp. 1081–1092, 2010.
- [21] S. V. Klinkov, V. F. Kosarev, and M. Rein, “Cold spray deposition: Significance of particle impact phenomena,” *Aerosp. Sci. Technol.*, vol. 9, no. 7, pp. 582–591, 2005.
- [22] E. Irissou, J. G. Legoux, B. Arsenault, and C. Moreau, “Investigation of Al-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> cold spray coating formation and properties,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 16, no. 5–6, pp. 661–668, 2007.
- [23] T. Schmidt, F. Gärtner, H. Assadi, and H. Kreye, “Development of a generalized parameter window for cold spray deposition,” *Acta Mater.*, vol. 54, no. 3, pp. 729–742, 2006.
- [24] R. C. McCune, W. T. Donlon, O. O. Popoola, and E. L. Cartwright, “Characterization of Copper Layers Produced by Cold Gas-Dynamic Spraying,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 9, no. 1, pp. 73–82, 2000.
- [25] A. Ma, M. Winnicki, Ł. Konat, T. Piwowarczyk, L. Paw, A. Ambroziak, and M. Stachowicz, “Possibility of spraying of copper coatings on polyamide 6 with low pressure cold spray method,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 318, pp. 82–89, 2017.
- [26] H. Koivuluoto, A. Coleman, K. Murray, M. Kearns, and P. Vuoristo, “High Pressure Cold Sprayed ( HPCS ) and Low Pressure Cold Sprayed ( LPCS ) Coatings Prepared from OFHC Cu Feedstock : Overview from Powder Characteristics to Coating Properties,” vol. 21, no. September, pp. 1065–1075, 2012.
- [27] R. A. Matula, “Electrical Resistivity of Copper, Gold, Palladium and Silver,” *J. Phys. Chem. Ref. Data*, vol. 8, no. 4, pp. 1147–1297, 1979.
- [28] A. Ganesan, J. Affi, M. Yamada, and M. Fukumoto, “Bonding behavior studies of cold sprayed copper coating on the PVC polymer substrate,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 207, pp. 262–269, 2012.
- [29] D. Ohmann, “Master’s Thesis, University of Wisconsin, Madison,” 1998.





---

## CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

---

Ce travail de thèse, inscrit dans le cadre du projet européen EMLACS regroupant laboratoires de recherche et industriels, porte sur les dépôts de cuivre obtenus par Cold Spray Basse Pression (LPCS). L'obtention de tels revêtements est intéressante industriellement pour de nombreuses applications nécessitant de rendre une pièce conductrice électriquement en surface. Cette étude avait deux objectifs majeurs, à savoir l'optimisation de l'adhérence des dépôts par texturation laser préalable de substrats en aluminium et le développement d'une méthode permettant l'obtention de dépôts de cuivre sur des composites PEEK/Fibres de carbone.

Une approche combinant l'analyse de résultats expérimentaux et numériques a été employée afin de mener à bien ces objectifs.

Le modèle Abaqus/Explicit réalisé au cours de la thèse et présenté dans le chapitre 3 a permis de modéliser l'impact d'une ou plusieurs particules sur divers substrats. L'objectif de ce modèle est de permettre l'accès à des données difficiles à obtenir par des techniques de caractérisation expérimentales et ainsi, in fine, mieux comprendre certains comportements mis en évidence à l'échelle du dépôt.

Ce modèle dynamique est basé sur l'équation d'état de Mie-Grüneisen pour la partie élastique et le modèle de Johnson-Cook pour la partie plastique des matériaux. L'ensemble des paramètres des matériaux implémentés dans le modèle sont issus de la littérature. Le système particule/substrat a alors été modélisé en 3D en utilisant un nouveau type d'éléments récemment intégré à Abaqus, les éléments infinis CIN3D8. Ces éléments sont disposés sur les bords du substrat et permettent de dissiper les ondes de contraintes, simulant ainsi un substrat de grande dimension et évitant un rebond parasite des ondes pouvant perturber les calculs au niveau de la zone d'impact. Leur bénéfice sur la stabilité des calculs a été démontré et les temps de calcul ont été réduits par l'utilisation de tels éléments. Après une validation du modèle par comparaison avec des données numériques et expérimentales issues de la bibliographie, une étude de l'influence du maillage a été menée. Il a été montré que les résultats sont principalement influencés par la taille de maille de la particule. Les difficultés liées aux instabilités numériques ont été évitées en veillant à ne pas réduire excessivement la taille de maille.

Après ces validations préalables l'influence du couple diamètre/vitesse de la particule a été étudiée sur un substrat en aluminium non texturé. Une hausse du diamètre et/ou de la vitesse a mené à :

- Un écrasement plus important de la particule ;
- Un accroissement plus important de la température à l'interface ;
- Une légère baisse des contraintes dans le substrat ;
- Une hausse des contraintes dans la particule.

L'influence de la température initiale de la particule et du substrat a été caractérisée. Les morphologies post-impact observées sont cohérentes avec celles observées expérimentalement en implantant dans le modèle un préchauffage du substrat à 398K, correspondant à l'influence du jet de gaz pour une température de particule de 298K.

Une fois validé, ce modèle a été adapté aux cas étudiés expérimentalement dans cette étude, à savoir la projection de particules de cuivre sur substrats en aluminium texturés et PEEK/Fibres de carbone.

Les résultats concernant le dépôt de cuivre sur un alliage d'aluminium AW5083 texturé par laser ont été présentés dans le chapitre 4 où des résultats significatifs ont alors pu être relevés. Le traitement de surface par texturation laser a permis par exemple d'améliorer considérablement l'adhérence des dépôts, que ce soit ceux obtenus avec la poudre Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ou avec celle de cuivre pur.

Pour ce faire, des texturations constituées de trous également répartis avec des dimensions contrôlées ont été réalisées en surface des substrats. Une optimisation des géométries de ces cavités a d'ailleurs été réalisée pour maximiser l'adhérence.

Concernant le diamètre, celui-ci a été fixé en prenant en considération des travaux préalablement effectués au LERMPS suivant la granulométrie des poudres et pour laquelle des phénomènes de pont ont pu être observés si le diamètre des particules était plus important que celui des cavités. De telles observations ont pu être confirmées pendant cette thèse par des résultats numériques lors de la simulation d'impact d'une particule de cuivre sur des substrats texturés. Dans le cas où le diamètre du trou est inférieur à celui de la particule, la simulation a en effet confirmé que cette dernière ne parvenait pas à descendre jusqu'au fond du trou, laissant ainsi un espace vide en profondeur susceptible de promouvoir l'apparition de fissures. Considérant le type de poudres projetées dans ce travail, un diamètre de cavités a donc été fixé à une valeur de 50 μm équivalent au d<sub>90</sub> des poudres.

Une variation de la profondeur des trous a permis ensuite d'augmenter la surface développée par la texturation, et le lien entre cette augmentation et l'adhérence mesurée a alors été effectué. L'augmentation de surface développée par la texturation a été calculée analytiquement à l'aide d'un modèle mathématique mis au point au cours de la thèse.

Il a été montré que l'adhérence était peu voire pas modifiée pour une faible augmentation de surface développée, avant de croître jusqu'à atteindre un palier pour des valeurs dépassant les +60% environ. La rupture évolue aussi d'un mode adhésif à un mode cohésif, en passant par une rupture mixte pour les valeurs intermédiaires. Ce mode cohésif et le palier observé sur les mesures d'adhérence démontrent qu'il n'est donc pas nécessaire d'augmenter encore la surface développée, l'adhérence ayant atteint sa valeur maximale.

En parallèle une caractérisation du rendement de projection a enfin été menée. Il a été montré d'ailleurs que le rendement calculé à l'échelle du dépôt complet n'est pas influencé par les géométries de texturation choisie. Cette conclusion est très importante, un effet de « cratérisation » néfaste pour le rendement pouvant être attendu en cas de géométries mal adaptées. Dans notre cas l'optimisation de la texturation a donc permis à la fois de maximiser l'adhérence des dépôts sans pour autant faire chuter le rendement.

Ainsi, la texturation laser combinée à la projection LPCS est donc une alternative intéressante au sablage des substrats, l'adhérence mesurée pouvant atteindre des niveaux largement supérieurs aux valeurs de référence tout en s'affranchissant des inconvénients du sablage (contamination de la surface par les grains de céramique et problèmes environnementaux dus aux produits chimiques employés).

Enfin une caractérisation par DRX des contraintes résiduelles dans l'épaisseur du dépôt et du substrat a été menée, à l'aide d'une série de polissages électrolytiques successifs. Les mesures effectuées sur des substrats texturés ou non ont aboutis à des résultats similaires. Les dépôts présentent des contraintes en compression plutôt homogènes entre -90 et -120 MPa dans toute l'épaisseur, et ce dans les deux directions du plan. Des valeurs en compression similaires ont de plus été relevées dans le substrat. L'écroûissage relevé dans le dépôt est donc constant suivant l'épaisseur

alors que dans le substrat il est d'abord élevé au niveau de l'interface avant de chuter rapidement pour se stabiliser lorsque la profondeur augmente.

Le développement de dépôts Cold Spray sur des matériaux composites est un problème complexe lié aux propriétés des composites. Ces matériaux ont en effet une faible résistance à la température et peuvent être fortement dégradés voir détruits en étant exposés à des températures dépassant les quelques centaines de degrés. C'est pourquoi les paramètres de projection ont tout d'abord été réduits au minimum (330 °C, 8 bars) dans le but de limiter l'apport de chaleur au substrat et éviter sa détérioration.

De plus, il a été démontré dans le chapitre 5 que la présence d'une fine couche de matrice thermoplastique en surface du composite est nécessaire pour absorber les impacts des particules et permettre la création d'une interphase polymère/métal sur laquelle peut être construit un dépôt.

A partir de ce constat une méthode permettant d'ajouter une couche de PEEK en surface des composites a donc été mise au point pour les rendre compatibles avec la projection.

Les paramètres de projection étant fixés, la stratégie a alors été développée en maîtrisant la granulométrie de poudres. Il a ainsi été montré que l'ajout de 57  $\mu\text{m}$  de PEEK permet l'élaboration de dépôts denses grâce à une stratégie dite de « poudres alternées ». Cette méthode consiste à effectuer un premier balayage avec de la poudre assez grossière permettant l'incrustation de particules de cuivre dans le film de polymère. Ensuite une deuxième couche est projetée en utilisant de la poudre plus Fine afin de combler les interstices de la première couche en évitant de l'éroder. Une fois ce début de dépôt obtenu, une poudre de granulométrie à nouveau plus grossière a été projetée afin de compacter le dépôt et augmenter ainsi son épaisseur. Le changement de comportement à l'impact « métal sur polymère » à « métal sur métal » s'avère alors favorable à la construction d'un revêtement plus épais. Des dépôts dépassant les 100  $\mu\text{m}$  d'épaisseur ont pu ainsi être obtenus, avec des taux de porosité inférieurs à 0,5%. Des mesures de résistivité ont d'ailleurs été effectuées et ont montré que les dépôts obtenus sont bon conducteurs électriques.

Si l'ajout de 57  $\mu\text{m}$  de matière organique a entraîné une modification nette du comportement des substrats composites par rapport au composite non modifié et permettre ainsi la construction d'un revêtement, l'augmentation de l'épaisseur de PEEK à 105  $\mu\text{m}$  n'a pas apporté d'amélioration particulière. Seuls les dépôts obtenus par projection d'une poudre Fine comme première couche ont présenté des différences morphologiques. Une méthode originale de caractérisation par impacteur dynamique a d'ailleurs été mise en place afin de caractériser le comportement des substrats. Ces résultats expérimentaux couplés à des résultats numériques ont mis en évidence une évolution de la réponse élastique du substrat en fonction de l'épaisseur de PEEK rajouté à la surface. Il a été montré ainsi que l'augmentation d'épaisseur du film organique présente une faible influence lorsque l'énergie cinétique des particules augmente. Un tel constat a permis justement de mieux comprendre pourquoi seuls les systèmes élaborés avec une poudre de granulométrie Fine étaient variables.

## PERSPECTIVES

Le modèle de simulation présenté dans cette étude a déjà permis d'obtenir de nombreux résultats quantitatifs et qualitatifs. Des voies d'amélioration restent cependant à explorer. La principale serait d'introduire dans le modèle des paramètres matériaux dépendant de la température, ce qui devrait permettre d'affiner grandement les résultats et d'obtenir ainsi des profondeurs de pénétration de particules plus réalistes. À ce titre, l'introduction d'un maillage adaptatif, moins rigide de par la possibilité de remailler le modèle pendant le calcul, a été une voie d'amélioration envisagée pendant cette thèse. La difficulté de réalisation d'un tel maillage et le manque de temps ont fait que cette possibilité est restée à l'état de prémisses et donc non présentée dans ce manuscrit. Ce maillage adaptatif aurait probablement permis d'effectuer de plus nombreux calculs avec des substrats texturés et des calculs plus poussés avec plusieurs particules. Enfin la définition d'un contact cohésif a certes permis d'obtenir des résultats qui restent cohérents, avec notamment le calcul des contraintes résiduelles qui n'aurait pas été possibles sans ce contact, mais n'est basée sur aucun mécanisme thermo-physico-chimique réaliste. De plus, ce type de contact est contraignant à utiliser avec la méthode Explicit, les éléments concernés pouvant s'interpénétrer si leur vitesse relative est trop importante. De meilleures solutions sont probablement possibles pour rendre compte de l'adhésion des particules.

Concernant les dépôts réalisés sur des substrats texturés en aluminium, les tendances et phénomènes induits par la texturation sont désormais connus. La méthodologie d'optimisation proposée doit encore être confirmée en étudiant d'autres substrats métalliques. D'autres motifs peuvent également être étudiés (stries, grilles...) en fonction de l'application finale visée. L'étude de substrats possédant tous les mêmes morphologies de surface (géométries des cavités), mais avec plusieurs espacements différents, serait également intéressante afin de conserver un angle en bord de trou constant et ainsi bien séparer l'influence de cet angle de celle de la surface de contact. Une étude des contraintes résiduelles en volume sur grands instruments, par diffraction des neutrons par exemple, serait également intéressante à mener.

Enfin, l'obtention de ces premiers dépôts de cuivre sur matériaux composites ouvre la voie à de nouvelles études. La plus évidente est une caractérisation mécanique des dépôts (adhérence, tenue en fatigue,...). Ensuite il serait intéressant d'appliquer les stratégies de projection développées au cours de cette étude afin de vérifier si l'ajout d'une couche de matrice sur d'autres composites permet la construction d'un revêtement. Il est raisonnable de supposer que la stratégie proposée peut être appliquée avec des résultats similaires à d'autres types de composites à matrice thermoplastique, avec des renforts en fibres de carbone ou de verre, à condition que la matrice soit capable de supporter les températures induites par la projection. Le cas des composites à matrice thermodurcissable est probablement plus complexe, des travaux réalisés en parallèle de cette thèse ayant montré que ce type de résine est généralement moins apte à supporter les impacts des particules et s'érode fortement. L'évolution et la durée de vie du système composite/dépôt est aussi à étudier, les matériaux composites étant soumis à des problèmes de vieillissement en cas d'exposition à l'humidité par exemple. Des mécanismes de reprise en eau et de gonflement du composite peuvent alors apparaître, ce qui pourrait nuire à la tenue du revêtement. Ainsi, de nombreuses études peuvent alors s'en suivre selon la nature des matériaux considérés mais aussi les applications visées. La faisabilité des revêtements ayant été démontrée, de nouveaux travaux exploratoires peuvent alors être envisagés.





---

ANNEXES

---

## ANNEXE A : COMPLÉMENTS BIBLIOGRAPHIQUES SUR LES PROCÉDÉS THERMIQUES

### A.1. La projection flamme

La projection flamme est historiquement considérée comme étant la première technique de projection thermique à avoir vu le jour. C'est en effet au début du 20<sup>ème</sup> siècle qu'un ingénieur Suisse, nommé Max Ulrich Schoop, observa l'impact de balles de plomb sur un mur et développa l'idée de créer un dépôt métallique grâce à l'impact de particules métalliques sur un substrat. Schoop déposa son premier brevet « Powder metal and wire-flame spraying » en 1909, suivi d'un autre brevet déposé en 1911 [1]. En 1917 il reçut la John Scott Award pour ce qui fut communément appelé « la projection métallique de Schoop » [2].

Ce procédé se base sur la combustion d'un carburant sous forme gazeuse (principalement de l'acétylène, du propane ou de l'hydrogène) avec de l'oxygène. Il en résulte la création d'une flamme en sortie de buse, pouvant monter jusqu'à 3000 °C selon le carburant utilisé. Cet apport thermique va permettre de fondre les particules à déposer avant de les projeter sur le substrat, à des vitesses relativement faibles (50-100 m/s). Le substrat doit être placé relativement loin de la buse (120-250 mm) pour que les particules soient le plus longtemps possible en contact avec la flamme, afin de minimiser le risque de particules mal fondues.

Il existe en réalité deux procédés similaires de projection par flamme, la différence se situant au niveau de la forme sous laquelle est amené le matériau à projeter, à savoir sous forme de poudre ou de fil/barreau.

Concernant le procédé flamme poudre (Powder Flame Spraying, ou Combustion Powder Spray), le matériau sous forme de poudre peut être introduit dans la buse soit de manière axiale (Figure A.1), soit de manière radiale. La poudre va être emmenée par le gaz propulseur, puis mélangée à de l'oxygène. Le carburant va être apporté en sortie de buse et enflammé en dehors de la buse.

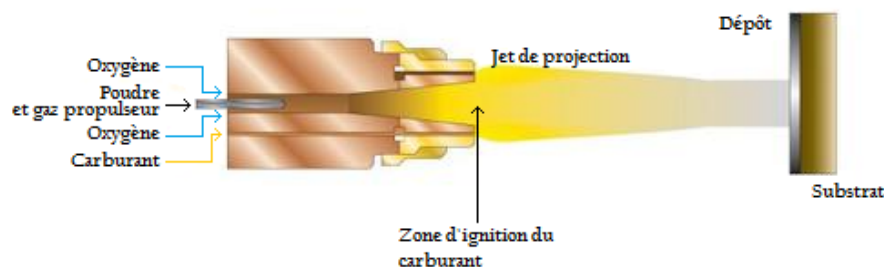


Figure A.1 : Schéma du principe du procédé Flamme poudre [3]

Le procédé flamme fil (Wire Flame Spraying, ou Combustion Wire Spray) quant à lui utilise un matériau d'apport sous forme de fil ou de barreau. Le carburant et l'oxygène vont être mélangés dans la buse puis enflammés (Figure A.2). Les flammes sont dirigées vers l'extrémité du fil et de l'air comprimé est apporté pour arracher du matériau fondu sous forme de gouttelettes, qui vont se retrouver dans le jet de projection et impacter le substrat.

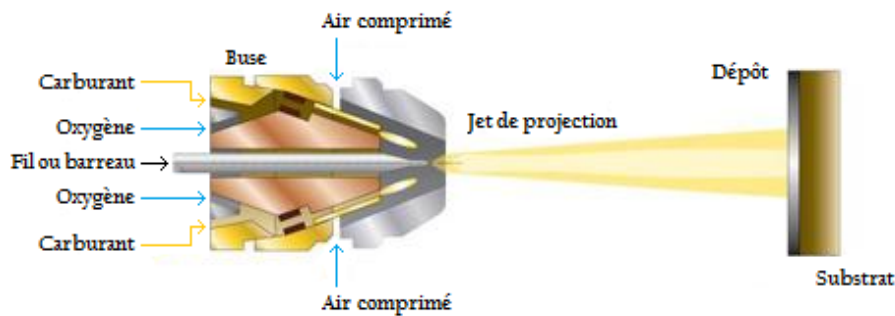


Figure A.2 : Schéma du principe du procédé Flamme fil [3]

Les procédés par flamme possèdent l'avantage d'être assez simples à mettre en œuvre, les équipements sont peu coûteux et peuvent même être portables pour être utilisés sur des chantiers. Ces procédés sont utilisables pour projeter des métaux, des alliages, certaines céramiques ( $Al_2O_3$ ,  $TiO_2$ ,  $ZrO_2$ ,  $Cr_2O_3$ ,...), voir même des polymères en utilisant des torches spéciales [4], [3], [2], [5].

Le procédé flamme fil est encore à ce jour le procédé le plus efficace industriellement pour effectuer des dépôts en Molybdène [6].

Les dépôts formés par projection flamme possèdent généralement des épaisseurs comprises entre 100 et 2500  $\mu m$ , et sont caractérisés par une porosité assez importante, pouvant dépasser les 20%. Ces porosités peuvent parfois se révéler intéressantes pour certaines applications, comme la formation de dépôts catalyseurs poreux sur des microréacteurs [7].

## A.2. La projection plasma atmosphérique (APS), sous vide (VPS/LPPS) et sous atmosphère contrôlée (CAPS)

La projection par plasma fut développée dans les années 1960, avec notamment les brevets déposés par Gage et al. [8], ainsi que par Ducati et Giannini [9].

Une torche plasma se caractérise par l'utilisation d'une ou plusieurs électrodes agissant comme des cathodes, la buse agissant comme une anode. Une fois le courant électrique appliqué (de quelques centaines à plusieurs milliers d'ampères), un arc très puissant (généralement entre 30 et 70 V) va se former entre la cathode et l'anode, traverser le gaz plasmagène qui va alors s'ioniser pour former un plasma à haute température. La poudre est alors injectée directement dans la plume de plasma en sortie de buse pour être fondue et entraînée par le jet pour se déposer sur le substrat [10].

Le gaz plasmagène est généralement à base d'argon, mélangé selon les cas à de l'hydrogène, de l'hélium ou de l'azote. L'argon va stabiliser l'arc à l'intérieur de la buse, alors que les autres gaz vont

permettre de mieux transférer la chaleur aux particules projetées grâce à leur grande conductivité thermique [11].

Dans le cas de la projection APS, la torche est simplement placée à l'air libre dans une cabine de projection (Figure A.3).

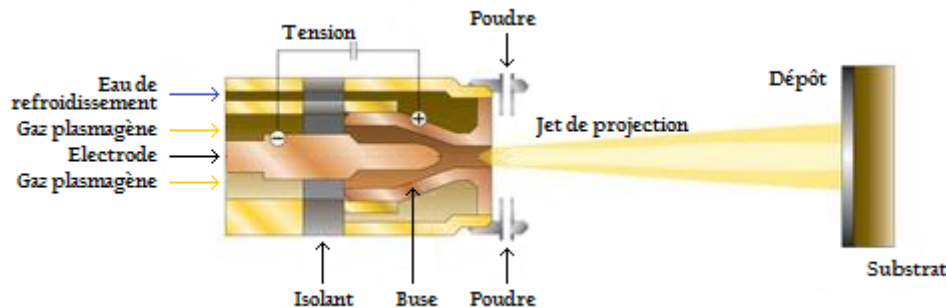


Figure A.3 : Schéma du principe de la projection plasma atmosphérique [3]

Dans le cas des projections VPS/LPPS et CAPS, la torche est placée dans une enceinte confinée équipée de pompes à vide (Figure A.4).

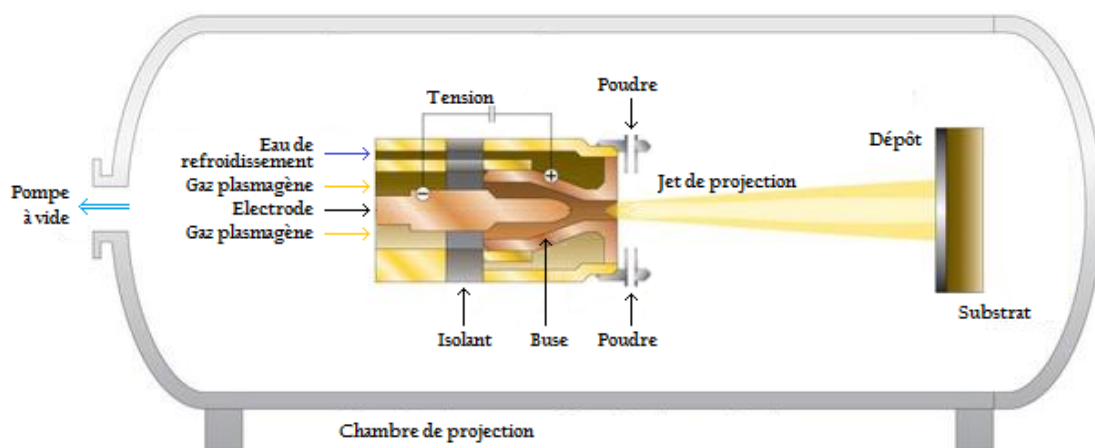


Figure A.4 : Schéma du principe de la projection plasma sous vide ou sous atmosphère contrôlée [3]

Les procédés de projection plasma permettent d'obtenir des dépôts avec une faible porosité (< 5%) et qui possèdent une très bonne accroche sur le substrat (83 MPa pour des carbures). La porosité peut être contrôlée en influant sur les différents paramètres du procédé. Pour certaines applications comme les barrières de protection thermique, il est possible de créer spécifiquement des revêtements avec une porosité maîtrisée aux alentours de 20% [10].

La température du plasma peut avoisiner les 18000°C dans les conditions les plus extrêmes, ce qui permet de projeter un grand nombre de matériaux, que ce soit des métaux, des alliages, des superalliages, des céramiques, des cermets ou des carbures. L'épaisseur des dépôts varie généralement de 75 µm à plusieurs millimètres.

De par les nombreuses familles de matériaux potentiellement mis en œuvre par ce type de procédé, nombreuses applications peuvent alors être envisagées, comme la préparation de barrières de protection thermique [12], [13], les dépôts résistants à la friction [14] ou encore dans le domaine du biomédical [15], [16].

Le principal défaut de la projection plasma reste son coût, notamment à cause du prix des torches qui nécessitent une technologie de pointe, des enceintes sous vide adaptées pour la projection et la consommation en gaz plasmagène qui est très élevée.

### A.3. La projection arc fil

Le procédé Arc fil se base sur deux fils agissant comme des électrodes consommables, l'un comme cathode et l'autre comme anode. Ces deux fils mis sous tension (20-40 V) sont guidés pour se rapprocher l'un de l'autre, et un arc électrique se crée alors, formant alors une goutte de matériau fondu. Du gaz sous pression, généralement de l'air, va alors disperser le matériau sous forme de gouttelettes qui vont venir impacter le substrat (Figure A.5).

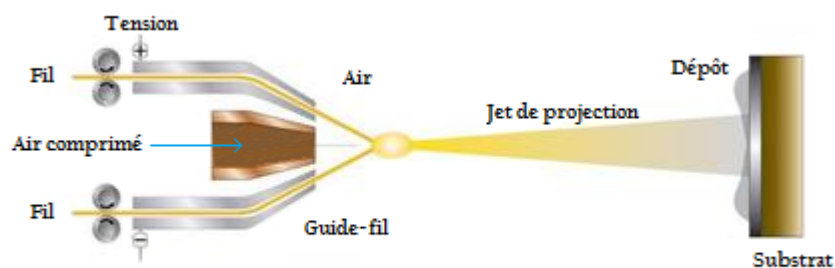


Figure A.5 : Schéma du principe de la projection Arc fil [3]

Ce procédé a l'avantage d'être relativement simple, peu coûteux et nécessite peu de matériel. La température à l'endroit où se forme l'arc électrique est généralement aux alentours de 4000 °C et la vitesse des particules oscille entre 100 et 200 m/s.

La limite évidente du procédé est qu'on ne peut projeter que des matériaux conducteurs électriquement. Les métaux sont donc tout indiqués, tels que le zinc, l'aluminium, le molybdène ou des alliages comme NiCr, NiAl ou NiCrAl qui sont couramment projetés avec ce procédé.

Une technique pour contourner cette limite a néanmoins été développée par Drzeniek et Steffens qui consiste à utiliser des fils fourrés, comportant une gangue conductrice en surface enrobant un matériau non conducteur. On peut ainsi retrouver des utilisations d'un fil WC-W<sub>2</sub>C enrobé dans du cobalt [17].

#### A.4. La projection HVOF

La projection HVOF (High-Velocity Oxygen Fuel) a été développée dans les années 1980. Ce procédé se base sur la combustion du gaz propulseur pouvant être éjecté à des vitesses variant généralement entre 400 et 800 m/s [18]. La combinaison de la haute température du gaz (entre 2000 et 5000 °C selon la torche et le gaz employé) et la vitesse importante des particules permet de projeter une grande gamme de matériaux, les principaux étant les cermets, les métaux et différents types d'alliages [19]–[21]

Le procédé HVOF se démarque notamment pour la projection de cermets, comme la projection de WC-Co pour des revêtements anti-abrasion [22]. La qualité de ces dépôts cermets est en effet généralement meilleure que par projection plasma, car la vitesse de projection des particules permet de projeter à plus basse température, ce qui induit moins de décomposition du carbure de tungstène pendant la projection [23].

Il existe en réalité deux procédés HVOF différents, selon le carburant utilisé qui peut être soit sous forme gazeuse (Figure A.6), soit sous forme liquide (Figure A.7). Le design des torches est alors différent, notamment au niveau de l'injection de la poudre.

A noter qu'il existe aussi le procédé HVOF (High-Velocity Atmospheric Fuel), qui utilise tout simplement de l'air comprimé à la place de l'oxygène pour la combustion.

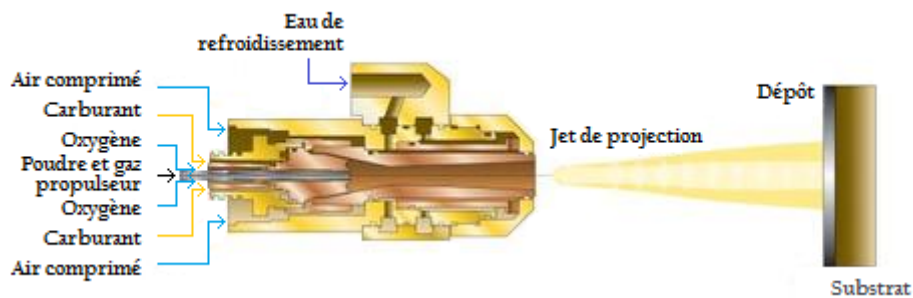


Figure A.6 : Schéma du principe de la projection HVOF (Carburant sous forme gazeuse) [3]

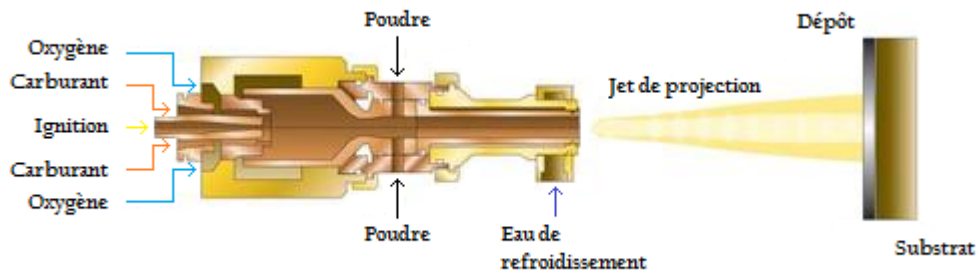


Figure A.7 : Schéma du principe de la projection HVOF (Carburant sous forme liquide) [3]

## A.5. La projection D-Gun

La projection D-Gun (Detonation Gun) se caractérise par le fait qu'il s'agit d'un procédé de projection thermique discontinu (Figure A.8). L'apport en énergie thermique et cinétique provient en effet d'explosions répétées dans la chambre de la torche [24]. Il a été développé au début des années 1950 [11].

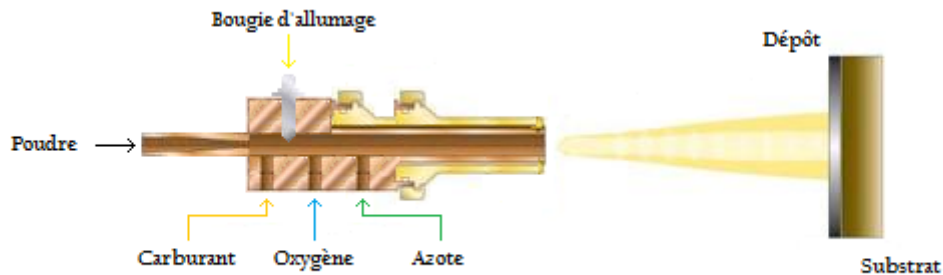


Figure A.8 : Schéma du principe de la projection D-Gun [3]

Le procédé D-Gun peut être décrit en 4 étapes [25] se répétant cycliquement de manière à produire entre 1 et 15 détonations par seconde selon la torche utilisée :

- Injection de l'oxygène et du carburant (acétylène, propane, butane,...) dans la chambre de combustion
- Injection de la poudre et d'azote pour éviter un retour de flamme
- Mise à feu et projection de la poudre
- Purge de la chambre par azote

Il est possible de déposer des céramiques, des cermets et des métaux [26]–[28], mais ce procédé reste peu utilisé industriellement car il n'apporte pas de qualité particulière aux dépôts, et possède des inconvénients non négligeables, comme la pollution sonore et l'encombrement (le canon de la torche mesurant généralement entre 50 et 150 cm).



## RÉFÉRENCES DE L'ANNEXE A

- [1] M. U. Schoop, "Method of plating or coating with metallic coatings," US1128059, 1911.
- [2] K. Simunovic, "Thermal Spraying."
- [3] "<http://www.oerlikon.com/metco/en/products-services/coating-equipment/thermal-spray/processes/>." .
- [4] J. R. Davis, *Handbook of Thermal Spray Technology*. 2004.
- [5] N. N. Ault, "Characteristics of refractory oxide coatings produced by flame-spraying," *J. Am. Ceram. Soc.*, vol. 40, no. 3, pp. 69–74, 1957.
- [6] J. M. Guilemany, "Cold gas spray technology against conventional thermal spray," in *3rd Cold Gas Spray Summer School*.
- [7] S. Thybo, S. Jensen, J. Johansen, T. Johannessen, O. Hansen, and U. J. Quaade, "Flame spray deposition of porous catalysts on surfaces and in microsystems," *J. Catal.*, vol. 223, no. 2, pp. 271–277, 2004.
- [8] R. Gage and G. Skinner, "Alternating current arc plasma torches," US3024350 A, 1962.
- [9] A. Ducati and G. Giannini, "Electrical plasma-jet apparatus and method incorporating multiple electrodes," US3149222 A, 1964.
- [10] S. Metco, "Atmospheric Plasma Spray Solutions," no. 5, 2014.
- [11] L. Pawlowski, *The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings*. 2008.
- [12] L. Wang, Y. Wang, X. G. Sun, J. Q. He, Z. Y. Pan, Y. Zhou, and P. L. Wu, "Influence of pores on the thermal insulation behavior of thermal barrier coatings prepared by atmospheric plasma spray," *Mater. Des.*, vol. 32, no. 1, pp. 36–47, 2011.
- [13] R. Gadow and M. Lischka, "Lanthanum hexaaluminate - Novel thermal barrier coatings for gas turbine applications - Materials and process development," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 151–152, pp. 392–399, 2002.
- [14] B. S. Mann and B. Prakash, "High temperature friction and wear characteristics of various coating materials for steam valve spindle application," *Wear*, vol. 240, no. 1–2, pp. 223–230, 2000.
- [15] H. Cao and X. Liu, "Plasma-sprayed ceramic coatings for osseointegration," *Int. J. Appl. Ceram. Technol.*, vol. 10, no. 1, pp. 1–10, 2013.
- [16] C. Wu, Y. Ramaswamy, X. Liu, G. Wang, and H. Zreiqat, "Plasma-sprayed CaTiSiO<sub>5</sub> ceramic coating on Ti-6Al-4V with excellent bonding strength, stability and cellular bioactivity.," *J. R. Soc. Interface*, vol. 6, no. 31, pp. 159–168, 2009.
- [17] H. Drzeniek and H. D. Steffens, "Cored tube wires for arc and flame spraying," *Therm. Spray Adv. Coatings Technol.*, 1987.
- [18] M. Li and P. D. Christofides, "Modeling and control of high-velocity oxygen-fuel (HVOF) thermal spray: A tutorial review," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 18, no. 5–6, pp. 753–768, 2009.
- [19] K. Korpiola and P. Vuoristo, "Effect of HVOF Gas Velocity and Fuel to Oxygen Ratio on the Wear Properties of Tungsten Carbide Coating: Practical Solutions for Engineering Problems,"

*Mater. Park.*, pp. 177–184, 1996.

- [20] B. Arsenault, J. G. Legoux, and H. Hawthorne, "HVOF Process Optimization for the Erosion Resistance of WC-12Co and WC-10Co-4Cr Coatings," *New Surfaces a New Millenium*, pp. 1051–1060, 2001.
- [21] Y. Liu, T. E. Fischer, and A. Dent, "Comparison of HVOF and plasma-sprayed alumina/titania coatings - Microstructure, mechanical properties and abrasion behavior," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 167, no. 1, pp. 68–76, 2003.
- [22] D. a. Stewart, P. H. Shipway, and D. G. McCartney, "Abrasive wear behaviour of conventional and nanocomposite HVOF-sprayed WC-Co coatings," *Wear*, vol. 225–229, pp. 789–798, 1999.
- [23] R. Schwetzke and H. Kreye, "Microstructure and Properties of Tungsten Carbide Coatings Sprayed with Various High- Velocity Oxygen Fuel Spray Systems," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 8, no. September, pp. 433–439, 1999.
- [24] L. Singh, V. Chawla, and J. S. Grewal, "A Review on Detonation Gun Sprayed Coatings," *J. Miner. Mater. Charact. Eng.*, vol. 11, no. 3, pp. 243–265, 2012.
- [25] V. Kadyrov, "Detonation gas powder technique," in *Proceedings of the Internation Symposium on Advances in Thermal Spraying Technologies and Allied Coatings*, 1988, pp. 43–48.
- [26] C. Li and A. Ohmori, "The lamellar structure of a detonation gun sprayed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coating," vol. 82, pp. 254–258, 1996.
- [27] J. H. Kim, M. C. Kim, and C. G. Park, "Evaluation of functionally graded thermal barrier coatings fabricated by detonation gun spray technique," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 168, no. 2–3, pp. 275–280, 2003.
- [28] P. L. Ke, Y. N. Wu, Q. M. Wang, J. Gong, C. Sun, and L. S. Wen, "Study on thermal barrier coatings deposited by detonation gun spraying," *Surf. Coatings Technol.*, vol. 200, no. 7, pp. 2271–2276, 2005.

## ANNEXE B : DÉMONSTRATION MATHÉMATIQUE DU MODÈLE DE SURFACE DÉVELOPPÉE

Dans cette annexe est présentée la démonstration mathématique complète du modèle permettant le calcul de la surface développée par la texturation laser utilisé tout au long du Chapitre 4.

Afin de calculer la surface d'un trou celle-ci est découpée en plusieurs sous-surfaces (Figure B.1) calculables analytiquement. La surface jaune est approximée comme étant la surface d'une moitié d'ellipsoïde de rayons  $R$  et  $P$ ,  $P$  étant la profondeur mesurée du trou de texturation. Afin d'obtenir la surface totale du trou il est nécessaire de retrancher à cette surface celle d'un fuseau de sphère de rayon  $R_1$  et d'angle  $B$  (surface bleue), à laquelle vient se rajouter la surface d'un quart de cylindre de rayon  $R$  et de hauteur  $P_1$  (surface blanche).

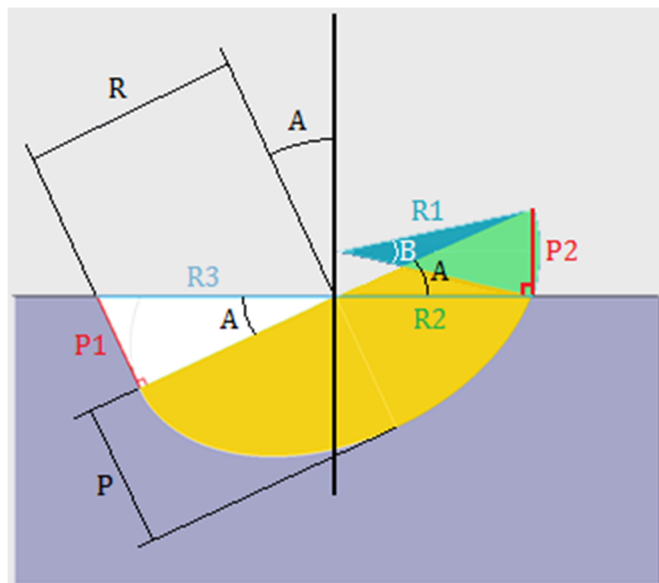


Figure B.1 : Schéma récapitulatif des paramètres du modèle proposé

### B.1. Calculs préliminaires

Une application des formules trigonométriques permet tout d'abord d'exprimer 4 paramètres en fonction des paramètres de base :

$$P_1 = R * \tan(A) \quad \text{Équation B.1}$$

$$P_2 = R * \sin(A) \quad \text{Équation B.2}$$

$$R_2 = R * \cos(A) \quad \text{Équation B.3}$$

$$R_3 = \frac{R}{\cos(A)} \quad \text{Équation B.4}$$

Il faut ensuite calculer les 3 surfaces décrites précédemment et les combiner pour obtenir la surface du trou de texturation.

#### Surface d'un demi-ellipsoïde (surface jaune)

Pour le calcul de la surface du demi-ellipsoïde, il a été démontré par Roger Cotes en 1714 [34] que 3 cas différents sont à considérer selon les dimensions respectives de R et P.

Il est tout d'abord nécessaire de calculer l'excentricité d'un ellipsoïde :

$$q = 1 - \frac{R^2}{p^2} \quad \text{Équation B.5}$$

On obtient alors la formule générale de la surface d'un demi-ellipsoïde allongé (P > R) :

$$S_{elli} = \pi R^2 + \frac{\pi R P * \arcsin(\sqrt{q})}{\sqrt{q}} \quad \text{Équation B.6}$$

Et pour la surface d'un demi-ellipsoïde aplati (P < R) :

$$S_{elli} = \pi R^2 + \frac{\pi R P * \operatorname{arcsinh}(\sqrt{-q})}{\sqrt{-q}} \quad \text{Équation B.7}$$

Dans le cas où P = R, l'excentricité vaut alors q = 0. Le demi-ellipsoïde se résume à une demi-sphère :

$$S_{elli} = 2\pi R^2 \quad \text{Équation B.8}$$

#### Surface du fuseau de sphère (surface bleue)

Un fuseau de sphère a pour surface :

$$S_{fus} = 2 * R_1^2 * B \quad \text{Équation B.9}$$

On a besoin de calculer la valeur de l'angle B (on pose B' le demi-angle) :

$$B = 2 * B' \quad \text{Équation B.10}$$

$$\tan(B') = \frac{P_2/2}{R_2} = \frac{R * \sin(A)}{R * \cos(A)} = \frac{\sin(A)}{2 * \cos(A)} \quad \text{Équation B.11}$$

$$B' = \arctan\left(\frac{\sin(A)}{2 * \cos(A)}\right) \quad \text{Équation B.12}$$

$$\Rightarrow B = 2 \arctan\left(\frac{\sin(A)}{2 * \cos(A)}\right) \quad \text{Équation B.13}$$

Pour calculer  $R_1$  on utilise le théorème de Pythagore :

$$R_1^2 = R_2^2 + \left(\frac{1}{2}P_2\right)^2 \quad \text{Équation B.14}$$

$$R_1^2 = R^2 \cos^2(A) + \frac{1}{4}R^2 \sin^2(A) \quad \text{Équation B.15}$$

$$R_1 = R \sqrt{\cos^2(A) + \frac{1}{4} \sin^2(A)} \quad \text{Équation B.16}$$

On obtient alors la surface du fuseau de sphère :

$$\Rightarrow S_{fus} = 4 * R^2 \left( \cos^2(A) + \frac{1}{4} \sin^2(A) \right) * \arctan\left(\frac{\sin(A)}{2 * \cos(A)}\right) \quad \text{Équation B.17}$$

Surface du quart de cylindre (surface blanche)

Formule générale :

$$S_{cyl} = \frac{1}{4} * 2\pi R * P_1 = \frac{\pi R^2 * \tan(A)}{2} \quad \text{Équation B.18}$$

## B.2. Réflexion sur l'unité de répétition du motif de texturation

Un échantillon texturé avec des trous d'angle  $A$ , de rayon  $R$  et espacés de  $E$  va présenter un motif en surface sous la forme d'ellipses régulièrement réparties (Figure B.2). Sur ce schéma sont reportés le paramètre  $E$  déjà connu,  $D$  qui est le diamètre égal à  $2R$  et un diamètre équivalent  $D_{\text{éq}}$  correspondant au diamètre « longitudinal » de l'ellipse, soit :

$$D_{\text{éq}} = R_1 + R_2 = R \left( \cos(A) + \frac{1}{\cos(A)} \right) \quad \text{Équation B.19}$$

Selon une approche fréquemment utilisée en cristallographie notamment, on remarque que le motif régulier peut être caractérisé par une unité de répétition, qui en étant dupliquée permet de recréer le motif global. Dans notre cas cette unité de répétition est tout simplement un carré de côté  $E$  :

$$S_{UR} = E^2$$

Équation B.20

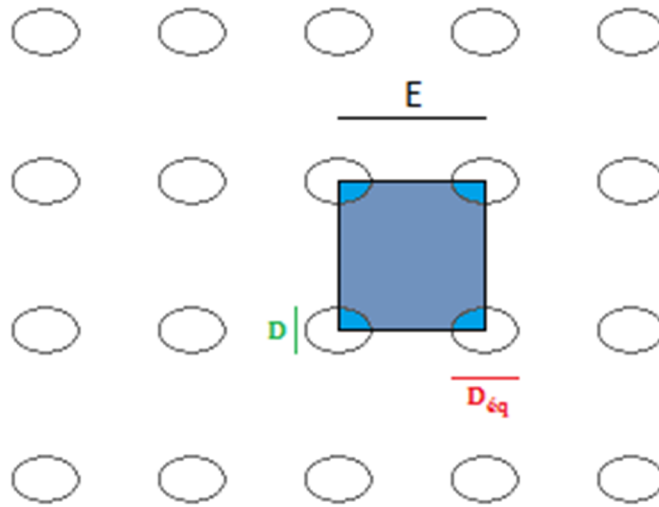


Figure B.2 : Schéma d'une texturation observée de manière surfacique, avec le motif de répétition mis en évidence ainsi que les paramètres  $E$ ,  $D$  et  $D_{ég}$

Néanmoins cette surface ne prend pas en considération le côté 3D de la texturation. Il faut donc calculer une autre surface que l'on appellera surface élémentaire ( $S_{él}$ ) en retranchant la surface des 4 quarts d'ellipses présents à chaque coin :

$$S_{él} = E^2 - \pi * R * R_{ég} = E^2 - \frac{\pi R^2}{2} \left( \cos(A) + \frac{1}{\cos(A)} \right) \quad \text{Équation B.21}$$

Cette surface élémentaire correspond donc à la surface bleue foncé sur la Figure B.. Chaque motif de répétition comprend au total un trou de texturation complet (un quart dans chaque coin). Le nombre  $n$  de trous de texturation présents sur la surface totale ( $S_{tot}$ ) de l'échantillon, nécessaire au calcul de la surface développée, peut donc être calculé :

$$n = \frac{S_{tot}}{S_{UR}} = \frac{S_{tot}}{E^2} \quad \text{Équation B.22}$$

### B.3. Modèle analytique des surfaces développées

Fort de ces considérations préalables, il est alors possible de déterminer la surface développée par la texturation.

Cas de trous avec fond en « demi-sphère » (P = R)

La surface développée d'un trou ( $S_{dtr}$ ) est exprimée de la manière suivante :

$$S_{dtr} = \underbrace{2\pi R^2}_{\text{Surface de la demi-sphère}} + \underbrace{\frac{\pi R^2 * \tan(A)}{2}}_{\text{Surface du quart de cylindre}} - \underbrace{4 * R^2 \left( \cos^2(A) + \frac{1}{4} \sin^2(A) \right) * \arctan\left(\frac{\sin(A)}{2 * \cos(A)}\right)}_{\text{Surface du fuseau de sphère}} \quad \text{Équation B.23}$$

Il est alors possible de calculer la surface développée dans un motif de répétition, que l'on appellera surface développée élémentaire  $S_{del}$  :

$$S_{del} = S_{\acute{e}l} + S_{dtr} \quad \text{Équation B.24}$$

$$S_{del} = E^2 + \pi R^2 \left[ -\frac{1}{2} \left( \cos(A) + \frac{1}{\cos(A)} \right) + 2 + \frac{\tan(A)}{2} - \frac{4}{\pi} \left( \cos^2(A) + \frac{1}{4} \sin^2(A) \right) * \arctan\left(\frac{\sin(A)}{2 * \cos(A)}\right) \right] \quad \text{Équation B.25}$$

La surface développée totale ( $S_d$ ) peut alors être déterminée par l'équation suivante :

$$S_d = n * S_{del} = \frac{S_{tot}}{E^2} * S_{del} \quad \text{Équation B.26}$$

Il est nécessaire de s'affranchir du terme caractérisant la surface totale de l'échantillon, que l'on ne connaît pas ou alors pas assez précisément :

$$\Rightarrow \frac{S_d}{S_{tot}} = 1 + \frac{\pi R^2}{E^2} \left[ -\frac{1}{2} \left( \cos(A) + \frac{1}{\cos(A)} \right) + 2 + \frac{\tan(A)}{2} - \frac{4}{\pi} \left( \cos^2(A) + \frac{1}{4} \sin^2(A) \right) * \arctan\left(\frac{\sin(A)}{2 * \cos(A)}\right) \right] \quad \text{Équation B.27}$$

Pour les trous présentant un fond en demi-ellipsoïde, la méthode reprend les étapes de l'Équation B.23 à l'Équation B.27, en remplaçant le terme de la surface de la demi-sphère par la surface d'un demi-ellipsoïde, calculée selon le cas par l'Équation B.6 ou par l'Équation B.7. Les deux équations suivantes sont alors obtenues:

Cas de trous avec fond en « demi-ellipsoïde allongé » (P > R)

$$\Rightarrow \frac{S_d}{S_{tot}} = 1 + \frac{\pi R^2}{E^2} \left[ -\frac{1}{2} \left( \cos(A) + \frac{1}{\cos(A)} \right) + 1 + \frac{P * \arcsin(\sqrt{q})}{R\sqrt{q}} + \frac{\tan(A)}{2} - \frac{4}{\pi} \left( \cos^2(A) + \frac{1}{4} \sin^2(A) \right) * \arctan\left(\frac{\sin(A)}{2 * \cos(A)}\right) \right]$$

*Équation B.28*

Cas de trous avec fond en « demi-ellipsoïde allongé » (P < R)

$$\Rightarrow \frac{S_d}{S_{tot}} = 1 + \frac{\pi R^2}{E^2} \left[ -\frac{1}{2} \left( \cos(A) + \frac{1}{\cos(A)} \right) + 1 + \frac{P * \operatorname{arcsinh}(\sqrt{-q})}{R\sqrt{-q}} + \frac{\tan(A)}{2} - \frac{4}{\pi} \left( \cos^2(A) + \frac{1}{4} \sin^2(A) \right) * \arctan\left(\frac{\sin(A)}{2 * \cos(A)}\right) \right]$$

*Équation B.29*

Les parties encadrées des équations précédentes permettent alors de calculer analytiquement l'augmentation de surface développée par la texturation utilisée, exprimée en pourcentage.



## ANNEXE C : INFLUENCE DU COUPLE DIAMÈTRE/VITESSE POUR LA POUDRE L

La poudre L a été étudiée de la même manière que la M l'a été dans le Chapitre 3 §3.2. Les diamètres et vitesses considérés sont regroupés dans le Tableau C.1.

Tableau C.1 : Couples diamètre/vitesse sélectionnés comme paramètres d'entrée de la simulation

Poudre L			
Diamètre $D_0$ ( $\mu\text{m}$ )	Vitesse -10%	Vitesse (m/s)	Vitesse +10%
40	295	328	361
45	324	360	396
50	352	392	431

Les évolutions de  $P/D_0$  (Figure C.1),  $H/D_0$  (Figure C.2) et  $L/D_0$  (Figure C.3) sont présentées, ainsi qu'un tableau récapitulatif des conclusions sur les évolutions (Tableau C.). Les justifications de ces évolutions sont identiques à la poudre M et peuvent être consultées dans le Chapitre 3 §3.2.2.

Tableau C.2 : Évolutions de  $P/D_0$ ,  $H/D_0$  et  $L/D_0$  en fonction du diamètre et de la vitesse pour la poudre L

Paramètre d'entrée	Évolution de $P/D_0$	Évolution de $H/D_0$	Évolution de $L/D_0$
↗ du diamètre	↗	↘	↘
↗ de la vitesse	↗	↘	↗

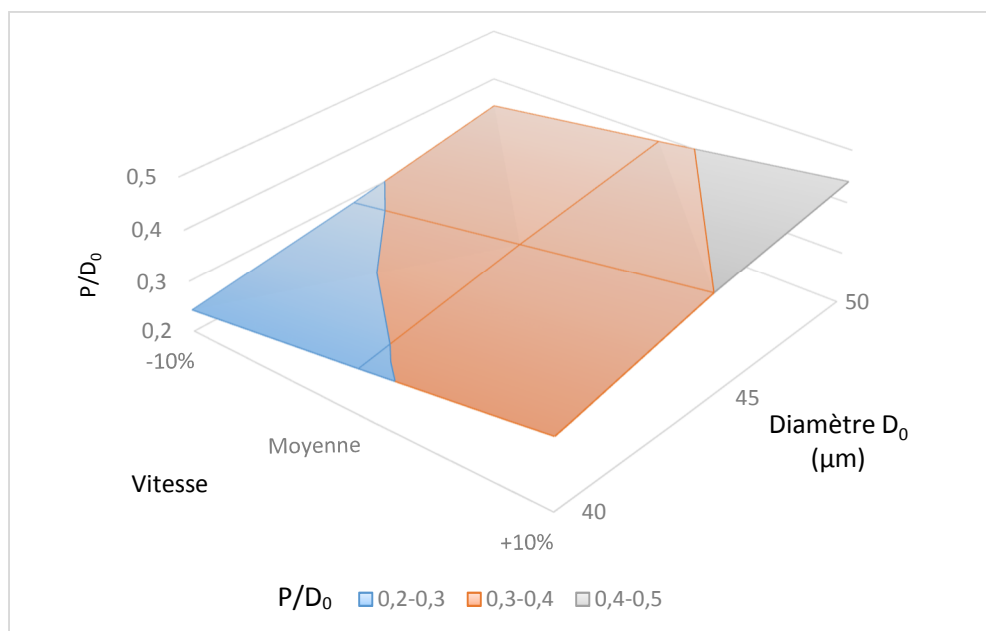


Figure C.1 : Évolution du ratio  $P/D_0$  en fonction de la vitesse et du diamètre  $D_0$  pour la poudre L

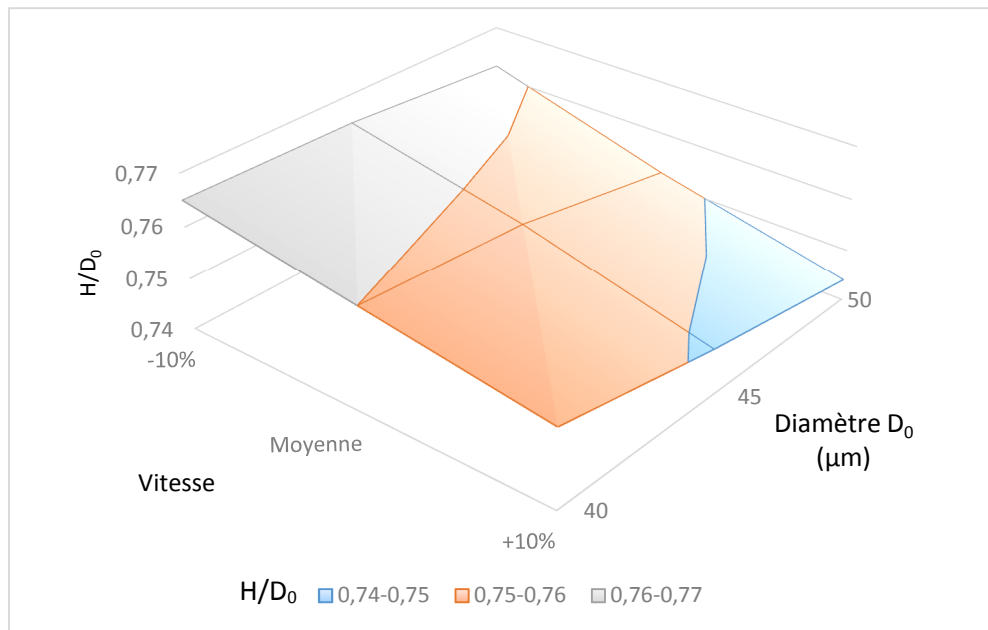


Figure C.2 : Évolution du ratio  $H/D_0$  en fonction de la vitesse et du diamètre  $D_0$  pour la poudre L

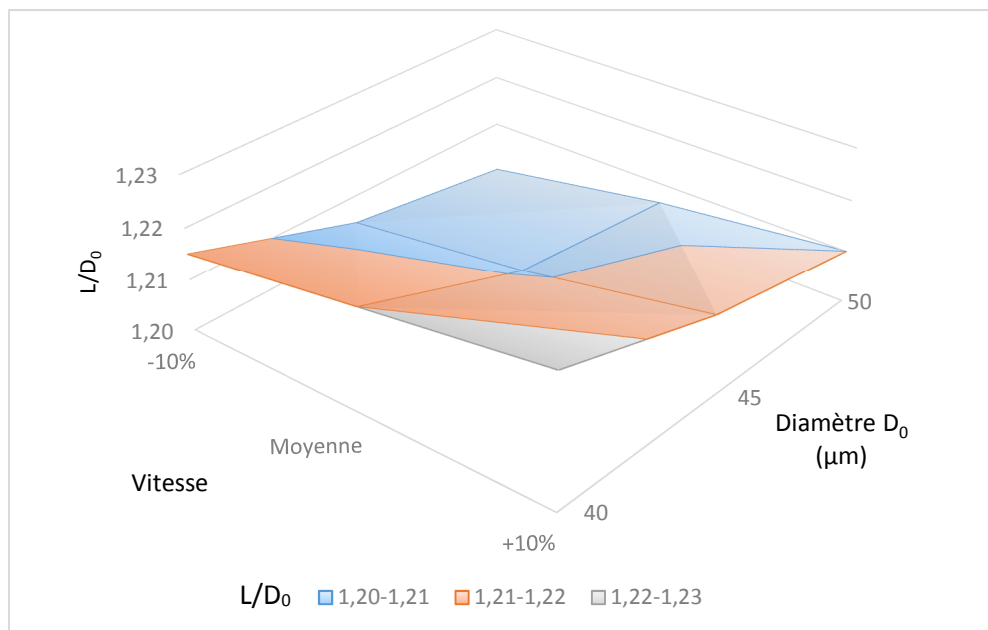


Figure C.3 : Évolution du ratio  $L/D_0$  en fonction de la vitesse et du diamètre  $D_0$  pour la poudre L

Les évolutions temporelles des contraintes de Von Mises (Figure ) et des températures (Figure ) sur le substrat et la particule sont présentées, ainsi qu'un tableau récapitulatif des conclusions sur les évolutions (Tableau C.). Les justifications de ces évolutions sont identiques à la poudre M et peuvent être consultées dans le Chapitre 3, §3.2.2.

Tableau C.3 : Évolutions des contraintes et des températures pour la poudre L en fonction du paramètre d'entrée considéré

Paramètre d'entrée	Contraintes sur le substrat	Contraintes sur la particule
↗ Diamètre	↘	↗
↗ Vitesse	↘	↗
↗ Température Sub	↘	→
↗ Température Part	→	↘
	Température sur le substrat	Température sur la particule
↗ Diamètre	↗	↗
↗ Vitesse	↗	↗
↗ Température Sub	↗	→
↗ Température Part	→	↗

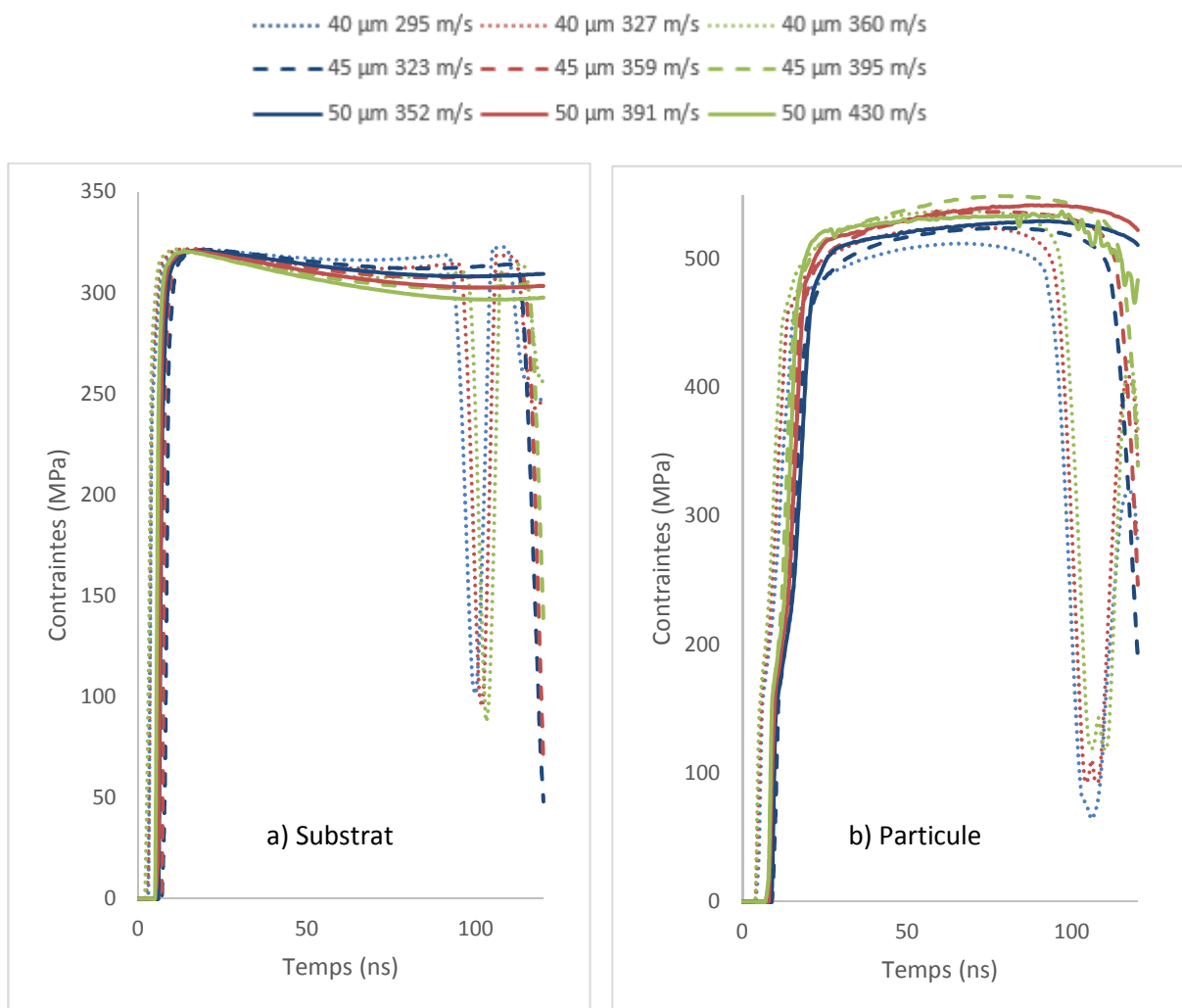


Figure C.4 : Évolution temporelle des contraintes de Von Mises de l'élément du substrat (a) et de la particule (b) pour la poudre L en fonction du diamètre et de la vitesse de la particule

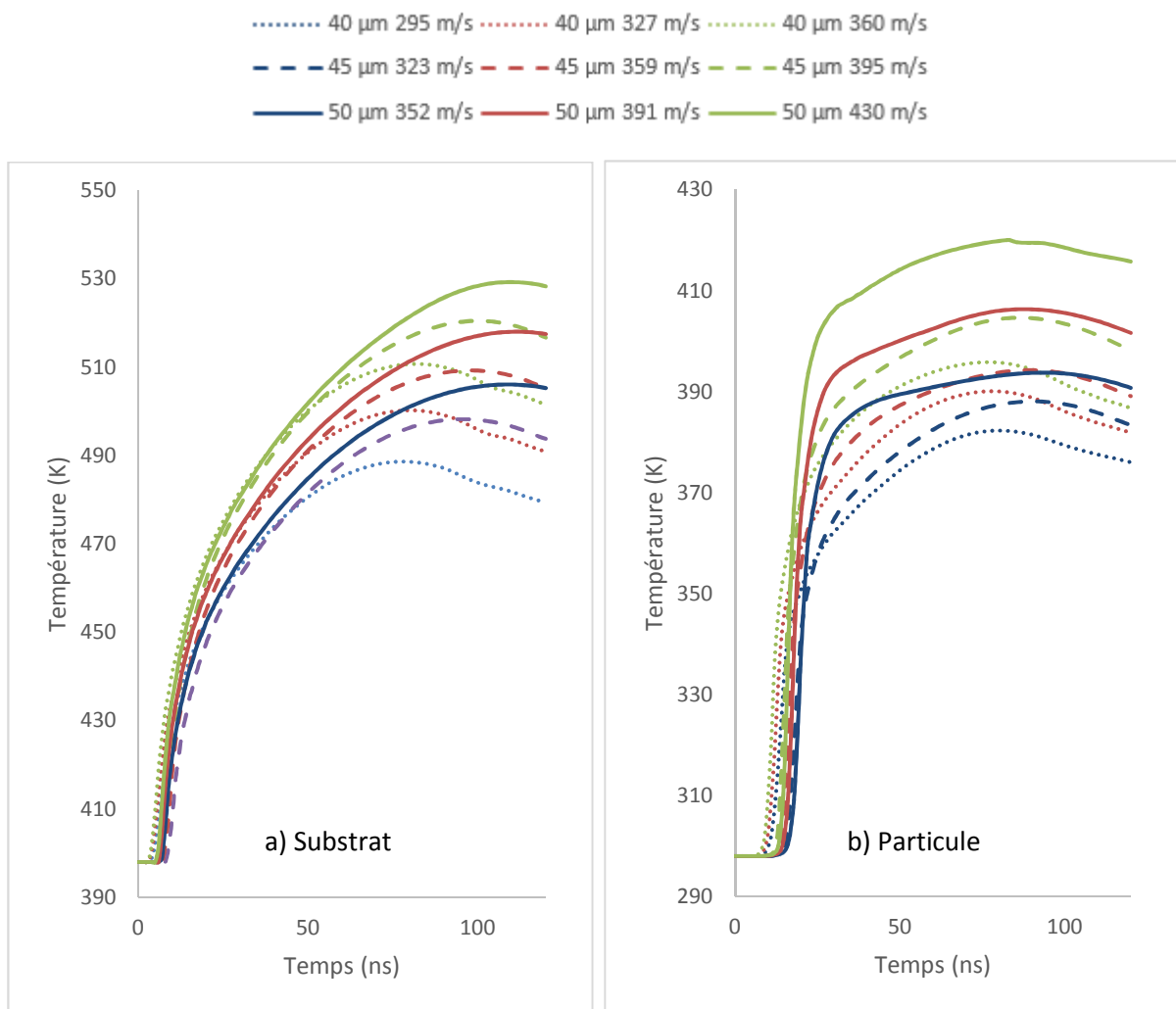


Figure C.5 : Évolution temporelle de la température de l'élément du substrat (a) et de la particule (b) pour la poudre L en fonction du diamètre et de la vitesse de la particule

## Publications

- SPIE Photonics West 28 janvier-2 février 2017, San Francisco (Article de conférence) : *“Enhancement of Low Pressure Cold Sprayed copper coating adhesions by laser texturing on aluminum substrates”*, V. Gillet, W. Knapp, E. Aubignat, B. Courant, S. Costil, C. Langlade
- Journal of Thermal Spray Technology (Publication acceptée, courant 2018) : *“Development of Low Pressure Cold Sprayed copper coatings on carbon fiber reinforced composite”*, V. Gillet, W. Knapp, B. Courant, E. Aubignat, S. Costil, C. Langlade, P. Casari

## Conférences

- Journées Nationales des Procédés Laser pour l’Industrie (JNPLI) 28-30 Avril 2015 (Nantes) : *“Traitement de surface laser pour assemblage des matériaux composites”* (Présentation orale), V. Gillet, W. Knapp, S. Costil, B. Courant, G. Aspar
- 3rd Cold Spray Summer School 3-5 Juin 2015 (Barcelone) : *“Enhancement of Cold Spray coatings by substrate laser texturing”* (Présentation orale), V. Gillet, K. Rozema, W. Knapp
- Journées du GeM 11 Juin 2015 (Nantes) : *“Etude de l’interaction morphologique entre poudre et substrat dans le cas de la projection à froid Cold Spray sur matériaux structurés par laser”* (Présentation de poster), V. Gillet, S. Branchu, P. Casari, S. Costil, B. Courant, W. Knapp
- 7th RIPT 11 Décembre 2015 (Limoges) : *“Improvement of the deposition efficiency for Low Pressure Cold Spray”* (Présentation orale) V. Gillet, W. Knapp, C. Langlade, S. Costil, R.-N. Raelison, E. Aubignat, B. Courant
- HCERES du laboratoire GeM 1-2 Février 2016 (Saint-Nazaire) : *“Etude de l’interaction poudre-substrat dans le cas du procédé Cold Spray sur matériaux structurés par laser”* (Présentation de poster) V. Gillet
- Séminaire interne laboratoire GeM 17 Mars 2016 (Saint-Nazaire) : *“Etude de l’interaction entre poudre et substrat dans le cas du Cold Spray sur matériaux structurés par laser”* (Présentation orale), V. Gillet, P. Casari, B. Courant, S. Costil, W. Knapp
- Journées du GeM 1-2 Juin 2016 (Guidel) : *“Etude de l’interaction entre poudre et substrat dans le cas du Cold Spray sur matériaux structurés par laser”* (Présentation de poster), V. Gillet, B. Courant, P. Casari, S. Costil, W. Knapp
- Journées Nationales des Procédés Laser pour l’Industrie (JNPLI) 28-29 Juin 2016 (Liège) : *“Low Pressure Cold Sprayed coatings on laser-textured substrates and composites metallization”* (Présentation orale), V. Gillet, W. Knapp, S. Costil, B. Courant



# Thèse de Doctorat

Vincent GILLET

## Revêtements de cuivre par projection à froid basse pression sur substrats d'aluminium texturés et composites PEEK/Carbone – Approche expérimentale et numérique

Low Pressure Cold Sprayed copper coatings on laser textured aluminium substrates and PEEK/Carbon Fiber composite material – Experimental and numerical considerations

### Résumé

Le Cold Spray Basse Pression est un procédé de projection thermique émergeant de plus en plus apprécié par les industriels pour sa simplicité, son faible coût et sa polyvalence.

Pour améliorer encore les caractéristiques des dépôts, des substrats en aluminium ont été préalablement texturés par laser, sous la forme de trous de dimensions variables répartis selon un motif régulier, avant d'être revêtus de cuivre. Une optimisation géométrique de la surface a alors permis d'augmenter l'adhérence de dépôts Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de +81% par rapport à un substrat brut. Ces résultats sont analysés, notamment à l'aide d'un modèle mathématique développé durant la thèse permettant de calculer l'augmentation de surface induite par la texturation. De plus, une caractérisation des contraintes résiduelles par DRX à travers l'épaisseur a mis en évidence l'uniformité des contraintes en compression dans le dépôt.

Dans un second temps, des dépôts de cuivre ont été réalisés sur des substrats en composite PEEK/Carbone. La nécessité d'avoir une couche de matrice organique à la surface du composite a été mise en évidence afin d'éviter une érosion du substrat et permettre la construction du dépôt. Une stratégie de projection basée sur une variation de la granulométrie des poudres en cours de projection a également été développée afin de réduire le taux de porosité et obtenir des dépôts conducteurs électriquement.

En complément de ce volet expérimental, un modèle numérique 3D en dynamique a été développé sur Abaqus/Explicit. Il permet d'étudier l'influence des paramètres de projection et de l'état de surface du substrat sur la déformation des particules lors de l'impact et les contraintes résiduelles induites.

### Mots clés

Cold Spray Basse Pression, Dépôts de cuivre, Texturation laser, Aluminium, Composite, PEEK/Carbone, Adhérence, Conductivité électrique

### Abstract

Low Pressure Cold Spray is an emerging thermal spraying process increasingly appreciated in the industry for its simplicity, low cost and versatility.

In order to enhance coatings characteristics, aluminum substrates were laser-textured with holes of varying dimensions distributed in a regular pattern before being coated with copper. An optimization of the holes dimensions led to an increase of the adhesion for Cu/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> coatings by +81% compared to a raw substrate. These results were analyzed using a mathematical model developed during the thesis allowing to calculate the surface increase induced by the laser texturing. Moreover a characterization of the residual stresses by XRD through the thickness revealed the uniformity of compressive stresses in the deposit.

In a second time copper deposits were made on PEEK/Carbon composites. The need to have an organic matrix layer on the composite surface has been highlighted in order to avoid substrate erosion and allow the coating construction. A spraying strategy based on a variation of the powders granulometry being sprayed has therefore been developed in order to reduce the porosity and obtain electrically conductive coatings.

In addition to this experimental aspect, a 3D dynamic model has been developed on Abaqus/Explicit. This model allowed to study the influence of the projection parameters and the substrate surface state on the particles deformation during the impact and the induced residual stresses.

### Key Words

Low Pressure Cold Spray, Copper coatings, Laser texturing, Aluminium, Composite, PEEK/Carbon, Adhesion, Electrical conductivity