

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

Sébastien Gojon

▶ To cite this version:

Sébastien 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. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Technologie de Belfort-Montbeliard, 2015. Français. NNT: 2015BELF0272. tel-01592820

HAL Id: tel-01592820 https://theses.hal.science/tel-01592820

Submitted on 25 Sep 2017

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.

Solution Soluti Solution Solution Solution Solution Solution Solution Solut

bm

école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARDA

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

SEBASTIEN GOJON

Année 2015

École Doctorale "Sciences pour l'Ingénieur et Microtechniques" Université de Franche-Comté Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

THESE

Présentée pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE BELFORT-MONTBELIARD EN SCIENCES DES MATERIAUX

Par

Sébastien GOJON

ETUDE SUR L'ELABORATION ET LA CARACTERISATION DE REVETEMENTS EN ALLIAGES D'ALUMINIUM ET DE MAGNESIUM PAR PROJECTION DYNAMIQUE A FROID POUR LA REPARATION DE PIECES AERONAUTIQUES

Soutenue le 13 Octobre 2015 devant la commission d'examen composée de :

Rapporteurs	Michel VARDELLE, Professeur des Universités	SPCTS, Université de Limoges
	Thierry GROSDIDIER, Professeur des Universités	LEM3, Université de Lorraine
Président	Daniel MORVAN, Professeur des Universités	Chimie ParisTech
Examinateurs	Michel JEANDIN, Directeur de Recherche	Mines ParisTech
	Romain LUCCHINI, Ingénieur de Recherche	Airbus Helicopter
	Christophe VERDY, Ingénieur de Recherche	IRTES-LERMPS, UTBM
	Hanlin LIAO, Professeur des Universités	IRTES-LERMPS, UTBM

La logique vous mènera d'un point A à un point B. L'imagination vous mènera où vous voulez.

Albert Einstein

Remerciements

Je tiens à remercier mes encadrants de thèse le professeur Hanlin Liao et le docteur Christophe Verdy pour leurs accueils et leurs soutiens tout au long de ces trois ans. A mon directeur de thèse, le professeur Hanlin Liao, je souhaite le remercier pour son optimisme à toute épreuve et les opportunités qu'il m'a offert de découvrir la culture chinoise et la culture américaine. Ensuite au docteur Christophe Verdy, je tiens à le remercier chaleureusement pour sa patience et le temps pris pour réaliser l'ensemble des expérimentations et des différentes corrections de ce manuscrit.

Je souhaite remercier Daniel Morvan d'avoir fait l'honneur de présider le jury de cette thèse. Mes plus sincères remerciements aux rapporteurs, le professeur Michel Vardelle et le professeur Thierry Grosdidier, qui ont accepté d'examiner mes travaux de thèse. Je souhaite également remercier le professeur Michel Jeandin et monsieur Romain Lucchini pour leur présence en tant que membre du jury.

Mes plus chaleureux remerciements s'adressent aussi à l'ensemble du personnel du laboratoire, plus précisément à Madame Odile Ribet, Monsieur Charles Bernage, Monsieur Joël Chauvelot et Monsieur Christian Adam pour leurs convivialités et leurs présences à tous moment. Je ne saurai oublier Alexis Vion de la société BV Proto pour son aide sur l'aspect robotique.

Je ne saurai oublier tous les doctorants ou chercheurs permanents avec qui j'ai partagé un café et passé de bons moments durant ces trois années de thèse : Yann, Robin, Jean-Baptiste, Emilie, Jiangwel, Yangzhou, Chaoyue, Chen, Eloi, Fred, Yoann...

Je souhaite aussi fortement remercier mes amis présents pour les bons moments mais aussi pour les moins bons : Amina, Bea, Caminde, Delphine, Jéremie, Tiphaine. Je veux aussi remercier mon collègue de bureau et ami, Rémi, pour son aide, les bons moments passés ensemble mais aussi pour la découverte du tir à l'arc.

Une pensée émue pour Lorène qui m'a soutenue et encouragé tout au long de cette dernière année de thèse.

Mes remerciements s'adressent enfin à ma famille et surtout à mes parents pour leurs présences, leurs soutiens et leurs conseils avisés tout au long de ces trois ans de thèse mais aussi tout au long de mon cursus scolaire.

Lexiques

Matériaux

Al1050 : Alliage d'aluminium famille 1000, aluminium pur à 99.5 % Al2009 : Alliage d'aluminium famille 2000, 94%Al, 4%Cu, 1.2%Mg Al2017 : Alliage d'aluminium famille 2000, 93%Al, 4%Cu, 0.8%Mg Al5056 ECKA : Alliage d'aluminium famille 5000, réalisé par la société ECKA, 94%Al, 5%Mg Al5056 LERMPS : Alliage d'aluminium famille 5000, réalisé par le laboratoire LERMPS, 94%Al, 5%Mg Al6061 : Alliage d'aluminium famille 6000, 97%Al, 0.6%Si, 1%Mg Al7040 : Alliage d'aluminium famille 7000, 89%Al, 6.2%Zn, 2%Cu, 2%Mg AS7G0.6 : Alliage d'aluminium famille 4000, 91%Al, 7%Si, 0.6%Mg AU4G : 2017 G-Z4TR : Alliage de magnésium, 95%Mg, 4%Zn, 0.7%Zr, 1.5%Terres rares CMM : Composite à matrice métallique WC-Co : Carbure de tungstène - cobalt SiC : Carbure de Silicium SiC F36 : Carbure de Silicium, $d_{moven} = 500 \ \mu m$ SiC F60 : Carbure de Silicium, $d_{moyen} = 225 \ \mu m$ SIC F360 : Carbure de Silicium, $d_{moyen} = 26 \mu m$

SiC F1200 : Carbure de Silicium, $d_{moyen} = 3 \mu m$

Autres

C-SAR : Cold Spray Advance Repait

FUI 13 : Fonds Unique Interministériel 13^{eme} appel

ICP-AES : Inductively coupled plasma atomic emission spectoscopy. Méthode physique d'analyse chimique permettant de doser la quasi-totalité des éléments simultanément.

- HV : dureté Vickers
- Cp : Chaleur Spécifique (J/kg.K)
- d : densité
- λ : Conductivité thermique (W/m.K)
- %wt. : Pourcentage massique
- %V. : Pourcentage volumique
- rpm : tour par minute
- TST : Thermal Spray Toolkit
- KSS : Kinetic Spray Solutions

Introduction Générale

Les alliages légers sont abondamment utilisés dans les constructions aéronautiques, notamment pour des composants à forte valeur ajoutée. Leur utilisation, combinée à une optimisation de la conception des pièces, permet de disposer de produits satisfaisant aux exigences de masse, coût et performances. Malgré tout leur intérêt, les alliages légers nécessitent des protections adaptées en particulier contre la corrosion et contre les agressions physiques (frottements, usure, impact...). Plusieurs solutions sont disponibles mais rares sont celles qui assurent un compromis entre tenue à la corrosion et performances mécaniques. Les alliages d'aluminium et les alliages de magnésium sont généralement protégés par des traitements de conversion chimique ou électrochimique, associés dans le cas des alliages de magnésium, à une finition organique de type vernis.

Cependant, il faut noter la limitation de la durée de vie en service des composants en alliages légers. Ces limitations découlent d'une part de problématiques de corrosion aux interfaces ou dans des zones de rétention, et d'autre part du fait de leur susceptibilité aux impacts qui peuvent survenir aussi bien lors de la manipulation ou de la réparation des pièces qu'en service. Dans le cas où les impacts ou les rayures générés traversent la protection jusqu'au métal de base, ces défauts deviennent autant de sites préférentiels de corrosion.

Des solutions de retouches existent mais ne permettent pas toujours de redonner leur intégrité aux zones affectées que ce soit sur alliages d'aluminium ou sur alliages de magnésium. Les solutions de retouche qui permettent de retrouver le dimensionnel et la performance anticorrosion originales de la protection sont limitées en fonction de la profondeur du défaut. Dans le cadre des pièces usées, il n'existe pas de procédés permettant de les réparer de manière efficace. En effet, les alliages d'aluminium et de magnésium sont très sensibles à haute température aux procédés conventionnels tel que le soudage ou encore la projection thermique conventionnelle, ce qui peut provoquer la déformation thermique ou la modification locale de la microstructure du matériau.

Par ailleurs, il est important de souligner qu'il n'existe pas à ce jour de réparation performante sur les alliages composite à matrice métallique ni de solution de reconstruction de substrats en alliage magnésium. Enfin, dans de nombreux cas, les dommages induits par la corrosion atteignent une profondeur telle qu'il n'existe plus de solution de réparation validée, ce qui implique de remplacer la pièce usée par une pièce neuve. Ainsi, les dégradations subies par les alliages légers imposent parfois des opérations de maintenance non planifiées, coûteuses et qui diminuent la disponibilité du matériel en opération.

Dans ce contexte, les industriels se trouvent démunis face à la vulnérabilité des composants aéronautiques en alliages légers tels que des carters de moteur ou de boîtes de transmission face à la corrosion ou aux dommages extérieurs. En effet, celle-ci est à l'origine d'un fort taux de rebut du fait que les réparateurs ne disposent bien souvent pas même d'une solution de réparation adaptée. A ce jour les seules solutions offrant des performances acceptables vis-à-vis de la tenue corrosion et sans impact sur la résistance mécanique des alliages légers sont à base de chrome hexavalent, cible des nouvelles règles environnementales. Un important travail est mené par l'ensemble de l'industrie aéronautique pour trouver des remplaçants à ces traitements très courants ainsi qu'à leurs retouches qui sont également impactées. Dans l'optique de répondre à cette problématique, le projet C-SAR (FUI 13) vise à développer et à valider des revêtements par le procédé Cold Spray dans des conditions industrielles sur des composants aéronautiques afin d'améliorer le cycle de vie des pièces de série ou réparées, tout en s'inscrivant dans une logique environnementale. Suivant les sollicitations auxquelles les pièces aéronautiques sont soumises, les revêtements développés devront répondre à un cahier des charges plus ou moins contraignant, spécifique à la fonction de la zone concernée.

Les multiples avantages du procédé Cold Spray en font un candidat idéal pour la projection de revêtements adaptés aux composants en alliages légers mis en œuvre en aéronautique, que ce soit dans une logique de protection, de retouche ou de réparation. Il s'agit de reconstruire la pièce par un revêtement aux caractéristiques les plus proches possible de celles du matériau de base. Le procédé Cold Spray permet donc de produire des revêtements de même nature chimique, c'est-à-dire des revêtements d'alliages d'aluminium ou de magnésium ou encore de composite à matrice métallique.

Développée au milieu des années 80, la projection dynamique à froid ou « Cold Spray » s'apparente à un procédé de projection thermique et commence à émerger dans le monde industriel depuis 2010. Le principe de base du Cold Spray consiste à communiquer à une particule de poudre une vitesse très élevée au moyen d'un débit de gaz important dans une buse de type De Laval. Les particules, de petites tailles, sont accélérées par le jet de gaz supersonique et projetées sur le substrat à revêtir. Si leur vitesse d'impact est suffisante, les particules adhèrent au substrat, en générant une déformation plastique des deux constituants, particules et substrat, à l'impact.

Ce sujet de thèse s'inscrit donc dans ce programme FUI 13 nommé C-SAR et a pour but d'optimiser l'ensemble des paramètres de projection du procédé Cold Spray pour l'ensemble des revêtements du cahier des charges du projet. Le projet C-SAR est porté par quatre grands groupes industriels de l'aéronautique (Airbus Group Innovations, Airbus Helicopters, Dassault Aviation et Safran-Turbomeca) en collaboration avec trois PME innovantes (LIFCO, APS Coatings et Trochet) et deux laboratoires (IRTES-LERMPS et ARMINES). A terme, les paramètres optimisés serviront à la réparation de pièces rebutées ou endommagées dans le domaine aéronautique. Un transfert technologique de ces paramètres est ainsi prévu à l'issue de ce projet.

Pour répondre à cette problématique et aux objectifs du projet, le sujet de thèse se décompose en plusieurs volets, consistant à présenter le processus d'optimisation de différents paramètres de

projection : l'optimisation de la buse de projection, le choix de la répartition granulométrique de la poudre, les paramètres cinématiques du gaz principal et l'optimisation de la préparation de surface des substrats revêtus. Cette étude est découpée en cinq chapitres.

Le premier chapitre fait un état de l'art du procédé de projection dynamique à froid. Les facteurs influençant la construction du revêtement et ses propriétés y sont présentés.

Le deuxième chapitre présente les différents protocoles expérimentaux utilisés dans le cadre de ces travaux, de l'élaboration des différentes poudres utilisées au procédé de projection dynamique à froid tout en passant par les différents moyens de préparation de surface. Pour finir, les moyens de caractérisation et d'études des couples substrats-revêtements y sont introduits

Dans le troisième chapitre, les différentes voies d'optimisation du procédé ont porté sur la buse de projection, le choix de la répartition granulométrique de la poudre, les paramètres cinématiques du gaz principal et la réduction du risque de colmatage de la buse. Les caractéristiques des différents couples substrat-revêtement employés sont présentées au travers des différentes voies d'optimisation. Des études numériques couplées à des essais expérimentaux ont été réalisés sur différents couples pour ces travaux d'optimisation.

Le quatrième chapitre présente le processus d'optimisation focalisé sur la préparation de surface des substrats. En effet, afin d'accroitre l'adhérence des différents revêtements, les substrats utilisés dans le cadre du projet C-SAR ont subi une évolution de leurs préparations de surface en partant d'un simple sablage vers des préparations plus complexes afin de créer des zones d'ancrages préférentielles contrôlées.

Le dernier chapitre présente l'optimisation de la stratégie de balayage de la torche Cold Spray, et donc de la programmation du robot, dans une optique de recouvrement localisé spécifique d'un défaut à recouvrir. L'objectif consiste à mettre en place une démarche d'analyse du défaut afin d'y appliquer une réponse ciblée pour recouvrir spécifiquement la zone à recharger. Les revêtements obtenus seront caractérisés pour déterminer l'impact des différentes stratégies des cinématiques adoptées.

Enfin, une brève discussion conclura cette étude d'optimisation des paramètres du procédé de projection. Après avoir rappelé les principaux résultats présentés tout au long des différents chapitres, nous proposerons des perspectives d'études et des axes d'amélioration.

Sommaire

Intro	oduction générale	12
Chap	pitre 1 : Etat de l'art sur la projection dynamique à froid	17
Int	troduction	
A.	Un peu d'histoire	20
В.	Principe	
C.	Paramètres pouvant influencer la construction du revêtement	
D.	Phénomènes parasitaires intervenant lors du processus	
E.	Avantages et limites du procédé	45
F.	Applications industrielles	
Co	onclusion	
Bil	bliographies	50
Chap	pitre 2 : Aspect expérimental	55
Int	troduction	56
A.	Présentation du projet C-SAR	59
В.	Elaboration des alliages métalliques	63
C.	Elaboration des poudres composites	67
D.	Préparation de surface des substrats	
E.	Elaboration des revêtements par Cold Spray	72
F.	Les moyens de caractérisation	75
Co	onclusion	
Bil	bliographies	80
Chap	pitre 3 : Optimisation des paramètres de projection	83
Int	troduction	
A.	Présentation des matériaux	87
В.	Le phénomène de colmatage	
C.	Prévention du colmatage en optimisant les paramètres de projection	101
D.	Etudes sur les revêtements composites à matrice métallique	122
E.	Le phénomène de cratérisation	133
Co	onclusion	137
Bil	bliographes	138

Chap	pitre 4 : Optimisation de l'adhérence par différents procédés de préparati	on de surface 139
Int	roduction	
A.	L'adhérence	142
В.	Différentes préparations de surface	
C.	Optimisation de l'adhérence pour différents couples	148
Co	nclusion	184
Bib	bliographies	185

Intr	roduction	188
A.	La programmation robotique	190
В.	Etudes préliminaires du comportement robotique sur l'élaboration des revêtements	197
C.	Les essais de recouvrement	202
Cor	nclusion	225
Bib	Bibliographies	

Conclusion générale......227

Annexes	231
Annexe 1 : Dynamique des fluides	233
Annexe 2 : Etude des caractéristiques en vol des particules	237
Annexe 3 : Les techniques de quantification de l'adhérence	254
Annexe 4 : Les paramètres cinématiques clefs en programmation robotique	256
Bibliographies	259

Chapitre 1

Etat de l'art sur la projection dynamique à froid

Introduction

Ce premier chapitre présente le procédé de projection dynamique à froid (Cold Spray) au travers d'un état de l'art. Dans une première partie, l'origine de ce procédé sera présentée. Par la suite, les principes fondamentaux du Cold Spray seront mis en avant. Dans les troisième et quatrième parties, une revue bibliographique permettra de mettre en lumière les paramètres influençant la construction des revêtements. Enfin les avantages et limites du procédé seront présentés.

Sommaire chapitre 1 :

Inti	Introduction		
A.	Un peu d'histoire		0
Β.	Prin	cipe 2	1
E	3.1	Principe de fonctionnement 2	1
E	3.2	Mécanisme de construction de dépôt Cold Spray 2	3
	B.2.	a Impact d'une particule sur substrat2	3
	B.2.	b Processus de construction du revêtement2	5
C.	Para	amètres pouvant influencer la construction du revêtement2	8
(2.1	La buse : de la géométrie au matériau2	8
(2.2	Système de refroidissement de la buse3	1
(2.3	Le gaz principal	3
(2.4	Aspect cinématique	4
(2.5	Distance de projection	6
(2.6	Angle de projection	6
(2.7	La poudre	7
	C.7.	a Composition et structure	7
	C.7.	b Aspect morphologique	8
	C.7.	c Granulométrie	8
(2.8	Le substrat	9
D.	Phé	nomènes parasitaires intervenant lors du processus4	1
[D.1	Rugosité interne de la buse 4	1
[0.2	Création d'une onde de choc 4	2
[0.3	Contraintes résiduelles 4	3
E.	Ava	ntages et limites du procédé4	5
E	E.1	Avantages 4	5
E	E.2	Limites 4	5
F.	Арр	lications industrielles	7
Cor	Conclusion		
Bib	Bibliographies		

A. Un peu d'histoire

La projection dynamique à froid, plus communément appelée Cold Spray, a été développée dans les années 1980 à L'institut de Mécanique Théorique et Appliquée de la Branche Sibérienne de l'Académie Russe des Sciences par le docteur Anatoli Papyrin et ses confrères lors de l'étude d'un écoulement supersonique diphasique dans une soufflerie de l'institut [1], [2]. Au cours de ces essais, ils ont mis en évidence l'action de particules d'aluminium sur un substrat en fonction de leurs vitesses de projection. Les particules d'aluminium à vitesse élevée, au-delà d'une certaine vitesse dite critique, n'érodent plus le substrat mais y adhèrent. Il se forme alors une couche d'aluminium dense [1]. D'après les résultats des essais, le docteur Papyrin et ses collègues en ont conclu que la formation du revêtement était attribuée à la vitesse importante des particules, entre 400 et 500 m/s et non à la faible température des particules en vol (autour de 280 K). Le concept de projection dynamique à froid est alors né. Par la suite, ils ont déposé une grande variété de métaux, d'alliages et de composites sur différents substrats et ainsi démontré la faisabilité de ce procédé pour de nombreuses applications [1]. A. Papyrin a ensuite continué ses recherches aux Etats Unis au sein du National Center for Manufacturing Sciences (NCMS). Le premier brevet américain a été publié en 1994 [3] et le premier brevet européen en 1995 [4]. Aujourd'hui, de nombreuses études sur le procédé s'orientent principalement sur une optimisation de la géométrie des buses de projection, sur la compréhension des mécanismes de formation du revêtement ayant lieu au cours du procédé ainsi que l'étude sur la projection de différents matériaux.

B. Principe

B.1 Principe de fonctionnement

La projection dynamique à froid est une technologie permettant la projection de particules dans leur état solide à grande vitesse sur un substrat [2], [4]. Le schéma de fonctionnement du système est présenté en Figure 1.



Figure 1: Schéma du procédé Cold Spray [1], [4]

Le gaz propulsif (air, azote ou hélium) [1] est introduit sous pression élevée (entre 10 et 55 bars pour les systèmes Cold Spray dits à haute pression) [4], [5]. Une fraction du gaz est utilisée pour acheminer la poudre au niveau de la buse de projection. Le gaz restant est chauffé à haute température (entre 100 et 1000°C) [1], [4] au travers d'un système résistif [5]. Le gaz passe ensuite dans une buse De Laval (Figure 3) possédant une section convergente suivie d'une section divergente [1], [4]. Ce type de buse permet d'accélérer le gaz lors de sa détente afin d'obtenir une forte vitesse d'écoulement en sortie de buse. Les particules, de taille comprise typiquement entre 5 et 100 μ m [6], sont injectées par le bais du gaz porteur dans l'écoulement en amont de la section convergente de la buse puis sont ensuite accélérées par le gaz propulsif afin d'atteindre une vitesse comprise entre 500 et 1200 m/s [6]. Les particules, restant à l'état solide, impactent le substrat en se déformant plastiquement pour former, couche après couche, le revêtement. La distance entre le substrat et la sortie de buse est comprise entre 10 et 100 mm [7].

Les particules ont un comportement différent en fonction de leur vitesse d'impact. Il existe une vitesse dite vitesse critique au-delà de laquelle les particules adhèrent au substrat [8], [9] :

• Quand la vitesse des particules est inférieure à la vitesse critique, les particules rebondissent sur le substrat en l'érodant ;

- Quand la vitesse des particules est supérieure à la vitesse critique, les particules se déforment plastiquement lors du contact sur le substrat et y adhèrent. Le revêtement peut alors se construire (Figure 2);
- Cependant, à une vitesse trop élevée (au-delà de la vitesse critique), les particules érodent à nouveau le substrat (Figure 2)[10].

La vitesse critique pour un même type de matériau peut varier en fonction de la taille des particules et de leurs distributions en taille [11]. Le flux gazeux traversant la buse de projection, ainsi que le comportement des particules dans ce flux ont été étudiés [12]–[16] et sont présentés en annexes.



Figure 2: Diagrammes présentant les vitesses critiques minimales et maximales permettant la formation du revêtement suivant chaque matériau [10]



Figure 3: Schéma simplifié de la buse De Laval [1], [4]

B.2 Mécanisme de construction de dépôt Cold Spray

La compréhension du mécanisme de construction du revêtement a fait et fait toujours l'objet de nombreuses études. Ces dernières portent d'une part sur l'impact d'une seule particule arrivant à la surface du substrat et d'autre part sur le processus de construction complet du revêtement. Cette compréhension se base à la fois sur des études expérimentales et numériques.

B.2.a Impact d'une particule sur substrat

Pour que le mécanisme d'adhésion de la particule sur le substrat cible puisse se faire, la particule doit atteindre une vitesse supérieure ou égale à sa vitesse critique. L'équation semi-empirique suivante permet de prévoir la vitesse critique du matériau à déposer [10] ;

$$v_{c} = \sqrt{\frac{4F_{1}\sigma_{TS}\left(1 - \frac{T_{i} - T_{R}}{T_{m} - T_{R}}\right)}{\rho} + F_{2}C_{p}(T_{m} - T_{i})}}$$
Eq.1

avec v_c la vitesse critique, F₁ et F₂ deux coefficient empirique (F₁ = 1.2 et F₂ = 0.3), σ_{TS} la résistance à la traction, T_i la température avant l'impact, T_R la température ambiante, T_m la température de fusion, p la masse volumique de la particule et C_p la capacité calorifique à pression constante.

La vitesse critique des particules dépend de leurs caractéristiques. Dans les cas de l'aluminium, du magnésium et du cermet aluminium - carbure de silicium, leurs vitesses critiques respectives sont comprises entre 630-670 m/s, 800-850 m/s et 600-650 m/s [17], [18]. Ces valeurs sont données à titre indicatif pour un diamètre moyen de particule de 25 µm. Une augmentation du diamètre de la particule a pour effet de réduire sa vitesse en vol [14], [19], [20]. La morphologie de la particule joue aussi sur sa vitesse de projection. Des particules de morphologie irrégulière vont acquérir une vitesse plus élevée que des particules sphériques [19], [20].

L'adhérence d'une particule s'effectue en trois étapes lors de l'impact (Figure 4) [21], [22] :

- Rupture du film d'oxyde présent sur les surfaces de la particule et du substrat par la déformation des surfaces lors de l'impact;
- Inclusion de la particule dans le substrat grâce à l'énergie cinétique acquise lors de la projection;
- Adhésion de la particule sur le substrat par la formation de liaisons mécaniques entre ces deux éléments.



Figure 4 : Etapes d'adhésion d'une particule sur le substrat [21], [22]

Une étude portant sur l'adhésion d'une particule de titane sur un substrat en titane met en avant un affinement des grains de cette particule. Lors de l'impact, une pression est générée au niveau de la zone de contact particule-substrat (Figure 5). Des contraintes de cisaillement intenses déforment la particule. L'augmentation de la zone de contact entraîne une instabilité de type cisaillement adiabatique. Cette instabilité a pour conséquence une déformation de la particule et l'apparition de jet de matière aux extrémités de cette dernière. Au cours de la déformation, des dislocations se forment allant jusqu'au développement de grains plus petits au sein de la particule, notamment au niveau de la zone de contact. Un réarrangement des grains et un phénomène de recristallisation dynamique apparaît par la suite lorsque la particule atteint une température élevée due à la déformation importante [23], [24].



Figure 5 : Evolution de l'affinage des grains par recristallisation dynamique : a) impact de la particule à la surface du substrat, b) enchevêtrement de dislocations, c) formation de groupes de dislocation et d) rupture, rotation et recristallisation de ces grains [23].

La corrélation entre la montée rapide en température (échauffement adiabatique) et l'évolution de la morphologie de la particule a fait l'objet d'un certain nombre d'études [24]–[27]. Cette instabilité correspond à la couche mince au niveau de l'interface substrat-particule. La température au niveau de cette interface est proche voire au-dessus de la température de fusion du matériau. La simulation de l'évolution de la température d'une particule d'aluminium impactant un substrat en aluminium montre une nette élévation de la température au niveau de l'interface [25]. L'évolution de la température au centre de la particule est moindre (Figure 6).





B.2.b Processus de construction du revêtement

Le revêtement se construit de la même manière que selon le mécanisme d'adhésion d'une particule sur le substrat. Quatre étapes de construction (Figure 7) peuvent être définies [1], [28] :

- 1. Formation de cratères sur la surface du substrat et formation de la première couche ;
- 2. Déformation des particules ;
- Formation de liaisons physiques et métallurgiques entre les particules et réduction des espaces vides entre particules ;
- 4. Densification et écrouissage du revêtement.

Les trois premières étapes sont représentées par la Figure 7. Les étapes 2 et 3 se déroulent en parallèle au fur et à mesure de la construction du revêtement.



Figure 7: Schéma de la formation d'un revêtement par projection dynamique à froid [28]

Lors de l'étape 2, les particules de morphologie sphérique se déforment et tournent sur elles-mêmes afin de réduire les espaces libres entre elles (Figure 8) lors de la collision entre les particules déjà déposées et les particules incidentes. Ces déformations sont possibles uniquement si les particules sont plastiquement déformables et ayant atteint leur vitesse critique. Cela permet la densification du revêtement lors de sa formation. Les propriétés du revêtement final sont liées à ces différentes étapes de formation du revêtement [1], [28].



Figure 8: Schéma représentant le réarrangement des particules entre elles [28]

Des études numériques [25], [29] corrélées avec des observations expérimentales montrent une nette différence entre la ou les premières couches avec les couches supérieures. Ces études mettent en avant une déformation plus importante des premières couches (Figure 9).

Cette observation découle du fait que les particules de la couche supérieure ne sont compactées que par leur propre impact cinétique tandis que les particules des couches les plus profondes, proches de

l'interface, sont en plus compactées par les impacts successifs des particules des couches supérieures. Cependant, suivant certaines études [23], [25], [30], seuls les grains en surface des particules subissant une recristallisation dynamique sont responsables de l'adhérence des particules entre elles et avec la surface du substrat. La Figure 10 présente un mécanisme de recristallisation dynamique au niveau de l'interface entre deux particules [30].



Figure 9 : Schéma présentant les zones de déformation plastique des particules déposées par Cold Spray [25]



Figure 10 : Schéma montrant un mécanisme de recristallisation dynamique entre particules : microstructure avant projection, b) propagation de dislocations et rotation des plans lors de l'impact, c) accumulation des déformations et formation de nouveaux grains afin d'accueillir la déformation, d) allongement des grains formés, e) formation de grains fortement désorientés [30]

C. Paramètres pouvant influencer la construction du revêtement

Les propriétés du revêtement final obtenu par projection dynamique à froid dépendent du processus de construction du revêtement. Cette construction résulte de l'empilement de particules solides qui se déforment plastiquement lors de leur impact sur le substrat puis sur les couches déjà formées. Cette capacité à former le revêtement est intimement liée aux caractéristiques des particules mais aussi à la vitesse en vol de ces dernières. Au cours de ces dernières années, de nombreuses recherches ont été réalisées afin d'une part de comprendre et de maîtriser les paramètres de projection et, d'autre part, de les optimiser. Dans les paragraphes suivants, les principaux facteurs pouvant avoir un impact sur la construction du revêtement sont présentés [31].

C.1 La buse : de la géométrie au matériau

Le dimensionnement de la buse de projection fait l'objet de nombreuses recherches dans le but d'accroître la vitesse des particules sans atteindre une pression et une température trop importantes [32]. La buse doit permettre l'accélération des particules jusqu'à leur vitesse critique, variable suivant le matériau utilisé. La longueur de la section divergente ainsi que le rapport de la section de sortie sur la section du col (rapport d'expansion) ont un effet sur l'accélération du gaz et donc sur la vitesse des particules. Le rapport d'expansion optimal doit être compris dans l'intervalle de 4 à 6.25 pour l'accélération des particules [33], [34]. Cette équation est valable pour une buse circulaire :

$$E_r = \frac{\pi r_s^2}{\pi r_G^2}$$
 Eq.2

avec E_r le rapport d'expansion, r_s le rayon de la section de sortie de la buse et r_G le rayon du col de la buse.

Des études ont mis en avant que le choix des diamètres de sortie et du col dépend de la combinaison entre la température et la pression du gaz ainsi que du diamètre des particules [33], [34]. Pour un type de gaz à une température donnée et à différentes pressions, la vitesse des particules augmente avec le diamètre de la section de sortie. Pour chacune des pressions, la vitesse des particules atteint un maximum pour un certain diamètre (Figure 11).



Figure 11: Effet de la pression du gaz sur le diamètre optimal de la sortie de buse [32]

La Figure 12a montre la variation de la vitesse des particules selon le diamètre de sortie à différentes températures sous azote. Le diamètre optimal diminue de 5.4 à 4.6 mm lorsque la température du gaz augmente. Le choix du type de gaz utilisé impacte aussi sur le diamètre de sortie. Sous azote, le diamètre de sortie doit être plus important que sous hélium [33], [34] (Figure 12b).

De même, le choix de la distribution granulométrique de la poudre impacte sur la vitesse des particules, pour un même type de gaz aux mêmes température et pression. Plus la particule est fine, plus la vitesse est importante. Le diamètre optimal de sortie augmente avec la diminution de la taille des particules [33], [34] (Figure 13a).



Figure 12: a) Effet de la température sur le diamètre optimal de la sortie de buse, b) Effet du type de gaz sur le diamètre optimal de la sortie de buse [32]



Figure 13: a) effet du diamètre des particules sur le diamètre optimal de la sortie de buse et b) effet de la longueur de la section divergente sur le diamètre optimal de la sortie de buse [32]

La longueur de la section divergente impacte aussi sur l'accélération des particules (Figure 13b) : une longueur de divergent importante va accroître la vitesse des particules mais le diamètre de sortie doit aussi augmenter. Cependant, la longueur de divergent ne doit pas être trop importante de telle sorte que le nombre de Mach du gaz ne dépasse pas 3 afin de minimiser l'impact de l'onde de choc [32]–[34].

Le dimensionnement du col de la buse peut aussi être pris en compte. Pour une même longueur de divergent et pour les mêmes paramètres cinétiques, l'augmentation du diamètre du col entraîne une diminution du rapport d'expansion lorsque le diamètre de sortie de la buse reste constant [32], [32], [33] (Figure 14). Le choix dans le dimensionnement de la buse découle donc du choix des paramètres cinétiques (gaz, température, pression) mais aussi des caractéristiques de la poudre (diamètre, forme).



Figure 14: Effet du diamètre de la gorge sur le rapport optimal d'expansion de la buse [32]

Au-delà de l'aspect géométrique de la buse, le matériau composant cette dernière est aussi à prendre en compte. En effet, certaines buses sont limitées en température (Figure 15) : celle référencée PBI type 33 en polymère PBI (Poly-Benzo-Imodazole) utilisable jusqu'à 400°C et celle référencée MOC type 24 en cermet (WC-Co) de la société CGT jusqu'à 550°C, température d'oxydation du matériau. Une buse en SiC peut alors supporter des températures au-delà de 800°C et des pressions de plus de 40 bars [35]. Le choix de la géométrie et de la nature de la buse sera dépendant des paramètres cinématiques du procédé ainsi que des caractéristiques de la poudre utilisée.



Figure 15: Types de buse utilisés en Cold Spray (MOC type 24 en WC-Co et PBI type 33 en PBI) [35]

C.2 Système de refroidissement de la buse

La construction du revêtement par projection dynamique à froid dépend de la vitesse des particules. Dans le but d'atteindre la vitesse critique, la pression et la température du gaz principal peuvent être relativement importantes. L'augmentation de température du gaz et donc des particules peut entraîner le colmatage de la buse, empêchant par la suite son bon fonctionnement. Le phénomène de colmatage découle d'une adhésion des particules de poudre, notamment les plus fines, sur la surface interne de la buse. Pour limiter ce phénomène, un système de refroidissement à air ou, plus efficace, à eau peut être ajouté sur la buse (Figure 16) [36]. Ce système permet ainsi d'évacuer de manière plus efficace, via un fluide caloporteur, la chaleur arrivant sur les parois extérieures de la buse.



Figure 16: Pistolet de projection dynamique à froid comportant un système de refroidissement [37]

La présence de ce système de refroidissement ne semble pas affecter de manière significative la vitesse ainsi que la température des particules et du gaz principal lors des essais de projection. Pour des paramètres cinétiques fixés et un diamètre de poudre de 20 µm, les différences de vitesse et de température du gaz principal et des particules, pour un système sans ou avec refroidissement, est faible (Figure 17) [36].





C.3 Le gaz principal

Usuellement, un certain nombre de gaz, tel que l'hélium, l'azote ou encore l'air, peuvent être utilisés comme gaz vecteur dans la projection dynamique à froid. L'expression de la vitesse de ces gaz peut se faire par le biais de l'équation de la vitesse du son suivante [28] :

$$a = \sqrt{\frac{\gamma RT}{M}}$$
 Eq.3

avec γ le rapport des capacités calorifiques définies à pression et volume constants (1.4 pour un gaz diatomique et 1.66 pour un gaz monoatomique), R la constante des gaz parfaits (8.314 J.mol⁻¹.K⁻¹), T la température du gaz (K) et M la masse molaire du gaz (kg.mol⁻¹).

Dans le cadre de cette équation, l'augmentation de la température ou/et la diminution de la masse molaire du gaz vecteur permettent d'accroître la vitesse de ce dernier. L'utilisation d'un gaz par rapport à un autre change de manière importante la vitesse de projection. En effet, l'utilisation de l'hélium comme gaz porteur comparativement à l'azote permet un gain de 60% de la vitesse du gaz pour les mêmes température et pression d'injection. Cependant, la faible densité de l'hélium limite sa capacité à transmettre sa quantité de mouvement aux particules [33]. En comparaison avec l'azote, l'utilisation de l'air diminue la vitesse des particules de 6% et l'argon entraîne une baisse de 7% [28].

La température et la pression du gaz vecteur influent directement sur sa vitesse et de manière indirecte sur la vitesse des particules. La température est indépendante de la pression [31].

L'impact de l'augmentation de la pression sur la vitesse du gaz est significatif [37], [38]. En effet, quel que soit le gaz utilisé, la vitesse de ce dernier augmente toujours. Nous pouvons aussi noter que la vitesse avec l'hélium reste supérieure à celle atteinte avec l'azote (Figure 18a).





L'augmentation de la température entraîne aussi une augmentation de la vitesse du gaz et donc de celle des particules ainsi que de leurs températures (Figure 18b). L'augmentation de la température des particules lors de l'impact permet d'améliorer la déformation et l'adhésion de ces dernières [16], pour une densité du revêtement et un rendement comparables à plus faible température du gaz vecteur [37], [38].

C.4 Aspect cinématique

Au-delà des paramètres dimensionnels ainsi que des différents dispositifs (système de chauffage et de refroidissement) présents sur la buse de projection, les paramètres (pression, température, particules) peuvent être optimisés pour chacun des matériaux [16]. Ces différents paramètres influent sur la vitesse des particules (v_{pi}) mais aussi sur leur vitesse critique (v_{cr}) (Figure 19) [39]. En effet, une hausse de la température du gaz principal augmente la vitesse des particules mais diminue par la même occasion leur vitesse critique. Cela peut s'expliquer par la réduction de la limite d'élasticité de la particule avec l'augmentation de température de celle-ci. Au niveau des caractéristiques de la particule, sa densité et son diamètre peuvent influer sur sa vitesse mais aussi sur la vitesse critique du matériau.

meter	Effect on v _{pi}	Effect on v _{cr}
icle		
lting temperature		1
ecific heat		1
rdness		1
nsity	$\uparrow\downarrow$	\downarrow
e	t↓	\downarrow
mperature	1	\downarrow (a)
essure	↑	
zle		
ngth	\uparrow	
agth Presuming that particle tempo perature	↑ erature increases v	with

Figure 19: Effets des paramètres du gaz porteur et des particules sur la vitesse des particules et la vitesse critique [39]

Les caractéristiques du revêtement peuvent se concevoir en fonction d'un paramètre adimensionnel η défini comme le rapport de la vitesse d'impact de la particule sur la vitesse critique d'impact de la particule [39].

$$\eta = \frac{v_{pi}}{v_{cr}}$$
 Eq.4

Ce paramètre adimensionnel η peut s'exprimer en fonction du type de matériau utilisé, et des paramètres du procédé (diamètre de la particule, température et pression du gaz). L'équation suivante découle d'une étude réalisée dans le but de déterminer une carte de paramètres optimaux pour la projection du cuivre en utilisant une buse référencée MOC type 24 et de l'azote [39].

$$\eta = \left[\frac{v_{cr}^{ref}}{a_{ref}} \left(\frac{d_p}{d_p^{ref}}\right)^{-0.18} \sqrt{1 - \frac{T_{pi}}{T_m}} \left(1 + 0.32 \sqrt{\frac{C_d L_d p_0 (1+k)}{\rho_p d_p k R T_0}}\right) \left(1 + \frac{P_0 \delta}{R T_0 d_p}\right)\right]^{-1}$$
Eq.5

avec v_{cr}^{ref} la vitesse critique de référence de la particule, a_{ref} la vitesse de référence de la particule, d_p le diamètre de la particule, d_p^{ref} le diamètre de référence de la particule, T_{pi} la température d'impact de la particule, T_m la température de fusion de la particule, C_d coefficient de traînée, L_d longueur de la section divergente de la buse, P_0 la pression du gaz principal, k le rapport de la chaleur spécifique du gaz principal, ρ_p la densité de la particule, R la constante des gaz parfaits, T_0 la température du gaz principal et δ l'épaisseur caractéristique de la couche limite de l'onde de choc.

La construction des cartes de paramètres pour le cuivre a été effectuée en prenant l'équation précédente. Le terme T_{pi} a été remplacé par l'équation suivante afin de s'affranchir de la température d'impact de la particule.

$$T_{pi} = 150 + 0.5T_0$$
 Eq.6

Avec T_{pi} la température d'impact de la particule et T_0 la température du gaz principal.

Les cartes de paramètres présentent la zone optimale de projection en fonction de certains paramètres de projection pour le cas du cuivre (Figure 20). Ces cartes peuvent être utilisées comme guide pour optimiser et développer le système de projection dynamique à froid.




C.5 Distance de projection

En projection dynamique à froid, la distance de tir peut être comprise entre 10 et 100 mm. Cependant, afin de limiter les interactions entre le flux de particules et l'air ambiant, la distance optimale est généralement comprise entre 20 et 50 mm [40], [41]. En effet, la température des particules à tendance à diminuer avec l'augmentation de la distance. Cela diminue par la même occasion le rendement final. De plus, en sortie de buse, la vitesse des particules peut augmenter ou diminuer en fonction des conditions d'écoulement du gaz et en fonction de la vitesse relative particules-gaz. Cependant, deux mécanismes concurrents peuvent affecter la vitesse des particules à la sortie de la buse [40] :

- L'effet de l'accélération ou de la décélération des particules soumises à l'écoulement du gaz ;
- La décélération des particules causée par la présence de l'onde de choc près de la surface du substrat.

C.6 Angle de projection

Usuellement, l'angle de projection des particules sur le substrat se situe autour de 90° pour obtenir un rendement maximum. Cette règle s'applique sans problème lors des essais sur des échantillons simples ayant une surface plane. Cependant, avec des substrats ayant une géométrie plus complexe, l'angle de projection peut varier en fonction de la position de la torche. Le rendement de projection est d'autant plus affecté que l'angle s'écarte de 90°. Trois domaines peuvent être mis en avant [11], [42] :

- Entre 90° et 80°, le rendement est maximum ;
- Entre 80° et 50°, le rendement diminue de manière drastique jusqu'à tendre vers une valeur nulle. Dès 60° le rendement maximal est généralement divisé par deux ;
- En dessous de 40°, le rendement est nul.

La vitesse des particules se décompose en deux parties, la vitesse normale (U_n) et la vitesse radiale (U_t) (Figure 21) [11], [31].

$$\begin{cases} U_n = U \sin \theta \\ U_t = U \cos \theta \end{cases}$$
 Eq.7

En projection, seule la composante normale est prédominante, la seconde étant négligeable. Donc, lorsque l'angle θ diminue, la vitesse diminue aussi. Cela provoque une diminution des liaisons mécaniques entre les particules et le substrat [43], [44]. Les épaisseurs déposées vont décroître avec la diminution de l'angle de projection.



Figure 21: Composantes normale et tangentielle de la vitesse d'impact d'une particule [11], [31]

C.7 La poudre

Le choix de la poudre influe directement sur la construction du revêtement et de ses propriétés. En effet, les principales caractéristiques de la poudre impactant le revêtement sont la nature des poudres utilisées (alliages d'aluminium, alliage de magnésium, carbure de silicium dans ces travaux), la répartition granulométrique ou encore le facteur de forme des particules [4], [45], [46].

C.7.a Composition et structure

La structure cristallographique d'une poudre, ainsi que sa composition, influent sur la construction du revêtement. Ces poudres sont choisies suivant les propriétés attendues du revêtement. Dans le cadre de la projection dynamique à froid, les poudres métalliques sont essentiellement utilisées pour leurs capacités de déformation plastique importante. Ces poudres peuvent être regroupées dans les familles de structure cristallographique suivantes :

- Réseau cubique face centré (cfc) : aluminium, cuivre, argent, or, nickel ;
- Réseau cubique centré (cf) : tungstène, tantale, molybdène, vanadium, chrome, titane (β) ;
- Réseau hexagonal compact (hc) : cadmium, zinc, cobalt, titane, magnésium.

Parmi ces trois types de réseaux cristallographiques, les cfc possèdent un plus grand nombre de plans de glissement, leur conférant ainsi une plus grande capacité de déformation plastique. Tandis que les hc possèdent moins de plans de glissement, leur donnant au contraire une capacité de déformation plastique plus faible [46]–[48].

Les céramiques telles que les carbures (SiC), les oxydes (Al₂O₃) ou encore les nitrures (BN) de structures cristallines tétragonales ou trigonales ont une faible capacité de déformation plastique. Elles vont avoir tendance à se fissurer lors de l'impact et ne pas s'accrocher au substrat, voire l'éroder. Les céramiques nécessitent dans la plupart des cas un support métallique leurs permettant de se fixer par ancrage sur

le substrat. Des composites à matrice métallique et renfort céramique peuvent alors être projetés [17], [46], [49].

La présence d'oxyde autour des particules et à la surface du revêtement peut limiter la formation des liaisons mécaniques entre les particules elles même et entre les particules et le substrat. Les particules doivent atteindre une certaine vitesse afin de rompre, lors de l'impact, cette couche d'oxyde et de permettre ainsi la formation de liaisons mécaniques nécessaire à la construction du revêtement [28].

C.7.b Aspect morphologique

En fonction du procédé d'élaboration des poudres, ces dernières peuvent avoir un aspect irrégulier ou bien un aspect sphérique. De nombreuses études [19], [20], [50], [51] ont été menées dans l'optique de comprendre le comportement en vol de ces particules. Il a été montré que des particules irrégulières atteignent des vitesses de projection plus importantes que des particules sphériques. Cela découle d'un coefficient de traînée plus important dans le cas d'une particule irrégulière, qui induit alors un rendement de projection plus important [52]. Cependant, le comportement des particules dans le gaz est plus complexe que les simulations théoriques. Les particules peuvent entrer en collision avec d'autres et cela plusieurs fois en vol, perdant ainsi une partie de leur énergie et se déformant mécaniquement [41], [53]–[55]. Cela peut entraîner une modification de la taille et de la forme des particules avant leur impact à la surface du substrat. Une étude [56] a mis en avant une meilleure adhérence des revêtements dans le cas de l'utilisation d'une poudre sphérique par une collision en vol plus importante dans le cas des particules irrégulières et donc une fragmentation plus importante de ces particules irrégulières et donc une fragmentation plus importante de ces particules qui ont alors une capacité de déformation et une quantité d'énergie plus faible lors de l'impact sur le substrat. Ces revêtements ont alors en général une moins bonne adhérence.

C.7.c Granulométrie

La distribution granulométrique de la poudre influe sur la vitesse des particules [28]. Pour des conditions de projection fixées en pression, température et nature du gaz, l'accélération des particules est croissante avec la diminution de la taille de ces dernières [20]. En raison de la différence de masse entre les particules de taille différente, la cinétique des particules varie d'autant plus que leur taille diminue [57], [58]. De la même manière, la température du gaz porteur affecte d'autant plus les particules que leur taille diminue [33], [57]. Les fines particules vont voir leur température varier de manière importante et, au contraire, les plus grosses particules vont avoir tendance à garder une température constante à partir du col de la buse [57] (Figure 22).

Cependant, l'utilisation d'une poudre trop fine, en dessous de 5 µm, peut perturber le fonctionnement du distributeur qui aura tendance à se colmater [4]. De plus, ces poudres sont aussi affectées par le phénomène d'onde de choc qui intervient près de la surface du substrat, ralentissant de manière importante la cinétique des particules de faible taille [59]. Les particules vont rebondir à la surface du substrat et ne pas y adhérer.

Le choix d'une poudre trop forte en taille, au-delà de 80 µm, est limitant. En effet, ces poudres auront plus de difficultés pour atteindre la vitesse critique nécessaire à la formation du revêtement [28]. Elles se déformeront plus difficilement lors de l'impact entraînant la formation de porosités dans le revêtement. Si les particules sont trop grandes en taille, elles vont rebondir à la surface du substrat et ne pas y adhérer.



Figure 22: Variations de la température et de la vitesse du gaz et des particules dans la buse et en sortie, D(p1) ~5 μm, D(p2)~35 μm et D(p5)~80 μm [57]

C.8 Le substrat

Un certain nombre de facteurs tels que la rugosité de surface ou encore la densité du substrat peuvent influencer l'adhésion des particules impactant sur celui-ci [45], [60], [61]. La dureté et donc la déformation potentielle du substrat est variable en fonction du type de matériau employé [62]. L'adhérence des particules sur le substrat dépend de la déformation entre substrat et particules lors de l'impact [60]. Si la déformation du substrat diminue, alors l'adhérence des particules aussi. Les particules vont aussi se déformer d'autant plus que le substrat sera dur et inversement. De manière

générale, les premières particules impactant à la surface du substrat peuvent générer une rugosité de surface [61] et activer la surface en y éliminant la couche d'oxyde.

Seules les premières couches d'un revêtement jouent un rôle dans l'adhérence [63], [64]. Afin d'améliorer cette adhérence, différentes possibilités existent, allant de la modification de la rugosité de surface à la réalisation d'un préchauffage avant projection.

La modification de la rugosité de surface peut se faire avec différents procédés. Quelques études [46], [63], [65] ont mis en avant l'impact de la taille des grains utilisés lors du sablage du substrat. Une augmentation de la rugosité de surface permet d'accroître le rendement de projection ainsi que l'adhérence.

Des études [64]–[67] ont mis en avant le rôle du préchauffage dans l'amélioration de l'adhérence du revêtement, notamment dans le cas des revêtements en alliage d'aluminium [67]. Le préchauffage du substrat joue un rôle sur la formation de liaisons mécaniques lors de la construction des premières couches du revêtement [64], en augmentant la capacité du substrat à se déformer plastiquement.

D. Phénomènes parasitaires intervenant lors du processus

Lors de la réalisation des revêtements, un ensemble de phénomènes non désirés et difficilement contrôlables peuvent influencer le processus de construction du revêtement [31]. Ces phénomènes sont l'influence de la rugosité interne de la buse [13], la présence d'une onde de choc proche de la surface du substrat [68] et la présence de contraintes résiduelles au niveau du substrat [69].

D.1 Rugosité interne de la buse

L'état de surface interne de la buse ne peut être parfait. Cela découle de la difficulté d'usinage des pièces coniques mais aussi de l'érosion de cette surface par les particules projetées lors des différents essais. Au fil du temps, l'état de surface risque de se détériorer, entraînant une croissance de la rugosité de surface et du nombre de points d'accroche des particules au sein de la buse [13], [31]. Le phénomène de colmatage devient alors plus important. Cette modification de surface peut avoir aussi pour effet de modifier la circulation du flux gazeux et donc d'accroître les turbulences. Ces dernières peuvent induire une réduction de la vitesse des particules et donc du rendement (Figure 23). La vitesse des particules est d'autant plus affectée que la rugosité augmente. Si cette rugosité est trop importante, la vitesse des particules peut alors passer en dessous de la vitesse critique. Afin de limiter ce phénomène, il est préférable d'utiliser des matériaux durs tels que des céramiques pour concevoir les buses.



Figure 23: Variation de la vitesse des particules suivant la variation de rugosité interne de la buse [13], [31]

D.2 Création d'une onde de choc

La courte distance entre l'échantillon et le substrat entraîne la formation d'une onde de choc dans cet intervalle (Figure 24). Cette onde de choc résulte de la violence de l'impact du flux gazeux sur la surface de l'échantillon. Cette dernière peut avoir un impact non négligeable sur la vitesse des particules de faible granulométrie [68].



Figure 24: Schéma présentant l'impact de l'onde de choc [68]

L'onde de choc découle de l'interaction entre le flux supersonique et la zone de perturbation située à la surface de l'échantillon. Elle entraîne une modification des propriétés du flux gazeux telles que la pression, la température, la densité et la vitesse. Cette perturbation se transmet à travers le flux par des ondes de pression infinitésimales se déplaçant à la vitesse du son. Dans le cas d'un flux subsonique, ces pressions peuvent se déplacer en sens inverse du flux. Ce dernier adapte alors ses propriétés à la situation lorsqu'il détecte la présence d'une perturbation en aval. Dans le cas d'un flux supersonique, ces ondes de pression ne peuvent remonter en amont et le flux n'est plus sensible aux perturbations. Le changement des propriétés du flux se fait de manière brutale. Il se forme alors une onde de choc, qui va avoir pour effet de ralentir le flux à une vitesse subsonique. Cela permet aux ondes de circuler de la même manière que dans le cas d'un flux subsonique [68].

La zone d'impact du flux gazeux peut se décomposer en trois parties (Figure 25) [14] :

- Partie 1 : Le flux est libre de toute perturbation. Aucun obstacle n'est présent ;
- Partie 2 : Le flux impacte la surface du substrat. Les gradients de vitesse sont très importants.
 Une bulle de haute pression se forme dans laquelle le fluide circule. Il y a une perturbation des pressions au niveau de la surface du substrat ;
- Partie 3 : Zone radiale à l'impact du fluide où le gaz est évacué.



Figure 25: Décomposition de l'impact du flux sur la surface du substrat [14]

Plus le flux initial est rapide, plus il va décélérer et plus sa densité va augmenter. Pour une valeur de Mach supérieure à 3, la perte de vitesse des particules est importante, de l'ordre de 15 à 55% suivant leur taille. La géométrie de la buse doit idéalement être dimensionnée de telle sorte que le nombre de Mach soit compris entre 1.5 et 3.

D.3 Contraintes résiduelles

Lors de la formation du revêtement, des contraintes de compression apparaissent dans le dépôt mais aussi au niveau de l'interface substrat-revêtement (Figure 26) [69], [70]. Ces contraintes ont une intensité croissante de la surface du dépôt vers l'interface. Au niveau de cette dernière, le substrat subit une perturbation mécaniquement localisée due aux contraintes induites lors de la préparation de surface (sablage) mais aussi lors de l'impact des premières particules pendant la projection. La concentration de contraintes au niveau des porosités peut favoriser la formation et la propagation de fissures. Ces contraintes sont amplifiées par l'impact des particules formant le dépôt. De plus, un trop fort débit de poudre peut créer localement un effet de martèlement conduisant à la formation de contraintes importantes. Ces dernières peuvent ainsi provoquer une décohésion au niveau de l'interface substrat-revêtement [71].



Figure 26 : Contraintes résiduelles dans un revêtement de cuivre sur substrat en cuivre [31], [70]

E. Avantages et limites du procédé

E.1 Avantages

Le procédé par projection dynamique à froid présente de nombreux avantages en comparaison avec d'autres procédés de projection thermique [1], [6], [72] :

- Limite l'oxydation des particules lors de la projection et la présence de phases indésirables dans le revêtement ;
- Absence de fusion des particules lors de la projection et donc absence de changement de phases ;
- Bonne conductivité thermique et électrique du revêtement ;
- Permet de construire des revêtements avec une densité importante (porosité inférieure à 1%);
- Possibilité de projeter des matériaux sensibles à la température tels que l'aluminium, le cuivre et le magnésium ;
- Projection de particules de diamètre compris entre 5 et 80 μm ;
- Travail possible avec différents types de matériaux ;
- Préparation minimale du substrat (masquage facile, courte distance de tir) ;
- Chauffage minimal du substrat et du gaz porteur ;
- Rendement de projection élevé selon les cas;
- Diminution des risques lors de la projection due à l'absence de gaz à haute température, l'absence de radiation et de gaz explosifs.

E.2 Limites

La projection dynamique à froid comporte aussi quelques limites [1], [6], [72] :

- Les matériaux durs tels que les céramiques ne peuvent dans la plupart des cas être projetés seuls sur le substrat. Ces matériaux doivent être projetés accompagnés de matériaux ductiles qui jouent le plus souvent le rôle de matrice ;
- Le substrat doit aussi avoir une certaine ductilité afin de permettre l'accrochage des particules ; toutefois, des dépôts métalliques ont été réalisés sur des substrats céramiques ;
- Le débit de gaz est élevé, induisant une consommation importante de ce dernier. Or certains gaz restent chers, comme l'hélium (Figure 27) ;

- Les poudres doivent avoir une granulométrie comprise entre 5 et 70 μm afin d'acquérir la vitesse adéquate pour former le dépôt ;
- Les nuisances sonores liées au fonctionnement du dispositif peuvent être gênantes (70 à 120 dB).

Gas	Sonic velocity (m/s)	Density at s.t.p. (kg/m³)	Inert or reactive	Cost
Air (80% N2 + 20% O2)	343	1.225	Reactive	Cheap
Nitrogen (N ₂)	349	1.185	Partially inert	Cheap
Hydrogen (H ₂)	1303	0.085	Reactive	Expensive
Argon (Ar)	319	1.69	Inert	Expensive
Helium (He)	989	0.168	Inert	Very expensive

s.t.p., Standard temperature and pressure; s.t.p. is 101325Pa and 15°C

Figure 27: Tableau regroupant quelques paramètres clefs des gaz utilisés en Projection dynamique à froid

F. Applications industrielles

Depuis sa présentation pour la première fois aux Etats-Unis en 1995, la projection dynamique à froid, technologie émergeante, commence à se développer dans de nombreux secteurs industriels allant des transports au biomédical en passant par le domaine de l'électronique. La projection dynamique à froid peut être utilisée pour de nombreuses applications comme la construction de pièces massives, la réalisation de revêtements de protection ou/et fonctionnels ou encore comme système de réparation de pièces endommagées [45], [46].

Pour la projection de revêtements composite ou magnésium dans le secteur aéronautique et de l'aérospatial, la projection dynamique à froid est une technologie prometteuse comparativement aux techniques conventionnelles (frittage, soudage, cerclage,...) permettant la récupération de pièces à forte valeur ajoutée. Actuellement de nombreuses recherches sont réalisées sur l'aluminium et ses alliages afin de les utiliser pour la réparation de pièces. Cette technique permet de récupérer la géométrie de certaines pièces présentes sur les avions et les hélicoptères (structure, turbines moteur,...) [8], [73].

Aux Etats-Unis, en 2006, le Laboratoire de recherche de l'armée américaine, avec l'appui d'ESTCP (Environmental Security Technology Certification Program) du Ministère de la Défense des Etats-Unis, a développé le procédé pour des applications de réparation sur composants aéronautiques en alliages de magnésium et d'aluminium [74], [75]. Depuis 2012, cette technologie est utilisée pour réaliser des revêtements de protection mais aussi comme procédé de réparation sur des pièces aéronautiques en alliage de magnésium présentes notamment sur des UH-60 Black Hawk. Dans la continuité, un programme en collaboration avec le groupe aéronautique MOOG, Inc. [76], [77] est mis en place afin d'élargir le champ de la réparation à tout type de pièces aéronautiques au travers d'installations modulables.

Les canadiens CenterLine Windsor Ltd en collaboration avec Accuwright Industries (U.S.A.) ont aussi mené récemment (2010) avec succès des programmes de réparation de pièces en alliages d'aluminium et de magnésium par Cold Spray [78]. Un programme de remplacement des dépôts d'aluminium en phase vapeur (procédé IVD) par des dépôts Cold Spray est également en cours au sein de Boeing.

En Europe, TWI (The Welding Institute) met en avant le développement du Cold Spray sur son site de Sheffield [79] et a mené entre autres des investigations sur la projection d'aluminium et de composites CMM (Al-SiC). TWI a mis au point la réparation d'hélices de Transall C-60 par un revêtement de la série 2000 projeté par hélium dans un objectif d'amélioration du comportement en fatigue ainsi que la réparation d'un carter de train d'atterrissage de CH 53 par un revêtement d'alliage d'aluminium 7075. Parallèlement, le projet CORSAIR, consortium d'entreprises présentes dans différents pays d'Europe (Allemagne et Angleterre principalement), met en place un programme sur le développement et l'optimisation du procédé Cold Spray pour la réparation de pièces aéronautiques en alliage d'aluminium et de magnésium [80], [81], dans un souci de réduction des coûts de réparation et du respect de l'environnement.

Le secteur automobile s'intéresse également au procédé Cold Spray, qu'il considère comme particulièrement propre et respectueux de l'environnement, comme en témoigne le projet REGAL (Revêtements Epais à Gain environnementAL – FUI10) [82]. Ce dernier s'articule autour du développement technologique d'applications ciblées sur le domaine des pièces mécaniques et de carrosseries automobiles, des travaux publics et du biomédical.

Cette technologie peut servir aussi à réaliser des revêtements de protection contre la corrosion notamment dans le domaine de la pétrochimie. Tout comme l'aluminium, d'autres matériaux comme le cuivre, le titane ou encore le magnésium sont étudiés comme revêtements pour certains domaines tels que l'électronique, l'aérospatial ou encore les biomatériaux.

La projection dynamique à froid peut aussi avoir de nombreuses autres applications et domaines d'activités avec des revêtements métalliques et composites variables [46] :

- Biomédical : revêtement sur prothèses ;
- Aérospatial : revêtements résistant à la fatigue ;
- Chimie : améliorer la résistance à la corrosion ;
- Traitement des minerais : améliorer la résistance à la corrosion et à l'érosion ;
- Electronique : création de surface dissipatrice de chaleur ou encore supraconducteur ;
- Pétrole et gaz : améliorer la résistance à la corrosion.

Conclusion

En conclusion, le procédé de projection dynamique à froid dit Cold Spray a fait et fait toujours l'objet de nombreuses recherches depuis les années 1990. Ces recherches, expérimentales et numériques, à la fois sur les paramètres de projection, les poudres projetées mais aussi sur la construction du revêtement en lui-même ont permis d'accroître la compréhension de ce procédé. Ses avantages font du Cold Spray une technologie prometteuse pour de nombreuses applications dans le monde industriel, notamment pour la réparation aéronautique.

Cet état de l'art sur les différents points clefs du procédé Cold Spray permettra de mettre en évidence les points à optimiser pour les différents couples substrat - revêtement étudiés. Au travers du chapitre suivant, les contraintes du projet C-SAR ainsi que les moyens mis en œuvre pour y répondre seront présentés.

Bibliographies

- [1] V. K. Champagne, *The cold spray materials deposition process: fundamentals and applications*. Cambridge; Boca Raton: Woodhead; CRC Press, 2007.
- [2] J. Villafuerte, « Current and future applications of cold spray technology », *Organic finishing*, Ontario, Canada, p. 37-39, 2010.
- [3] A. Papyrin, A. P. Alkhimov, V. F. Kosarev, N. I. Nesterovich, et M. M. Shushpanov, « Method and device for coating », EP 0 484 533 B1.
- [4] H. Kreye et T. Stoltenhoff, « Cold spraying A study of process and coating characteristics », p. 419 -422.
- [5] W. Kroemmer, P. Heinrich, et P. Richter, « Cold spraying Equipment and application trends », in Thermal Spray 2003: Advancing the Science & Applying the Technology, Ohio, USA, 2003, p. 97-102.
- [6] M. Yandouzi et B. Jodoin, « Restoration of damaged aircraft skin by cold spray technique The advantages and the challenges », in *Thermal Spray 2012: Proceeding from the International Spray Conference and Exposition*, Houston, Texas, USA, 2012, p. 345-350.
- [7] W.-Y. Li, C. Zhang, X. P. Guo, G. Zhang, H. L. Liao, C.-J. Li, et C. Coddet, « Effect of standoff distance on coating deposition characteristics in cold spraying », *Mater. Des.*, vol. 29, n° 2, p. 297-304, janv. 2008.
- [8] J. Karthikeyan et C. M. Kay, « Cold spray technology An industrial perspective », in *Thermal Spray* 2003: Advancing the Science & Applying the Technology, Ohio, USA, 2003, p. 117-121.
- [9] J. Karthikeyan, « Cold spray technology », Adv. Mater. Process., p. 33-35, mars 2005.
- [10] T. Schmidt, F. Gärtner, H. Assadi, et H. Kreye, « Development of a generalized parameter window for cold spray deposition », *Acta Mater.*, vol. 54, n° 3, p. 729-742, 2006.
- [11] C. J. Li, W. Y. Li, Y. Y. Wang, et H. Fukanuma, *Effect of spray angle on deposition characteristics in cold spraying*. May, 2003.
- [12] R. C. Dykhuizen et M. F. Smith, « Gas dynamic principles of cold spray », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 7, n° 2, p. 205–212, 1998.
- [13] T. Han, Z. Zhao, B. A. Gillispie, et J. R. Smith, « A fundamental study of the kinetic spray process », présenté à International Thermal Spray Conference, Osaka, Japon, 2004.
- [14] M. Grujicic, C. . Zhao, C. Tong, W. . DeRosset, et D. Helfritch, « Analysis of the impact velocity of powder particles in the cold-gas dynamic-spray process », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 368, nº 1-2, p. 222-230, 2004.
- [15] T. Stoltenhoff, H. Kreye, et H. J. Richter, « An analysis of the cold spray process and its coatings », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 11, n° 4, p. 542–550, 2002.
- [16] R. C. Dykhuizen et R. A. Neiser, « Optimizing the cold spray process », in *Thermal Spray 2003:* Advancing the Science & Applying the Technology, Ohio, USA, 2003, p. 19-26.
- [17] E. Sansoucy, L. Ajdelsztajn, B. Jodoin, et P. Marcoux, « Properties of SiC-Reinforced Aluminum Alloy Coatings Produced by the Cold Spray Deposition Process », in *Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions: Proceedings of the 2007 International Thermal Spray Conference*, 2007, p. 37.
- [18] H. Kreye, T. Schmidt, F. Gärtner, et T. Stoltenhoff, « The cold spray process and its optimization », in *Proceeding of the 2006 International Thermal Spray Conference*, Washington, USA, 2006, p. 6.

- [19] X.-J. Ning, J.-H. Jang, et H.-J. Kim, « The effects of powder properties on in-flight particle velocity and deposition process during low pressure cold spray process », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, n° 18, p. 7449-7455, juill. 2007.
- [20] H. Fukanuma, N. Ohno, B. Sun, et R. Huang, « In-flight particle velocity measurements with DPV-2000 in cold spray », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 201, n° 5, p. 1935-1941, oct. 2006.
- [21] M. Grujicic, J. R. Saylor, D. E. Beasley, W. S. DeRosset, et D. Helfritch, « Computational analysis of the interfacial bonding between feed-powder particles and the substrate in the cold-gas dynamicspray process », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 219, nº 3-4, p. 211-227, déc. 2003.
- [22] H. Assadi, F. Gärtner, T. Stoltenhoff, et H. Kreye, « Bonding mechanism in cold gas spraying », *Acta Mater.*, vol. 51, n° 15, p. 4379–4394, 2003.
- [23] K. Kim, M. Watanabe, J. Kawakita, et S. Kuroda, « Grain refinement in a single titanium powder particle impacted at high velocity », *Scr. Mater.*, vol. 59, n° 7, p. 768-771, oct. 2008.
- [24] M. Grujicic, C. L. Zhao, W. S. DeRosset, et D. Helfritch, « Adiabatic shear instability based mechanism for particles/substrate bonding in the cold-gas dynamic-spray process », *Mater. Des.*, vol. 25, n° 8, p. 681-688, déc. 2004.
- [25] M. Saleh, V. Luzin, et K. Spencer, « Analysis of the residual stress and bonding mechanism in the cold spray technique using experimental and numerical methods », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 252, p. 15-28, août 2014.
- [26] T. Hussain, D. G. McCartney, P. H. Shipway, et D. Zhang, « Bonding Mechanisms in Cold Spraying: The Contributions of Metallurgical and Mechanical Components », J. Therm. Spray Technol., vol. 18, nº 3, p. 364-379, sept. 2009.
- [27] X. Wu, X. Zhou, H. Cui, X. Zheng, et J. Zhang, « Deposition Behavior and Characteristics of Cold-Sprayed Cu-Cr Composite Deposits », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 21, nº 5, p. 792-799, sept. 2012.
- [28] T. H. Van Steenkiste, J. R. Smith, et R. E. Teets, « Aluminum coatings via kinetic spray with relatively large powder particles », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 154, nº 2-3, p. 237-252, mai 2002.
- [29] H. Assadi, T. Klassen, F. Gärtner, T. Nanbu, Y. Kawashita, et Y. Uehara, « Modelling of impact and bonding of inhomogeneous particles in cold spraying », p. 203-207, 2014.
- [30] Y. Zou, W. Qin, E. Irissou, J.-G. Legoux, S. Yue, et J. A. Szpunar, « Dynamic recrystallization in the particle/particle interfacial region of cold-sprayed nickel coating: Electron backscatter diffraction characterization », *Scr. Mater.*, vol. 61, n° 9, p. 899-902, nov. 2009.
- [31] F. Raletz, « Contribution au développement d'un procédé de projection dynamique à froid (P.D.F.) pour la réalisation de dépôts de nickel », Université de Limoges, Limoges, 2005.
- [32] W.-Y. Li, H. Liao, G. Douchy, et C. Coddet, « Optimal design of a cold spray nozzle by numerical analysis of particle velocity and experimental validation with 316L stainless steel powder », *Mater. Des.*, vol. 28, n° 7, p. 2129-2137, 2007.
- [33] D. L. Gilmore, R. C. Dykhuizen, R. A. Neiser, M. F. Smith, et T. J. Roemer, « Particle velocity and deposition efficiency in the cold spray process », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 8, nº 4, p. 576–582, 1999.
- [34] W.-Y. Li et C.-J. Li, « Optimal Design of a Novel Cold Spray Gun Nozzle at a Limited Space », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 14, n° 3, p. 391-396, sept. 2005.
- [35] CGT, « Cold spray nozzles overview. »
- [36] H. Fukanuma et R. Huang, « Simulation of Cold Spray Nozzle Accompanying a Water-cooling Adjustment. »

- [37] M. Karimi, B. Jodoin, et G. Rankin, « Shock-Wave-Induced Spraying: Modeling and Physics of a New Spray Process », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 20, n° 4, p. 866-881, juin 2011.
- [38] M. Karimi, G. W. Rankin, et B. Jodoin, « Shock-wave induced spraying: Gas and particle flow and coating analysis », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 207, p. 435-442, août 2012.
- [39] H. Assadi, T. Schmidt, H. Richter, J.-O. Kliemann, K. Binder, F. Gärtner, T. Klassen, et H. Kreye, « On Parameter Selection in Cold Spraying », J. Therm. Spray Technol., vol. 20, nº 6, p. 1161-1176, juin 2011.
- [40] V. Shukla, G. S. Elliott, et B. H. Kear, « Nanopowder deposition by supersonic rectangular jet impingement », J. Therm. Spray Technol., vol. 9, nº 3, p. 394–398, 2000.
- [41] J. Pattison, S. Celotto, A. Khan, et W. O'Neill, « Standoff distance and bow shock phenomena in the Cold Spray process », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 202, n° 8, p. 1443-1454, janv. 2008.
- [42] K. Binder, J. Gottschalk, M. Kollenda, F. Gärtner, et T. Klassen, « Influence of Impact Angle and Gas Temperature on Mechanical Properties of Titanium Cold Spray Deposits », J. Therm. Spray Technol., vol. 20, nº 1-2, p. 234-242, oct. 2010.
- [43] S. Yin, Y. Sun, X. Wang, Z. Guo, et H. Liao, « Effect of Spray Angle on Temperature Distribution within the Metallic Substrate in Cold Spraying », J. Therm. Spray Technol., vol. 22, nº 6, p. 983-991, août 2013.
- [44] S. Yin, X. Suo, J. Su, Z. Guo, H. Liao, et X. Wang, « Effects of Substrate Hardness and Spray Angle on the Deposition Behavior of Cold-Sprayed Ti Particles », J. Therm. Spray Technol., vol. 23, nº 1-2, p. 76-83, janv. 2014.
- [45] X. Suo, « Elaboration et caractérisation des revêtements de magnésium et son alliage par la projection à froid », Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2012.
- [46] R. Ghelichi et M. Guagliano, « Coating by the Cold Spray Process: a state of the art », *Fract. Struct. Integr.*, n° 8, p. pages–30, 2009.
- [47] L. Ajdelsztajn, B. Jodoin, P. Richer, E. Sansoucy, et E. J. Lavernia, « Cold Gas Dynamic Spraying of Iron-Base Amorphous Alloy », J. Therm. Spray Technol., vol. 15, n° 4, p. 495-500, déc. 2006.
- [48] A. A. Deribas et I. D. Zakharenko, « Surface effects with oblique collisions between metallic plates », *Combust. Explos. Shock Waves*, vol. 10, n° 3, p. 358-367, mai 1974.
- [49] M. S. El-Eskandarany, « Mechanical solid state mixing for synthesizing of SiCp/Al nanocomposites », *J. Alloys Compd.*, vol. 279, n° 2, p. 263-271.
- [50] J. Lee, S. Shin, H. Kim, et C. Lee, « Effect of gas temperature on critical velocity and deposition characteristics in kinetic spraying », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 253, n° 7, p. 3512-3520, janv. 2007.
- [51] M. Yu, W.-Y. Li, X. K. Suo, et H. L. Liao, « Effects of gas temperature and ceramic particle content on microstructure and microhardness of cold sprayed SiCp/Al 5056 composite coatings », Surf. Coat. Technol., vol. 220, p. 102-106, avr. 2013.
- [52] D. Seo, K. Ogawa, K. Sakaguchi, N. Miyamoto, et Y. Tsuzuki, « Parameter study influencing thermal conductivity of annealed pure copper coatings deposited by selective cold spray processes », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 206, nº 8-9, p. 2316-2324, janv. 2012.
- [53] W.-Y. Li, C. Zhang, X. Guo, C.-J. Li, H. Liao, et C. Coddet, « Study on impact fusion at particle interfaces and its effect on coating microstructure in cold spraying », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 254, n° 2, p. 517-526, nov. 2007.
- [54] T.-C. Jen, L. Li, W. Cui, Q. Chen, et X. Zhang, « Numerical investigations on cold gas dynamic spray process with nano- and microsize particles », *Int. J. Heat Mass Transf.*, vol. 48, nº 21-22, p. 4384-4396, oct. 2005.

- [55] R. Morgan, P. Fox, J. Pattison, C. Sutcliffe, et W. O'Neill, « Analysis of cold gas dynamically sprayed aluminium deposits », *Mater. Lett.*, vol. 58, nº 7-8, p. 1317-1320, mars 2004.
- [56] K. Ko, J. Choi, H. Lee, et H. Lee, « Effects of feedstock shape on the qualities of cold sprayed Cu coatings », *Proc. Conf. Barcelone ITSC 2014*, 2014.
- [57] T. Schmidt, H. Assadi, F. Gärtner, H. Richter, T. Stoltenhoff, H. Kreye, et T. Klassen, « From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying », J. Therm. Spray Technol., vol. 18, nº 5-6, p. 794-808, août 2009.
- [58] F. Raletz, M. Vardelle, et G. Ezo'o, « Critical particle velocity under cold spray conditions », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 201, n° 5, p. 1942-1947, oct. 2006.
- [59] M. F. Smith, J. E. Brockmann, R. C. Dykhuizen, D. L. Gilmore, R. A. Neiser, et T. J. Roemer, « Cold Spray Direct Fabrication – High Rate, Solid State, Material Consolidation », *MRS Online Proc. Libr.*, vol. 542, p. null-null, 1998.
- [60] S. Yin, X. Wang, W. Y. Li, et H. Jie, « Effect of substrate hardness on the deformation behavior of subsequently incident particles in cold spraying », *Appl. Surf. Sci.*, vol. 257, nº 17, p. 7560–7565, 2011.
- [61] A. O. Tokarev, « Structure of aluminum powder coatings prepared by cold gasdynamic spraying », *Met. Sci. Heat Treat.*, vol. 38, n° 3, p. 136–139, 1996.
- [62] D. Zhang, P. H. Shipway, et D. G. McCartney, « Cold gas dynamic spraying of aluminum: The role of substrate characteristics in deposit formation », J. Therm. Spray Technol., vol. 14, n° 1, p. 109– 116, 2005.
- [63] P. Richer, B. Jodoin, et L. Ajdelsztajn, « Substrate roughness and thickness effects on cold spray nanocrystalline Al–Mg coatings », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 15, n° 2, p. 246-254, juin 2006.
- [64] S. Yin, X. Wang, W. Li, et X. Guo, « Examination on Substrate Preheating Process in Cold Gas Dynamic Spraying », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 20, n° 4, p. 852-859, févr. 2011.
- [65] H. Mäkinen, J. Lagerbom, et P. Vuoristo, « Adhesion of cold sprayed coatings: effect of powder, substrate, and heat treatment », *Therm. Spray 2007 Glob. Coat. Solut.*, p. 31–36, 2007.
- [66] S. Rech, « Influence of Pre-Heated Al 6061 Substrate Temperature on the Residual Stresses of Multipass Al Coatings Deposited by Cold Spray », J. Therm. Spray Technol., vol. 20, n° 1-2, p. 243-251, janv. 2011.
- [67] J. G. Legoux, E. Irissou, et C. Moreau, « Effect of Substrate Temperature on the Formation Mechanism of Cold-Sprayed Aluminum, Zinc and Tin Coatings », J. Therm. Spray Technol., vol. 16, nº 5-6, p. 619-626, oct. 2007.
- [68] B. Jodoin, « Effects of shock waves on impact velocity of cold spray particles », in *Thermal Spray* 2001: New surfaces for a new millennium, Ohio, USA, 2001, p. 399-407.
- [69] R. C. McCune, W. T. Donlon, O. O. Popoola, et E. L. Cartwright, « Characterization of copper layers produced by cold gas-dynamic spraying », J. Therm. Spray Technol., vol. 9, n° 1, p. 73-82, mars 2000.
- [70] R. C. McCune, E. L. Cartwright, W. T. Donoon, A. N. Papyrin, E. F. Rybicki, et J. R. Shadley, « Characterization of Copper and Steel Coatings Made by the Cold Gas-Dynamic Spray Method », présenté à Thermal Spray: Practical Solutions for Engineering Problems, Cincinnati, USA, 1996, p. 397-403.
- [71] K. Taylor, B. Jodoin, et J. Karov, « Particle Loading Effect in Cold Spray », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 15, n° 2, p. 273-279, juin 2006.

- [72] O. Cheng, « Equipment engineering and process control for Cold Spraying », in *Thermal Spray* 2004: Advances in Technology and Application: Proceedings of the International Thermal Spray Conference, 10-12 May, 2004, Osaka, Japan, 2004.
- [73] J. Karthikeyan, « Cold spray technology: International status and USA efforts », ASB Ind. Inc Dec., 2004.
- [74] « ARL technology named 2012 Project of the Year for environmental technology, science | Article| The United States Army. » [En ligne]. Disponible sur: http://www.army.mil/article/92276/.
- [75] « Supersonic Particle Deposition for Repair of Magnesium Aircraft Components », 2012. [En ligne]. Disponible sur: https://www.serdp-estcp.org/Program-Areas/Weapons-Systems-and-Platforms/Surface-Engineering-and-Structural-Materials/Coatings/WP-200620.
- [76] C. Howe, « Cold Spray Repair of the CH-47 Accessory Cover MOOG Aircraft Group », 2014.
- [77] « Advanced Surface Repair Capabilites MOOG Aircraft Group », 2014.
- [78] W. Birtch, « Supersonic Spray Technologies », présenté à Pratical Cold Spray, 2014.
- [79] « Cold Spraying Cold Spray Coating Deposition. » [En ligne]. Disponible sur: http://www.twiglobal.com/capabilities/materials-and-corrosion-management/advanced-coating-andsurfacing/cold-spraying/.
- [80] « Optimization of Cold Spray repairs on Al and Mg alloy components | CORSAIR. » .
- [81] « CORSAIR. » [En ligne]. Disponible sur: http://corsair-project.eu/.
- [82] « REGAL Revêtements Epais à Gain environnementAL », 2010.

Chapitre 2

Aspect expérimental

Introduction

Dans ce chapitre, les objectifs du projet dans lequel s'inscrivent ces travaux de thèse seront présentés. Pour y répondre, une présentation sera effectuée sur les différents protocoles expérimentaux utilisés dans le cadre de ces travaux, de l'élaboration des différentes poudres utilisées au procédé de projection dynamique à froid tout en passant par les différents moyens de préparation de surface. Pour finir, les moyens de caractérisation et d'études des couples substrats-revêtement seront présentés.

Sommaire chapitre 2 :

Intr	Introduction			
A.	Prés	enta	tion du projet C-SAR	59
A	.1	Mise	e en contexte	59
A	.2	Les a	alliages légers : matériaux incontournables en aéronautique	60
	A.2.	а	Les matériaux à revêtir	60
	A.2.	b	Les types de revêtements souhaités	61
	A.2.	с	Le cahier des charges du projet	62
В.	Elab	orati	on des alliages métalliques	63
В	.1	L'ato	omisation	63
В	.2	Les i	natériaux obtenus par atomisation	64
	B.2.a	а	L'aluminium et ses alliages	64
	B.2.	b	Le magnésium	65
	Β.	.2.b.i	Généralité	65
	Β.	.2.b.ii	Risque associé	66
C.	Elab	orati	on des poudres composites	67
С	.1	Les	procédés de préparation	67
	C.1.a	а	Mélange	67
	C.1.	b	Broyage mécanique	67
	C.	1.b.i	Généralité	67
	C.	1.b.ii	De l'activation mécanique à la mécano-synthèse	68
С	.2	Les	composites à matrice métallique	69
D.	Prép	barati	on de surface des substrats	70
D	0.1	Subs	strats utilisés	70
D	0.2	Sabl	age	70
D	0.3	Usin	age mécanique	70
D	.4	Text	uration laser	70
	D.4.	а	Définition	70
	D.4.	b	Principe	71
	D.4.	с	Dispositif expérimental	71
D	.5	Pass	e de préchauffage	71
E.	Elab	orati	on des revêtements par Cold Spray	72
E	.1	Disp	ositif expérimental	72
E	.2	Para	mètres	74

F. Les mo	yens de caractérisation
F.1 Ca	aractérisation des matériaux75
F.1.a	Granulométrie
F.1.b	Microscope Electronique à Balayage (MEB)75
F.1.c	DPV-2000 + laser
F.1.d	Kinetic Spray Solutions
F.2 Ca	aractérisation des revêtements
F.2.a	Microscope optique
F.2.b	Dureté
F.2.c	Analyse d'image77
F.2.d	Adhérence des revêtements77
F.2.e	Attaque chimique de Keller78
F.2.f	Rugosimètre
F.2.g	Profilomètre
Conclusion	
Bibliograph	ies80

A. Présentation du projet C-SAR

Le projet C-SAR (Cold Spray for Advanced Repairs – 13^{ème} appel à projet FUI) est un projet ayant pour objectif de développer des revêtements d'alliages d'aluminium et de magnésium par le procédé Cold Spray pour la protection des surfaces, la réparation et la reconstruction de composants en alliages légers (magnésium, aluminium, CMM) pour des applications aéronautiques (hélicoptères, avions, moteurs,...).

A.1 Mise en contexte

La protection et la réparation de pièces aéronautiques d'alliages légers, tels que l'aluminium, le magnésium et les composites à matrice métallique (CMM), posent des problèmes industriels mettant en avant à la fois un enjeu économique et le respect de l'environnement. L'utilisation de ces alliages, combinée à une optimisation de la conception des pièces, permet de répondre à des exigences en gain de masse et en performance des pièces aéronautiques. Cependant, lors de leurs périodes d'utilisation ou pendant les étapes de fabrication, des défauts (corrosion, fretting, ...) peuvent apparaître sur les pièces. Afin de les corriger, un certain nombre de technologies existent déjà tels que le frettage par bagues, le rebouchage par des résines non structurales ou encore le soudage. Cependant, ces procédés parfois coûteux ont leurs limites. Les principales contraintes de ces technologies sont les suivantes :

- Performances insuffisantes : la performance mécanique des zones réparées est inférieure à celle de la pièce neuve. Cela restreint les réparations aux zones peu chargées de la pièce à réparer ;
- Nombre de réparations limité ;
- Limitations géométriques : la complexité de la géométrie des pièces limite les zones accessibles aux réparations classiques ;
- Mise en œuvre complexe : la mise en œuvre des procédés nécessite une préparation lourde de la pièce ;
- Coûts de mise en œuvre qui peuvent être importants.

Ces contraintes entraînent un nombre élevé de rebuts de pièces manufacturées parmi les plus complexes et donc les plus coûteuses. De plus, aucune réparation performante n'existe à ce jour pour les alliages composites à matrice métallique (CMM) et la reconstruction de substrat en alliage de magnésium.

Le respect de l'environnement lors de la fabrication des pièces aéronautiques est aussi à prendre en compte. En effet, depuis quelques années, des normes et législations environnementales ont été mises

en place tel que REACH ou la norme iso 14001. Les technologies actuelles qui ne respectent pas les contraintes imposées par ces différents règlements doivent être remplacées.

Afin de s'affranchir de ces limites, la projection dynamique à froid, communément nommée Cold Spray, est un candidat sérieux et présente un intérêt croissant pour le monde industriel. Ce sujet de thèse s'inscrit dans le cadre du projet C-SAR dans le but de mettre en place une technologie aux coûts maitrisés et acceptable d'un point de vue environnemental.

A.2 Les alliages légers : matériaux incontournables en aéronautique

Les alliages légers sont utilisés dans les constructions aéronautiques pour des exigences de gain de masse sur les structures et sur les pièces mécaniques. Leur utilisation, combinée à une optimisation de la conception des pièces, permet de disposer de produits satisfaisants aux exigences de masse, de coût et de performances.

A.2.a Les matériaux à revêtir

Dans le cadre du projet C-SAR, trois principaux types d'alliages seront revêtus.

- Les alliages d'aluminium : différents alliages d'aluminium sont utilisés dans les composants aéronautiques : des alliages d'aluminium de fonderies (AS7G0.6), des ébauches forgées ou corroyées de forte épaisseur en alliages d'aluminium à haute résistance des familles 2000 et 7000.
- Les alliages de magnésium : en raison de leur résistance spécifique particulièrement élevée (le magnésium est environ 35% plus léger que l'aluminium), les alliages de magnésium rentrent dans la fabrication de composants aéronautiques complexes comme des carters de moteurs ou de boîtes de transmission. Ils sont souvent utilisés sous forme coulée.
- Les matériaux composites à matrice métallique base aluminium (CMM) : ce matériau élaboré par métallurgie des poudres est constitué d'une base aluminium renforcée par des particules de carbure de silicium (SiC). Ces matériaux présentent une très bonne tenue en fatigue, une bonne tenue au fretting et un fort module pour une densité similaire à celle d'un alliage d'aluminium. Ces CMM sont largement utilisés sur des pièces dynamiques fortement sollicitées présentes sur des ensembles de rotors d'hélicoptères.

A.2.b Les types de revêtements souhaités

Les revêtements développés par ce procédé doivent répondre à un cahier des charges plus ou moins contraignant, spécifique à la fonction de la zone concernée. Trois familles de revêtements se dégagent suivant la fonctionnalisation souhaitée :

- Le rechargement non structural : il est utilisé dans les zones peu sollicitées de la pièce. Le procédé Cold Spray peut être employé comme solution viable pour la réparation de certaines zones complexes afin d'éviter le rebut des pièces n'étant pas compatibles géométriquement avec les procédés classiques de réparation (frettage ou rebouchage).
- Le rechargement structural : il est utilisé sur les zones de la pièce fortement sollicitées. Les performances attendues de la zone concernée ou de la pièce elle-même seront plus contraignantes et feront l'objet d'une caractérisation approfondie. Avec le procédé Cold Spray, des revêtements permettant de conserver les propriétés du substrat tout en répondant de manière satisfaisante aux sollicitations dynamiques demandées seront réalisés.
- La fonctionnalisation de surface : revêtement améliorant le comportement original du substrat (ajout d'une fonction tribologique, amélioration de la résistance à la rayure et aux impacts, aspect esthétique,...). La fabrication de composites à matrice métallique à base d'alliages d'aluminium et de renforts tels que l'alumine et le carbure de silicium permettent le développement de matériaux légers à haute résistance. Par rapport aux méthodes traditionnelles de fabrication des composites à matrice métallique (coulée, extrusion, projection thermique classique, etc.), le Cold Spray peut éviter les défauts tels que la porosité, le retrait, les inclusions d'oxydes ou encore la dégradation de la phase de renfort, pouvant influencer significativement le volume et les propriétés du revêtement. Au-delà de l'amélioration de la compacité des dépôts, la particule de renfort céramique peut également contribuer à augmenter la dureté, l'adhérence, la résistance à la traction et la résistance à l'usure du revêtement à matrice d'aluminium.

L'utilisation des revêtements d'aluminium pur pour la réalisation de revêtements esthétiques est aussi recherchée. En effet, certains éléments des avions d'affaires, tels que les bords d'attaque des voilures ou encore les entrées d'air de moteurs, font appel à l'utilisation d'alliages légers pour remplir une fonction esthétique appréciée des clients.

Ces différentes fonctions peuvent être assurées par différents types de revêtements, selon le substrat à recouvrir (Tableau 1).

Tableau 1: Types de substrats et revêtements utilisés

		Revêtements			
		Aluminium pur	Alliage d'aluminium	CMM (Al - SiC)	Alliage de magnésium
Substrats	Aluminium de fonderie	Rechargement non structural	Rechargement structural	-	-
	Aluminium forgé	Rechargement non structural	Rechargement structural	Fonction tribologique	-
	Aluminium laminé	Fonction protection type placage	-	-	-
	CMM (Al - SiC)	-	-	Rechargement structural	-
	Alliage de magnésium de fonderie	Rechargement non structural	-	-	Rechargement non structural

A.2.c Le cahier des charges du projet

Le cahier des charges du projet C-SAR impose un certain nombre de contraintes liés aux exigences des constructeurs aéronautiques membres du projet (Tableau 2).

Tableau 2 : Critères généraux	pour l'ensemble des revêtements
-------------------------------	---------------------------------

	Rechargement	Rechargement	Fonctionnalisation de surface	
	structural non structural	Fonction tribologique	Protection type placage	
Epaisseurs de revêtement fini	0.1 – 1 mm	0.1 – 5 mm	0.1 - 0.3 mm	0.01 - 0.25 mm
	Structure homogène sur la largeur du dépôt			
Microstructure	Pas de Stratification tolérée			
Porosités	Dépôt dense (porosité ≤1%), pas d'infiltration possible à travers le dépôt			
Adhérence et cohésion	 Conserver son intégrité lorsque la pièce revêtue est sollicitée ; Etre suffisamment adhérent pour pouvoir être employé sans matériau antagoniste ; 			
Contamination	 Dans le dépôt : Pas de contamination du dépôt A l'interface : Porosités, oxydes, sable, acceptables sur une longueur inférieure à 25 % de la longueur d'une coupe-micrographique à un grandissement x200 			
Criques	Absence de criques			
Température	Température limite appliquée aux substrats : 120°C			

B. Elaboration des alliages métalliques

Dans le cadre de cette étude, l'ensemble des poudres d'alliages métalliques utilisées a été obtenue par atomisation. Une partie des alliages métalliques a été atomisée sous argon au sein du laboratoire IRTES-LERMPS et la société ECKA a fourni des poudres atomisées sous azote. Les paragraphes suivants présentent de manière succincte le procédé d'atomisation ainsi que les différents alliages utilisés dans cette étude.

B.1 L'atomisation

L'atomisation est un procédé qui consiste à transformer un liquide en fines gouttelettes sous la forme d'un jet ou d'un brouillard. L'atomisation d'un liquide est obtenue en éjectant ce dernier d'un creuset à travers une buse pour provoquer la désintégration spontanée ou assistée par un gaz. Au contraire de l'atomisation de l'eau, l'atomisation des métaux est plus complexe. En effet, les propriétés du fluide changent au cours du processus. La viscosité, par exemple, augmente avec le refroidissement jusqu'à la solidification du fluide [1], [2]. Le système d'atomisation utilisé au sein du laboratoire IRTES-LERMPS est un système de type Nanoval [3], atomisant le métal liquide par une buse De Laval (Figure 1). Le métal liquide coule dans la buse d'atomisation où, affiné, il est désintégré en fines gouttelettes par l'action du jet de gaz (argon). Ces dernières sont accélérées par la buse De Laval. Ainsi l'écoulement du liquide est déformé par les contraintes de cisaillement causées par le gaz à la surface du métal fondu. Les paramètres principaux affectant la taille des particules sont la pression d'atomisation, le débit de métal liquide et la géométrie de la buse d'atomisation [3], [4]. Deux avantages se dégagent en comparaison avec les autres atomiseurs [1], [2] :

- La taille des particules est beaucoup plus fine avec une distribution granulométrique resserrée;
- L'écoulement gazeux reste laminaire. Cela favorise un meilleur contact avec l'écoulement du métal fondu, permettant de faire une économie sur la consommation de gaz.



Figure 1: Système Nanoval [3]

B.2 Les matériaux obtenus par atomisation

Dans cette étude, différentes poudres d'alliages d'aluminium (familles 2000, 5000 et 6000) ont été élaborées ainsi qu'un alliage de magnésium (G-Z4TR).

B.2.a L'aluminium et ses alliages

L'aluminium pur est un matériau possédant de faibles propriétés mécaniques. Dans l'optique d'améliorer ses propriétés, des familles d'alliages d'aluminium ont vu le jour au XIXème siècle. Elles sont au nombre de huit en comptant l'aluminium pur [5]. Ces différents alliages sont composés de trois types d'additions :

- Les éléments d'alliages : ils déterminent la nature de la famille de l'alliage d'aluminium. Ces éléments sont le cuivre, le manganèse, le silicium, le magnésium et le zinc (Figure 2) [5].
- Les additions : elles correspondent aux éléments ajoutés dans l'alliage en faible quantité (<1%) dont le but est de modifier et d'améliorer certaines propriétés de l'alliage (mécanique, chimique, etc.). Il peut y avoir plusieurs éléments d'addition dans une même famille d'alliage.
- Les impuretés : ce sont les éléments non désirés ne venant pas d'un ajout volontaire lors de la production de l'alliage. Le fer et le silicium sont souvent des impuretés présentes dans l'aluminium et ses alliages. Ces deux éléments proviennent de la bauxite, minerai d'où est extrait l'aluminium.

Désignation	Élément d'alliage
1XXX	Aucun
2XXX	Cuivre
3XXX	Manganèse
4XXX	Silicium
5XXX	Magnésium
6XXX	Magnésium + silicium
7XXX	Zinc (avec ou sans cuivre)
8XXX	Autres éléments

Figure 2: Ensemble des 8 familles d'alliage d'aluminium [5]

Dans cette étude, des poudres d'alliages d'aluminium 1050, 2009, 5056 et 6061 provenant des familles 1000, 2000, 5000 et 6000 [6] seront déposées :

L'alliage d'aluminium 1050 est pur à 99.5% et fait partie de la famille d'alliage 1000. Il ne comporte donc aucuns éléments d'alliages. Le 1050 correspondent à la nuance de l'aluminium pure la plus courante. Il est utilisé pour sa légèreté, sa bonne résistance à la corrosion ou encore sa bonne aptitude aux traitements de surface.

- L'alliage d'aluminium 2009 possède 3% de cuivre et 1% de magnésium comme éléments d'alliage. Cet alliage fait partie de la famille d'alliages d'aluminium à durcissement structural la plus ancienne. Elle existe depuis le début des années 1900. Cependant ces alliages ont, en raison de la présence de cuivre, une résistance à la corrosion moyenne.
- L'alliage d'aluminium 5056 a pour élément d'alliage le magnésium pour une teneur de 5%. Ces alliages ont été développés au cours des années 1930. La présence d'éléments d'addition supplémentaires (manganèse, chrome et titane) dans ce type d'alliage permet d'augmenter la résistance mécanique mais aussi certaines propriétés telles que la résistance à la corrosion.
- L'alliage d'aluminium 6061 possède deux éléments d'alliage : 1% de magnésium et 0.6% de silicium [5]. Ces alliages ont de bonnes caractéristiques mécaniques mais aussi une bonne résistance à la corrosion atmosphérique. Ce type d'alliage a une résistance mécanique de l'ordre de 310 MPa. Il est utilisé pour des structures à résistance moyenne apte à résister à la corrosion [7].

B.2.b Le magnésium

B.2.b.i Généralité

Depuis le début du XXème siècle, l'intérêt pour le magnésium ne cesse de croître. Destiné à la base pour le domaine de la chimie métallurgique et la pyrotechnie, l'utilisation de ce matériau dans les alliages se développe notamment au cours des deux guerres mondiales pour des applications structurales exploitant son principal atout : sa densité. Elle est la plus faible de tous les métaux. Le magnésium (Tableau 3) [8], avec une densité de 1.74 g.cm⁻³ est 75 % plus léger par rapport au fer et 33 % par rapport à l'aluminium. Le magnésium a vu son utilisation croître de manière significative depuis une dizaine d'année par la maîtrise de son principal handicap correspondant à sa faible tenue à la corrosion. Cette dernière a pu être maîtrisée par l'utilisation de techniques de protection plus fiables et par l'émergence d'alliages de haute pureté. De plus, le magnésium est le 8^{ième} élément le plus abondant sur terre. Il est présent dans le sol (gisements de dolomites) et sous forme de sels, de chlorures ou de sulfates dans l'eau.

Le magnésium peut être employé sous forme d'alliages. Deux grandes familles d'alliages se distinguent [9] :

- Alliage magnésium-aluminium-zinc-manganèse ;
- Alliage magnésium-zirconium-zinc-terres rares.

Tableau 3: Propriétés du magnésium

Masse volumique (g.cm ⁻³)	1.74
Point de fusion (°C)	650
Point d'ébullition (°C)	1107
Conductivité thermique (à 20°C) (W.m ⁻¹ .K ⁻¹)	155
Module d'élasticité (GPa)	45.5
Module de rigidité (GPa)	16.7
Allongement à la rupture (%)	15
Dureté Vickers (HV)	45
Structure	hexagonale

Dans cette étude, une poudre d'alliage de magnésium G-Z4TR provenant de la famille des alliages magnésium-zirconium-zinc-terres rares sera déposée. L'ajout de zirconium améliore les caractéristiques de résistance à la traction de l'alliage. Le zinc apporte de bonnes caractéristiques mécaniques, tel que la résistance à la rupture, et améliore la coulabilité. Cependant, cet élément d'ajout favorise la microporosité et la crique à chaud, limitant ainsi sa teneur à 3% au maximum. L'utilisation de terres rares permet d'améliorer les propriétés de fonderie et de soudabilité de l'alliage. Elles diminuent la tendance à la microporosité et à la crique des alliages contenant du zinc.

B.2.b.ii Risque associé

Lors de l'élaboration du magnésium par atomisation, des risques non négligeables de réaction avec l'air sont à envisager en raison de l'absence d'une couche d'oxyde en surface des particules de magnésium nouvellement formées. Cette réaction peut être violente et peut provoquer l'inflammation des particules [9]. Cette action est d'autant plus facilitée que le métal se présente sous une forme pulvérulente (poudre). Le point d'inflammation peut descendre jusqu'à 310°C. La combustion vive du magnésium au contact de l'air donne de la magnésie et une forte chaleur de combustion (610 kJ/mol) [9].

Dans le but de prévenir les risques d'inflammation lors de l'élaboration du magnésium, l'atomisation se déroule sous argon et les poudres sont tamisées et stockés sous atmosphère inerte. L'élimination des plus fines particules (typiquement inférieures à 20 µm) permet de réduire grandement le risque d'inflammabilité lors des phases de manipulation sous air.

C. Elaboration des poudres composites

Dans le cadre de cette étude, des essais de projection de composites à matrice métallique (CMM) seront réalisés par projection dynamique à froid. Différentes compositions seront réalisées en utilisant plusieurs alliages et renforts. L'objectif de ces essais consiste à étudier l'impact des renforts au sein de la matrice ainsi que du mode d'élaboration des poudres composites.

C.1 Les procédés de préparation

Dans le but de réaliser des revêtements CMM, deux voies d'élaboration des poudres composites sont utilisées et comparées. La première voie correspond à un simple mélange des poudres matrice et renfort constituant le composite. La deuxième voie correspond au broyage mécanique des poudres.

C.1.a Mélange

Le mélange des poudres s'effectue à l'aide d'un mélangeur Turbula[®] sur une durée de 20 min. Ce mélangeur permet de réaliser des mélanges homogènes de poudres de densités et de granulométries différentes. Avant le processus de broyage, ce procédé est aussi utilisé afin d'homogénéiser la composition à broyée.

C.1.b Broyage mécanique

C.1.b.i Généralité

Le broyage mécanique [10], [11] permet d'élaborer des matériaux nano-structurés à partir de poudres de taille micrométrique tout en restant à l'état solide. Ce procédé se définit comme un procédé de synthèse par co-broyage d'un mélange de poudres d'éléments purs ou pré-alliés dans un broyeur à haute énergie. Le broyage mécanique à haute énergie peut être défini de mécano-synthèse lorsque les produits ont une composition chimique différente des poudres initiales ou bien d'activation mécanique lorsque les produits ont la même composition chimique que les poudres initiales. On parle de broyage à haute énergie lorsque les billes utilisées sont en majorité. Ce procédé permet notamment l'obtention de structures nanométriques ou encore l'incorporation de renforts dans la matrice.

Le broyeur employé à l'IRTES-LERMPS est un broyeur planétaire (Retsh PM 400 VERDER S.A.R.L.) (Figure 3). Il se compose de quatre jarres de broyage posées sur un plateau soumis à deux mouvements de rotations. Les jarres tournent sur elles même et le plateau tourne dans le sens de rotation inverse à la même vitesse. L'effet de centrifugation produit des effets de chocs et de frottements à très haute énergie des billes contre les parois du bol. Les poudres présentes dans les jarres sont affinées et broyées par l'impact [10], [11]. Le broyage des différentes poudres présentes dans le broyeur correspond à un mécanisme de déformation à grande vitesse entraînant un processus répété de fracture et de soudage donnant naissance à une structure lamellaire (Figure 4).



Figure 3 : Schéma d'un broyeur planétaire [10]



Figure 4 : Processus de construction de poudres lamellaires [10]

C.1.b.ii De l'activation mécanique à la mécano-synthèse

Différents processus peuvent intervenir au cours du broyage mécanique allant de l'activation mécanique à la mécano-synthèse [10]–[12].

L'activation mécanique a lieu dans les premières heures du broyage. Cette étape permet la réduction de la taille des particules (matrice et renfort) [13], [14] intervenant dans l'élaboration de la poudre composite. Par la suite les particules réduites sont ressoudées entre elles [13]–[15]. L'agglomération des particules est fortement influencée par les conditions de broyage tels que le rapport poudre sur bille, la vitesse de rotation du système jarres-plateau ou encore l'environnement de broyage.

Le processus de mécano-synthèse intervient par la suite. Il permet d'obtenir à température et pression ambiante des phases cristallines ou bien amorphes qui ne peuvent être obtenues qu'à haute température ou sous forte pression. Le broyage mécanique permet d'augmenter la surface spécifique des matériaux broyés, augmentant ainsi la réactivité et favorisant les réactions [12]. Cette technique, en général à sec, permet ainsi l'élaboration de carbures et de poudres composites.

C.2 Les composites à matrice métallique

Les composites à matrice métallique (CMM) [16] sont composés de deux éléments :

- La matrice, assurant la cohésion de la structure et la retransmission des efforts vers le renfort;
- Le renfort permettant le renforcement de la tenue mécanique.

Dans le cadre de cette étude, différentes compositions de CMM seront réalisées en utilisant d'une part, pour la matrice, trois alliages d'aluminium et, d'autre part, pour les renforts, différentes granulométries de particules en carbure de silicium (SiC). L'utilisation de ces dernières pour réaliser des matériaux CMM base aluminium, notamment par fonderie, permet d'obtenir une dispersion homogène du renfort au sein de la matrice métallique. Cela s'explique par une densité de l'ordre de 3.2 des particules céramiques, proche de celle des alliages d'aluminium. Le carbure de silicium a une densité inférieure aux oxydes.

L'utilisation de ces renforts permet d'améliorer certaines propriétés comme le module de Young, la dureté ou encore la résistance mécanique du revêtement. Cependant, les performances du composite peuvent être limitées par la présence de certains défauts comme la porosité, l'inclusion d'oxydes, les contraintes et le regroupement de particules au sein de la matrice métallique [17]. Ces défauts peuvent provenir d'un pourcentage en volume de renfort trop important. Le volume préconisé est compris entre 15 et 30 %. l'utilisation de ces renforts permet d'augmenter les modules d'élasticité et les propriétés mécaniques du revêtement [18]–[20].

D. Préparation de surface des substrats

Dans cette étude, l'impact de la préparation de surface du substrat sur l'adhérence des revêtements a été étudié. Ainsi, plusieurs types de préparations ont été étudiés : le sablage, l'usinage mécanique, la texturation laser et l'utilisation d'une passe de préchauffage. Les trois premiers procédés permettent de modifier la rugosité de surface du substrat. L'usinage mécanique ainsi que la texturation laser permettent notamment de créer à la surface du substrat une morphologie de surface contrôlée.

D.1 Substrats utilisés

Cinq substrats ont été utilisés et peuvent être regroupés en trois groupes :

- 3 alliages d'aluminium : 7040 (famille 7000), AS7G0.6 (famille 4000) et 2017 (famille 2000) ;
- 1 alliage de magnésium : G-Z4TR ;
- 1 CMM à matrice aluminium : 2009-SiC (15% en vol. de SiC).

D.2 Sablage

Le sablage est un prétraitement mécanique permettant de modifier la rugosité de surface du substrat. Il permet de créer des points d'ancrage mécanique aléatoires pour le revêtement permettant une accroche plus importante du revêtement avec le substrat. Les variations de topographie de la surface du substrat permettent d'augmenter l'aire de contact avec le revêtement [21].

D.3 Usinage mécanique

L'usinage mécanique est une étape de préparation de surface du substrat qui consiste, dans le cadre de cette étude, à créer des sillons de tailles spécifiques. Cette préparation de surface permet d'obtenir une rugosité de surface souhaitée, créant des points d'ancrages mécaniques précis permettant un emboîtement plus important du revêtement avec le substrat. Cette préparation de surface est réalisée à l'aide d'un outil de coupe sur un tour.

D.4 Texturation laser

D.4.a Définition

La texturation laser permet de créer à la surface du substrat une série de trous avec une morphologie (diamètre et profondeur) et une répartition ordonnées. La gravure peut être influencée par le nombre d'impulsions laser, la durée d'impulsion, la puissance du laser ainsi que le recouvrement [21]–[24].

Cette technique est basée sur l'association d'un faisceau laser concentré en un spot très fin et d'un scanner à balayage rapide [21], [23], [24].

D.4.b Principe

Lors de l'impact du laser de courte durée d'impulsion à la surface du substrat, une fine couche de matériau passe de l'état solide à l'état liquide, puis se vaporise en formant une plume de matière ablatée. Cette plume exerce une surpression sur la couche de métal fondu. Le métal liquide est alors repoussé vers les bords de l'impact. Après la fin de l'impulsion, le métal fondu tend à revenir à sa place [24], [25]. La qualité de la texturation dépend d'un certain nombre de facteurs :

- Les caractéristiques du faisceau laser : la longueur d'onde, la durée d'impulsion, le diamètre du spot ou encore la fréquence d'impulsion ;
- Les caractéristiques physiques du matériau texturé : le coefficient d'absorption, la conductivité thermique, l'état de surface ou encore la température de vaporisation ;
- Les caractéristiques environnementales : le milieu ambiant.

D.4.c Dispositif expérimental

Un dispositif LST à fibre laser pulsé Nd-Yag (Laseo Ylia M20, Quantel, France) opérant à une longueur d'onde de 1064 nm à différentes fréquences (20-100 kHz) [24] a été utilisé pour réaliser l'ensemble des préparations de surface par texturation laser.

D.5 Passe de préchauffage

Une passe de préchauffage a été effectuée dans certains cas afin de préchauffer le substrat à une température de l'ordre de 110°C juste avant projection (mesure par pyrométrie et par un pion instrumenté par un thermocouple de type K). Le robot balaye sans envoi de poudre la surface du substrat avec les mêmes paramètres de projection que ceux utilisés lors de la projection de la poudre. Cette passe peut être utilisée en complément des trois autres types de préparation de surface. Elle ne modifie pas la rugosité de surface mais augmente la capacité du matériau à se déformer plastiquement en le rendant plus ductile [26]–[28].
E. Elaboration des revêtements par Cold Spray

E.1 Dispositif expérimental

L'ensemble des revêtements présentés dans ce mémoire ont été réalisés avec le système Cold Spray (Kinetics 3000, CGT GmbH, Germany) du laboratoire IRTES-LERMPS. Il se compose de plusieurs parties [29], [30] :

- Le pistolet (Figure 5) supportant une buse de projection de forme De Laval. La température et la pression du gaz sont mesurées à l'entrée de la buse par deux capteurs. Différentes buses (Figure 6) de nature et de géométrie différentes ont été utilisées (Tableau 4). Sur chacune de ces buses, un système de refroidissement en paroi externe par circulation d'eau a été la plupart du temps employé afin de réduire la température de la buse en paroi interne et prévenir ainsi le phénomène de colmatage ;
- Le système de chauffage : il permet de chauffer le gaz principal. Ce dernier est chauffé par un courant continu dans une spirale chauffante et peut atteindre une température maximale de l'ordre de 700°C (Figure 7a) ;
- Le distributeur de poudre : il permet l'acheminement de la poudre vers la buse de projection (Figure 7b) ;
- La console de contrôle permet de piloter les paramètres de projection et l'acquisition des données.

Buse	MOC-24	SiC-OUT1	SiC-OUT4	Acier (géométrie PBI-33)	
Matériau	WC-Co	SiC	SiC	Acier	
Longueur du convergent (mm)	40		30	30	
Longueur du divergent (mm)	13	2.4	180	192	
Rapport expansion	5	.6	7.3	13.7	
Diamètre du col (mm)	2.7				
Diamètre de sortie (mm)	6.4		7.3	10.1	

Tableau 4: Caractéristiques des différentes buses de projection



Figure 5: Pistolet Kinetics 3000 CGT [29], [30]



Figure 6 : Buses de projection Cold Spray



Figure 7: a) Système de chauffage du gaz et b) distributeur de poudre CGT [29], [30]

E.2 Paramètres

Dans cette étude, différentes poudres d'alliages d'aluminium, de magnésium et de CMM ont été projetées. Les paramètres de projection sont regroupés dans le Tableau 5. Ces paramètres de base ont fait l'objet de quelques séries de projections préliminaires pour leur mise au point pour chaque poudre. Le choix d'une pression de 28 bars découle de la limite maximale du système employé à l'IRTES-LERMPS. En dessous de cette valeur, la vitesse des particules chute et le rendement de projection également.

Dans le cas des alliages d'aluminium, l'augmentation de la température de projection de 500 à 550°C entraîne un colmatage systématique de la buse, même refroidie, empêchant la construction des revêtements. La température de 500°C a été choisie car elle permet d'obtenir des dépôts denses sans colmatage de la buse. En dessous de cette valeur, le rendement de projection chute.

Pour l'alliage de magnésium, le choix d'une température de 600°C a été faite pour les mêmes raisons. Le choix de cette température de projection provient d'études préliminaires réalisées au sein de l'IRTES-LERMPS [31], [32].

L'azote a été choisi pour des raisons de coût en comparaison à l'hélium. L'air n'a pas été retenu pour une possible oxydation des particules en vol. L'utilisation de l'azote donne des débits de gaz de l'ordre de 1000-1100 l/min. N'ayant pas de débitmètre installé sur le système du laboratoire, ces débits ont été obtenus par la simulation, notamment avec le logiciel Kinetic Spray Solutions (KSS).

La distance de projection de 30 mm se trouve dans la zone optimale comprise entre 20 et 50 mm permettant de limiter les interactions entre le flux de particules et l'air ambiant [33], [34]. La vitesse de déplacement du robot a été choisie de manière arbitraire.

Les paramètres présentés dans le Tableau 5 sont identiques pour les poudres CMM quels que soient le pourcentage de renfort, la taille granulométrique de ce renfort ainsi que leur mode de préparation.

Types de poudre	 Alliages d'aluminium CMM à matrice aluminium	Alliage de magnésium			
Pression (bars)	2	8			
Température (°C)	500	600			
Type de gaz	Ν	l ₂			
Débit du gaz (l/min)	1100	1033			
Distance de projection	30 mm				
Vitesse de balayage du robot	150 mm/s				

Tableau 5 : Paramètres cinématiques des alliages et CMM à base Al et Mg

F. Les moyens de caractérisation

F.1 Caractérisation des matériaux

La caractérisation des différentes poudres avant les essais de projection permet de définir leurs répartitions granulométriques, leurs morphologies et leurs compositions.

F.1.a Granulométrie

La distribution en taille de chacune des poudres (alliages et CMM) utilisées dans le cadre de cette étude a été analysée via un granulomètre laser en voie liquide (Mastersizer 2000, Malvern Instruments Ltd, UK).

F.1.b Microscope Electronique à Balayage (MEB)

L'ensemble des poudres élaborées et utilisées a fait l'objet d'observations via un Microscope Electronique à Balayage (SEM Jeol JSM-7800F). Ces observations sont nécessaires afin d'étudier la morphologie des poudres obtenues par atomisation et par de broyage mécanique.

F.1.c DPV-2000 + laser

La vitesse des particules, alliages d'aluminium et de magnésium, a été mesurée par un système de mesure en vol de particules. Le système DPV-2000 assisté d'un éclairage par laser (Automation Ltée, St-Bruno, QC, Canada) a été positionné à une distance de 30 mm (Figure 8) de la sortie de la buse, correspondant à la distance de projection, afin de mesurer la vitesse des particules.

Les particules, à une température relativement faible, ne peuvent émettre un rayonnement lumineux détectable par le système DPV-2000 seul. Le système envoie ainsi un rayon laser de longueur d'onde de 780 nm en direction des particules en vol et ces dernières retournent par réflexion le signal lumineux. Un masque à deux fentes est positionné à la distance de projection. Lorsqu'une particule passe devant le masque, la lumière réfléchie par la particule passe au travers des fentes et est détectée par des fibres optiques (Figure 8). Le temps que met la particule entre deux fentes est mesuré avec l'intervalle entre les deux sommets du signal obtenu. La distance entre les deux fentes étant connue, la vitesse de la particule peut être alors déterminée.



Figure 8 : Schéma du sytème DPV-2000 + laser positionné devant la buse Cold Spray

F.1.d Kinetic Spray Solutions

Le logiciel Kinetic Spray Solutions (KSS) est un logiciel de simulation développé pour le Cold Spray. Ce logiciel s'appuie sur les équations développées pour calculer les vitesses et températures du gaz et des particules en vol. A l'aide d'une interface, les différents paramètres de projection (gaz principal, caractéristiques de la buse, installation) et les différentes caractéristiques de la poudre (type et granulométrie) sont indiquées afin de calculer à l'aide d'une base de données la vitesse et température du gaz et des particules. Ces calcules permettent de donner de nombreuses indications tel que la fenêtre de projection idéale pour chaque configuration, le rendement de projection ou encore une estimation du coût de la projection.

F.2 Caractérisation des revêtements

F.2.a Microscope optique

Un microscope optique (OM, Nikon, Japan) a été utilisé afin d'observer les revêtements en coupe transversale afin de mesurer les épaisseurs obtenues et leurs microstructures selon différents grandissements. La découpe des échantillons a été réalisée à l'aide d'une macro-tronçonneuse.

F.2.b Dureté

La dureté Vickers a été choisie afin de mesurer la dureté des revêtements. Une charge de 100 gf pour un temps d'exposition identique de 30 secondes a été utilisée. Dix points de mesure au minimum ont été réalisés sur chaque revêtement. La formule suivante est utilisée pour calculer la dureté Vickers du matériau :

$$HV = \frac{2Fsin(68)}{gd^2}$$
 Eq.1

avec HV la dureté Vickers, F la force appliqué (N), d la moyenne des diagonales de l'empreinte (mm) et g l'accélération terrestre (9.8 m.s⁻²).

F.2.c Analyse d'image

L'analyse d'images avec le logiciel ImageJ a été utilisée pour déterminer numériquement le pourcentage de porosité ou de renfort au sein du revêtement. Les images en coupe transversale sont enregistrées puis converties en modèle de gris. Un seuillage du niveau de gris permet alors de déterminer par binarisation de l'image ce qui peut être considéré comme une porosité (ou un renfort) ou non. L'analyse a été réalisée sur dix images pour chaque revêtement selon le même mode opératoire.

F.2.d Adhérence des revêtements

L'adhérence du revêtement sur le substrat a été déterminée pour les différents couples substrat-dépôt selon le test de traction adhérence correspondant à la norme réf. ASTM C633-01 [35]. Des éprouvettes cylindriques ϕ 25 mm sont revêtues sur une face. Les deux côtés de l'échantillon sont alors collés de part et d'autre à des contre-pions en acier (diamètre 25 mm, longueur \approx 50 mm) à l'aide d'une colle époxy bi-composant (Figure 9a). L'ensemble est polymérisé à température ambiante pendant 24 h. Le montage est ensuite mis à une température de -18°C pendant 2 h avant les essais de traction.

Le choix d'une colle polymérisant à température ambiante à la place de la colle FM1000 généralement employée et polymérisant à chaud (185 à 190 °C) découle de la limite d'utilisation de certains substrats (120°C). En effet, la microstructure et la dureté des substrats peuvent évoluer en fonction de la température, ce qui peut fausser les valeurs d'adhérence.

Le montage est ensuite fixé sur une machine de traction (Figure 9b) permettant une charge maximale de 50 kN. Un effort de traction vertical est alors exercé à une vitesse de 1,26 mm/s jusqu'à rupture de l'ensemble. La valeur de résistance à la traction est alors obtenue en divisant la force d'arrachement mesurée par l'aire de la surface projetée (équation 2). Cinq mesures sont réalisées afin d'obtenir une valeur moyenne d'adhérence.

$$A = \frac{F}{S}$$
 Eq.2

avec A la contrainte de rupture (MPa), F la force nécessaire à l'arrachement (N) et S la surface de l'échantillon (mm²).

Selon les cas de figure, la rupture peut apparaître à différentes zones :

- A l'interface substrat-dépôt ;
- Dans l'épaisseur du dépôt ;
- A l'interface substrat-colle ou bien dépôt-colle.



Figure 9 : a) Schéma de collage du couple subtrat-dépôt sur les contre-pions, b) montage de l'ensemble sur la machine de traction

F.2.e Attaque chimique de Keller

L'utilisation d'une attaque chimique permet de révéler la microstructure du revêtement. Une attaque chimique par le réactif de Keller a été utilisée sur les revêtements en alliage d'aluminium, de magnésium et sur les CMM. Avant utilisation de ce produit, les échantillons doivent être polis. La composition de ce réactif est la suivante : 1 ml d'acide fluorhydrique (HF), 1.5 ml d'acide chlorhydrique (HCl), 2.5 ml d'acide nitrique (HNO₃) et 95 ml d'eau.

F.2.f Rugosimètre

La rugosité de surface des substrats puis des dépôts après les essais de projection a été mesurée à l'aide d'un rugosimètre (Mitutoyo SJ100).

F.2.g Profilomètre

Dans le cadre de cette étude, un profilomètre (Altisurf 500 - ALTIMET) a été employé pour mesurer le profil des sections transversales des cordons réalisés pour les différents couples substrat-dépôt. La mesure de ces profils permet de déterminer le volume obtenu pour un cordon.

Conclusion

Au travers de ce chapitre, une présentation du projet C-SAR et du contexte de l'étude ont été effectués. Ce projet regroupe un grand nombre de couples substrat-dépôt à étudier. Les poudres utilisées et leurs différents procédés d'élaboration ont été décrits car la qualité des poudres peut impacter directement la qualité des revêtements réalisés. Le procédé de projection Cold Spray employé à l'IRTES-LERMPS ainsi que les paramètres opératoires retenus établissent les bases techniques des travaux d'optimisation effectués lors de ce travail de thèse. Ces optimisations seront effectuées en se basant sur les différents moyens de caractérisation présentés.

Bibliographies

- [1] A. Allimant, « Atomisation sous gaz de poudres metalliques : Optimisation du procédé à partir de la modélisation du jet et du diagnostic in-situ », Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2006.
- [2] O. Khatim, « Contribution à la compréhension et à la maîtrise du procédé d'atomisation de métal liquide », Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2011.
- [3] A. Walz et A. Kurzarm, « Apparatus for producing sperfine powder in spherical form », 4,822,267.
- [4] L. Gerking, « Device for atomizing a melt stream and method for atomizing high fusion metals or ceramics », WO 2005/023465 A1.
- [5] C. VARGEL, *Métallurgie de l'aluminium*. Ed. Techniques Ingénieur.
- [6] Aluminium.pdf. Ed. Techniques Ingénieur.
- [7] « Aluminum 6061. » HM Wire International, Inc, 2010.
- [8] B. Mordike et T. Ebert, « Magnesium: Properties applications potential », *Mater. Sci. Eng.* A, vol. 302, nº 1, p. 37-45, avr. 2001.
- [9] F. Bazile, Propriétés du magnésium et ses alliages, vol. m450. Ed. Techniques Ingénieur, 1985.
- [10] P. COSTA, « Nanomatériaux. Structure et élaboration », *Tech. Ing. Matér. Métalliques*, nº M4026, p. M4026–1, 2001.
- [11] M. Lahmani, C. Brechignac, et P. Houdy, *Les nanosciences: Nanomatériaux et nanochimie, Chapitre 19: Broyage mécanique*, Belin., vol. 2. 2006.
- [12] C. Suryanarayana et N. Al-Aqeeli, « Mechanically alloyed nanocomposites », *Prog. Mater. Sci.*, vol. 58, nº 4, p. 383-502, mai 2013.
- [13] G. L. C. E. Gaffet, « Broyage mécanique », in *Les Nano-sciences 2 : Nanomatériaux et Nanochimie*, Berlin, 2006, p. 437 - 453.
- [14] X.-T. Luo, G.-J. Yang, et C.-J. Li, « Preparation of cBNp/NiCrAl nanostructured composite powders by a step-fashion mechanical alloying process », *Powder Technol.*, vol. 217, p. 591-598, févr. 2012.
- [15] C. Zapata-Massot, « Synthèse de matériaux composites par co-broyage en voie sèche. Caractérisation des propriétés physico-chimiques et d'usages des matériaux », phd, 2004.
- [16] S. Dermarkar, « Matériaux composites à matrice métallique », Tech. L'Ingénieur M, vol. 250, p. 1– 16, 1990.
- [17] E. Sansoucy, L. Ajdelsztajn, B. Jodoin, et P. Marcoux, « Properties of SiC-Reinforced Aluminum Alloy Coatings Produced by the Cold Spray Deposition Process », in *Thermal Spray 2007: Global Coating Solutions: Proceedings of the 2007 International Thermal Spray Conference*, 2007, p. 37.
- [18] A. Sova, V. F. Kosarev, A. Papyrin, et I. Smurov, « Effect of Ceramic Particle Velocity on Cold Spray Deposition of Metal-Ceramic Coatings », J. Therm. Spray Technol., vol. 20, nº 1-2, p. 285-291, oct. 2010.
- [19] D. R. Kumar, R. Narayanasamy, et C. Loganathan, « Effect of Glass and SiC in Aluminum matrix on workability and strain hardening behavior of powder metallurgy hybrid composites », *Mater. Des.*, vol. 34, p. 120-136, févr. 2012.
- [20] A. Sova, A. Papyrin, et I. Smurov, « Influence of Ceramic Powder Size on Process of Cermet Coating Formation by Cold Spray », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 18, n° 4, p. 633-641, juill. 2009.
- [21] A. Lamraoui, S. Costil, C. Langlade, et C. Coddet, « Laser surface texturing (LST) treatment before thermal spraying: A new process to improve the substrate-coating adherence », Surf. Coat. Technol., vol. 205, Supplement 1, p. S164-S167, déc. 2010.

- [22] K. Verhoeven, « Modelling laser percussion drilling », 2004.
- [23] P. Peyre, « Les procédés laser », PIMM, Arts et Métiers ParisTech.
- [24] C. Coddet, G. Montavon, S. Ayrault-Costil, O. Freneaux, F. Rigolet, G. Barbezat, F. Folio, A. Diard, et P. Wazen, « Surface preparation and thermal spray in a single step: The PROTAL process— Example of application for an aluminum-base substrate », J. Therm. Spray Technol., vol. 8, n° 2, p. 235-242, juin 1999.
- [25] A. Lamraoui, « Traitement de surface par texturation laser : une alternative "propre" de préparation de surface pour la projection thermique », 2011.
- [26] S. Yin, X. Wang, W. Li, et X. Guo, « Examination on Substrate Preheating Process in Cold Gas Dynamic Spraying », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 20, n° 4, p. 852-859, févr. 2011.
- [27] S. Rech, « Influence of Pre-Heated Al 6061 Substrate Temperature on the Residual Stresses of Multipass Al Coatings Deposited by Cold Spray », J. Therm. Spray Technol., vol. 20, n° 1-2, p. 243-251, janv. 2011.
- [28] J. G. Legoux, E. Irissou, et C. Moreau, « Effect of Substrate Temperature on the Formation Mechanism of Cold-Sprayed Aluminum, Zinc and Tin Coatings », J. Therm. Spray Technol., vol. 16, nº 5-6, p. 619-626, oct. 2007.
- [29] O. Cheng, « Equipment engineering and process control for Cold Spraying », in *Thermal Spray* 2004: Advances in Technology and Application: Proceedings of the International Thermal Spray Conference, 10-12 May, 2004, Osaka, Japan, 2004.
- [30] P. Richter, W. Kroemmer, D. Ampfing, et P. Heinrich, « Equipment engineering and process control for cold spraying. »
- [31] X. Suo, *Réalisation et caractérisation des revêtements à base magnésium élaborés par projection à froid*. Belfort-Montbéliard, 2012.
- [32] X. K. Suo, Q. L. Suo, W. Y. Li, M. P. Planche, et H. L. Liao, « Effects of SiC Volume Fraction and Particle Size on the Deposition Behavior and Mechanical Properties of Cold-Sprayed AZ91D/SiCp Composite Coatings », J. Therm. Spray Technol., vol. 23, nº 1-2, p. 91-97, janv. 2014.
- [33] J. Pattison, S. Celotto, A. Khan, et W. O'Neill, « Standoff distance and bow shock phenomena in the Cold Spray process », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 202, n° 8, p. 1443-1454, janv. 2008.
- [34] W.-Y. Li, C. Zhang, X. P. Guo, G. Zhang, H. L. Liao, C.-J. Li, et C. Coddet, « Effect of standoff distance on coating deposition characteristics in cold spraying », *Mater. Des.*, vol. 29, n° 2, p. 297-304, janv. 2008.
- [35] B08 Committee, « Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings », ASTM International, 2008.

Chapitre 3

Optimisation des paramètres de projection

Introduction

Dans ce sujet de thèse, différents couples substrat-revêtement ont été réalisés afin de répondre au cahier des charges du projet C-SAR. Ces couples sont composés de différents alliages d'aluminium, de magnésium et/ou de composite à matrice métallique (CMM).

Dans l'optique de s'affranchir et de prévenir le phénomène de colmatage, des études numériques couplées à des essais expérimentaux ont été réalisés sur différents couples substrat-revêtement. L'optimisation de différents paramètres de projection a été effectuée sur les points suivants :

- La buse de projection ;
- Le choix de la répartition granulométrique de la poudre ;
- Les paramètres cinématiques du gaz principal ;
- La préparation de surface des substrats revêtus. Cette dernière étape fera l'objet d'une présentation plus approfondie dans le chapitre suivant ;
- Les poudres composites à matrice métallique (CMM) base aluminium : leur mode d'élaboration, la taille et le pourcentage de renforts en carbure de silicium (SiC) incorporés au sein de la matrice métallique.

A la fin de ce chapitre, une présentation est faite sur le phénomène de cratérisation. Les caractéristiques des différents couples substrat-revêtement sont présentées au travers de ces différentes études d'optimisation.

Sommaire chapitre 3 :

Int	roduct	ion		84
A.	Prés	entatio	on des matériaux	87
ļ	A.1	La ma	trice d'essai	87
ļ	4.2	Les m	atériaux projetés	88
	A.2.a	a Les	alliages d'aluminium	88
	A.2.ł	o Les	alliages de magnésium	
	A.2.0	c Les	composites à matrice métallique (CMM)	91
	A.	2.c.i	Poudres CMM base aluminium	92
	A.	2.c.ii	Poudres CMM base aluminium 5056 – 20%V SiC	94
A	4.3	Les su	bstrats	
Β.	Le p	hénom	ène de colmatage	
C.	Prév	ention	du colmatage en optimisant les paramètres de projection	101
(2.1	Au niv	eau de la buse de projection	101
	C.1.a	a Etu	de avec le logiciel KSS de différentes buses commerciales	102
	C.	1.a.i	Cas des particules d'alliages d'aluminium	103
	C.	1.a.ii	Cas des particules de G-Z4TR	104
	C.	1.a.iii	Conclusion	105
	C.1.k	o Imj	pact du choix de la buse sur la réalisation de revêtements en alliage d'alumi	nium sur
	subs	trat m	agnésium	106
	C.1.0	: Le	choix du matériau composant la buse	108
	C.1.0	d Le	système de refroidissement pour la buse de projection	109
	C.	1.d.i	Simulation de la puissance thermique évacuée sur la paroi extérieure de l	a buse 110
	C.	1.d.ii océdé	Impact du système de refroidissement en fonction des paramètres ciném	atique du 114
	р. С 1 е	عت در ان م	nclusion	115
(2	Optim	nisation de la granulométrie de la poudre	
(Ftude	sur le gaz principal	
	C.3.a	a Coi	mparaison entre l'hélium et l'azote	
	C.3.ł	o Che	pix de la pression du gaz propulsif	
D.	Etud	les sur	les revêtements composites à matrice métallique	
[D.1	Effet	de la préparation des poudres CMM	
[0.2	Effet o	de la taille des renforts céramiques	
[D.3	Concl	usion	131

Ε.	Le phénomène de cratérisation	133
Con	clusion	137
Bibli	ographie	138

A. Présentation des matériaux

Différents couples substrat-revêtement ont été réalisés afin de répondre au cahier des charges du projet C-SAR. Ces couples sont composés de différents alliages d'aluminium, de magnésium et/ou de composite à matrice métallique (CMM). La matrice de ces couples est présentée en détail dans ce paragraphe, ainsi que les caractéristiques des différents alliages et CMM utilisés comme substrat ou bien comme matériau projeté.

A.1 La matrice d'essai

Quatre substrats, ayant subi des traitements thermiques spécifiques doivent être revêtus :

- 2 alliages d'aluminium : 7040 et AS7G0.6 ;
- 1 alliage de magnésium : G-Z4TR ;
- 1 composite à matrice métallique base aluminium (CMM) : 2009-SiC.

Suivant la fonctionnalité du revêtement recherché, différents matériaux à déposer ont été sélectionnés :

- 3 alliages d'aluminium : 5056 (test de deux fournisseurs) et 6061 ;
- 1 alliage de magnésium : G-Z4TR ;
- 3 CMM base aluminium :
 - o 1050-SiC : deux préparations par mécano-synthèse par la société LIFCO Industrie ;
 - o 2009-SiC : une préparation par mécano-fusion par la société LIFCO Industrie ;
 - 5056-SiC : plusieurs préparations par mélange et par mécano-synthèse par le laboratoire IRTES-LERMPS.

La matrice des essais impartis à l'IRTES-LERMPS (Tableau 1) permet de visualiser les 16 couples à caractériser suivant la fonctionnalité recherchée.

	Revêtements	Alliages d'aluminium	CMM Aluminium + SiC	Alliage de magnésium
	Poudres	-5056 ECKA -5056 LERMPS -6061 LERMPS	-1050-15%wtSiC mécano-synthèse -1050-20%VSiC mécano-synthèse -2009-15%wtSiC mécano-fusion	G-Z4TR LERMPS
	Aluminium de fonderie AS7G0.6 T6	Rechargement structural	-	-
bstrat	Aluminium forgé 7040 T7451	Rechargement structural	Fonction tribologique	-
Sub	Aluminium CMM 2009-SiC T4	-	Rechargement structural	-
	Magnésium de fonderie G-Z4TR T6	Rechargement structural	-	Rechargement non structural

 Tableau 1 : Matrice d'essais mettant en avant les différents couples substrat-revêtement étudiés suivant la fonctionnalité recherchée

A.2 Les matériaux projetés

A.2.a Les alliages d'aluminium

Deux poudres de l'alliage d'aluminium 5056 [1] issus de deux sources différentes ont été utilisées. La première est élaborée par l'IRTES-LERMPS suivant une atomisation sous argon et présente une forme sphérique (Figure 1a). La deuxième, atomisée sous azote et de forme irrégulière (Figure 1b), a été fournie par la société ECKA. Cette différence de morphologie est obtenue en utilisant un gaz et un système d'atomisation différents. Le temps de refroidissement des particules atomisées sous argon est généralement plus lent, leur conférant un aspect sphérique. Les compositions chimiques de ces deux poudres, déterminées par ICP-AES, sont conformes à la spécification recherchée (Tableau 2). Les analyses de leur distribution granulométrique montrent une répartition plus fine pour la poudre 5056 LERMPS (Tableau 3).

Tableau 2 : Composition chimique standard de l'alliage 5056 et mesure par ICP-AES des compositions des poudres 5056 ECKA et 5056 LERMPS

(%)	AI	Mg	Cr	Cu	Fe	Mn	Si	Zn	Autre
Standard	93-95	4.5-5.6	0.05-0.2	0.1	<0.4	0.1-0.6	<0.3	<0.1	0.15
5056 LERMPS	93.26	4.62	<0.05	<1	0.18	0.44	0.2	<0.1	0.15
5056 ECKA	94.6	4.7	0.11	0.1	0.13	0.11	0.04	0.02	0.15

Tableau 3 : Répartitions granulométriques des poudres 5056 LERMPS et 5056 ECKA

Alliage	5056 LERMPS	5056 ECKA
d ₁₀	11.7 μm	12.9 μm
d ₅₀	23.6 µm	32.6 μm
d ₉₀	42.3 μm	64.8 μm



Figure 1: Observations au MEB a) de la poudre 5056 LERMPS et b) de la poudre 5056 ECKA

Le troisième alliage d'aluminium employé est la nuance 6061 (Tableau 4) élaborée par l'IRTES-LERMPS par atomisation sous argon. Une analyse par ICP-AES a été réalisée sur cette poudre afin de vérifier que sa composition chimique (Tableau 4) correspond bien à la spécification recherchée. La poudre 6061 LERMPS est composée de particules relativement sphériques avec la présence de satellites (Figure 2). A fort grossissement, l'agglomération de particules entre elles peut être observée. Sa répartition granulométrique est caractérisée par les valeurs suivantes :

- d₁₀ = 13.4 μm ;
- d₅₀ = 31.5 μm ;
- d₉₀ = 64.3 μm.

Les valeurs moyennes de dureté Vickers (Tableau 5) des poudres 5056 sont cohérentes avec la valeur théorique de dureté d'un produit massif, comprise entre 70 et 90 HV. Dans le cas de la poudre 6061 LERMPS, la valeur moyenne obtenue est légèrement inférieure à la valeur théorique de dureté d'un produit massif en 6061, soit 90 HV.

(%)	AI	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Autre
Standard	96-98	0.4-0.8	<0.7	0.15- 04	<0.15	0.8-1.2	<0.2	<0.25	<0.15	0.15
6061 LERMPS	97	0.58	0.28	0.26	0.05	1.19	0.12	<0.25	0.05	0.15

Tableau 4 : Composition chimique standard de l'alliage 6061 et composition par ICP-AES de la poudre 6061 LERMPS



Figure 2 : Observations au MEB de la poudre 6061 LERMPS à différents grandissements

Tableau 5 : Valeurs moyennes de dureté Vickers des poudres 5056 et 6061

Poudre	5056 LERMPS	5056 ECKA	6061 LERMPS
Dureté (HV0.01)	82.9 ± 4.9	84.6 ± 8.6	73.6 ± 8.5

A.2.b Les alliages de magnésium

L'alliage de magnésium G-Z4TR a été choisi. Cet alliage fait partie de la deuxième famille d'alliages présentée dans le chapitre précédent. La poudre de G-Z4TR a été obtenue par atomisation sous argon à l'IRTES-LERMPS. La composition chimique de cet alliage correspond bien à la spécification recherchée (Tableau 6) [2]. L'observation par MEB de la poudre de magnésium G-Z4TR fait apparaître une morphologie avec des particules sphériques et la présence de satellites (Figure 2). La dureté de la poudre est de l'ordre de 78.7 ± 7.2 HV_{0.01}, une valeur supérieure à la valeur de 50 HV du matériau brut. La répartition granulométrique de l'alliage est la suivante :

- d₁₀ = 27.0 μm ;
- d₅₀ = 51.2 μm ;
- d₉₀ = 98.9 μm.

Tableau 6: Composition chimique standard du G-Z4TR et analyse ICP-AES de la poudre G-Z4TR LERMPS

	Magnésium	Zinc	Zirconium	Terre rares
Standard	95.3-92.3 %	3.5-5.0 %	0.4-1.0 %	0.8-1.7 %
G-Z4TR	94.5 %	3.48 %	0.45 %	1.52 %



Figure 3 : Observations au MEB de la poudre G-Z4TR LERMPS à différents grandissements

A.2.c Les composites à matrice métallique (CMM)

L'élaboration de poudres pour réaliser des dépôts composites à matrice métallique permet d'étudier le mode d'élaboration de ces poudres, l'impact de la taille des renforts ou encore leur pourcentage dans la matrice. Le Tableau 7 présente l'ensemble des configurations réalisées.

Matrice	10	50	2009	5056
Type de renfort	Si	iC	SiC	SiC
Pourcentage renfort (% vol.)	12	20	12	20
Procédés de préparation	Broyage	Broyage	Broyage	Mélange et Broyage

Tableau	7:	Paramètres	de	préparation	des	poudres	смм
labicaa	· ·	i urumetres	uc	preparation	uc3	pouures	CIVILVI

A.2.c.i Poudres CMM base aluminium

Trois poudres composites à matrice métallique (CMM) base aluminium et renfort en carbure de silicium (SiC) ont été réalisées par la société Lifco suivant des procédés de broyage mécanique. Ces procédés sont la mécano-synthèse et la mécano-fusion. Les deux premières poudres CMM ont été obtenues par mécano-synthèse et la dernière par mécano-fusion. L'ajout du renfort s'est fait à hauteur de 15 % en masse pour les poudres mécano-fusion et mécano-synthèse 1. L'ajout du renfort s'est fait à hauteur de 20 % en volume pour la poudre mécano-synthèse et l'alliage d'aluminium 2009 pour la poudre élaborée par mécano-fusion. Dans le cas des deux poudres réalisées avec 15 % en masse de SiC, le pourcentage en volume de renfort dans le composite ne correspond qu'à 12 %, une valeur inférieure à la valeur cible de 20 % en volume recherchée dans le projet.

Des observations au MEB ont été réalisées afin de mettre en évidence la morphologie des poudres obtenues suivant les deux procédés. Des observations en coupe des poudres par microscopie optique ont été réalisées afin de mettre en évidence l'effet de la mécano-synthèse pour les deux premières poudres et celui de la mécano-fusion pour la dernière. Pour les trois types de poudres (Figures 4, 5 et 6), une morphologie de type patatoïde inhérente aux différents procédés est obtenue.

Dans le cas de la poudre 1050-SiC mécano-synthèse 1 (Figure 4), les observations en coupe mettent en avant la formation de deux types de particules : des particules d'aluminium avec des renforts en SiC incrustés à leur périphérie et des particules ayant subi plus homogènement le mécanisme de mécanosynthèse avec une dispersion du renfort dans la matrice métallique.

Dans le cas de la poudre 1050-SiC mécano-synthèse 2 (Figure 5), une bonne dispersion des renforts en SiC au sein des particules d'aluminium est notée.

Dans le cas de la poudre 2009-SiC (Figure 6), les renforts sont localisés en périphérie des particules de 2009.



Figure 4 : Morphologie et vue en coupe de la poudre CMM 1050-SiC mécano-synthèse 1



Figure 5 : Morphologie et vue en coupe de la poudre CMM 1050-SiC mécano-synthèse 2



Figure 6 : Morphologie et vue en coupe de la poudre CMM 2009-SiC mécano-fusion

Le Tableau 8 regroupe les distributions granulométriques de ces trois poudres. Les diamètres moyens, voisins de 30 μ m, des poudres mécano-synthèse 2 et mécano-fusion correspondent typiquement à ceux des poudres projetés avec le procédé Cold Spray. La répartition granulométrique de la poudre obtenue par mécano-synthèse 1 est quant à elle relativement haute, la même poudre initiale de 1050 ayant été employée par Lifco.

	Poudre	d10	d50	d90
CMM 105	0-SiC mécano-synthèse 1	45.1	75.7	131.6
CMM 105	0-SiC mécano-synthèse 2	11.6	27.3	51.1
CMM 20	09-SiC mécano-fusion	9.9	35.3	77.7

Tableau 8 : Granulométrie des poudres CMM base aluminium

Pour la poudre CMM 1050-SiC mécano-synthèse 1, la valeur moyenne de la dureté Vickers obtenue n'est pas significative du fait de l'hétérogénéité de la dispersion des renforts (Tableau 9); l'écart-type est donc assez élevé. Pour la poudre CMM 2009-SiC mécano-fusion, les renforts SiC se trouvant uniquement en périphérie des particules, il est cohérent d'obtenir à cœur une dureté moyenne équivalente à celle de l'alliage 2009 (98.8 \pm 4.3 HV_{0.01}). Enfin, pour la dernière poudre, la valeur de dureté est paradoxalement plus faible que les deux premières malgré un ajout plus important de renfort dans la préparation à hauteur de 20% en volume et des renforts visuellement répartis de manière plus homogène dans la matrice.

Tableau 9 : Dureté Vickers des poudres CMM base aluminium

Poudre	CMM mécano-synthèse 1	CMM mécano-synthèse 2	CMM mécano-fusion
Dureté (HV _{0.01})	167 ± 84	67 ± 19	102 ± 5

A.2.c.ii Poudres CMM base aluminium 5056 – 20%V SiC

Dans le cas de l'élaboration du composite CMM 5056 avec 20 % en volume de SiC, deux poudres ont été réalisées à l'IRTES-LERMPS par mécano-synthèse avec deux granulométries différentes de renfort (Tableau 10). Ces préparations ont subi chacune au préalable un mélange, puis trois temps de broyage différents (2, 8 et 16 h) permettant d'obtenir huit poudres, dont deux sont issues du mélange initial. Un facteur pour le diamètre moyen de plus de 10 est à souligner entre les deux poudres de SiC.

Tableau 10 : Distributions granulométriques des différentes poudres 5056 et SiC employées pour élaborer les poudres CMM 5056-SiC

Poudre	d10	d50	d90
AI5056	11.7	23.6	42.3
SiC 360	16.3	26.5	42.4
SiC 1200	0.6	2.1	5.8

Dans le cas de la poudre composite élaborée par mécano-synthèse avec du SiC 360, les observations au MEB et en coupe des poudres par microscope optique permettent d'effectuer les constats suivants sur les différents temps de broyage (Tableau 11) :

- Après 2 h de broyage, des particules patatoïdes et d'autres angulaires sont observées. Les vues en coupe montrent l'incrustation de relativement gros grains de SiC dans les particules de 5056. Les particules angulaires correspondent au SiC ;
- Après 8 h de broyage, la présence de particules angulaires diminue tandis que les particules générées par la mécano-synthèse augmentent. Les vues en coupe permettent de distinguer la présence de particules de SiC incrustées dans les particules de 5056. La taille des particules de SiC incorporées au 5056 diminue aussi ;
- Après 16 h de broyage, une dispersion homogène des particules de SiC avec le 5056 est à noter.

Dans le cas de la poudre composite élaborée par mécano-synthèse avec du SiC 1200, les observations suivantes ont été effectuées selon les différents temps de broyage (Tableau 12) :

- Après 2 h de broyage, sont présentes à la fois des particules patatoïdes et des particules angulaires de SiC très fines. Les vues en coupe montrent l'incrustation de particules angulaires de SiC dans les particules de 5056 ;
- Après 8 h de broyage, l'incrustation de particules de SiC s'effectue principalement en périphérie des particules de 5056. La présence de particules libres de SiC angulaire semble encore importante ;
- Après 16 h de broyage, une faible dispersion de fines particules de SiC dans le 5056 est observée avec toujours une plus forte concentration de SiC en périphérie des particules obtenues.

Le Tableau 13 regroupe l'ensemble des valeurs des répartitions granulométriques des poudres mélangées et broyées. Une légère diminution de la granulométrie des poudres broyées est constatée en fonction du temps de broyage. Cependant, le diamètre moyen reste proche de la valeur moyenne initiale de chaque type de préparation. Il se produit en début de broyage une agglomération de particules entre elles puis un affinement de la poudre avec l'augmentation du temps de broyage.



 Tableau 11 : Morphologies et vues en coupe des poudres CMM obtenues par broyage de 5056 et SiC 360

Composition	Morphologie (MEB) Vue en coupe	
5056 + SiC 1200 2 h broyage		10 µт
5056 + SiC 1200 8 h broyage		10 µт
5056 + SiC 1200 16 h broyage		10 µт

Tableau 12 : Morphologies et vues en coupe des poudres CMM obtenues par broyage de 5056 et SiC 1200

Tableau 13 : Répartitions granulométriques des différentes poudres 5056-20%V SiC

Composition poudre	Action réalisée	d ₁₀ (μm)	d₅₀ (µm)	d ₉₀ (μm)
	Mélange	12.2	23.5	41.4
	2 h broyage	16.7	34.6	78.9
5050 + SIC 500	8 h broyage	4.2	24.5	57.0
	16 h broyage	5.0	22.6	54.9
	Mélange	1.1	14.4	38.8
	2 h broyage	2.4	17.3	36.8
5050 + SIC 1200	8 h broyage	2.2	17.7	39.4
	16 h broyage	1.6	16.9	38.4

A.3 Les substrats

Dans le cadre de ce sujet de thèse, quatre substrats seront revêtus :

- Les alliages d'aluminium 7040 et AS7G0.6 (famille 4000) ;
- L'alliage de magnésium G-Z4TR (T6) ;
- Un CMM 2009 SiC dont la taille moyenne du renfort est de l'ordre de 3 μ m.

La dureté de ces différents substrats est regroupée dans le Tableau 14. Les différents traitements thermiques appliqués à chacun des matériaux leur permettent d'atteindre les caractéristiques mécaniques recherchées (Tableau 15).

Tableau 14 : Dureté Vickers des différents types de substrats

Substrat	Al7040 - T7451	AS7G0.6 - T6	G-Z4TR - T6	CMM (2009-SiC) - T4
Dureté Vickers (HV0.01)	156 ± 17	125 ± 11	49 ± 5	155 ± 10

i

Substrat	Type traitement	Mise en solution	Revenu
AS7G0.6 - T6	Т6	530 ≤ T ≤ 540°C 8 ≤ t ≤ 12h + TE T° ≤ 70°C	152 ≤ T ≤ 173°C - 3 ≤ t ≤ 10h
Al7040 - T7451	T7451	465 ≤ T ≤ 485°C / TE T ≤ 40°C 1.5% ≤ traction contrôlé ≤ 3%	110 ≤ T ≤ 125°C - 4 ≤ t ≤ 24h + 169 ≤ T ≤ 175°C - 9 ≤ t ≤ 15h
G-Z4TR - T6	Т6	325 ≤ T ≤ 335°C - t = 2h	172 ≤ T ≤ 203°C - 1 ≤ t ≤ 16h
CMM (2009- SiC) - T4	T4	493 ≤ T ≤ 503°C t = 4h + TE T° ambiant	Maturation - t > 4 jours

Tableau 15 : Traitements thermiques appliqués aux susbtrats utilisés

.

.

Les substrats sont des pions présentant un diamètre de 25 mm et ont été employés par série de 8 selon la configuration suivante :

- 1 pion pour effectuer les analyses suivantes : vues en coupe avant et après attaque chimique, mesure d'épaisseur, dureté, détermination de la porosité par analyse d'images ;
- 5 pions destinés aux essais de traction pour déterminer l'adhérence des revêtements ;
- 2 pions conservés comme témoin pour des contre analyse ou tests complémentaires.

B. Le phénomène de colmatage

La projection dynamique à froid peut générer des contraintes liées à la fois au procédé lui-même mais aussi aux matériaux projetés. En effet, le procédé s'appuie sur le principe de la déformation plastique pour réaliser les revêtements. Les particules projetées doivent pouvoir se déformer plastiquement pour adhérer sur la surface du substrat ou bien au revêtement en construction [3], [4]. Dans le cas des alliages d'aluminium, la vitesse critique est de l'ordre de 600 m/s et de 800 m/s [5], [6] pour les alliages de magnésium.

Un accrochage localisé d'une particule dans la buse de projection peut initier un phénomène de colmatage impactant directement la construction du revêtement et donc les propriétés souhaitées de ce dernier. Les conditions propices à cette adhésion sont les suivantes :

- Au niveau de la buse de projection : une température de paroi élevée, un matériau plus sensible à l'adhésion de particules à base aluminium ou magnésium, une rugosité élevée de la paroi interne ;
- Une distribution granulométrique relativement fine de la poudre ;
- Les conditions cinématiques du gaz : vitesse des particules et/ou température élevées.

Une compréhension de ce phénomène apparaît nécessaire afin de pouvoir le réduire et adopter des conditions opératoires garantissant une absence de colmatage sur une durée de projection de plusieurs heures pour des applications industrielles.

Le phénomène de colmatage découle d'une adhésion des particules de poudre, notamment les plus fines, sur la surface interne de la buse, dans la zone divergente où les particules sont accélérées. La création de ce phénomène peut se décomposer en deux étapes :

- Dans un premier temps, la paroi interne de la buse chauffe au contact du gaz la traversant. Une partie de cette chaleur emmagasinée par la buse est évacuée vers la paroi extérieure de la buse en contact avec l'atmosphère. Cette diffusion est plus ou moins rapide en fonction de la conductivité du matériau composant la buse.
- Dans un deuxième temps, lors du processus de projection de la poudre, des particules se déplaçant à haute vitesse dans la partie divergente de la buse viennent au contact de la surface de la paroi interne de la buse. Ceci provoque un phénomène de frottement induisant une hausse locale de la température. Une partie de cette chaleur est transmise à la buse et évacuée vers l'extérieur, tandis que le reste est transmis à la particule. Les plus petites particules sont plus rapidement affectées par cette variation de température. Ceci peut s'expliquer par

l'augmentation de la surface spécifique de la poudre avec la diminution de la taille [7], [8]. Si la chaleur emmagasinée localement n'est pas assez vite évacuée, la particule peut atteindre une température proche de, ou voire, sa température de fusion, et adhérer à la surface de la buse. Cela induit alors un artéfact initiant un phénomène de colmatage.

Les particules arrivant par la suite au niveau de cet artéfact vont s'y accrocher et entraîner l'augmentation de la taille de ce dernier provoquant la formation d'un agrégat (Figure 7) qui grandit plus ou moins rapidement en fonction des paramètres de projection et de la poudre utilisée. La croissance de cet agrégat entraîne une perturbation de la détente du gaz et donc une réduction de la vitesse des particules conduisant à une chute du rendement de projection. Les dépôts obtenus peuvent alors devenir assez poreux.



Figure 7 : Vue en coupe d'un agrégat de particules ayant provoqué un colmatage

Le colmatage peut générer l'occlusion partielle ou totale de la buse. Un phénomène d'érosion permet de limiter l'évolution de la taille de l'agrégat. Il est nécessaire de déterminer les paramètres clefs à optimiser afin de limiter, voire d'éliminer, complètement l'initiation du colmatage. Ces paramètres peuvent être regroupés en deux catégories :

- Ceux augmentant la vitesse des particules : la pression, le type de gaz principal, la géométrie de la buse, la granulométrie de la poudre ;
- Ceux augmentant la température globale ou locale des particules : la température du gaz principal, le matériau composant la buse, la granulométrie de la poudre.

C. Prévention du colmatage en optimisant les paramètres de projection

Dans l'optique d'éliminer le risque de colmatage, une série d'études a été menée sur l'optimisation de ces différents paramètres clefs. Des études numériques couplées à des essais expérimentaux ont été réalisées sur différents couples substrat-revêtement de la matrice d'essais.

La connaissance des caractéristiques en vol des particules au cours du processus de projection est primordiale avant d'envisager une optimisation des différents paramètres de projection des couples étudiés. La détermination de la température et de la vitesse des particules avant impact sur le substrat ou le revêtement en construction est nécessaire. L'obtention de ces données permet de déterminer si les particules en question pourront adhérer à la surface du substrat. Ces différentes études sont regroupées en annexe.

L'optimisation des paramètres de projection pour les couples substrat-revêtement étudiés dans le cadre du projet C-SAR a été traitée selon les points suivants : le choix ou l'optimisation de la buse de projection, le choix de la répartition granulométrique de la poudre, les paramètres cinématique du gaz principal ou encore l'optimisation de la préparation de surface des substrats.

C.1 Au niveau de la buse de projection

Au préalable à cette démarche d'optimisation, certains paramètres cinématiques ont été fixés comme la température et la pression du gaz principal pour la projection des poudres d'alliages d'aluminium. Le logiciel KKS (Kinetic Spray Solutions GmbH) a été utilisé en entrant les caractéristiques de la poudre et les conditions opératoires. Les paramètres du gaz (azote) dans ce cas de figure correspondent à une température de 500°C et une pression de 28 bars. La Figure 8 ci-après met en avant la fenêtre de projection optimale dans ce cas de figure.

Lors des premiers essais de projection des alliages d'aluminium 5056 et 6061 par Cold Spray, des problèmes récurrents de colmatage sont apparus avec la buse MOC type 24. Différentes solutions se sont alors dessinées pour s'affranchir du colmatage. La première étape consiste à étudier le rôle de la géométrie de la buse de projection. L'étude suivante consiste à changer le matériau composant la buse tandis que l'impact d'un système de refroidissement sur cette dernière a été étudié.



Figure 8 : Fenêtre de projection de la poudre 6061 LERMPS en fonction de la pression et de la température (données similaires avec les poudres 5056)

C.1.a Etude avec le logiciel KSS de différentes buses commerciales

Une étude avec le logiciel KSS a été menée afin de simuler l'impact de la géométrie des buses commerciales utilisées sur la température et la vitesse de particules de 6061 et de G-Z4TR. Les modélisations reprennent les principaux paramètres de projections obtenus dans le cadre du projet C-SAR :

- Projection des alliages d'aluminium ou de composites à base d'aluminium : une température de 500°C et une pression voisine de 28 bars ont été employées en entrée de la buse SiC-OUT1 (diamètre au col \$\overline\$ 2.7 mm avec un ratio d'expansion de 5.6, longueur de divergent de 132 mm) refroidie par eau. L'injecteur se situe à 40 mm en amont du col de la buse ;
- Projection du G-Z4TR ou de composite à base de G-Z4TR : une température de 600°C et une pression voisine de 28 bars ont été employées en entrée de la buse SiC-OUT1 refroidie par eau. L'injecteur se situe également à 40 mm en amont du col de la buse.

Des optimisations des conditions de projection ont été menées en adoptant des buses présentant un divergent plus long afin d'accroître la vitesse des particules :

 Une buse en acier reprenant la géométrie de la buse PBI type 33 dont la température est limitée à 400°C. Cette buse présente un diamètre au col Ø 2.7 mm et un ratio d'expansion de 13.7 avec une longueur de divergent de 182 mm. La buse en acier a été développée pour supporter des températures au-delà de 350°C lors de la projection des alliages d'aluminium 5056 et 6061 et de l'alliage de magnésium G-Z4TR. Elle permet aussi de supporter l'effet abrasif des poudres composites (CMM).

 Une buse SiC-OUT4 présentant un diamètre au col \u03c62.7 mm et un ratio d'expansion de 7 avec une longueur de divergent de 180 mm.

De plus, des essais expérimentaux ont été menés à titre exploratoire avec de l'hélium comme gaz principal afin d'obtenir des vitesses de particules nettement supérieures à celles obtenues avec l'azote et donc bien au-dessus de la vitesse critique.

C.1.a.i Cas des particules d'alliages d'aluminium

La Figure 9 présente la vitesse et la température des particules avant impact (distance de projection de 30 mm) pour le diamètre moyen de la poudre 6061 en fonction des différentes buses et selon différents gaz.



Figure 9 : Evolution de la vitesse et de la température des particules de 6061 en fonction du type de buse et du gaz employé à 500°C et 28 bars

La comparaison des modélisations entre l'azote et l'air donne un gain en moyenne de 30 m/s pour l'emploi de l'azote. De plus, les températures des particules à l'impact sont plus faibles avec l'emploi de l'air.

Les buses SiC-OUT1 et MOC-24 donnent des résultats similaires car leurs rapports d'expansion sont égaux, de même pour les buses acier et PBI type 33. Avec l'utilisation de ces dernières (acier et PBI type 33), en condition nominale de projection sous azote, un gain de l'ordre de 60 m/s par rapport aux buses SiC-OUT1 et MOC-24 est noté, ce gain n'étant que de l'ordre de 35 m/s avec la buse SiC-OUT4.

L'hélium permet de quasiment doubler la vitesse des particules. On note également une plus forte chute des températures des particules avant impact. Toutefois, tous les essais expérimentaux effectués sous hélium ont conduit assez rapidement au colmatage de la buse SiC-OUT1 en raison du fort échauffement des particules le long de la paroi de la buse (cf. C.3.a).

Des mesures expérimentales (Figure 10) avec le DPV2000 permettent de corréler les résultats numériques obtenus avec le logiciel KSS dans le cas des buses SiC-OUT1 et SiC-OUT4. L'utilisation d'une buse avec un divergent plus long (SiC-OUT4) permet d'accroître la vitesse des particules de 20 à 30 m/s, valeurs proches de celles obtenues par simulation.



Figure 10 : Vitesse des particules 5056 (poudre 5056 ECKA élutriée) en fonction de la position axiale à la distance de 30 mm avec la buse SiC OUT1 et la buse SiC OUT4

C.1.a.ii Cas des particules de G-Z4TR

La Figure 11 présente la vitesse et la température des particules avant impact (distance de projection de 30 mm) pour le diamètre moyen de la poudre de G-Z4TR en fonction de différentes buses et pour différents gaz. Les mêmes constats sont dressés que pour les particules de 6061 :

- Gain en moyenne de 10 m/s pour l'emploi d'azote. De plus, les particules se refroidissent plus vite avec l'emploi de l'air ;
- Les buses Acier et PBI type 33, en condition nominale de projection sous azote, permettent un gain de l'ordre de 55 m/s par rapport aux buses SiC-OUT1 et MOC-24. Ce gain est de l'ordre de 40 m/s avec la buse SiC-OUT4.



Figure 11 : Evolution de la vitesse et de la température des particules de G-Z4TR en fonction du type de buse et du gaz employé à 600°C et 28 bars

C.1.a.iii Conclusion

Aussi bien pour les particules de 6061 (Figure 12) que celles de G-Z4TR (Figure 13), la comparaison entre les rapports d'expansion des différentes buses montre que la vitesse des particules croît avec ce rapport. Cependant, cette croissance devient faible à partir de 7 (buse SiC-OUT4).

Les études numériques précédentes mettent en avant le choix de la géométrie de la buse PBI 33 pour la projection des alliages d'aluminium et de magnésium. Cette buse devrait également convenir pour la projection de composites à matrice métallique.

Le SiC présentant une meilleure conductivité thermique que le WC-Co, il conviendrait alors de réaliser des buses en SiC avec la géométrie de la buse PBI type 33. Cependant, la longueur de la buse ne devient plus compatible avec les moyens de fabrication des buses en WC-Co ou en SiC, notamment l'usinage de la partie divergente par électroérosion et l'obtention en paroi interne d'un état de surface de type superfinition. La buse en acier, présentant la même géométrie que la buse en PBI, a été réalisée et peut présenter une solution alternative intéressante si un traitement de cémentation ou nitruration peut être réalisé en paroi interne pour éviter à termes l'érosion par les poudres CMM.



Figure 12 : Vitesse des particules de 6061 selon le ratio d'expansion des différentes buses et différents gaz propulsifs



Figure 13 : Vitesse des particules de G-Z4TR selon le ratio d'expansion des différents buses et différents gaz propulsifs

C.1.b Impact du choix de la buse sur la réalisation de revêtements en alliage d'aluminium sur substrat magnésium

Dans le cadre du projet C-SAR, des essais ont été menés sur la réalisation de revêtements avec les alliages d'aluminium 5056 et 6061 sur substrat en G-Z4TR. Les premiers essais de projection avec la buse SiC-OUT1 n'ont pas été satisfaisants : les observations en coupe mettent en évidence une construction incomplète du revêtement en alliage d'aluminium (Figure 14). Des cratères mettant à nu le substrat en G-Z4TR sont visibles. Des essais ont été également réalisés avec la buse SiC OUT4 en carbure de silicium elle aussi (rapport d'expansion de 7) et les mêmes défauts de couverture ont été observés malgré un gain de l'ordre de 50 m/s de la vitesse des particules. L'épaisseur déposée est aussi faible : de l'ordre de 90 µm pour les plus fortes épaisseurs, témoignant d'un rendement de projection de seulement 8 %.

Il est à noter que les projections des alliages d'aluminium avec la buse SiC-OUT1 sur des substrats en alliages d'aluminium ont donné des résultats satisfaisants (couverture homogène et rendements de 20 à 40 %) tout comme les projections de G-Z4TR sur substrat en G-Z4TR (couverture homogène et rendements de 50 %). Cette difficulté à réaliser ce couple semble provenir de leur structure cristallographique respective : cubique face centrée pour les alliages d'aluminium et hexagonale compacte pour les alliages de magnésium. Les premières couches semblent ainsi difficiles à former.



Figure 14 : Vue en coupe à un grandissement X5 au microscope optique d'un revêtement en alliage d'aluminium 5056 ECKA sur substrat G-Z4TR projeté avec a) une buse SiC OUT1 et b) une buse SiC OUT4 – réalisation de 7 passes

En l'absence de résultats positifs avec les deux buses SiC-OUT1 et SIC-OUT4, la buse en acier avec une géométrie similaire à celle de la buse PBI-33 a été employée. Cette buse permet d'accroître la vitesse des particules avec un gain de 55 m/s comparativement à la buse SiC OUT1. Les revêtements obtenus avec cette buse présentent alors une couverture homogène, sont plus épais et apparaissent denses (Figure 15). Dans le cas des projections des poudres 5056 ECKA et 6061 LERMPS, les épaisseurs déposées sont respectivement de l'ordre de 250 µm et 550 µm (Figure 16). L'utilisation de la buse en acier permet d'accroître le rendement de projection et d'obtenir des dépôts denses et homogènes. La géométrie de la buse a donc un impact sur la vitesse des particules et sur l'élaboration du dépôt.



Figure 15 : Vue en coupe au microscope optique d'un revêtement 5056 ECKA sur substrat G-Z4TR projeté avec la buse Acier (géométrie buse PBI-33) – réalisation de 7 passes


Figure 16 : Vues en coupe au microscope optique des revêtements a) 5056 ECKA et b) 6061 sur substrat G-Z4TR projetés avec la buse Acier (géométrie buse PBI-33) – réalisation de 14 passes

C.1.c Le choix du matériau composant la buse

Une comparaison a été effectuée entre les deux buses dites De Laval de géométries proches possédant le même rapport d'expansion de 5.6. La différence entre ces deux buses réside dans le matériau composant chacune d'elle : la buse MOC type 24 est en carbure de tungstène à matrice cobalt (WC-6%Co) et la buse SiC-OUT1 en carbure de silicium.

Les essais de projection ont mis en avant un phénomène de colmatage dans la section divergente de la buse MOC type 24 alors que ce phénomène intervient nettement moins avec l'emploi de la buse SiC-OUT1. Ce phénomène entraîne une perturbation de l'écoulement et ainsi une mauvaise formation du revêtement (Figure 17). L'épaisseur déposée est plus faible et il en découle une augmentation notable de la porosité (Figure 18b) et éventuellement une chute de l'adhérence (Figure 18a).



Figure 17 : Revêtements de 6061 en coupe transversale élaborés avec a) la buse MOC type 24 et b) la buse SiC OUT1



Figure 18 : Evolution de a) l'adhérence et de b) la porosité du revêtement en 6061 en fonction du type de buse utilisée

Les meilleurs résultats obtenus avec la buse SiC-OUT1 sont inhérents à sa meilleure conductivité thermique (de l'ordre de 140 W.m⁻¹.K⁻¹) comparativement à la buse MOC type 24 (de l'ordre de 80 à 100 W.m⁻¹.K⁻¹) lui permettant de mieux évacuer la chaleur emmagasinée par la buse vers l'environnement extérieur. Ceci conduit à une température de paroi moins chaude lui permettant de limiter l'apparition du phénomène de colmatage.

C.1.d Le système de refroidissement pour la buse de projection

Même si les essais expérimentaux ont montré qu'une buse en SiC permet de diminuer l'apparition du phénomène de colmatage par rapport à l'utilisation d'une buse en WC-Co, ce phénomène n'est pas pour autant éliminé avec la buse en SiC mais plutôt retardé. L'utilisation d'un système de refroidissement à eau (Figure 19) à l'extérieure de la buse permet alors avec la buse MOC type 24 de retarder l'apparition du phénomène de colmatage et, avec la buse SIC-OUT1, de s'en affranchir. Le système de refroidissement consiste à gainer la buse avec une pièce tubulaire dans lequel de l'eau circule dans le sens col - sortie. L'étanchéité est réalisée par deux joints toriques en EPDM (éthylène-propylène-diène monomère), le refroidissement par eau leur permettant de ne pas être dégradés par la température élevée de la buse.



Figure 19 : Schéma présentant un système de refroidissement à eau fixé sur la section divergente de la buse

Une étude numérique sous Fluent a été conduite afin d'étudier l'impact de la nature de la buse et de la présence ou non du dispositif de refroidissement sur les échanges thermiques au niveau de la paroi interne et externe de la buse.

C.1.d.i Simulation de la puissance thermique évacuée sur la paroi extérieure de la buse

L'impact du matériau composant la buse de projection ainsi que de la présence ou non du système de refroidissement ont été étudiés par simulation numérique sous Fluent pour les deux buses MOC type 24 et SIC-OUT1 (Tableau 16). Les paramètres d'entrée au niveau des buses sont une température de 500°C et une pression de 30 bars. L'azote est utilisé comme gaz principal. Une pression de 1 bar est appliquée pour la pression atmosphérique. La distance de projection entre la sortie de la buse et la surface du substrat est fixée à 30 mm.

	Buse	MOC-24	SiC OUT1	
Propriété matériau	Composition	WC-6%Co	SiC	
	Densité	14.95	3.21	
	Cp (J/K.kg)	200	750	
	Conductivité thermique (W/m.K)	80-100	140	
Géométrie buse	Diamètre externe (mm)	12	15	
	Diamètre col (mm)	2.7	2.7	
	Diamètre sortie (mm)	6.4	6.4	
	Rapport d'expansion	5.6	5.6	
	Longueur divergent (mm)	132.4	132.4	
	Longueur convergent (mm)	40	30	

Tableau 16 : Caractéristiques des buses MOC type 24 et SiC-OUT1

La présence ou non du dispositif de refroidissement à eau a été simulé en appliquant un coefficient de transfert thermique au niveau de la surface de la paroi externe de la buse. En l'absence du système de refroidissement, l'échange thermique se fait avec l'air environnant, ce qui correspond à un coefficient d'échange assez faible de 15 W.m⁻².K⁻¹. L'utilisation d'eau comme fluide caloporteur permet d'accroître le coefficient d'échange à 2000 W.m⁻².K⁻¹ et ainsi d'augmenter l'évacuation de la chaleur. Les échanges thermiques vers l'extérieur, air ou eau, se déroulent au niveau de la section divergente de la buse car il n'est pas possible d'installer un dispositif de refroidissement jusque sur la section convergente en raison de la présence du système de fixation de la buse sur le pistolet. L'utilisation du système de

refroidissement à eau permet d'accroître considérablement la puissance thermique évacuée par la buse (Figure 20). Cette augmentation est multipliée par cinquante, quel que soit le type de buse. Le dispositif semble plus efficace avec l'utilisation de la buse SiC-OUT1 en SiC comparativement à la buse MOC type 24 en WC-Co.



Figure 20 : Evolution de la puissance thermique évacuée avec et sans système de refroidissement à eau sur l'ensemble de la section divergente de la buse

Les Figure 21 à Figure 24 permettent de comparer entre les quatre configurations étudiées les transferts thermiques entre le flux gazeux et les parois de la buse en fonction de la présence ou non du système de refroidissement. Dans la section convergente, les parois de la buse sont chauffées par le passage du gaz porté à 500°C. Cette chaleur emmagasinée est transférée au reste de la buse par conduction.

Les résultats montrent bien la chute de la température du gaz après le passage par le col de la buse. La température du gaz principal passe d'environ 500 °C à une température comprise entre 25 et 100°C en sortie de buse en raison de la détente du gaz dans la section divergente de la buse. La température sur l'axe du flux chute à 25°C tandis qu'en périphérie, à proximité de la paroi de la buse, la température est voisine de 100°C. Le flux gazeux reste plus chaud au contact de la paroi de la buse selon deux modes de transfert :

- Un transfert thermique de la buse vers le flux gazeux ;
- Un échauffement des atomes composant le gaz lorsqu'ils viennent frotter la surface de la paroi interne de la buse.

Le phénomène d'échauffement localisé du gaz, au niveau de la surface du substrat, semble découler de la compression du gaz à l'impact conduisant à un échauffement de cette couche de gaz et par conduction à celle du substrat. Une élévation de 400 à 500 °C de la température peut être obtenue dans cette zone.







Figure 22 : Evolution de la température (°K) de la buse SiC-OUT1 sans système de refroidissment







Figure 24 : Evolution de la température (°K) de la buse SiC-OUT1 avec système de refroidissment par eau

Avec l'utilisation d'un système de refroidissement à eau sur les buses MOC type 24 et SiC-OUT1, le gradient de température entre l'entrée de la buse et la sortie est plus important. Ce dispositif permet surtout de réduire la température des parois internes des deux buses d'environ 150°C quelle que soit la buse utilisée (Figure 26), générant une diminution de l'ordre de 50°C de la température du gaz à proximité de la paroi (Figure 25). Quel que soit le système de refroidissement, le choix de la buse SiC-OUT1 en comparaison avec la buse MOC type 24 conduit à une meilleure évacuation de la chaleur.



Figure 25 : Evolution de la température du gaz à proximité de la paroi interne des buses SiC-OUT1 et MOC 24 sur la section divergente selon le type de refroidissement.



Figure 26 : Evolution de la température interne des buses SiC-OUT1 et MOC 24 sur toutes leur longueur suivant le type de refroidissement

C.1.d.ii Impact du système de refroidissement en fonction des paramètres cinématique du procédé

L'impact du système de refroidissement par eau sur les échanges thermiques en fonction des paramètres de projection de projection a été étudié sous Fluent avec la buse SiC-OUT1. Les paramètres d'entrée au niveau de la buse sont une température variant de 300 à 500°C et une pression variant de 15 à 40 bars d'azote. La distance de projection entre la sortie de la buse et la surface du substrat est également de 30 mm. Le débit et la pression d'eau utilisés sont respectivement de 2 l/min et de 4 bars. La Figure 27 présente l'évolution de la puissance thermique évacuée sur la buse SiC-OUT1 par le système de refroidissement en fonction de l'évolution de la température et de la pression du gaz principal. L'évolution de la puissance évacuée est linéaire avec l'augmentation de la température et elle devient moins efficace en fonction de la pression du gaz principal lorsque celle-ci augmente.



Figure 27 : Evolution de la puissance thermique évacuée avec un système de refroidissement à eau sur la buse SiC-OUT1

C.1.e Conclusion

En conclusion, le choix du matériau composant la buse et la présence ou non d'un système de refroidissement à eau jouent un rôle non négligeable sur la prévention du phénomène de colmatage. Le système de refroidissement à eau permet de multiplier par cinquante la puissance thermique évacuée et ainsi de réduire la température en paroi interne de la buse d'environ 150°C. Le choix d'une buse en SiC permet d'accroître ce transfert thermique. La combinaison de ces deux éléments (buse SiC-OUT1 avec refroidissement à eau) permet de réduire considérablement le risque de colmatage en cours de projection, ce qui a été vérifié lors de nos essais expérimentaux.

En aparté, il est aussi à prendre en compte dans l'initiation du colmatage l'affinité chimique que peuvent avoir les matériaux entre eux lors d'un phénomène de friction. Le refroidissement par eau donne des résultats légèrement favorables au SiC mais il n'est pas à exclure en parallèle que ce matériau soit moins sensible au phénomène d'adhésion des particules d'alliages d'aluminium ou de magnésium que le WC-Co.

C.2 Optimisation de la granulométrie de la poudre

L'étape suivante du processus d'optimisation a consisté à étudier l'influence de la répartition granulométrique des poudres utilisées dans le cadre du projet C-SAR. Pour que le mécanisme de construction du revêtement puisse se faire, les particules de poudre doivent dépasser une vitesse minimum dite critique [4], [9], [10] pour se déformer plastiquement lors de l'impact. Les particules

trop grosses sont moins bien accélérées et ne se déposent pas si la vitesse critique n'est pas atteinte [11]. L'obtention d'une porosité plus importante peut aussi être observée.

Au contraire, les particules trop fines, donc légères, atteignent facilement et dépassent la vitesse critique. Cependant, ces particules sont plus influencées par le phénomène d'onde de choc intervenant près de la surface du substrat [12]–[14]. Ce phénomène ralentit de manière importante les poudres de faible granulométrie. Ces particules vont donc suivre le flux de gaz sans impacter la surface du substrat [11]. Ces mêmes particules sont aussi plus facilement influencées par les variations de température en cours de projection, notamment par la détente du gaz principal ou l'échauffement lors du contact de la paroi interne de la buse. Dans ce dernier cas, elles sont à l'origine de l'initiation du phénomène de colmatage.

Dans cette logique d'optimisation et de prévention du colmatage, les poudres d'alliages d'aluminium et de magnésium ont subi un resserrement de leur répartition granulométrique. Les cas des poudres 6061 LERMPS et G-Z4TR LERMPS sont présentés. Elles ont été projetées dans un premier temps dans leur état brut (Tableau 17) avec la buse SiC-OUT1 et le système de refroidissement à eau. Les observations en coupe des revêtements obtenus mettent en avant une épaisseur importante de l'ordre de 500 à 600 µm (Figure 28a et Figure 29a) et une porosité relativement importante de l'ordre de 2 %. De plus, un colmatage récurrent de la buse a été observé lors des projections avec la poudre 6061 brute.

Granulométrie	d10	d50	d90
6061 LERMPS brute	13.5	31.5	64.7
6061 LERMPS élutriée	18.0	30.7	51.7
G-Z4TR brute	27	51	99
G-Z4TR tamisée < 80μm	23	44	81

 Tableau 17: Répartitions granulométriques des poudres 6061 LERMPS et G-Z4TR LERMPS avant et après optimisation

Ces deux poudres ont alors subi un resserrement de leur répartition granulométrique. Dans le cas de la poudre G-Z4TR, les plus grosses particules ont été retirées en réalisant un tamisage à 80 µm. Concernant la poudre 6061, une étape d'élutriation a été réalisée afin de retirer les plus fines particules. L'élutriation est une méthode de séparation ou de classification granulométrique de particules à l'aide d'une colonne de fluide en mouvement, ici un vortex d'air.



Figure 28 : Vues en coupe des revêtements en 6061 a) avant et b) après élutriation de la poudre



Figure 29 : Vues en coupe des revêtements en G-Z4TR a) avant et b) après tamisage de la poudre

Cette évolution des distributions granulométriques des poudres conduit à des revêtements plus denses avec une porosité inférieure à 1% (Figure 31). Parallèlement, l'adhérence des revêtements a été doublée (Figure 30).







Figure 31 : Evolution de la porosité en fonction de l'optimisation de la poudre d'alliage d'aluminium et de la poudre d'alliage de magnésium

L'optimisation de la granulométrie de ces deux poudres a permis d'accroître de manière significative la qualité des dépôts :

- L'élimination des petites particules permet de réduire considérablement les risques de colmatage;
- Le retrait des grosses particules permet de réduire la taille des porosités formées lors de la construction du revêtement.

Ce processus d'optimisation a été appliqué également aux poudres 5056 LERMPS et 5056 ECKA.

C.3 Etude sur le gaz principal

C.3.a Comparaison entre l'hélium et l'azote

Une série de projection sous hélium et sous azote a été réalisée afin d'étudier l'impact de la nature du gaz propulsif sur la construction du revêtement. L'alliage d'aluminium 5056 a été projeté sur un substrat en AS7G0.6. La pression du gaz principal a été fixée à 30 bars avec une température de 500°C. La buse SiC-OUT1 avec un système de refroidissement à eau a été utilisée.

Au cours des projections avec l'hélium, la buse a colmaté systématiquement après quelques minutes de projection. Le colmatage se produit sur toute la paroi du divergent de la buse de projection, du col à la sortie, formant une couche relativement régulière sans toutefois obstruer la buse. Ce colmatage récurrent découle de la vitesse élevée des poudres projetées. En effet, selon une simulation avec le logiciel KSS, la vitesse moyenne des particules sous azote est de l'ordre de 650 m/s tandis que sous hélium, elle atteint 1400 m/s (cf. Figure 12). Cette augmentation a pour effet d'accroître le phénomène

de frottement des particules sur la paroi interne de la section divergente de la buse. Ces frottements induisent un échauffement des particules et qui, notamment les plus fines, atteignent alors plus facilement une température leur permettant une adhésion au SiC.

Malgré le phénomène de colmatage récurrent survenu lors des essais avec l'hélium, le revêtement obtenu est dense (Figure 32). En effet, les particules ont assez d'inertie pour compacter le revêtement en construction. L'épaisseur déposée est deux à trois fois plus importante que sous azote, témoignant d'un rendement proche de 100 %. L'utilisation de l'hélium comme gaz propulsif a aussi pour effet d'accroître de manière significative l'adhérence du revêtement (Figure 33), la préparation de surface des substrats étant identique.



Figure 32 : Vues en coupe de revêtements en 5056 ECKA projetés a) sous azote et b) sous hélium



Figure 33 : Evolution de l'adhérence des dépôts 5056 ECKA sur substrat AS7G0.6 en fonction du gaz propulsif utilisé

Le choix de l'hélium comme gaz propulsif n'est pas adéquat pour la projection des alliages d'aluminium en raison du colmatage limitant le temps de projection à quelques minutes seulement même avec une buse refroidie par eau.

C.3.b Choix de la pression du gaz propulsif

Une seconde étude a été menée afin d'accroître la vitesse des particules en augmentant la pression du gaz propulsif. Les alliages 5056 et 6061 ont été projetés sur le substrat en 7040 à l'aide une buse SiC-OUT1 équipée d'un système de refroidissement à eau. Les particules ont été projetées sous azote à une température de 500°C et selon deux pressions : 30 et 40 bars.

Dans le cas du premier couple 6061 - 7040, les observations en coupe des revêtements réalisés à une pression de 40 bars mettent en avant une porosité assez importante (Figure 34) liée à un problème de colmatage ayant eu lieu lors de ces essais. La vitesse d'impact des particules devient trop faible suite au colmatage de la buse pour obtenir des revêtements denses. Le revêtement obtenu à une pression de 30 bars est d'épaisseur plus faible mais dense.

Dans le cas du couple 5056 - 7040, le même phénomène de colmatage a pu être observé à 40 bars, conduisant à l'arrêt de la projection. Le revêtement obtenu est de faible épaisseur et les particules ne semblent pas avoir une bonne cohésion entre elles (Figure 35).

De plus, l'augmentation de la pression a eu pour effet de réduire de manière significative l'adhérence des revêtements (Figure 36). Cette chute découle du phénomène de colmatage ayant eu lieu dès le début de la projection et entraînant une chute de la vitesse des particules.



Figure 34 : Vues en coupe des revêtements en 6061 projetés sous azote à une pression de a) 30 bars et b) 40 bars



Figure 35 : Vues en coupe des revêtements en 5056 ECKA projetés sous azote à une pression de a) 30 bars et b) 40 bars



Figure 36 : Evolution de l'adhérence des dépôts de 5056 ECKA en fonction de la pression du gaz principal (azote)

Le gain de pression pour obtenir une augmentation de la vitesse des particules et donc du rendement de projection ne s'est pas avéré positif. Il semble que les paramètres employés (pression d'azote de 30 bars, température de 500°C, buse SIC-OUT1 refroidie par eau) sont proches de la limite conduisant à l'initiation du phénomène de colmatage pour la projection des alliages d'aluminium et que toute augmentation de vitesse des particules ne soit vaine (augmentation de la pression ou de la température du gaz principal ou de la nature du gaz principal).

D. Etudes sur les revêtements composites à matrice métallique

Une série d'études a été menée afin d'optimiser différentes poudres composites à matrice métallique (CMM) à base aluminium. Ces études ont porté sur le mode de préparation des poudres et sur la taille et le pourcentage de renfort en carbure de silicium incorporé au sein de la matrice métallique. L'objectif est d'obtenir des revêtements denses, ayant une bonne dispersion des renforts et une bonne adhérence sur les différents substrats en alliage d'aluminium et composite base aluminium. Suite aux étapes d'optimisation effectuées pour la projection des alliages d'aluminium, les essais de projection ont été réalisés avec les mêmes paramètres suivants : emploi d'une buse SiC-OUT1 avec système de refroidissement par eau, pression de 30 bars sous azote et 500°C.

D.1 Effet de la préparation des poudres CMM

La composition de la poudre CMM utilisée correspond à une matrice en alliage d'aluminium 5056 à 20 % en volume de renfort en SiC dont la distribution granulométrique (F360) est proche de celle de la matrice, c'est-à-dire 30 µm. Deux procédés de préparation ont été utilisés :

- Un mélange classique avec l'aide d'un mélangeur afin d'homogénéiser la préparation ;
- Un broyage mécanique avec l'aide d'un broyeur planétaire. Ici le rapport bille sur poudre est de 2/1. Trois préparations avec des temps de broyage de 2, 8 et 16 h ont été réalisées.

Avant projection, les poudres obtenues suivant les deux procédés de préparation ont été caractérisées (Tableau 10 à Tableau 14).

Des mesures par diffraction de rayons X permet de mettre en évidence l'absence de formation de nouvelles phases. Les poudres mélangées et broyées présentent les mêmes pics caractéristiques de l'aluminium et du SiC (Figure 37). Cependant, l'intensité de ces pics diminue avec la durée du broyage (Figure 38) en raison probablement de la diminution de la taille des grains et donc de la taille des plans cristallins caractéristiques de l'aluminium et du SiC.



Figure 37 : Diffraction par RX du mélange des poudres 5056 et de SiC



Figure 38 : Diffraction par RX du mélange de poudre et des poudres broyées (5056 + SiC)

Les poudres obtenues ont par la suite été projetées sur des substrats sablés (Ra = 2.5 ± 0.2) en 7040. Les caractéristiques des revêtements CMM sont comparées à celles des revêtements 5056 seuls. Le Tableau 19 regroupe les vues en coupe par microscope optique des revêtements CMM réalisés sur des substrats en 7040. Dans le cas du mélange, la répartition des renforts semble homogène dans la matrice métallique. De gros grains ainsi que des petits grains de SiC sont visibles dans les dépôts issus des poudres réalisées par mécano-synthèse. Cette répartition bimodale est nettement distincte sur le dépôt réalisé avec la poudre broyée durant deux heures où toutes les particules de SiC n'ont pas été fractionnées. Les épaisseurs obtenues (Tableau 18) avec les revêtements «mélangé» et «broyé 2 heures» sont similaires et deux fois plus importantes que l'épaisseur du revêtement obtenu avec la poudre 5056 seule. Une diminution de l'épaisseur du revêtement avec l'augmentation du temps de broyage est constatée.

Pour les poudres avec des temps de broyage de huit et seize heures, un phénomène de laminage du revêtement se produit, distinct par un fort aplatissement des particules (Tableau 19). Ce phénomène peut s'expliquer par la projection de particules durcies suite à l'étape de mécano-synthèse et se déformant alors plus difficilement à l'impact sur le substrat. Les plus gros grains ont alors un effet de grenaillage, voire d'érosion, à la surface du revêtement en formation. Cet effet se renforce en raison du faible rendement de projection de l'ordre de 10 % seulement.

Les mesures de dureté mettent en avant une augmentation de la dureté avec l'utilisation de renforts SiC dans la matrice métallique (Tableau 18). La dureté du revêtement augmente aussi avec le temps de broyage. Ceci s'explique par le mécanisme de durcissement induit par le procédé de mécanosynthèse.

Revêtements		Epaisseur (µm)	Dureté Vickers (HV _{0.01})	
Matrice seule		230 ± 21	125 ± 6	
Mélange		471 ± 16	145 ± 17	
	2 h Broyage	579 ± 29	143 ± 16	
Mécano - synthèse	8 h Broyage	62 ± 11	157 ± 16	
	16 h Broyage	55 ± 12	234 ± 15	

Tableau 18 : Epaisseurs des revêtements CMM en fonction des différents procédés de préparation des poudres

Tableau 19 : Vues en coupe des revêtements CMM en fonction des différents procédés de préparation des poudres



Composition : 5056 - 20% vol. SiC F360

Le pourcentage de renfort au sein de la matrice métallique a été déterminé (Figure 39) par analyse d'images. Dans le cas du mélange de poudres, le pourcentage du renfort dans le dépôt est inférieur à celui présent initialement dans la poudre (20% en volume de SiC).

Dans le cas des poudres broyées, le pourcentage de renfort présent dans le dépôt est égal ou supérieur au pourcentage présent initialement dans la poudre. Le pourcentage de SiC présent dans le dépôt augmente avec le temps de broyage pour atteindre 50 % après 16 h de broyage. Dans le cas du broyage pendant deux heures, le pourcentage de renfort dans le dépôt est équivalent à celui de la poudre avant projection. Cependant, des artefacts de mesures peuvent survenir avec la dispersion des renforts de taille de l'ordre du micromètre. En effet, avec la résolution du microscope utilisé pour prendre les images, certains agrégats de particules de SiC peuvent être considérés comme un seul grain lors de l'étape de seuillage de l'image. La proportion de renfort obtenue est alors surévaluée.



Figure 39 : Evolution du pourcentage de renfort au sein de la matrice en fonction de la préparation du CMM

L'essai de traction du revêtement CMM obtenu par mélange donne une valeur d'adhérence trois fois plus importante que celle du revêtement réalisé avec la poudre 5056 seule (Figure 40). La valeur d'adhérence du revêtement obtenu avec la poudre broyée pendant deux heures est de l'ordre de 40 MPa. L'adhérence semble diminuer avec l'augmentation du temps de broyage : l'adhérence est plus faible dans le cas de la poudre broyée pendant huit heures comparativement à celle broyée pendant deux heures.





En conclusion, le meilleur résultat en termes d'épaisseur et d'adhérence est obtenu avec le mélange des poudres matrice et renfort. Ce mélange 5056 + SiC conduit à un niveau de dureté équivalent à celui de la poudre broyée pendant deux heures mais une perte de renfort SiC s'effectue lors de la projection du mélange. Au contraire, le phénomène de broyage accroît le pourcentage de SiC dans le dépôt. Ce pourcentage semble croître avec le temps de broyage, en opposition avec l'épaisseur du dépôt. Un compromis, en termes d'épaisseur, d'adhérence et de pourcentage de renfort, serait finalement obtenu avec le mélange des poudres broyées pendant deux heures.

D.2 Effet de la taille des renforts céramiques

Dans cette partie, l'effet de la taille du renfort céramique sur la microstructure des revêtements CMM est présenté. La composition de la poudre CMM utilisée correspond à une matrice en 5056 avec 20 % en volume de renfort céramique en SiC. Deux poudres SiC de répartitions granulométriques différentes ont été utilisées : SiC F360 (d_{50} = 26 µm) et SiC F1200 (d_{50} = 3 µm). Deux procédés de préparation ont également été utilisés :

- Un mélange classique avec l'aide d'un mélangeur afin d'homogénéiser la préparation ;
- Un broyage mécanique par mécano-synthèse avec l'aide d'un broyeur planétaire. Le rapport bille sur poudre est de 2/1 avec un temps de broyage de deux heures.

Le Tableau 20 regroupe les vues en coupe au microscope optique des revêtements CMM réalisés sur des substrats en 7040. Pour des paramètres de projection identiques, une diminution de l'épaisseur des dépôts est obtenue avec la diminution de la taille du renfort.

Avec le SiC F360, une bonne dispersion des renforts dans la matrice est observée avec la projection du mélange des poudres et la répartition des renforts est de type bimodal pour le dépôt obtenu avec la poudre broyée pendant deux heures.

Avec le SiC F1200, nettement plus fin que le F360, les renforts semblent se positionner au niveau des interfaces entre les particules de 5056, ceci pour les deux types de préparation.

Tableau 20 : Vues en coupe des revêtements CMM suivant les différents procédés de préparation despoudres et suivant les deux granulométries de renfort utilisées



Les épaisseurs obtenues pour le même nombre de balayages ont été mesurées (Tableau 21). Les revêtements obtenus avec les poudres CMM 5056 - SiC F360 donnent des épaisseurs plus importantes que les revêtements obtenus avec les poudres CMM 5056 - SiC F1200. L'épaisseur du revêtement obtenu avec la poudre 5056 - SiC F360 broyée pendant deux heures est la plus importante. L'épaisseur du revêtement diminue avec la réduction de la taille du renfort. Cette diminution d'épaisseur peut s'expliquer selon deux points :

- La diminution de la répartition granulométrique des poudres CMM, aussi bien pour les mélanges que pour les poudres broyées. En effet, la vitesse des particules est influencée par le flux du gaz principal. Les particules de petite taille, notamment le SiC F1200, suivent le flux du gaz et, contrées par le phénomène d'onde choc à proximité du substrat, n'impactent pas le substrat ;
- Dans le cas des poudres broyées avec les particules de renfort de SiC F1200, une proportion non négligeable de renfort n'est pas incorporée aux particules 5056. Ces particules libres ne réussissent pas à s'incruster dans les particules déposées issues de la mécano-synthèse, cellesci étant relativement dures.

Les mesures de dureté mettent en avant une légère augmentation de la dureté pour les revêtements élaborés avec les poudres broyées (Tableau 21).

Revêtement		Epaisseur (µm)	Dureté Vickers (HV _{0.01})
	Mélange	230 ± 21	125 ± 6
5050 -20% VOI. SIC F500	Mécano-synthèse	579 ± 29	143 ± 16
	Mélange	83 ± 15	134 ± 12
5056 - 20% VOI. SIC F1200	Mécano-synthèse	55 ± 7	148 ± 13

Tableau 21 : Epaisseur des revêtements CMM en fonction des procédés de préparation des poudres et desdeux granulométries de renfort utilisées

Le pourcentage de renfort SiC au sein de la matrice métallique 5056 a été mesuré (Figure 41) par analyse d'images. Dans le cas des mélanges, le pourcentage du renfort dans le dépôt est inférieur à celui présent dans la poudre initiale. Avec la poudre CMM 5056 - SiC F1200, le pourcentage est très faible, s'expliquant par la forte proportion des particules de SiC, d'une granulométrie voisine de 3 µm, n'atteignant pas le substrat en raison de l'onde choc. Dans le cas des poudres broyées, le pourcentage de renfort présent dans le dépôt est égal au pourcentage présent dans les poudres CMM initiales.

La tenue en adhérence des différents revêtements CMM a été caractérisée par des essais de traction (Figure 42). Malgré la faible taille des renforts en SiC F1200, la granulométrie du renfort n'influence pas l'adhérence du revêtement sur le substrat. Les valeurs d'adhérence des revêtements issus des poudres broyées pendant deux heures sont équivalentes, de l'ordre de 40 MPa.







Figure 42 : Evolution de l'adhérence des revêtements CMM 5056 - SiC en fonction du mode de préparation et de la taille des renforts

En conclusion, le meilleur résultat, en termes de rendement et d'adhérence, est obtenu avec le mélange des poudres 5056 et SiC F360. Ce mélange conduit à un niveau de dureté presque équivalent à celui des poudres broyées pendant deux heures. Il apparaît que le choix d'une granulométrie sensiblement identique entre les deux poudres mélangées donne le meilleur résultat. Dans le cas de l'utilisation d'un renfort céramique fin (SiC F1200), les particules de SiC ne peuvent être intégrées correctement aux particules de 5056 par broyage et les épaisseurs déposées restent alors faibles. Les renforts restent en périphérie des particules 5056. Il est toutefois à noter pour les mélanges de poudres que le pourcentage de renfort dans le dépôt est inférieur à celui initialement présent dans la poudre.

Un compromis, en termes d'épaisseur, d'adhérence et de pourcentage de renfort voisin de celui de la poudre initiale, serait alors obtenu par le revêtement CMM obtenu avec la poudre CMM 5056 - SiC F360 broyée deux heures.

D.3 Conclusion

Le choix de la taille du renfort ainsi que celui du procédé de préparation des poudres CMM ont des impacts directs sur les caractéristiques des dépôts obtenus. En effet, dans le cas d'une préparation par mélange, il semble préférable que les répartitions granulométriques des renforts et de la matrice soient proches. Cependant, une perte en SiC est notée. Il faudrait alors prendre en compte cette différence et charger davantage la poudre 5056 en renfort pour compenser cette perte.

Suivant les paramètres de préparation (temps de broyage, pourcentage de renfort dans la préparation, rapport bille/poudre), des poudres CMM avec une bonne répartition des renforts au sein des poudres d'alliage d'aluminium peuvent être obtenues. Si le procédé de mécano-synthèse n'est pas optimisé, les renforts restent en périphérie des particules d'aluminium et forment une coquille autour de cette dernière, comme dans le cas de la préparation avec le renfort SiC F1200. Un durcissement des particules CMM est observé avec le temps de broyage, limitant leur capacité à la déformation plastique. Avec des temps de broyage élevés, le rendement chute et l'adhérence de ces particules est également moindre. Ces particules vont avoir pour effet d'écrouir la surface du revêtement en construction.

Il faut aussi noter l'absence de colmatage lors de la projection des poudres CMM qui s'explique par la présence des renforts céramiques. Ces renforts vont avoir pour effet de sabler en continu la surface de la paroi interne de la buse. Les artéfacts en formation vont alors être arrachés par cet effet de sablage, stoppant toute initiation de colmatage.

E. Le phénomène de cratérisation

Au cours de la construction des revêtements en alliage d'aluminium et de magnésium, des phénomènes de cratérisation sont observables sur la surface des revêtements. Ces cratères, dont la taille peut varier entre 20 et 500 µm, croissent en taille et en profondeur avec l'augmentation de l'épaisseur du revêtement. Ces cratères ont un aspect circulaire avec des parois inclinées variant de 30 à 60 degrés. L'apparition de ces cratères en surface se fait de manière aléatoire quelle que soit la préparation du substrat (sablage, etc.). La Figure 43 met en évidence la formation de cratères de tailles variables allant de quelques micromètres à quelques millimètres en diamètre. Ce phénomène semble découler de l'érosion provoquée par les particules ne participant pas à l'élaboration du dépôt. Dans certains cas, un défaut (trou) présent à la surface du substrat initie la formation du cratère (Figure 44).





Figure 43 : Observations de cratères avec différents grandissements



Figure 44 : Observation du substrat en AS7G0.6 a) avant et b) après projection - présence des cratères au dessus des trous présents à la surface du substrat

Dans l'optique de comprendre la formation de ces différents cratères et de faire un lien entre la taille des cratères et la morphologie de surface, une étude a été entreprise. Cinq tailles de trous, variant de 20 à 100 μ m de diamètre, ont été gravées en surface de substrats en alliage d'aluminium par texturation laser (Tableau 22). La poudre 6061 LERMPS a été utilisée. Elle présente pour rappel un diamètre moyen de 30 μ m.

	Texturation				
Numéro	N°1	N°2	N°3	N°4	N°5
Diamètre de trou (µm)	20	40	60	80	100
Puissance (W)	20				
Fréquence (kHz)	2	15	30	50	80
Nombre d'impact	2	4	5	8	12

I.

Le Tableau 23 regroupe les vues en coupe et en surface des dépôts réalisés sur différentes tailles de trous. Suivant la taille du trou, leur remplissage est plus ou moins important et homogène. Il se forme alors un cratère dont le diamètre à la base correspond à celui du trou formé par texturation laser. Ces cratères ont un aspect circulaire et de taille variant de 30 à 200 μ m. Le nombre de petits cratères est prédominant avec le substrat traité avec un diamètre de trou moyen de 20 μ m et le nombre de grands cratères augmente avec un diamètre de trou moyen de 100 μ m.

Pour le remplissage des plus petits trous (20 μ m), une seule particule est observée à chaque fois dans le fond de ces derniers. Il semble difficile d'obtenir un bon remplissage de ces trous à cause du diamètre moyen des particules projetées, supérieur au diamètre du trou.

Pour les trous de diamètre moyen (60 μ m), plusieurs particules sont visibles dans le fond des trous avec la formation de porosités entre ces particules dues à une déformation insuffisante de ces dernières.

Enfin, pour les trous les plus larges (100 μ m), un meilleur remplissage du trou est observé. Généralement, un cratère se forme à l'aplomb du trou avec des parois présentant un angle de 40°. Tableau 23 : Vues de face et en coupe après projection de la poudre 6061 LERMPS sur différentes tailles de trou



Plusieurs suppositions peuvent être faites sur la construction des cratères se formant sans présence de défauts sur le substrat. Deux tailles de cratères sont identifiables : petit et grand (Figure 45). Les grands cratères deviennent visibles à l'œil lorsque l'épaisseur déposée dépasse 1 mm.

Dans le cas des petits cratères (Figure 45a), deux hypothèses peuvent être proposées sur leur formation :

- Les particules n'atteignent pas leur vitesse critique et rebondissent en surface du revêtement.
 Cela forme alors une ombre empêchant l'adhérence des particules impactantes dans la même zone par la suite ;
- Une particule est manquante dans la couche de revêtement en raison du caractère aléatoire de l'arrivée des particules, formant une zone vacante (trou).

Dans ces deux cas, Il est alors difficile de combler le trou formé en obtenant un impact à l'endroit précis de ce trou avec une taille de particules correspondant au diamètre du trou.

Dans le cas des gros cratères, une juxtaposition de ces derniers est observable. Ces cratères sont limités par les parois des cratères voisins. La distance entre chaque cratère successif correspond à quelques particules et les parois présentent une inclinaison avec un angle de l'ordre de 30° (Figure 45b). L'origine des gros cratères semblent être la formation de petits cratères puis leur croissance en taille qui peut s'expliquer selon les hypothèses suivantes :

- Le rendement de projection diminuant avec l'angle de projection [6], les particules se déposent moins bien sur les parois des gros cratères. Le rendement de projection est alors plus important sur le haut du cratère que sur les parois ;
- Les particules ne participant pas à l'élaboration du dépôt érodent davantage les surfaces inclinées du revêtement, donc les parois du cratère ;
- Les particules sont ralenties avant d'atteindre la surface du revêtement par l'onde de choc. Ce phénomène peut être amplifié dans le fond du cratère en formation par la présence des parois de ce dernier. Avec le temps, le diamètre et la profondeur du cratère augmentent.



Figure 45 : Vues de surface de la structure a) d'un petit cratère et b) d'un ensemble de grands cratères (dépôt 6061)

En conclusion, le phénomène de cratérisation est issu de nombreux paramètres mais ceux-ci proviennent principalement d'un rendement de projection qui n'est que de l'ordre de 30 à 50% pour les alliages d'aluminium. La formation des petits cratères correspond à l'absence de particules dans la construction du revêtement laissant un espace vide. La formation des gros cratères provient de défauts en surface du substrat ou de l'élargissement de petits cratères avec la croissance en épaisseur du dépôt. Cette cratérisation des revêtements semble affecter le rendement en cours de projection.

Conclusion

Le phénomène de colmatage a pour effet de diminuer de manière plus ou moins importante la vitesse des particules, entraînant une chute du rendement. Ce phénomène, qui peut conduire à l'obturation complète de la buse, oblige à un arrêt de l'installation Cold Spray et au remplacement de la buse. L'optimisation du procédé a pour but de réduire tout risque de colmatage pouvant subvenir pour la projection des poudres des alliages d'aluminium et de magnésium. Cette démarche d'optimisation s'est effectuée selon plusieurs études : l'optimisation de la buse de projection, le choix de la répartition granulométrique de la poudre et les paramètres cinématiques du gaz principal.

Une bonne conductivité thermique pour la buse et un système de refroidissement performant sont nécessaires pour réduire ce risque de colmatage. De même, le resserrement de la distribution granulométrique des poudres permet de le réduire (suppression des plus fines particules) et d'obtenir des dépôts plus denses (suppression des plus grosses particules). Les limites (nature, pression et température du gaz principal, géométrie de la buse) pour la projection des différentes poudres des alliages d'aluminium et de magnésium ont été déterminées afin de se placer dans des conditions garantissant un risque nul de colmatage tout en conservant des rendements de projection acceptables, de 20 à 50% en fonction des poudres projetées.

En amont de ces différentes étapes d'optimisation, la détermination des caractéristiques en vol des particules a été réalisée. Cette étape a permis de mieux appréhender les interactions entre les particules projetées, les paramètres cinématiques du gaz principal et les dimensions géométriques de la buse de projection.

Les essais d'optimisation des poudres CMM mettent en avant les différentes techniques de préparation de ces poudres afin d'obtenir des revêtements CMM dont le but est d'avoir une répartition homogène des renforts. Un mélange de poudre permet d'atteindre cet objectif mais le diamètre moyen des renforts est alors plus élevé que celui qui peut être obtenu avec une poudre obtenue par mécano-synthèse.

Enfin, le phénomène de cratérisation, provenant des particules ne participant pas à l'élaboration du revêtement, semble conduire à une chute du rendement de projection avec l'augmentation de l'épaisseur déposée.

Bibliographie

- [1] « Aluminum 5056. » HM Wire International, Inc, 2010.
- [2] « Elektron RZ5. » Magnesium Elecktron UK.
- [3] J. Karthikeyan et C. M. Kay, « Cold spray technology An industrial perspective », in *Thermal Spray* 2003: Advancing the Science & Applying the Technology, Ohio, USA, 2003, p. 117-121.
- [4] J. Karthikeyan, « Cold spray technology », Adv. Mater. Process., p. 33-35, mars 2005.
- [5] T. Schmidt, F. Gärtner, H. Assadi, et H. Kreye, « Development of a generalized parameter window for cold spray deposition », *Acta Mater.*, vol. 54, n° 3, p. 729-742, 2006.
- [6] C. J. Li, W. Y. Li, Y. Y. Wang, et H. Fukanuma, *Effect of spray angle on deposition characteristics in cold spraying*. May, 2003.
- [7] D. L. Gilmore, R. C. Dykhuizen, R. A. Neiser, M. F. Smith, et T. J. Roemer, « Particle velocity and deposition efficiency in the cold spray process », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 8, nº 4, p. 576–582, 1999.
- [8] T. Schmidt, H. Assadi, F. Gärtner, H. Richter, T. Stoltenhoff, H. Kreye, et T. Klassen, « From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 18, nº 5-6, p. 794-808, août 2009.
- [9] T. Han, Z. Zhao, B. A. Gillispie, et J. R. Smith, « A fundamental study of the kinetic spray process », présenté à International Thermal Spray Conference, Osaka, Japon, 2004.
- [10] M. Yandouzi et B. Jodoin, « Restoration of damaged aircraft skin by cold spray technique The advantages and the challenges », in *Thermal Spray 2012: Proceeding from the International Spray Conference and Exposition*, Houston, Texas, USA, 2012, p. 345-350.
- [11] T. H. Van Steenkiste, J. R. Smith, et R. E. Teets, « Aluminum coatings via kinetic spray with relatively large powder particles », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 154, n° 2-3, p. 237-252, mai 2002.
- [12] H. Kreye et T. Stoltenhoff, « Cold spraying A study of process and coating characteristics », p. 419
 -422.
- [13] M. Karimi, B. Jodoin, et G. Rankin, « Shock-Wave-Induced Spraying: Modeling and Physics of a New Spray Process », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 20, n° 4, p. 866-881, juin 2011.
- [14] B. Jodoin, « Effects of shock waves on impact velocity of cold spray particles », in *Thermal Spray* 2001: New surfaces for a new millennium, Ohio, USA, 2001, p. 399-407.

Chapitre 4

Optimisation de l'adhérence par différents procédés de préparation de surface

Introduction

Dans le domaine de la projection thermique, une préparation de surface par sablage est généralement réalisée avant projection. Elle permet de modifier facilement et rapidement la rugosité de surface du substrat à revêtir. La rugosité de surface du substrat peut évoluer suivant la taille du corindon employé, généralement de forme angulaire, mais aussi en fonction de la vitesse d'impact du corindon.

Afin d'accroître l'adhérence des différents revêtements, les substrats utilisés dans le cadre du projet C-SAR ont subi différentes préparations de surface en partant d'un simple sablage vers des procédés plus complexes permettant de créer des zones d'ancrages contrôlées. En effet, deux procédés, l'usinage mécanique et la texturation laser, ont été employés afin de créer à la surface des substrats une morphologie de surface ordonnée et contrôlée.

Une présentation succincte sera faite sur la notion d'adhérence. Ensuite, l'effet de la préparation par sablage sera mis en avant et, enfin, l'optimisation de l'adhérence de chaque couple par la réalisation de zones d'ancrages mécaniques sera présentée.

Sommaire chapitre 4 :

Introduc	tion1	40
A. L'ac	dhérence	42
A.1	Les liaisons atomiques ou moléculaires1	42
A.2	Les liaisons par ancrage mécanique1	42
A.3	Les liaisons par diffusion1	42
A.4	Les liaisons créées en Cold Spray1	43
B. Diff	érentes préparations de surface1	44
B.1	Sablage1	44
B.2	Usinage mécanique1	45
B.3	Texturation laser1	46
В.З.	.a Présentation1	46
В.З.	.b Paramètres1	46
C. Opt	imisation de l'adhérence pour différents couples1	48
C.1	Préparation de surface par sablage1	48
C.1.	.a Revêtements en alliage d'aluminium sur substrat en alliage d'aluminium1	48
C.1. CM	.b Revêtement CMM base aluminium sur substrat en alliage d'aluminium et substrat M base aluminium	.54
C.1.	.c Revêtements en alliage d'aluminium sur substrat en alliage de magnésium1	65
C.1.	.d Revêtement en alliage de magnésium sur substrat en alliage de magnésium1	67
C.1.	.e Conclusion1	69
C.2	Optimisation de l'adhérence par la réalisation de zones d'ancrages mécaniques1	69
C.2.	.a Les poudres métalliques sur substrat métallique1	70
C	2.2.a.i Revêtements en alliage d'aluminium sur substrat en alliage d'aluminium1	70
C	2.2.a.ii Revêtement en alliage de magnésium sur substrat en alliage de magnésium 1	76
C.2. alur	.b Les poudres CMM base aluminium sur substrat métallique et substrat CMM base minium1	.78
C.2.	.c Conclusion 1	83
Conclusi	on 1	84
Bibliogra	aphies1	85

A. L'adhérence

La notion d'adhérence correspond à la force nécessaire pour séparer deux surfaces. Elle peut être déterminée par différents essais en mesurant leurs résistances à la séparation. L'adhésion désigne les interactions se mettant en place lors d'un contact plus ou moins intime entre deux surfaces et leur permettant de se maintenir entre elles. Les phénomènes d'adhésion peuvent se définir par la création de liaisons d'ordre chimique, physique et/ou mécanique.

A.1 Les liaisons atomiques ou moléculaires

Lors d'un contact suffisamment intime entre deux surfaces (<0.5 nm), une interaction entre les atomes ou les molécules des deux parties peut se former. Suivant leur affinité, une liaison chimique ou physique entre les surfaces peut alors être possible.

La liaison chimique correspond à une liaison interatomique. Elle est considérée comme forte et peut être de trois types : ionique, covalente ou métallique. Les forces covalentes ou ioniques ont un niveau d'énergie élevée (supérieure à 1000 kJ/mol) [1]. Les liaisons métalliques ont des niveaux d'énergie plus faibles, compris entre 110 et 260 kJ/mol.

La liaison physique correspond à une liaison intermoléculaire. Elle est considérée comme faible avec une énergie inférieure à 50 kJ/mol. On distingue les liaisons de Van Der Walls et les liaisons hydrogène [1].

A.2 Les liaisons par ancrage mécanique

L'ancrage mécanique provient de la pénétration de la matière dans des aspérités ou des porosités à la surface d'un substrat. Suivant la morphologie ou la dimension des aspérités, l'adhérence produit par l'ancrage mécanique peut être différente [1], [2]. Une augmentation de la rugosité par exemple est souvent considérée comme favorable à l'adhérence d'un revêtement. Ces résultats sont toutefois à nuancer puisque l'augmentation de la surface de contact favorise également la capacité de créer des liaisons physico-chimiques en augmentant les sites de liaisons possibles [2], [3].

A.3 Les liaisons par diffusion

Les liaisons par diffusion entraînent la présence d'une zone de transition plus ou moins épaisse entre les deux matériaux à assembler. La notion de diffusion est basée sur les règles de diffusion atomique exprimée par la loi de Fick. La diffusion peut être à l'état solide ou liquide. Dans tous les cas de figure, elle est régie par le temps et est thermodynamiquement activée. La diffusion à l'état solide s'effectue principalement par un mécanisme interstitiel ou lacunaire [4]. Les défauts du cristal (joint de grains, dislocations...) peuvent servir de voie à la diffusion, accélérant la diffusion dans ces zones particulières. La diffusion à l'état solide peut être dite forcée lorsque les zones en contact exercent une pression l'une sur l'autre.

La diffusion à l'état liquide est, quant à elle, régie par l'équation de Stockes-Einstein et est beaucoup plus rapide.

A.4 Les liaisons créées en Cold Spray

Les liaisons en Cold Spray entre le substrat et le revêtement sont engendrées lors de l'impact des particules. Au cours de cet impact, deux phénomènes se déroulent simultanément : un cisaillement adiabatique couplé à une recristallisation dynamique des particules.

Le phénomène de cisaillement adiabatique apparait lorsque la particule atteint et dépasse sa vitesse critique. La vitesse de déformation atteinte lors de l'impact est très rapide, de l'ordre de 10⁵ à 10⁸ secondes. La déformation engendre une élévation plus ou moins locale de la température, qui n'est pas suffisamment évacuée. Cela entraîne une chute locale des contraintes, favorisant le déplacement et l'annihilation des dislocations. Le ramollissement de la matière à l'interface résulte du phénomène de cisaillement adiabatique couplé à la pression de la particule lors de l'impact. Cela entraîne un jet de matière vers l'extérieur de l'interface, expulsant les impuretés et oxydes [5]–[7]. Seule une épaisseur très fine proche de l'interface est soumise au cisaillement adiabatique.

Les liaisons générées par le procédé Cold Spray seront des liaisons par ancrage mécanique et des liaisons atomiques, le ratio entre les deux dépendant des conditions d'impact et de la nature des matériaux en vis-à-vis.

Plusieurs essais permettent de quantifier l'adhérence de revêtements [8]. Les essais d'adhérence ne sont pas comparables entre eux car ils ne sollicitent pas l'interface de la même manière. En effet, l'accès à l'adhérence peut se faire de façon directe avec des sollicitations en traction ou cisaillement, de manière indirecte ou encore par des essais de propagation de fissure [1]. Les essais d'adhérence peuvent être différenciés par la vitesse de sollicitation exercée: quasi statique ou dynamique. Enfin, l'aspect destructif ou non-destructif peut être abordé. Les essais les plus couramment utilisés pour caractériser des dépôts par projection thermique sont présentés en annexe.
B. Différentes préparations de surface

Dans ce chapitre, l'impact de la préparation de surface du substrat sur l'adhérence des revêtements a été étudié avec l'emploi de plusieurs techniques : le sablage, l'usinage mécanique et la texturation par laser. Ces trois procédés permettent de modifier la rugosité de surface du substrat. L'usinage mécanique ainsi que la texturation laser permettent de créer à la surface du substrat une morphologie de surface contrôlée. Leur présentation approfondie a été réalisée dans le chapitre 2. Un rappel succinct de ces différentes préparations avec leurs paramètres est réalisé ci-après.

B.1 Sablage

Dans cette étude, différentes préparations de surface par sablage ont été réalisées en employant deux sableuses avec chacune une granulométrie de corindon différente (Tableau 1). Des observations au MEB ont été réalisées à la surface des substrats sablés suivant les deux configurations afin de mettre en avant leur morphologie de surface (Figure 1). L'utilisation d'un sable plus grossier accompagné d'une pression élevée entraîne logiquement une rugosité de surface plus importante.

	Sablage faible	Sablage fort				
Type de sableuse	Dépression	Pression				
Type de sable	Corindon blanc (Al₂O₃) F60 centré sur 225 μm	Corindon blanc (Al₂O₃) F36 centré sur 500 μm				
Pression dynamique (bar)	1.5	7				
Diamètre de la buse (mm)	8 8					
Distance de sablage (mm)	100					
Angle de sablage (°)	45					

Tableau 1 : Paramètres de sablage

Angle de sablage (°)

b)



al

B.2 Usinage mécanique

Les pions sont positionnés sur un tour (Romi T180 G.D.W.) sur lequel les vitesses de rotation et de déplacement de l'outil ont été définies (Tableau 2) suite à une série préliminaire d'essais pour chaque type de substrat pour atteindre les rugosités recherchées. Deux rugosités de surface par usinage ont été recherchées : 7 et 15 µm. Des observations aux MEB (Figure 2) et par profilométrie Laser (Figure 3) ont été réalisées à la surface des substrats usinés, suivant les deux configurations, afin de mettre en avant leur morphologie de surface. La préparation de surface suivant le deuxième usinage donne une taille et une profondeur de sillon plus importantes, conduisant à une rugosité plus forte.

Tableau 2 : Paramètres d'usinage des substrats

	Usinage 1	Usinage 2		
Rugosité recherchée (Ra)	7 µm	15 μm		
Vitesse de rotation du tour	500 rpm			
Vitesse de déplacement de l'outil (mm/min)	120	190		



Figure 2 : Vues morphologique au MEB de l'état de surface de substrats en alliage d'aluminium (7040) suivant les deux préparations par usinage : a) usinage1 et b) usinage 2



Figure 3 : Vues par profilométrie Laser de l'état de surface de substrats en alliage d'aluminium (7040) suivant les deux préparations par usinage : a) usinage 1 et b) usinage 2

B.3 Texturation laser

B.3.a Présentation

Cette technique est utilisée afin de créer une rugosité de surface contrôlée à la surface du substrat à revêtir. La taille des trous formés a été choisie pour correspondre au diamètre moyen de la poudre projetée. De plus, le nombre d'impulsions a été limité afin que la profondeur des trous ne dépasse pas la moitié du diamètre moyen des poudres employées. Ce choix d'une forme hémisphérique pour les trous est destiné à faciliter leur remplissage par les particules incidentes : les trous ne sont pas trop grands pour éviter d'initier un phénomène de cratérisation, ni trop petits pour que leur remplissage s'effectue correctement afin de créer en surface du substrat des zones d'ancrages préférentiels pour améliorer l'adhérence du revêtement.

B.3.b Paramètres

Dans le cadre du projet, trois types de distributions granulométriques peuvent se distinguer pour les poudres employées :

- Les alliages d'aluminium dont le diamètre moyen est proche de 30 μm : 6061 LERMPS élutriée, 5056 ECKA élutriée, 5056 LERMPS élutriée ;
- L'alliage de magnésium G-Z4TR, dont le diamètre moyen est de 45 μm ;
- Les composites à matrice métallique (CMM) à base aluminium dont le diamètre moyen est proche de 40 μm : 1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse, 1050 - 20% vol. SiC mécano-synthèse, 2009 - 15% wt. SiC mécano-fusion.

Différents tests préliminaires ont été nécessaires pour adapter la puissance ou le nombre d'impact du laser pour obtenir la morphologie recherchée. Seule la densité de trous à la surface du substrat a ensuite été modifiée, ce paramètre correspond à la distance entre chaque trou consécutif, un maillage carré ayant été adopté (Tableau 3). Des observations au MEB ont été réalisées à la surface de substrats en alliage d'aluminium ayant subi les préparations par texturation n°1 et n°2 (Figure 4) afin de mettre en avant la différence de densité de trous. Lors du processus de texturation, une éjection de matière est visible au niveau de chaque trou (Figure 5a). L'augmentation de la densité de trous a pour effet d'accroître la quantité d'éjection de matière, bien visible au niveau des jonctions entre trous successifs (Figure 5b).

Tableau 3 : Paramètres de texturation des substrats

	Texturation								
Numéro	N°1	N°2	N°3	N°4	N°5	N°6			
Type de poudre	Alliages d'aluminium Alliage de magnésium			CMM base aluminium					
Diamètre des trous (µm)	3	0	45		40				
Puissance (W)	2	0	15		20				
Fréquence (kHz)	8	0	80		80				
Nombre d'impacts	1	6	2	4	20				
Distance entre trous (µm)	ance entre trous (μm) 80 40		160	80	160	80			



Figure 4 : Vues au MEB de l'état de surface de substrats en alliage d'aluminium (7040) pour deux préparations par texturation laser : a) texturation n°1 et b) texturation n°2



Figure 5 : Vue au MEB d'un trou formé par texturation laser à la surface de substrats en alliage d'aluminium (7040) pour deux préparations par texturation laser : a) texturation n°1 et b) texturation n°2

C. Optimisation de l'adhérence pour différents couples

Dans un premier temps, l'effet d'une préparation classique par sablage sera mis en avant. Puis, le processus d'optimisation de l'adhérence de chaque couple par la réalisation de zones d'ancrages mécaniques sera présenté. Les revêtements développés doivent répondre à un cahier des charges spécifique à la fonction de la zone concernée (chapitre 2). Dans le cadre de cette étude, l'adhérence recherche est de 15 MPa pour tous les couples étudiés. Tout au long de ce projet, cette notion a été prise en compte tout en optimisant l'ensemble des paramètres du procédé Cold Spray. En raison de la multitude de couples, le processus d'optimisation est présenté dans ce chapitre que pour quelques couples.

C.1 Préparation de surface par sablage

L'optimisation de l'adhérence selon la préparation de surface par sablage est présentée pour les couples suivants :

- Revêtements en alliage d'aluminium (5056 et 6061) sur alliage d'aluminium (7040) ;
- Revêtements CMM (1050-SiC et 2009-SiC) sur substrats CMM (2009-SiC) et alliage d'aluminium (7040);
- Revêtements en alliage d'aluminium (5056) sur substrat en alliage de magnésium (G-Z4TR) ;
- Revêtements en alliage de magnésium (G-Z4TR) sur substrat en alliage de magnésium (G-Z4TR).

Il est à noter que des travaux antérieurs ont mis en avant la faible valeur d'adhérence de revêtements magnésium projetés sur des substrats en magnésium par Cold Spray [9], [10]. La projection par le procédé Cold Spray d'alliages d'aluminium sur un substrat magnésium n'a pas encore été caractérisée dans la littérature.

Les essais concernant l'optimisation du procédé en lui-même pour les différents couples ont été présentés dans le chapitre 3, cette partie se focalise sur l'optimisation de la préparation de surface.

C.1.a Revêtements en alliage d'aluminium sur substrat en alliage d'aluminium

Trois poudres d'alliage d'aluminium (5056 LERMPS, 5056 ECKA et 6061 LERMPS) ont été projetées sur des substrats de type pion en 7040. Le procédé de projection ainsi que les différentes poudres ont subi des étapes d'optimisation qui ont été présentées dans le chapitre précédent. Ainsi, la buse SiC-OUT1

avec un système de refroidissement par eau est donc utilisée et les trois poudres projetées ont subi une étape d'optimisation par le resserrement de leurs répartitions granulométriques.

Différentes préparations de surface par sablage ont été appliquées sur les substrats en 7040. En faisant varier le type de corindon et la pression de sablage, la valeur de la rugosité de surface du substrat peut être modulée (Tableau 4).

	Substrat brut	Corind	on F60	Corind	on F36
Rugosité	après usinage	1.5 bars	3 bars	3 bars	7 bars
Ra (µm)	0.54 ± 0.04	2.5 ± 0.2	4.0 ± 0.3	7.1 ± 0.8	10.6 ± 1.7
Rt (μm)	4.5 ± 0.6	20.2 ± 2.3	33.1 ± 4.6	52.1 ± 10.3	72.1 ± 12.8
Тр (%)	0.7 ± 1.3	0.7 ± 0.4	1.0 ± 0.8	2.9 ± 1.6	2.9 ± 0.3

Tableau 4 : Rugosités de surface de substrats en 7040 en fonction de la pression de sablage et du type de corindon utilisé (indication des valeurs de pression dynamique de sablage)

Pour certaines préparations de surface par sablage, en l'occurrence 1.5 bars F60 et 7 bars F36, une passe de préchauffage a été appliquée avant la projection des différentes poudres afin d'observer son impact sur l'adhérence des revêtements. Le Tableau 5 regroupe les vues en coupe des dépôts obtenus. Quelles que soient la préparation de surface et la poudre projetée, des revêtements assez denses et homogènes en épaisseur, de l'ordre de 300 µm, sont obtenus. L'interface dépôt-substrat est distincte sur toutes les micrographies. L'utilisation d'une passe de préchauffage avec un sablage à 1.5 bars avec le corindon F60 apparaît conduire à un revêtement plus dense que sans passe de préchauffage, pour une préparation de surface similaire. Pour les plus fortes rugosités (corindon F36 à une pression de 7 bars), les observations en coupe mettent en avant l'obtention de zones d'ancrage mais également l'incrustation de particules de corindon dans le substrat.

Les épaisseurs obtenues pour le même nombre de balayage ont été mesurées (Tableau 6). Dans le cas du sablage avec le corindon F60, l'augmentation de la pression de sablage semble accroître légèrement l'épaisseur déposée pour les trois types de revêtement alors que, pour l'emploi du corindon F36, l'effet inverse est obtenu avec une chute de l'épaisseur déposée par un facteur deux. Un effet de grenaillage et de mise sous contrainte de la surface du substrat semble se produire lors du sablage avec le corindon plus grossier F36, entraînant une augmentation locale de dureté de la surface rendant difficile la réalisation des premières couches déposées.

Pour le revêtement en 5056 LERMPS, l'utilisation d'une passe de préchauffage après sablage à 1.5 bars avec du corindon F60 permet d'augmenter nettement l'épaisseur déposée. Pour les deux autres types de poudre, la passe de préchauffage ne semble pas affecter l'épaisseur déposée.



Tableau 5 : Vues en coupe des différents revêtements d'alliages d'aluminium (5056 LERMPS, 5056 ECKA et6061 LERMPS) selon les différentes préparations de surface

Tableau 6 : Epaisseurs (µm) des différents revêtements d'alliages d'aluminium (5056 LERMPS, 5056 ECKA et 6061 LERMPS) selon les différentes préparations de surface

	Préparation de surface								
Tupo do	Aucupo		Corindon F36						
poudre	préparation	1.5 bars	1.5 bars + préchauffage	.5 bars + chauffage 3 bars		7 bars + préchauffage			
5056 LERMPS élutriée	165 ± 18	343 ± 15	511 ± 22	385 ± 25	196 ± 22	-			
5056 ECKA élutriée	261 ± 31	256 ± 20	193 ± 18	257 ± 15	216 ± 31	156 ± 20			
6061 LERMPS élutriée	246 ± 28	266 ± 15	330 ± 40	360 ± 28	325 ± 20	169 ± 16			

La rugosité et la dureté des différents revêtements ont été mesurées (Tableau 7) : quelle que soit la préparation de surface, la rugosité des dépôts reste identique, tout comme leur dureté. La dureté des revêtements 5056 LERMPS est plus importante que celle des revêtements 6061 LERMPS. La dureté des revêtements est également plus importante que la dureté des poudres projetées (Tableau 7). L'effet d'écrouissage des poudres accroît la dureté de ces dernières et donc du revêtement.

Tableau 7 : Rugosité et dureté Vickers des revêtements, poudres en 5056 LERMPS, 5056 ECKA et 6061 LEF	RMPS
et comparaison avec les matériaux massifs	

	Rugosité	Dureté (HV _{0.01})					
Revêtement	moyenne (Ra en μm)	Revêtement	Poudre	Matériau massif			
5056 LERMPS élutriée	10 ± 3	129 ± 6	83 ± 5	70 00			
5056 ECKA élutriée	13 ± 2	112 ± 16	85 ± 9	70 - 90			
6061 LERMPS élutriée	14 ± 3	95 ± 19	74 ± 9	90			

Pour les revêtements obtenus avec la poudre 5056 LERMPS (Figure 6), les préparations de surface par sablage ne semblent pas affecter de manière significative l'adhérence du couple. L'augmentation de la rugosité de surface ne permet pas d'augmenter significativement l'adhérence du couple qui est déjà de l'ordre de 25 MPa sans sablage, valeur supérieure à la valeur minimum visée de 15 MPa. Toutefois, la rugosité maximale (7 bars avec corindon F36) n'a pas été testée pour ce type de dépôt.

Т

Au contraire, l'augmentation de la rugosité de surface du substrat permet d'augmenter l'adhérence des revêtements réalisés avec la poudre 5056 ECKA (Figure 7). Pour une préparation de surface sans sablage, la valeur d'adhérence du revêtement est inférieure à la valeur de 15 MPa. L'augmentation de la rugosité de surface jusqu'à une valeur Ra de 10 μ m, couplée à l'utilisation d'une passe de préchauffage, permet une hausse de l'adhérence jusqu'à une valeur de 35 MPa (sablage au corindon F36 à 7 bars). Une rugosité aussi importante permet de créer un effet d'ancrage. On note avec l'emploi de la poudre 5056 ECKA, l'effet positif du préchauffage en comparant les valeurs obtenues avec un sablage à 1.5 bars avec du corindon F60 : passage de 13 à 23 MPa.

Pour les revêtements issus de la poudre 5056 ECKA, les valeurs d'adhérences pour un même type de préparation sont légèrement inférieures à l'adhérence des revêtements en 5056 LERMPS. Cette différence semble découler de leurs étapes d'élaboration par atomisation, notamment au niveau du choix du gaz : l'argon pour le 5056 LERMPS et l'azote pour le 5056 ECKA. Pour cette dernière poudre, un effet de nitruration en surface des particules d'alliage d'aluminium pourrait avoir lieu, augmentant en surface la dureté des particules et limitant leurs déformations lors de l'impact.



Figure 6 : Evolution de l'adhérence des revêtements élaborés avec la poudre 5056 LERMPS sur substrats en 7040 selon différentes préparations de surface par sablage



Figure 7 : Evolution de l'adhérence des revêtements élaborés avec la poudre 5056 ECKA sur substrats en 7040 selon différentes préparations de surface par sablage

La Figure 8 regroupe l'évolution de l'adhérence des revêtements en alliage d'aluminium 6061 suivant les préparations de surface du substrat en 7040. Tout comme les observations avec les revêtements en 5056 ECKA, l'augmentation de la rugosité de surface du substrat entraîne une hausse de l'adhérence du couple. La valeur d'adhérence sans préparation de surface, inférieure à 15 MPa, est largement dépassée pour atteindre une valeur de l'ordre de 32 MPa avec un sablage sous corindon F36 à 7 bars. Ce sablage fort conduit à une forte rugosité du substrat et donc une augmentation des zones d'ancrages. L'utilisation d'une passe de préchauffage semble également accroître légèrement l'adhérence du couple.



Figure 8 : Evolution de l'adhérence des revêtements élaborés avec la poudre 6061 LERMPS sur substrats en 7040 selon différentes préparations de surface par sablage

En conclusion, la préparation de surface joue un rôle essentiel dans l'adhérence des revêtements d'alliages d'aluminium sur le substrat en 7040. La préparation de surface par sablage permet d'atteindre des valeurs d'adhérence satisfaisante, supérieures à la valeur visée de 15 MPa. Même si l'utilisation d'un corindon plus gros (F36) avec une pression importante (7 bars) entraîne l'incrustation de particules à l'interface substrat - revêtement, la rugosité obtenue permet une augmentation de la tenue en adhérence. Un compromis consisterait à adopter une pression plus faible de 3 bars pour le corindon F36 (Ra = 7.0 μ m), car la plupart des dispositifs actuels de sablage ne peut fonctionner en continu avec une pression de 7 bars, pour atteindre une valeur d'adhérence de l'ordre de 25 MPa pour les trois types de revêtements.

C.1.b Revêtement CMM base aluminium sur substrat en alliage d'aluminium et substrat CMM base aluminium

La même démarche opératoire a été appliquée pour la réalisation de revêtements CMM sur substrat en alliage d'aluminium et substrat CMM. Trois poudres composites à matrice métallique (CMM) base aluminium ont été projetées sur des substrats en 7040 et CMM 2009-SiC. Ces trois poudres CMM ont été réalisées par broyage mécanique par la société Lifco. Elles présentent toute une morphologie de type patatoïde avec, pour rappel :

- La poudre 1050 15% wt. SiC, obtenue par mécano-synthèse, présente deux types de particules : des particules d'aluminium avec le renfort incrusté en périphérie et des particules ayant une bonne répartition du renfort au sein de la particule d'aluminium ;
- La poudre 2009 15% wt. SiC a été obtenue par mécano-fusion. Les renforts céramiques sont incrustés en périphérie des particules de 2009 ;
- La poudre 1050 20% vol. SiC, obtenue par mécano-synthèse, avec une dispersion des renforts au sein des particules d'aluminium qui apparaît homogène.

Cette dernière poudre, qui présente une meilleure dispersion des renforts au sein du revêtement, a été réalisée après les deux premières poudres CMM présentées ci-dessus. Elle n'a ainsi pas été utilisée pour étudier en détail l'impact de la rugosité de surface sur l'adhérence des différents couples. Les résultats obtenus sur les revêtements 1050 - 20% vol. SiC seront toutefois comparés aux deux autres revêtements CMM, au niveau construction et adhérence du revêtement sur les deux types de substrats.

Les paramètres de projection sont similaires à ceux des alliages d'aluminium présentés dans la partie précédente. La buse SiC-OUT1 avec système de refroidissement par eau a été utilisée. Les substrats

2009-SiC et 7040 ont subi différentes préparations de surface par sablage en faisant varier le type de corindon et la pression de sablage (Tableau 8).

Pour deux conditions de sablage, 1.5 bars F60 et 7 bars F36, une passe de préchauffage a été appliquée avant projection des poudres afin d'observer l'impact de ce préchauffage sur l'adhérence des revêtements.

Tableau 8 : Rugosités	de surface des	substrats	2009-SiC	et 7040	en	fonction	de la	pression	de s	sablage	et du
diamètre de corindon	utilisé										

Substrat	2009-SiC						
	Substant baut	Corindon F60	Corindon F36				
Rugosité	Substrat brut	1.5 bars	3 bars	7 bars			
Ra (µm)	0.13 ± 0.06	2.5 ± 0.7	8.2 ± 1.7	9.3 ± 1.0			
Rt (μm)	0.9 ± 0.3	28.6 ± 6.4	56.6 ± 14.3	66.0 ± 12.8			
Тр (%)	1.3 ± 1.1	1.5 ± 0.9	2.4 ± 0.8	2.4 ± 1.4			
Substrat		70	40				
Substrat	Substrat brut	70 Corindon F60	40 Corind	on F36			
Substrat Rugosité	Substrat brut	70 Corindon F60 1.5 bars	40 Corind 3 bars	on F36 7 bars			
Substrat Rugosité Ra (μm)	Substrat brut 0.54 ± 0.04	70 Corindon F60 1.5 bars 2.5 ± 0.2	40 Corind 3 bars 7.1 ± 0.8	on F36 7 bars 10.6 ± 1.7			
Substrat Rugosité Ra (μm) Rt (μm)	Substrat brut 0.54 ± 0.04 4.5 ± 0.7	70 Corindon F60 1.5 bars 2.5 ± 0.2 20.2 ± 2.3	40 Corind 3 bars 7.1 ± 0.8 52.1 ± 10.3	on F36 7 bars 10.6 ± 1.7 72.1 ± 12.8			

Les deux premières poudres CMM base aluminium ont été projetées sur le substrat 2009-SiC (Tableau 9) et le substrat en 7040 (Tableau 10) suivants les différentes préparations de surface par sablage. La dispersion des renforts dans la matrice n'est pas homogène. Quels que soient le substrat utilisé et la préparation de surface appliquée, les dépôts présentent des morphologies identiques avec la présence des renforts en périphérie des particules de 1050 et de 2009, ce qui corrèle les observations faites sur les poudres avant projection. Les revêtements sont tous denses.



Tableau 9 : Vues en coupe des revêtements obtenus avec les poudres CMM 1050 - 15% wt. SiC et 2009 - 15%wt. SiC sur substrat en 7040 avec différentes préparations de surface

Subs	strat	2009-SiC						
Déj	pôt	1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse	2009 - 15% wt SiC mécano-fusion					
on F60	1.5 bars	10 µ1						
Corind	1.5 bars + préchauffage	nu nu						
on F36	3 bars							
Corind	7 bars + préchauffage	m 00						

Tableau 10 : Vues en coupe des revêtements obtenus avec les poudres CMM 1050 - 15% wt. SiC et 2009 - 15% wt. SiC sur substrat 2009-SiC avec différentes préparations de surface

Les épaisseurs moyennes obtenues pour le même nombre de balayages ont été mesurées (Tableau 12). Les épaisseurs déposées avec la poudre 2009 - 15% wt. SiC sont bien plus importantes, d'un facteur deux dans l'ensemble, quel que soit le substrat utilisé, par rapport aux dépôts réalisés avec la poudre 1050 - 15% wt. SiC. Cette différence d'épaisseur peut découler à la fois de la répartition granulométrique des deux poudres mais aussi de leurs duretés réciproques. En effet, la poudre 1050 - 15% wt. SiC présente un diamètre moyen et une dureté Vickers plus importantes que la poudre 2009 - 15% wt. SiC (Tableau 11). Avec des particules plus grosses, pour des conditions de projection identiques (pression, température, type de buse, etc.), moins de particules de 1050 - 15% wt. SiC atteignent leur vitesse critique. D'autre part, une dureté importante limite la déformation plastique de la particule lors de l'impact. La combinaison de ces deux éléments (granulométrie et dureté) entraîne un plus faible rendement de projection pour la poudre 1050 - 15% wt. SiC en comparaison à la poudre 2009 - 15% wt. SiC.

Poudre	d10 (µm)	d50 (µm)	d90 (µm)	Dureté (HV0.01)
CMM 1050 – 15% wt SiC	45.1	75.7	131.6	167 ± 84
CMM 2009 – 15% wt SiC	9.9	35.3	77.7	102 ± 5.1

Tableau 12 : Epaisseurs (en μm) des revêtements obtenus avec les poudres 1050 - 15% wt. SiC et 2009 - 15% wt. SiC sur substrats 2009-SiC et 7040 selon les différentes préparations de surface

		Préparation de surface									
Tuno do	Tuno do	Auguno	Corin	don F60	Corindon F36						
poudre	substrat	ubstrat préparation 1.5 bars		1.5 bars + Préchauffage	3 bars	7 bars + Préchauffage					
1050-15% wt. SiC mécano- synthèse	7040	190 ± 48	273 ± 28	132 ± 45	328 ± 65	-					
	2009-SiC	212 ± 34	164 ± 30	126 ± 51	281 ± 43	216 ± 24					
2009-15% wt. SiC mécano- fusion	7040	391 ± 50	383 ± 38	528 ± 24	397 ± 64	-					
	2009-SiC	408 ± 71	254 ± 34	420 ± 62	451 ± 52	283 ± 33					

Dans le cas des revêtements élaborés avec la poudre 2009 - 15% wt. SiC, les valeurs sont parfois contradictoires. On note l'influence positive du préchauffage pour les substrats sablés à 1.5 bars avec du corindon F60 alors que cette passe de préchauffage apparaît plutôt ensuite négative avec le sablage le plus fort.

Dans le cas des revêtements élaborés avec la poudre 1050 - 15% wt. SiC, l'augmentation de la rugosité ne semble pas modifier de manière significative l'épaisseur déposée. La réalisation d'une passe de préchauffage a pour effet négatif de diminuer l'épaisseur déposée.

La rugosité de surface et la dureté de chaque type de revêtement sont identiques (Tableau 13) et indépendantes des différentes conditions de sablage. Les duretés des deux revêtements CMM sont assez proches. La dureté des revêtements apparaît de nouveau plus importante que la dureté des poudres projetées (100 HV pour la poudre 2009 - 15% wt. SiC élaborée par mécano-fusion). Un effet d'écrouissage des poudres accroît la dureté de ces dernières et donc du revêtement final. Il est à signaler que les mesures sur les particules sont principalement effectuées à cœur de celles-ci. Les renforts étant principalement disposés en périphérie des particules, les mesures de dureté des poudres ne sont donc pas représentatives.

Tableau 13 : Rugosité et dureté des revêtements élaborés avec les poudres 1050 - 15% wt. SiC et 2009 -15% wt. SiC

Revêtement	Rugosité (Ra en μm)	Dureté (HV)
1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse	15.0 ± 1.7	137 ± 28
2009 - 15% wt. SiC mécano-fusion	14.3 ± 2.0	133 ± 19

Pour les revêtements élaborés avec la poudre 1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse (Figure 9), l'augmentation de la rugosité de surface du substrat en 7040 a pour effet de réduire drastiquement l'adhérence. L'utilisation d'une passe de préchauffage permet alors de récupérer la valeur d'adhérence obtenue sans préparation de surface, de l'ordre de 25 MPa. De la même manière, l'augmentation de la rugosité de surface du substrat 2009-SiC entraîne une réduction de l'adhérence du revêtement CMM (Figure 10). Dans le cas de la préparation par sablage à 7 bars au F36 du substrat, la passe de préchauffage permet d'augmenter la valeur d'adhérence au-delà de la valeur de 15 MPa.

Quelle que soit la préparation choisie, l'adhérence du revêtement CMM sur le substrat CMM dépasse à peine la valeur minimale requise de 15 MPa. Seule une préparation par sablage fort (corindon F36 à 7 bars) avec préchauffage permet d'atteindre une valeur d'adhérence de l'ordre de 20 MPa. Ce fort sablage doit permettre la création de zones d'ancrage.



Figure 9 : Evolution de l'adhérence des revêtements 1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse sur substrat 7040



Figure 10 : Evolution de l'adhérence des revêtements 1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse sur substrat 2009-SiC

Pour les revêtements élaborés avec la poudre 2009 - 15% wt. SiC mécano-fusion, l'augmentation de la rugosité de surface permet d'augmenter leur adhérence sur les deux types de substrat. Dans le cas du substrat en 7040, l'augmentation de la rugosité de surface avec l'utilisation d'une passe de préchauffage permet d'atteindre et de dépasser la valeur de 15 MPa (Figure 11). Pour le substrat 2009-SiC, seule une préparation avec le sablage fort (corindon F36 à 7 bars) permet d'atteindre une valeur d'adhérence de l'ordre de 25 MPa, les autres valeurs restant faibles vers 7 MPa. Ce fort sablage doit également permettre la création de zones d'ancrages (Figure 12).



Figure 11 : Evolution de l'adhérence des revêtements 2009 - 15% wt. SiC mécano-fusion sur substrat en 7040



Figure 12 : Evolution de l'adhérence des revêtements 2009 - 15% wt. SiC mécano-fusion sur substrat 2009-SiC

Dans le cas du substrat en 2009-SiC, quelle que soit la préparation de surface, une rupture adhésive du revêtement par rapport au substrat est obtenue. La différence d'adhérence pour une même poudre projetée sur les deux types de substrat peut s'expliquer par la capacité de déformation plastique plus importante du substrat en 7040 par rapport au substrat CMM 2009-SiC. Pour ce dernier, la présence de renfort (particules de SiC de taille de l'ordre de 3 µm à hauteur de 15% en volume) dans la matrice semble limiter la capacité du matériau à se déformer plastiquement, malgré une dureté similaire entre les deux types de substrat de l'ordre de 154 HV_{0.01}. (Cf. Chapitre 3).

L'utilisation de la poudre 1050 – 15% wt. SiC mécano-synthèse semble la plus pertinente. En effet, les valeurs en adhérence pour les deux substrats utilisés sont supérieures à la valeur de 15 MPa recherchée. Les conditions opératoires les plus appropriées sont un sablage à 1.5 bars avec du corindon F60 et avec une passe de préchauffage dans le cas du substrat en 7040. Les épaisseurs obtenues avec cette poudre sont toutefois plus faibles (rendement de l'ordre de 25%) que celles obtenues avec la poudre 2009 - 15% wt. SiC mécano-fusion (rendement de l'ordre de 35%).

Les faibles valeurs d'adhérence peuvent aussi s'expliquer par la composition hétérogène des poudres CMM qui présentent une forte population de particules de SiC en périphérie des particules. Ce sont ces couches avec une forte proportion de renforts qui vont impacter les substrats en 7040 ou 2009-SiC. Les zones de contact qui conditionnent l'adhérence vont donc présenter moins de contacts métal - métal.

Les revêtements obtenus présentent une dispersion hétérogène des renforts au sein de la matrice en alliage d'aluminium. En raison du processus incomplet du broyage mécanique, une nouvelle poudre CMM 1050 - 20% Vol. SiC a été réalisée par mécano-synthèse chez Lifco. Cette dernière présente une meilleure dispersion des renforts au sein des particules d'alliage d'aluminium (Figure 5 du chapitre 3). Cette nouvelle poudre a été projetée sur les substrats CMM 2009-SiC et 7040 suivant deux préparations de surface par sablage :

- Corindon F60 à 1.5 bars ;
- Corindon F36 à 7 bars.

Les mêmes paramètres de projection utilisés pour les deux précédentes poudres CMM ont été repris pour la réalisation des revêtements CMM 1050 - 20% vol. SiC mécano-synthèse. Les résultats obtenus avec cette troisième poudre sont comparés à ceux obtenus avec les deux premières poudres CMM. Les paramètres cinématiques sont identiques pour tous les essais. Une étape de préchauffage a été ajoutée préalablement aux projections de la nouvelle poudre.

Les micrographies en coupe transversale au microscope optique (Tableau 14) permettent de constater visuellement que les renforts SiC semblent bien dispersés au sein de la matrice en aluminium. Il reste encore des particules de 1050 enrobées de particules de SiC mais dans une proportion plus faible que les deux premières poudres CMM précédentes et la taille plus faible de cette nouvelle poudre contribue à accentuer l'effet visuel d'une meilleure dispersion des renforts. Ces observations prouvent que les particules CMM conservent leurs caractéristiques en termes de composition après projection même si, le rendement n'étant pas de 100%, il est difficile de savoir si une fraction des particules (celle où les renforts sont en périphérie des particules 1050) se dépose plus comparée à l'autre (celle où les renforts sont bien dispersés dans la matrice 1050).

Tableau 14 : Vues en coupe des revêtements CMM 1050 - 20% vol. SiC par mécano-synthèse sur substrats CMM2009-SiC et 7040 pour les deux préparations de surface



Les épaisseurs des revêtements (Tableau 15) sont du même ordre de grandeur pour les deux préparations de surface. Paradoxalement, l'épaisseur déposée sur le substrat CMM 2009-SiC est plus importante que sur le substrat 7040 alors que, avec l'emploi de la poudre CMM 1050 - 15% wt. SiC, c'était plutôt le cas inverse, ce qui pouvait s'expliquer par une dureté plus importante du substrat en 2009-SiC comparativement à celle du 7040. Cette différence peut s'expliquer par un meilleur rendement de projection pour cette nouvelle poudre CMM et donc des conditions à l'impact différentes.

Tableau 15 : Epaisseurs (μm) des revêtements CMM 1050 - 20% vol. SiC par mécano-synthèse sur substrats CMM 2009-SiC et 7040 pour les deux préparations de surface

	1050 - 20% vol. SiC mécano-synthèse						
Sablage	1.5 bars corindon F60	7 bars corindon F36					
Substrat 7040	330 ± 27	325 ± 22					
Substrat 2009-SiC	396 ± 21	383 ± 38					

Quel que soit le substrat utilisé, l'adhérence des revêtements CMM 1050 - 20% vol. SiC mécanosynthèse augmente avec la rugosité de surface pour atteindre une valeur de l'ordre de 40 MPa pour une rugosité de l'ordre 10 µm (Figure 13). Les adhérences obtenues avec un sablage faible sont supérieures à la valeur minimum de consigne de 15 MPa. Les adhérences des revêtements CMM 1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse et 2009 - 15% wt. SiC mécano-fusion sont donc plus faibles que celles des revêtements CMM 1050 -20% vol. SiC mécano-synthèse pour une même préparation de surface, cette comparaison n'étant effective que pour le sablage F60 à 1.5 bars avec une passe de préchauffage.



Figure 13 : Evolution de l'adhérence des revêtements CMM 1050 - 20% vol. SiC sur substrats 2009-SiC et 7040

En conclusion, la préparation de surface joue un rôle important dans l'adhérence des revêtements CMM base aluminium sur les substrats en 7040 et 2009-SiC. La préparation de surface par sablage permet d'atteindre des valeurs d'adhérence supérieures à la valeur visée de 15 MPa, notamment lorsque la rugosité de surface des substrats 7040 et CMM atteint des valeurs de Ra au-delà de 7 µm. Il a été démontré la corrélation existant entre la rugosité du substrat et la tenue en adhérence. L'utilisation d'un corindon F36 avec une pression importante (7 bars) entraîne l'incrustation de grains à l'interface substrat - revêtement mais ceci ne semble toutefois pas préjudiciable à la tenue en adhérence. Les caractéristiques de la poudre (composition, dureté, mode d'élaboration) jouent un rôle également primordial à la fois sur le rendement de projection et également sur l'adhérence. Les essais réalisés avec la poudre CMM 1050-20% vol. SiC tendent à montrer que si le rendement est élevé, l'adhérence est meilleure.

C.1.c Revêtements en alliage d'aluminium sur substrat en alliage de magnésium

Les trois poudres d'alliage d'aluminium 5056 et 6061 ont été projetées sur le substrat en alliage de magnésium G-Z4TR. Seuls dans ce mémoire les essais de projection de la poudre d'alliage d'aluminium 5056 ECKA sur G-Z4TR seront présentés. Le procédé de projection ainsi que la poudre ont subi des optimisations. Suite à ces travaux, une buse en acier présentant une géométrie similaire à la buse PBI type 33 avec un système de refroidissement par eau a été utilisée. Le substrat en G-Z4TR a subi différentes préparations de surface par sablage en faisant varier le type de corindon, le type de sableuse et la pression de sablage (Tableau 16).

Tableau 16 : Rugosité de surface du substrat en G-Z4TR en fonction de la pression de sablage et du corindon utilisé

	Corindon F60	Corindon F36
Rugosité	1.5 bars	7 bars
Ra (µm)	3.0 ± 0.4	13.3 ± 1.3
Rt (μm)	20.9 ± 2.1	79.7 ± 8.1
Тр (%)	3.0 ± 2.1	3.7 ± 2.8

Pour les deux préparations de surface, une passe de préchauffage a été appliquée à la surface du substrat avant la projection de la poudre, permettant un chauffage des pions à environ 100-110°C. Le Tableau 17 regroupe les vues en coupe des essais réalisés. L'utilisation de la buse en acier permet d'obtenir des revêtements en 5056 ECKA denses et continus. Le sablage fort (Ra = 13 μ m) conduit à réduire légèrement l'épaisseur déposée comparativement au sablage plus doux (Ra = 3 μ m), de 290 à 250 μ m.



Tableau 17 : Vues en coupe des revêtements en 5056 ECKA sur G-Z4TR pour deux préparations de surface

L'incrustation de corindon dans le substrat G-Z4TR est également observée pour le sablage le plus fort. Des mesures de microdureté ont été réalisées sur des substrats G-Z4TR sablés et sans dépôt en partant de la surface jusqu'au cœur du substrat suivant les deux types de sablage (Figure 14). Ces traitements de sablage ont pour effet d'accroître la dureté du substrat sur une profondeur de 100 µm. La dureté à proximité de la surface est deux fois plus importante qu'au cœur du G-Z4TR où une valeur standard de 50 HV est obtenue. Par contre, la différence de dureté entre les deux types de sablage reste relativement faible malgré des conditions très différentes en termes de taille et vitesse de particules de corindon.



Figure 14 : Filiation de dureté Vickers (HV0.01) de la surface vers le coeur du substrat en G-Z4TR suivant les deux préparations de surface par sablage

La rugosité et la dureté des différents revêtements ont été mesurées (Tableau 18) : ces deux paramètres restent constants pour les deux préparations de surface.

Les essais de traction (Figure 15) donnent des valeurs de l'ordre de 21 MPa, qui sont au-delà de la valeur minimum de 15 MPa. Cependant, ces valeurs correspondent à la rupture de la colle entre le pion en G-Z4TR et le contre pions en acier. La tenue de la liaison à l'interface G-Z4TR - 5056 est donc supérieure.

En conclusion, l'utilisation d'une buse en acier de géométrie similaire à la buse PBI type 33 permet d'obtenir des revêtements en alliage d'aluminium dense sur le substrat en G-Z4TR avec une tenue en adhérence supérieure à la valeur recherchée de 15 MPa.



Tableau 18 : Rugosité et microdureté des revêtements en 5056 ECKA sur substrat G-Z4TR

15 10

5

0

Figure 15 : Evolution de l'adhérence des revêtements en 5056 ECKA sur substrat en G-Z4TR

1,5bars corindon F60

C.1.d Revêtement en alliage de magnésium sur substrat en alliage de magnésium

Al5056 ECKA Elutrié

7 bars corindon F36

La poudre G-Z4TR a été projetée sur le substrat en G-Z4TR. Le procédé de projection ainsi que la poudre ont subi des étapes d'optimisation : la poudre G-Z4TR a notamment été tamisée pour retirer les particules de plus de 80 µm et la buse SiC-OUT1 avec un système de refroidissement par eau s'avère conduire au meilleur résultat pour le couple G-Z4TR - G-Z4TR.

Deux préparations de surface par sablage (Tableau 16) et une passe de préchauffage ont été appliquées au substrat avant la projection de la poudre. Les vues en coupe transversale (Tableau 19) permettent de constater que des revêtements denses sont obtenus. Le sablage fort (Ra = 13 μ m) a pour effet de diminuer l'épaisseur déposée (Tableau 20) ce qui corrobore le constat effectué pour la projection de la poudre 5056 ECKA sur le substrat G-Z4TR. La rugosité et la microdureté des différents revêtements sont identiques pour les deux préparations de surface (Tableau 21).

Les essais de traction (Figure 16) permettent de constater de nouveau que l'augmentation de la rugosité conduit à une augmentation de la tenue en adhérence jusqu'à une valeur de l'ordre de 25 MPa.

Tableau 19 : Vues en coupe des revêtements en G-Z4TR sur substrat en G-Z4TR pour les deux préparations de surface



Tableau 20 : Epaisseurs (μ m) des revêtements en G-Z4TR sur substrat G-Z4TR pour les deux préparations de surface

lage	Corindon F60 à 1.5 bars	Corindon F36 à 7 bars				
Sabl	512 ± 32	341 ± 38				

Tableau 21 : Rugosité et microdureté des revêtements en G-Z4TR sur substrat G-Z4TR

Revêtement	Préparation de surface	Ra (μm)	Dureté (Vickers)		
G-Z4TR tamisé <	Sablé 1.5 bars corindon F60	14.8 ± 2.6	108 ± 7		
80µm	Sablé 7 bars corindon F36	15.9 ± 4.7	97 ± 13		



Figure 16 : Adhérence des revêtements en G-Z4TR sur substrat G-Z4TR pour les deux préparations de surface

En conclusion, une forte rugosité permet d'augmenter l'adhérence mais ce traitement conduit cependant à un rendement de projection plus faible.

C.1.e Conclusion

La préparation de surface joue un rôle essentiel dans l'adhérence des différents revêtements en alliages d'aluminium, CMM et alliage de magnésium sur les différents substrats. Une préparation de surface par sablage permet d'atteindre des valeurs d'adhérence satisfaisantes, supérieures à la valeur visée de 15 MPa. Suivant le couple substrat-revêtement étudié, une augmentation importante de la rugosité est nécessaire. L'utilisation d'une sableuse à pression avec du corindon F36 et une pression dynamique de sablage de 7 bars permet, avec un Ra de l'ordre de 13 µm, la création de zones d'ancrages et l'augmentation de la surface de contact. L'adhérence des différents couples devient alors plus importante, suivant le couple, entre 25 et 40 MPa. Cette préparation entraîne cependant l'incrustation de grains de corindon à la surface du substrat qui n'apparaît pas préjudiciable pour la tenue en traction mais qui pourrait par contre l'être pour la tenue en fatigue. Il est à noter que ce sablage fort génère dans la plupart des cas une baisse du rendement de projection suite à un effet d'écrouissage de la surface qui semble préjudiciable à la formation des premières couches du dépôt. Un compromis consisterait à choisir une pression plus faible de l'ordre de 3 bars pour ce même corindon F36 afin d'obtenir une rugosité de l'ordre de 7 µm.

C.2 Optimisation de l'adhérence par la réalisation de zones d'ancrages mécaniques

Suite à l'optimisation de la préparation de surface par sablage, deux autres procédés ont été employés pour augmenter davantage les caractéristiques des dépôts en adhérence :

- La première technique consiste à usiner à la surface des substrats des ondulations de forme et de taille contrôlées afin d'obtenir une rugosité de surface fixe. Deux rugosités de 7 μm et 15 μm ont été visées ;
- La deuxième technique consiste à graver à la surface des substrats une série de trous de taille et de profondeur voulue. Le diamètre des trous correspond au diamètre moyen de la poudre projetée. Deux densités de trous ont été employées pour une même poudre projetée.

Les paragraphes suivants présentent les caractéristiques en termes de microstructure et d'adhérence des revêtements obtenus avec ces deux techniques présentées ci-dessus. Une comparaison est faite

avec les préparations obtenues antérieurement par sablage. Les paramètres cinématiques sont identiques pour tous les essais (vitesse de balayage, pas de balayage, nombre de passes) afin de permettre une comparaison aisée.

C.2.a Les poudres métalliques sur substrat métallique

L'optimisation de l'adhérence par différentes préparations de surface est présentée pour les couples suivants :

- Alliages d'aluminium 5056 ECKA et 6061 LERMPS sur substrat en 7040 ;
- Alliage de magnésium G-Z4TR sur substrat en G-Z4TR.

C.2.a.i Revêtements en alliage d'aluminium sur substrat en alliage d'aluminium

Le Tableau 22 présente les observations en coupe des revêtements en 5056 ECKA et 6061 LERMPS obtenus pour les différentes préparations de surface. Dans le cas des revêtements en 6061 LERMPS, les préparations de surface par texturation laser n'ont pas été réalisées. Les dépôts sont denses avec toutefois un taux de porosité un peu plus élevé en moyenne pour les dépôts 6061 (1 % contre 0.25% pour les dépôts 5056).

Une attaque chimique au réactif de Keller (Figure 17) permet de mettre en évidence la microstructure des revêtements réalisés sur substrats usinés et texturés et donc de déterminer comment les particules impactantes se comportent sur ces substrats aux morphologies particulières.

Dans le premier cas, les particules épousent complètement la forme des sillons formés à la surface du substrat usiné et remplissent ces sillons sans défaut apparent. Cette observation est valable quelles que soient la taille de ces sillons et la nature du revêtement.

Dans le second cas, avec la préparation par texturation laser, le même constat est effectué : un remplissage des trous sans défaut et une bonne interface entre dépôt et substrat.

Les trous et ondulations restent visibles et ne semblent pas avoir été estompés ou déformés suite à l'impact des particules. Cela peut s'expliquer par la différence de dureté entre les particules impactantes (de l'ordre de 70 à 80 HV_{0.01}) en comparaison à celles des substrats en alliage d'aluminium (de l'ordre de 130 à 160 HV_{0.01}).







Figure 17 : Vues en coupe après attaque chimique au réactif de Keller de la microstrucutre des revêtements en alliage d'aluminium 6061 projetés sur des substrats préparés par a) usinage mécanique et par b) texturation laser

Pour l'ensemble des essais, les épaisseurs obtenues (Tableau 23) avec l'alliage d'aluminium 6061 sont plus importantes que celles de l'alliage 5056, pour une préparation de surface identique. Les comparaisons entre épaisseurs ne peuvent être réalisées car quelques essais ont été perturbés par un problème de colmatage au niveau du distributeur de poudre, par la suite résolu. On note cependant que l'épaisseur déposée est légèrement plus importante dans le cas des préparations de surface par texturation laser que dans les cas des préparations par sablage fort et usinages mécaniques. Un effet d'écrouissage du substrat par les conditions de sablage fort dans un cas et par l'outil de coupe dans le cas de l'usinage semble en être l'origine.

	Sab	lage	Usir	nage	Texturation laser		
	1.5 bars F60 Ra =2.5 μm	7 bars F36 Ra = 10 μm	Usinage 1 Ra = 7 μm	Usinage 2 Ra = 15 μm	Texturé 1	Texturé 2	
5056 ECKA	193 ± 18	156 ± 20	155± 16	181 ± 21	293 ± 15	222 ± 27	
6061 LERMPS	330 ± 40	169 ± 16	185 ± 22	275 ± 23	-	-	

Tableau 23 : Epaisseurs (µm) des revêtements en alliage d'aluminium 5056 ECKA et 6061 LERMPS sur substrat en 7040 pour les différentes préparations de surface

La rugosité et la dureté des différents types de revêtement (Tableau 24) sont identiques pour un même type de revêtement quelle que soit la préparation de surface. Pour les revêtements obtenus avec la poudre 5056 ECKA, les valeurs d'adhérence obtenues sont assez élevées. La préparation de surface avec la densité de trous la plus importante (texturation n°2) donne la plus haute valeur d'adhérence. Les préparations de surface par usinage donnent aussi des valeurs d'adhérence très satisfaisantes car deux fois supérieures à la valeur visée de 15 MPa (Figure 18).

		Sab	lage	Usir	nage	Texturation laser		
		1.5 bars 7 bars F36 F60 Ra = 10 μm		Usinage 1 Ra=7 μm	Usinage 2 Ra=15 μm	Texturé 1	Texturé 2	
5056 ECKA	Rugosité (Ra) μm)	11.6 ± 1.2	11.9 ± 1.3	12.8 ± 1.8	14.2 ± 1.9	14.1 ± 1.6	14.0 ± 2.0	
	Dureté Vickers	116 ± 15	119 ± 7	120 ± 11	117 ± 16	101 ± 8	122 ± 14	
6061 LERMPS	Rugosité (Ra) μm)	13.3 ± 1.3	14.8 ± 1.8	13.1 ± 1.6	16.0 ± 5.2	-	-	
	Dureté Vickers	96 ± 11	92 ± 12	96 ± 11	102 ± 9	-	-	

Tableau 24 : Rugosités et microduretés des revêtements en 5056 ECKA et 6061 LERMPS sur substrat 7040

Dans le cas des revêtements obtenus avec la poudre 6061 LERMPS, les valeurs d'adhérence obtenues sont aussi assez élevées. Les traitements par usinage donnent des résultats supérieurs au sablage fort (Ra = 10 μ m). L'usinage n°2 avec un Ra de l'ordre de 15 μ m permet d'obtenir la meilleure valeur proche de 50 MPa, en raison d'une augmentation des zones d'ancrages (Figure 19).



Figure 18 : Evolution de l'adhérence des revêtements en 5056 ECKA sur substrat 7040 suivant les différentes préparations de surface



Figure 19 : Evolution de l'adhérence des revêtements en 6061 LERMPS sur substrat 7040 suivant les différentes préparations de surface

La Tableau 25 permet de mettre en avant le type de rupture se produisant lors des essais de traction:

- Rupture adhésive dans le cas des préparations par sablage ;
- Rupture adhésive et cohésive dans le cas des deux autres préparations.

Les vues en coupe après traction des échantillons sablés ne permettent pas de distinguer de particules encore présentes à la surface du substrat, témoignant d'un départ de tout le dépôt avec une fissuration nette au niveau de l'interface. Pour les échantillons usinés et texturés, une partie des particules déposées restent à la surface du substrat au niveau des sillons ou trous générés par ces deux types de préparation de surface.

Plus la densité des trous est importante ou plus les sillons sont marqués, plus les zones d'ancrages sont importantes, conduisant à accroître l'adhésion du revêtement en limitant la propagation des déformations ainsi que des lignes de ruptures. Il faut alors fournir plus d'énergie donc plus de force pour dévier cette ou ces lignes de ruptures, provoquant ainsi des ruptures cohésives locales du revêtement au niveau de l'interface. Tableau 25 : Vues en coupe de l'interface substrat - revêtement avant et après les essais d'adhérence sur le couple 5056 ECKA sur 7040



La préparation de surface par sablage permet d'atteindre des valeurs d'adhérences satisfaisantes mais des grains de corindon restent incrustés à la surface du substrat. Les procédés d'usinage mécanique et de texturation laser permettent d'accroître davantage la rugosité du 7040, sans pollution de celui-ci, et d'obtenir ainsi une augmentation nette de l'adhérence. Avec ces deux préparations de surface, la rupture n'est plus seulement adhésive mais aussi cohésive en raison de l'ancrage mécanique obtenu pour chaque sillon ou trou. Il est à noter que ceci est rendu possible par le remplissage sans défaut de ces sillons ou trous par les poudres 5056 ECKA et 6061 LERMPS.

C.2.a.ii Revêtement en alliage de magnésium sur substrat en alliage de magnésium

Dans l'optique d'améliorer l'adhérence du couple substrat G-Z4TR – revêtement G-Z4TR, les trois préparations de surface (sablage, usinage mécanique et texturation laser) présentées antérieurement sont reprises. Les paramètres cinématiques sont identiques pour tous les essais. Les observations en coupe des revêtements G-Z4TR (Tableau 28) montrent des revêtements relativement denses.

Avec le sablage fort (Ra = 13 μ m), les grains de corindon restent incrustés à la surface du substrat G-Z4TR. Pour les préparations de surface par usinage et texturation de surface, les particules de G-Z4TR lors de l'impact déforment la surface des substrats. Les ondulations et trous créés à la surface des substrats ne sont plus visibles. Cela peut s'expliquer par la différence de dureté entre les particules impactantes (de l'ordre de 79 ± 8 HV_{0.01}) en comparaison de celle du substrat en alliage de magnésium (de l'ordre de 49 ± 6 HV_{0.01}). La surface du substrat est déformée lors de l'impact des particules en alliage de magnésium.

Les épaisseurs (Tableau 26) sont assez importantes, de 350 à 500 μ m. Le sablage fort (Ra = 13 μ m) a pour effet de diminuer l'épaisseur déposée. Par contre, dans le cas des préparations de surface par texturation laser, l'épaisseur est légèrement plus importante. Les préparations de surface par sablage fort et par usinage mécanique semblent avoir un effet d'écrouissage de la surface du substrat, augmentant la dureté en surface de ce dernier. La rugosité et la dureté des revêtements (Tableau 27) sont du même ordre de grandeur pour toutes les préparations de surface.

	Sabl	age	Usir	nage	Texturation laser		
	1.5 bars F60 Ra = 3 μm	7 bars F36 Ra = 13 μm	Usinage 1 Ra = 7 μm	Usinage 2 Ra = 15 μm	Texturé 3	Texturé 4	
G-Z4TR	512 ± 32	341 ± 38	322 ± 40	428 ± 33	612 ± 62	553 ± 42	

Tableau 26	; :	Epaisseurs	(µm)	des	revêtements	en	G-Z4TR	sur	substrat	en	G-Z4TR	pour	les	différentes
préparatio	ns c	de surface												

	Sab	lage	Usir	nage	Texturation laser		
	1.5 bars F60 Ra = 3 μm	7 bars F36 Ra = 13 μm	Usinage 1 Ra = 7 μm	Usinage 2 Ra = 15 μm	Texturé 1	Texturé 2	
Rugosité (Ra) μm)	14.8 ± 2.6	15.9 ± 4.7	18.4 ± 2.4	17.4 ± 5.0	16.3 ± 4.4	15.5 ± 4.0	
Dureté Vickers	108 ± 7	97 ± 13	110 ± 12	103 ± 12	102 ± 10	106 ± 7	

Tableau 28 : Vues en coupe des revêtements en G-Z4TR sur substrat en G-Z4TR pour les différentes préparations de surface



En termes d'adhérence (Figure 20), les résultats sont plus homogènes entre le sablage fort, l'usinage n°2 et la texturation laser avec la plus forte densité de trous (texturé n°4). Ces valeurs maximales sont de l'ordre de 24 MPa, donc supérieures à la valeur visée de 15 MPa. Dans tous les cas de figure, l'augmentation de la rugosité par sablage, de la taille des ondulations par usinage et de la densité des trous générés par texturation laser conduit à augmenter l'adhérence.

Tout comme pour les revêtements d'alliages d'aluminium 5056 et 6061, les ruptures sont à la fois adhésives et cohésives avec les préparations de surface par usinage et texturation laser. Des particules issues des revêtements en G-Z4TR sont présentes à la surface des substrats en G-Z4TR après les essais d'adhésion.



Figure 20 : Evolution de l'adhérence des revêtements en G-Z4TR sur substrat G-Z4TR suivant différentes préparations de surface

En conclusion, malgré la création d'une morphologie par usinage mécanique ou texturation laser en surface des substrats équivalente pour le G-Z4TR à celle de l'alliage 7040, aucun gain n'a cette fois-ci été obtenu en termes d'adhérence comparativement au sablage fort même si la rupture n'est plus seulement adhésive mais aussi cohésive pour les substrats usinés ou texturés.

C.2.b Les poudres CMM base aluminium sur substrat métallique et substrat CMM base aluminium

L'étude sur l'impact de l'augmentation de la rugosité par sablage sur l'adhérence des revêtements CMM a montré qu'un sablage fort (corindon F36 à 7 bars) a conduit à une hausse de l'adhérence des revêtements CMM, notamment les revêtements CMM obtenus par mécano-fusion. Afin d'accroître cette adhérence, des essais ont été réalisés sur des substrats CMM 2009-SiC traités par usinage mécanique et texturation laser. Les paramètres cinématiques sont identiques pour tous les essais.

Le Tableau 29 présente les observations en coupe des revêtements CMM obtenus avec les différentes préparations de surface. Les revêtements sont denses. Il est toujours à noter que le sablage fort conduit à la présence de grains de corindon F36 incrustés à l'interface.

Dans le cas du revêtement CMM 1050 -20% vol. SiC mécano-synthèse (Tableau 30), la comparaison n'a été conduite qu'entre substrats sablés et usinés. Les renforts céramiques semblent bien dispersés au sein de la matrice en alliage d'aluminium ce qui est moins le cas pour les deux autres revêtements CMM (Tableau 29) où les renforts SiC restent principalement en périphérie des particules 1050 ou 2009. Pour les préparations de surface par usinage et texturation, les particules lors de l'impact épousent les ondulations et trous créés à la surface des substrats. Ces observations sont valables pour les trois types de revêtement CMM.

		1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse	2009 - 15% wt. SiC mécano-fusion
Sablage	1.5 bars F60 (Ra = 2.5 μm)	10 µm	10 mm
	7 bars F36 (Ra = 10 μm)	mu do	
Usinage	Usinage 1 (Ra = 7 μm)	mutu mutu mutu mutu	10 µm
	Usinage 2 (Ra = 15 μm)		10 µm
Texturation laser	Texturation 5 : 80 μm entre trous	and the second se	100 µm
	Texturation 6 : 40 µm entre trous		

Tableau 29 : Vues en coupe des revêtements CMM 1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse et 2009 - 15% wt. SiCmécano-fusion sur substrats CMM 2009-SiC pour les différentes préparations de surface
Tableau 30 : Vues en coupe des revêtements CMM 1050 - 20% vol SiC mécano-synthèse sur substrat CMM2009-SiC pour les différentes préparations de surface



Dans le cas des revêtements CMM 1050 - 15% wt. SiC, les épaisseurs (Tableau 31) sont les plus fortes pour le sablage fort (Ra = 10 μ m) et la texturation laser avec la plus grande densité de trous. Dans le cas des revêtements CMM 1050 - 20% vol. SiC, les préparations de surface par sablage donnent des épaisseurs plus importantes comparativement à celles obtenus avec des substrats usinés. Dans le cas des revêtements CMM 2009 - 15% wt. SiC obtenus par mécano-fusion, les épaisseurs sont plus faibles avec le sablage fort et les substrats usinés.

Ces résultats sont assez disparates et rendent difficiles leur exploitation. Il apparaît toutefois que la préparation par usinage conduit globalement à obtenir des épaisseurs plus faibles probablement en raison d'un effet d'écrouissage de la surface par l'outil de coupe. Le rendement de projection des premières couches est ainsi réduit. Au contraire, la texturation laser ne génère aucun effet d'écrouissage de la surface et permet d'obtenir des rendements de projection supérieurs à ceux des substrats usinés. Les résultats aléatoires sur les substrats sablés peuvent provenir de paramètres opératoires fluctuants, cette opération de sablage étant réalisée manuellement, même si l'opérateur s'est efforcé de garder la même orientation entre l'axe de la buse et la surface des pions ainsi qu'une distance constante. Si le sablage conduit à un effet d'écrouissage du substrat, le rendement de projection des premières couches déposées chute.

	Sablage		Usinage		Texturation laser	
	1.5 bars F60	7 bars F36	Usinage 1	Usinage 2	Texturé 5	Texturé 6
1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse	126 ± 51	216 ± 24	153 ± 26	146 ± 25	176 ± 41	228 ± 26
2009 - 15% wt. SiC mécano-fusion	420 ± 62	283 ± 33	333 ± 29	313 ± 25	355 ± 24	353 ± 27
1050 - 20% vol. SiC mécano-synthèse	396 ± 21	383 ± 38	280 ± 35	301 ± 15	-	-

Tableau 31 : Epaisseurs (en μm) des revêtements CMM 1050 - 15% wt. SiC, 1050 - 20% vol SiC et 2009 - 15% wt. SiC sur substrats CMM 2009-SiC pour les différentes préparations de surface

La rugosité et la dureté des différents revêtements CMM (Tableau 32) sont identiques pour une même poudre quelle que soit la préparation de surface. La rugosité est plus faible avec les dépôts élaborés avec la poudre 1050 - 20% vol. SiC mécano-synthèse et plus importante avec l'utilisation de la poudre 1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse. La rugosité du revêtement augmente logiquement avec la taille moyenne des particules projetées. En effet, le d50 de la poudre 1050 - 20% vol. SiC mécano-synthèse est de 27 µm tandis que celui de la poudre 1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse est de 75 µm, soit un facteur de l'ordre de 2.5 entre ces deux valeurs qui conduit au rapport de 2 entre les valeurs de rugosité entre les deux types de revêtements.

Tableau 32 : Rugosité de surface des revêtements CMM

Revêtement	Ra (μm)
1050 -15% wt. SiC	15.0 ± 2
1050 - 20% vol. SiC	8.9 ± 2
2009 - 15% wt. SiC	14.3 ± 2

Dans le cas des revêtements 1050 - 15% wt. SiC (Figure 21), les préparations de surface par l'usinage le plus marqué (usinage n°2) et la texturation laser la plus dense (texturation n°6) donnent les meilleurs résultats. Ces paramètres plus forts en termes de rugosité permettent de doubler la valeur d'adhérence comparativement et respectivement au traitement par usinage n°1 et texturation laser n°5. L'augmentation de la rugosité par sablage ne produit qu'une légère amélioration qui permet toutefois de dépasser la valeur visée de 15 MPa.

Les constatations précédentes dans le cas du revêtement 1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse sont identiques pour les revêtements 2009 - 15% wt. SiC mécano-fusion (Figure 22). L'adhérence du

revêtement augmente de manière significative dans les cas des préparations usiné n°2 et texturation n°6. La valeur d'adhérence maximale atteinte est de l'ordre de 55 MPa pour le traitement par usinage n°2 qui s'avère être le meilleur en termes d'adhérence.

Dans le cas des revêtements 1050 - 20% vol. SiC mécano-synthèse, la différence est moins nette entre les deux traitements par usinage et le sablage fort. L'usinage n°2 permet toutefois encore d'atteindre le meilleur résultat avec une valeur proche de 50 MPa (Figure 23).

Les observations sur pions pour les trois types de revêtements après essais de traction permettent de constater également que la rupture est à la fois adhésive mais aussi cohésive dans le cas des préparations de surface par usinage mécanique et par texturation laser car de la matière issue du revêtement est encore présente à la surface du substrat.

En conclusion, les revêtements élaborés avec la poudre CMM 1050 - 20% vol. SiC mécano-synthèse semblent répondre aux exigences au niveau de leur densité, des épaisseurs déposées (250 à 500 μ m), de la répartition relativement homogène des renforts au sein du revêtement et de leur adhérence quelle que soit la préparation de surface puisque le traitement de sablage faible conduit déjà à une valeur de 20 MPa.



Figure 21 : Evolution de l'adhérence des revêtements 1050 - 15% wt. SiC mécano-synthèse sur substrat CMM 2009-SiC suivant les différentes préparations de surface



Figure 22 : Evolution de l'adhérence des revêtements 2009 - 15% wt. SiC mécano-fusion sur substrat CMM 2009-SiC suivant les différentes préparations de surface



Figure 23 : Evolution de l'adhérence des revêtements 1050 - 20% vol. SiC mécano-synthèse sur substrat CMM 2009-SiC suivant les différentes préparations de surface

C.2.c Conclusion

Les préparations de surface avec la création de zones d'ancrage contrôlées ont permis d'accroître l'adhérence de différents revêtements d'alliages d'aluminium, de CMM et d'alliage de magnésium sur différents substrats. Les valeurs obtenues sont satisfaisantes, de l'ordre de 40 à 50 MPa pour la meilleure préparation de surface. Des procédés comme la texturation laser ou l'usinage mécanique conduisent à des valeurs en adhérence supérieures à celles obtenues par un sablage fort (Ra = 10 µm) en créant des zones d'ancrages plus prononcées que les dépôts épousent toutefois parfaitement. L'usinage s'avère être la meilleure solution d'un point de vue adhérence, mise en œuvre et coût, mais l'écrouissage du substrat conduit néanmoins, comme souvent également avec un sablage fort, à réduire le rendement de projection.

Conclusion

La préparation de surface joue un rôle essentiel dans l'adhérence des différents revêtements en alliage d'aluminium, CMM et alliage de magnésium sur les différents substrats. Une préparation de surface par sablage permet d'atteindre des valeurs d'adhérence satisfaisantes, supérieures à la valeur visée de 15 MPa. Suivant le couple substrat-revêtement étudié, une augmentation importante de la rugosité au-delà de 7 μ m est nécessaire pour atteindre cette valeur. L'utilisation d'un sablage fort (Ra = 10-13 μm) permet la création de zones d'ancrages mécaniques conduisant aux plus fortes valeurs d'adhérence par sablage. En effet, la vitesse des particules incidentes n'est pas suffisante pour déformer les différents substrats employés et générer leur propre ancrage. L'ancrage doit donc être effectué par la préparation de surface. Cependant, le sablage entraîne l'incrustation de grains de corindon à la surface du substrat, ce qui ne semble pas préjudiciable à l'adhérence mais qui pourrait l'être à la tenue en fatigue d'éprouvettes revêtues. Les procédés de texturation laser et d'usinage mécanique peuvent créer et de façon aisément paramétrables des zones d'ancrages contrôlées en s'affranchissant de l'utilisation du corindon. L'utilisation de ces deux procédés a permis d'accroître l'adhérence des différents revêtements projetés dans le cadre du projet C-SAR jusqu'à des valeurs de l'ordre de 40 à 50 MPa. Pour un coût modéré, le choix d'une préparation de surface par usinage mécanique semble approprié même si ce traitement génère un écrouissage réduisant le rendement de projection des premières couches déposées. Si le sablage doit être conservé pour une application aisée et un coût faible, une rugosité intermédiaire à celles des deux traitements principalement employés serait probablement suffisante pour la plupart des couples étudiés, avec par exemple un sablage (sableuse à pression) avec un corindon F36 et une pression dynamique de 3 bars. Quel que soit le procédé utilisé (sablage et usinage), la plage de rugosité permettant d'obtenir le meilleur compromis entre rendement et adhérence doit être comprise entre 7 et 10 µm.

Bibliographies

- H. Weiss, « Adhesion of advanced overlay coatings: mechanisms and quantitative assessment », Surf. Coat. Technol., vol. 71, nº 2, p. 201-207, mars 1995.
- [2] A. J. Kinloch, *Adhesion and Adhesives: Science and Technology*. Springer Science & Business Media, 1987.
- [3] E. Darque-Ceretti et E. Felder, *Adhésion et Adhérence*. CNRS Editions, 2003.
- [4] H. Mehrer, *Diffusion in Solids: Fundamentals, Methods, Materials, Diffusion-Controlled Processes.* Springer Science & Business Media, 2007.
- [5] H. Assadi, F. Gärtner, T. Stoltenhoff, et H. Kreye, « Bonding mechanism in cold gas spraying », Acta Mater., vol. 51, nº 15, p. 4379–4394, 2003.
- [6] M. Grujicic, C. L. Zhao, W. S. DeRosset, et D. Helfritch, « Adiabatic shear instability based mechanism for particles/substrate bonding in the cold-gas dynamic-spray process », *Mater. Des.*, vol. 25, n° 8, p. 681-688, déc. 2004.
- [7] T. Schmidt, H. Assadi, F. Gärtner, H. Richter, T. Stoltenhoff, H. Kreye, et T. Klassen, « From Particle Acceleration to Impact and Bonding in Cold Spraying », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 18, n° 5-6, p. 794-808, août 2009.
- [8] K. L. Mittal, Adhesion Measurement of Films and Coatings. VSP, 1995.
- [9] X. Suo, *Réalisation et caractérisation des revêtements à base magnésium élaborés par projection à froid*. Belfort-Montbéliard, 2012.
- [10] X. K. Suo, Q. L. Suo, W. Y. Li, M. P. Planche, et H. L. Liao, « Effects of SiC Volume Fraction and Particle Size on the Deposition Behavior and Mechanical Properties of Cold-Sprayed AZ91D/SiCp Composite Coatings », J. Therm. Spray Technol., vol. 23, nº 1-2, p. 91-97, janv. 2014.

Chapitre 5

Etude de la cinématique du robot pour un rechargement localisé

Introduction

Les robots sont largement utilisés en projection thermique pour remplacer les opérations manuelles. Ces systèmes mécanisés permettent d'améliorer la productivité, de garantir la précision de production et de réduire les risques humains. Ce dernier chapitre présente le processus d'optimisation de la cinématique du robot afin de recouvrir des zones de formes spécifiques.

Dans un premier temps, les besoins industriels spécifiques à ce chapitre seront présentés ainsi que des notions sur la programmation hors ligne.

Dans un deuxième temps, avant la réalisation des essais de recouvrement sur des défauts types, il est nécessaire de caractériser l'impact de certains paramètres sur la construction du revêtement. Ces paramètres découlent du comportement intrinsèque du robot et peuvent avoir un effet indésirable sur la construction du revêtement et sur son aspect final.

Enfin, des essais de programmation hors ligne ont été réalisés dans l'optique de recouvrir deux types de défauts pré-usinés sur des blocs d'alliage d'aluminium. Une comparaison entre deux techniques de recouvrement ainsi que sur la vitesse de déplacement du robot a été effectuée selon différentes caractérisations.

Sommaire chapitre 5 :

Intr	oduct	ion		188
A.	La p	rogra	ammation robotique	190
A	.1	Prob	blématiques industrielles	190
	A.1.	а	Les défauts types dans le cadre du projet C-SAR	190
	A.1.	b	Etat de l'art sur la programmation robotique en projection thermique	192
A	.2	Prog	grammation du robot	193
	A.2.	а	Programmation en ligne	193
	A.2.	b	Programmation hors ligne	194
	A.2.	С	RobotStudio [™]	195
	A.2.	d	Génération de la trajectoire par TST (Thermal Spray Toolkit)	196
Β.	Etuc	les pr	réliminaires du comportement robotique sur l'élaboration des revêtements	197
В	.1	Impa	act de l'angle de projection	197
В	.2	Elab	oration de cordons	200
C.	Les	essais	s de recouvrement	202
С	.1	Les	voies de recouvrement par programmation hors ligne	202
	C.1.	a	Programmation hors ligne	202
	C.1.	b	Caractérisation des revêtements obtenus	205
С	.2	Pren	niers essais de recouvrement	206
	C.2.	a	Présentation des défauts	206
	C.2.	b	Les différents essais de recouvrement basique	208
С	.3	Opti	imisations du processus de recouvrement	214
	C.3.	a	Optimisation de la programmation hors ligne pour une forme simple	214
	C.3.	b	Optimisation de la programmation hors ligne dans le cas des défauts à combler	216
	C.3.	C	Caractérisations des revêtements	220
Con	clusic	on		225
Bibl	iogra	phie.		226

A. La programmation robotique

Les robots permettent une excellente reproductibilité des trajectoires des buses et torches utilisées en projection thermique, dont le pistolet Cold Spray. Deux types de programmation existent pour contrôler le déplacement d'un robot : la programmation par apprentissage et la programmation hors ligne. Cette dernière technique devient une tendance dans le domaine de la robotique pour de nombreuses applications industrielles. Dans le cadre de ce chapitre, une étude est menée sur la génération de la trajectoire du robot sur des pièces de forme simple mais comportant des défauts de forme complexe qui doivent être recouverts. Pour la programmation hors ligne, les trajectoires ont été générées par le logiciel RobotStudio[™] de la société ABB.

A.1 Problématiques industrielles

A.1.a Les défauts types dans le cadre du projet C-SAR

Dans le cadre du projet C-SAR, les revêtements doivent répondre à plusieurs critères suivant leurs utilisations et leurs positions sur les aéronefs. Cependant, suivant le type de revêtement souhaité, sa position sur la pièce à revêtir et la géométrie de cette pièce, le processus de recouvrement peut être simple ou bien devenir complexe. Il faut alors pour ce dernier cas adapter la programmation du robot afin que ce dernier vienne positionner de manière optimale la buse de projection au niveau de la zone à revêtir pour obtenir un revêtement uniforme.

Sur les pièces en alliages légers, le procédé Cold Spray se positionne en tant que « challenger » des réparations déjà existantes sur les zones peu sollicitées, comme le frettage ou le rebouchage, ou en tant que seule solution envisageable pour certaines zones qui sont des causes de rebut des pièces et qui ne sont pas géométriquement compatibles avec les procédés classiques de réparation, ce qui est la cas des composants d'hélicoptères obtenus par fonderie d'alliages de magnésium ou sur des composants usinés en alliages d'aluminium (Figure 1). Les profondeurs de corrosion et d'usure relevées varient de 0,2 à 0,5 mm sur des faces d'attache d'équipements (pompes, servocommandes). La réparation de ces zones nécessite alors un revêtement d'épaisseur suffisante et capable de passer une partie des efforts s'appliquant sur la pièce. Dans certains cas, il pourra être nécessaire de reconstruire une géométrie particulière (type collerette) par projection Cold Spray. (Figure 2).



Figure 1 : Corrosion sur zone d'attache servocommande sur un carter en alliage de magnésium



Figure 2 : Corrosion sur zone indiquée - face appui porte joint et centrage roulement sur carter Magnésium

Dans un contexte de gain de masse toujours plus exigeant, le Cold Spray se pose en candidat idéal au remplacement des frettages successifs par frettes acier (Figure 3) en présentant un double avantage :

- La limitation des épaisseurs nécessaires car à la différence du baguage le dépôt ne nécessite pas des enlèvements de matière successifs pour sa propre réparation ;
- La réduction de la masse des pièces réparées.



Figure 3 : a) Présence de trace de corrosion et de fretting sur plateau cylindrique en alliage d'aluminium et b) réparation actuelle par frettage (bague acier)

Un des objectifs du projet consiste alors à valider une solution de revêtement via le procédé Cold Spray afin d'être appliquée à des surfaces de forme complexe. Il s'agit de mettre en place une démarche pour identifier la morphologie de la zone à revêtir et les contraintes environnant le défaut, puis définir la programmation de la trajectoire de la torche. Il convient alors d'effectuer cette programmation adaptée à la complexité de la zone à revêtir mais en conservant des conditions de projection garantissant la qualité métallurgique du revêtement. Le choix d'une programmation hors ligne n'est justifiable que pour des zones complexes.

Le paragraphe suivant fait un état de l'art sur la programmation des robots de nos jours dans le cadre de la projection thermique.

A.1.b Etat de l'art sur la programmation robotique en projection thermique

L'utilisation d'automates programmables est de plus en plus répandue dans le monde de l'industrie pour des aspects de productivité [1], [2]. Au cours de ces dernières années, de nombreuses recherches et développements ont été réalisés pour améliorer la faisabilité du processus. Sans système robotisé, trois problèmes principaux spécifiques à la projection thermique persistent :

- Déplacement du robot : le pistolet doit suivre précisément la trajectoire conçue surtout pour la projection sur des pièces de formes géométriques complexes. Tous les paramètres opératoires (la vitesse, la distance, le pas de balayage et l'angle de projection) doivent être constants pendant la phase de projection. La faible distance de projection avec le procédé Cold Spray à haute pression ainsi que la force de recul générée par le flux de gaz impactant rendent difficile une application manuelle ;
- Modification des paramètres opératoires : les différents paramètres opératoires doivent pouvoir être modifiés facilement ;
- L'environnement du processus : la projection thermique génère un environnement de travail potentiellement dangereux (haute température et pression des gaz, poussières, gaz nocif, etc.) pour les opérateurs.

La projection thermique assistée par des systèmes robotiques permet de résoudre ces différentes contraintes, en s'appuyant sur un mouvement précis et reproductible du robot et sur la capacité du microprocesseur à sauvegarder et modifier si besoin les variables du processus. Le robot permet aussi de réaliser des tâches permettant à l'opérateur de rester à distance de l'environnement nocif pendant le processus de projection [1], [3]. Deux types de programmation robotique existent : la programmation par apprentissage et la programmation hors ligne. Cette dernière, plus complexe à mettre en place, a fait l'objet d'études d'optimisation [1], [3], [4].

Les paramètres cinématiques définis par la trajectoire du robot ont une influence sur les propriétés finales du revêtement comme le rendement de projection, la microstructure du revêtement ou encore l'adhérence. Les principaux paramètres cinématiques ne sont autres que l'angle de projection, le pas de balayage, le nombre de passes et la vitesse de balayage du robot. De précédentes recherches [1], [3], [5], [6] ont mis en avant l'influence de ces paramètres entre eux. Un descriptif de ces paramètres est présenté en annexe.

A.2 Programmation du robot

Les différentes programmations ainsi que les avantages de chaque mode de programmation (en ligne ou hors ligne) sont présentés dans les deux paragraphes suivants. Par la suite, RobotStudio[™] et l'extension du logiciel TST (Thermal Spray Toolkit) sont présentés.

A.2.a Programmation en ligne

La programmation en ligne est actuellement la méthode de programmation du robot la plus utilisée en raison de sa simplicité. Il s'agit d'une programmation par apprentissage. Son principe est de montrer manuellement au robot ce qu'il doit faire. Cette action est réalisée directement par l'opérateur, qui manipule le robot à l'aide d'un pupitre d'apprentissage. L'opérateur bouge le centre d'outil du robot jusqu'à la position désirée. Cette opération est répétée pour générer la trajectoire sur la surface à revêtir, trajectoire constituée d'une série de points. Cette technique pratique de programmation permet de construire rapidement et facilement la trajectoire du robot. On estime à 80% le nombre de robots qui sont programmés de cette façon pour des applications industrielles [7]. La programmation en ligne présente quelques avantages :

- Peut être utilisée sur une grande diversité de zones et de pièces ;
- Utile lors de l'absence de programmation dans un environnement 3D.

Cependant, des limites à cette méthode existent :

- L'acquisition de la trajectoire du robot est obtenue par le déplacement du robot de manière manuelle dans la zone de projection. Le processus de projection doit être mis à l'arrêt le temps de la programmation de la cinématique du robot ;
- Dans le cas de la projection sur des pièces relativement complexes, il est difficile d'acquérir précisément les points nécessaires à la trajectoire du robot de manière manuelle. Cela est d'autant plus difficile si l'on veut travailler avec des distances ou des angles de projection constants;
- Immobilisation de la pièce à revêtir durant le processus de programmation.

A.2.b Programmation hors ligne

Dans le cadre de cette étude, le logiciel utilisé est RobotStudio[™]. Le modèle de la pièce, importé dans le logiciel de programmation hors ligne, est obtenu avec un logiciel CAO (Conception Assistée par Ordinateur) ou par ingénierie inverse [8]. A l'aide de l'environnement graphique de RobotStudio[™], le logiciel permet de spécifier le type de robot, de modéliser l'environnement de travail ou encore l'outil de travail. La trajectoire du robot est par la suite générée à partir du modèle 3D et enregistrée en format de code exécutable par le robot [1], [3]. Ce sont les mêmes algorithmes qui pilotent le robot virtuel et le robot réel. La Figure 4 présente un exemple d'environnement simulé en 3D par un logiciel de programmation hors ligne de type de RobotStudio[™].



Figure 4 : Exemple d'environnement simulé par le logiciel de programmation hors ligne RobotStudio™ [1], [3]

La programmation hors ligne présente un certain nombre d'avantages :

- Diminuer le temps de cycle : préparation de la trajectoire du robot à l'avance, même dans le cas de l'indisponibilité du robot;
- Augmenter la précision de la trajectoire : l'environnement numérique permet l'intégration d'outil permettant l'analyse de la surface à revêtir. L'analyse numérique permet d'optimiser la trajectoire du robot afin de l'adapter à des besoins spécifiques ;
- Diminuer les risques de collision entre l'outil de travail, le robot et la pièce à revêtir : la trajectoire du robot est simulée dans le logiciel de programmation hors ligne. Cela permet de détecter les éventuels risques de collision avant l'exécution du programme dans la cabine de projection ;
- Faciliter la programmation du robot : la duplication numérique de la cellule du robot permet de faciliter la programmation de la trajectoire du robot. Une même tâche peut être alors affectée à plusieurs robots ;

 Assurer la sécurité humaine : l'environnement virtuel est une réplique de la cabine de projection dans lequel évolue le robot. La programmation du robot peut alors être réalisée dans un lieu sécurisé, éloigné du lieu de projection où peut subsister un quelconque danger pour l'opérateur.

Cependant, la programmation hors ligne comporte quelques inconvénients :

- Les configurations trop complexes (câbles électriques, alimentations du pistolet, etc.) dans la cabine du robot ne sont pas modélisées. Cela peut conduire à des erreurs entre l'environnement virtuel et l'environnement réel ;
- Les dimensions de la pièce et la position du robot dans cette pièce ne sont pas toujours précises. Cela peut entraîner des erreurs de programmation ;
- La stratégie de génération de la trajectoire n'est pas fournie par le logiciel de programmation hors ligne. Un logiciel extensionnel doit être développé afin de pouvoir intervenir sur les caractéristiques de la trajectoire du robot (pas de balayage, vitesse de déplacement, etc.);
- Ne dispense pas d'une immobilisation de la pièce et de la cabine pour un essai (durée d'immobilisation plus courte que la programmation en ligne).

A.2.c RobotStudio[™]

RobotStudio[™] est un logiciel de programmation hors-ligne fourni par la société ABB. Ce logiciel est conçu pour réaliser des tâches robotiques telles que la simulation de trajectoire, la détection de collisions ou encore de la programmation hors ligne. Ce logiciel est basé sur la technologie de VirtualController de la société ABB, qui correspond au logiciel intégré dans les robots [3]. Cela permet de reconstruire virtuellement le robot dans son environnement, proche de la réalité. Les mouvements du robot sont alors spécifiés à l'aide de ce logiciel par l'utilisateur lui-même. Par la suite, les codes exécutables sont préparés et téléchargés dans le moniteur du robot réel. RobotStudio[™] permet donc de concevoir la trajectoire du robot à partir d'un ordinateur, avec une méthode de programmation par apprentissage.

Cependant, ce logiciel n'est pas spécifiquement adapté pour la projection thermique. Il a donc été nécessaire de développer à l'IRTES-LERMPS une extension, Thermal Spray Toolkit, qui permet de prendre en compte les caractéristiques propres à la projection thermique afin de générer une trajectoire appropriée, rapidement et précisément.

A.2.d Génération de la trajectoire par TST (Thermal Spray Toolkit)

L'extension TST (Thermal Spray Toolkit), intégrée à RobotStudio[™], est conçue pour des applications de projection thermique comme le Cold Spray, permettant ainsi l'intégration de nouvelles fonctionnalités à RobotStudio[™][9], [10]. L'extension TST est composée de trois modules :

- PathKit : un module intégré dans RobotStudio[™] permettant de générer la trajectoire du robot adaptée à la projection thermique ;
- ProfilKit : un module intégré dans RobotStudio[™] fournissant une stratégie sur le choix des paramètres de projection [11] ;
- MonitorKit : un module extérieur, capable de communiquer avec le robot afin d'obtenir en temps réel toutes les données du robot (déplacement, vitesse, etc.) durant la projection [12].

Cette extension permet alors de générer la trajectoire du robot sur de nombreuses surfaces de formes différentes (plane, courbe, en rotation, etc.) [1], [3].

B. Etudes préliminaires du comportement robotique sur

l'élaboration des revêtements

Avant la réalisation des essais de recouvrement sur des défauts, il est nécessaire de caractériser l'impact de certains paramètres sur la construction du revêtement :

- Impact de l'angle de projection : étude de la forme du cordon et de la construction du revêtement en fonction de l'angle de projection ;
- La réalisation de cordons afin de déterminer l'épaisseur déposée par passage pour chaque type de poudre projetée dans le cadre du projet C-SAR. Par la même occasion, la forme du cordon est aussi caractérisée.

B.1 Impact de l'angle de projection

Des revêtements ont été réalisés avec des angles de projection s'échelonnant de 90° à 45° par rapport à la surface du substrat. Les caractéristiques des revêtements ont été déterminées : épaisseur, microstructure et dureté. L'objectif consiste à déterminer l'angle d'inclinaison de la buse Cold Spray au-delà duquel le rendement de projection chute. En effet, lors de projections sur des pièces complexes, l'angle de projection ne peut être toujours maintenu à la valeur idéale de 90°. Pour l'ensemble de ces essais, la poudre 5056 ECKA a été projetée sur des substrats en AU4G et le même nombre de balayages a été appliqué.

Les vues en coupe des revêtements (Tableau 1) mettent en évidence la diminution de l'épaisseur avec la diminution de l'angle de projection (Figure 5). Une attaque chimique au réactif de Keller permet de visualiser la microstructure des revêtements. Jusqu'à un angle de 60°, les particules sont bien distinctes dans le revêtement. Au-delà de cet angle, les particules formant le revêtement ne sont plus distinctes les unes des autres. Un effet d'écrouissage de la surface est alors observé. Ce phénomène découle de l'angle de projection. En effet, les particules impactant suivant un certain angle, n'adhérent pas à la surface du revêtement et conduisent à son écrouissage, voire son érosion.

Au-delà de 60°, l'épaisseur mesurée est faible, de l'ordre de la dizaine de micromètres. Ce résultat confirme les études menées sur l'impact de l'angle de projection sur le rendement de projection où généralement, dès un angle de 60°, l'épaisseur déposée est deux fois plus faible [13]–[15].

La microdureté des revêtements (Figure 5) augmente avec la diminution de l'angle de projection. Cette augmentation découle du phénomène de grenaillage ayant lieu avec la diminution de l'angle de projection. La rugosité du revêtement après projection a été également mesurée (Figure 6) : elle diminue avec l'angle de projection. Cette rugosité est divisée par trois en passant d'un angle de projection de 90° à 60°. Pour des angles de projection en dessous de 60°, la rugosité de surface du revêtement se rapproche de celle du substrat initialement sablé.

Tableau 1 : Vues en coupe des revêtements après attaque chimique au réactif de Keller suivant les différents angles de projection (90° à 40°)





Figure 5 : Evolution de l'épaisseur déposée et de la microdureté en fonction de l'angle de projection



Figure 6 : Evolution de la rugosité des revêtements en fonction de l'angle de projection

Cette étude sur l'impact de l'angle de projection permet de déterminer l'angle au-delà duquel les caractéristiques du revêtement change de manière drastique : à partir d'un angle de projection de 70° par rapport à la surface du substrat, le rendement de projection diminue nettement et la dureté du revêtement augmente.

B.2 Elaboration de cordons

Des cordons ont été réalisés afin de déterminer l'épaisseur déposée par passe et la forme du cordon pour chaque type de poudre utilisée dans le projet C-SAR. Les résultats sont uniquement présentés pour les revêtements élaborés avec les poudres 5056 et 6061. Chaque cordon a été réalisé en effectuant 10 passages successifs sur une même ligne. Le but est de disposer de ces résultats pour une optimisation de la programmation des trajectoires.

Le Tableau 2 présente une moyenne des mesures obtenues avec le profilomètre AltiSurf 500 équipé d'un capteur inductif. Pour chaque cordon, la largeur, la hauteur et la surface ont été mesurées. La hauteur déposée par passe a ensuite été calculée.

Poudre utilisé	Largeur (mm)	Hauteur (µm)	Hauteur (µm) / passe (10)	Dureté (HV0.01)
5056 ECKA	8.3	308	30.8	84.6 ± 8.6
5056 LERMPS	8.0	164	16.4	82.9 ± 4.9
6061 LERMPS	8.4	568	56.8	73.6 ± 8.5

Tableau 2 : Dimension des cordons pour les différents alliages d'aluminium, hauteur par passe et dureté des poudres

La poudre 6061 LERMPS permet de former des cordons d'épaisseur plus importante que les poudres 5056 et l'utilisation de la poudre 5056 ECKA conduit à une épaisseur déposée deux fois plus importante que celle avec la poudre 5056 LERMPS. Ces poudres ont pourtant une répartition granulométrique similaire. Les différences de rendement de projection résident alors dans la composition, la dureté ainsi que dans la morphologie des poudres. Les poudres 5056 LERMPS et 6061 LERMPS ont une forme sphérique tandis que la poudre 5056 ECKA présente une morphologie de type patatoïde. A composition et dureté identiques pour le 5056, une poudre de forme patatoïde semble ainsi accroître le rendement de projection.

Concernant les deux poudres sphériques, la différence de composition réside dans l'ajout de silicium pour le 6061. Pour les poudres 5056, l'élément d'alliage majoritaire est le magnésium. La présence de silicium au sein du 6061 semble promouvoir l'adhérence des particules. De plus, une dureté plus faible du 6061 en comparaison au 5056 LERMPS joue en sa faveur dans sa capacité à la déformation.

Les cordons sont de forme semi-elliptique (Tableau 3). La rugosité de surface des ellipses est plus importante avec les poudres 5056, notamment avec celle du LERMPS. La largeur similaire des cordons découle de la géométrie de la buse de projection ainsi que de la distance de projection. Le choix d'un

pas retenu de deux millimètres entre chaque passe doit aussi être suffisant pour ne pas avoir d'effet d'ondulation à la surface des revêtements.



Tableau 3 : Vues profilométriques des cordons en alliage d'aluminium

La caractérisation de la morphologie de ces cordons permet de déterminer les différences de rendement de projection entre les poudres. Dans le cadre de la programmation hors ligne, ces données pourraient être exploitées afin de déterminer le nombre de passe nécessaires afin de remplir une cavité de dimension spécifique. L'impact de l'angle de projection sur la formation des cordons permet de mettre en avant l'angle minimum de projection de 70° au-delà duquel le rendement diminue nettement et les caractéristiques du dépôt changent.

C. Les essais de recouvrement

Différentes stratégies de recouvrement ont été appliquées sur deux formes de défauts, chaque stratégie ayant alors subi plusieurs étapes d'optimisation.

C.1 Les voies de recouvrement par programmation hors ligne

C.1.a Programmation hors ligne

Dans ce paragraphe, les essais préliminaires en programmation hors ligne du robot sont présentés. Deux types de programmation ont été réalisés en forme de doubles spirales d'Archimède. L'objectif consiste à comparer le comportement du robot entre la simulation et l'expérimental.

La poudre 5056 ECKA a été projetée sur des plaques (sans défaut) en alliage d'aluminium (AU4G). Dans le cadre de ces essais, la vitesse du robot et le nombre de passes de projection ont varié. Le pas de balayage de 2 mm est resté inchangé et une passe de préchauffage a été appliquée.

Afin de faciliter les essais, une zone de géométrie circulaire à recouvrir a été choisie. Les deux modèles de doubles spirales d'Archimède sont de forme circulaire et carrée (Figure 7).



Figure 7 : Double spirale d'Archimède de forme a) circulaire et de forme b) carrée

Le déplacement du robot est décomposé en points successifs. Plus la zone est grande et complexe, plus le nombre de points est important. Un prétraitement du mouvement du robot est donc nécessaire avant les essais de projection. La Figure 8 présente le trajet du robot décomposé en points successifs. La simulation ne prend pas en compte les contraintes mécaniques réelles du robot, ainsi que les vibrations résiduelles. Des essais en conditions réelles sont nécessaires afin de comparer le comportement du robot par rapport à la simulation. L'évolution de la vitesse du robot a alors été mesurée pour les deux configurations (circulaire et carrée) pour deux vitesses de consigne : 50 et 150 mm/s. En effet, une carte du robot avec une sortie analogique permet d'acquérir la vitesse exacte du centre d'outil du robot en temps réel.

Suivant les deux configurations testées (Figure 9 et Figure 10), le robot ne peut suivre tout au long de son déplacement la vitesse de consigne de 50 ou 150 mm/s. Lorsque le robot atteint le centre de la zone à recouvrir, sa vitesse chute jusqu'à 1/5 et 1/3 de sa vitesse de consigne, respectivement pour les configurations circulaire et carrée. L'effet est d'autant plus important que la vitesse l'est aussi. Pour la vitesse de consigne de 150 mm/s, la vitesse chute à 25 et 50 mm/s pour respectivement les configurations circulaire et carrée. Dans le cas d'une configuration circulaire, la vitesse est dégressive de l'extérieur vers le centre de la spirale, au contraire elle est brutale dans le cas de la configuration carrée.

Les changements de direction brutaux entraînent des variations localisées de la vitesse du robot, variations d'autant plus importantes que la vitesse du robot est élevée. Il faut aussi noter la présence de vibrations résiduelles de la torche montée sur le robot lors de ces changements de direction brutaux.



Figure 8 : Décomposition de la trajectoire du robot en points successifs



Figure 9 : Evolution de la vitesse du robot pour une trajectoire à double spirale circulaire pour une vitesse de consigne de a) 50 mm/s et de b) 150 mm/s





C.1.b Caractérisation des revêtements obtenus

Le Tableau 4 regroupe les vues des quatre revêtements obtenus. Pour une vitesse de 150 mm/s, des zones de surépaisseurs situées aléatoirement sont observées, notamment dans le cas du revêtement obtenu avec la double spirale carrée. Ce phénomène, qui découle des vibrations de la torche lors des changements brutaux de direction du robot, est moins visible sur le revêtement obtenu avec la spirale circulaire. La diminution de la vitesse par trois permet d'éliminer ce phénomène de surépaisseur. Cependant, dans le cas du revêtement obtenu avec une spirale carrée, une croix est observable au niveau des angles correspondant aux changements de direction du robot.

Dans le cas de la double spirale circulaire, une surépaisseur est notée au centre de la spirale quelle que soit la vitesse de déplacement du robot. Ce pic découle du fort ralentissement du robot en ce point en raison du changement de direction imposé.

Vitesse (mm/s)	Double spirale circulaire	Double spirale carrée		
50				
150				



Les mesures d'épaisseurs ont été réalisées par un profilomètre AltiSurf 500 (Tableau 5). Les épaisseurs sont plus importantes dans le cas des revêtements obtenus avec la spirale circulaire.

	Spirale circulaire	Spirale carrée
V = 150 mm/s/ 14 passes	600	450
V = 150 mm/s / 30 passes	750	800
V = 50 mm/s / 10 passes	750	700

Tableau 5 : Epaisseurs moyennes (en µm) des revêtements en fonction des différentes configurations

En calculant l'épaisseur déposée par passe (Tableau 6), une proportionnalité est obtenue entre la réduction de la vitesse de balayage et l'épaisseur déposée par passe.

Pour une même vitesse de balayage du robot, l'augmentation du nombre de passages entraîne une diminution du rendement de projection avec l'augmentation de l'épaisseur du revêtement. Ceci provient de la formation de cratères conduisant à des angles d'impact des particules de moins de 70°.

Tableau 6 : Epaisseurs par passe pour chaque revêtement en fonction des différentes configurations

	Moyenne / passe (μm)		
	Spirale circulaire	Spirale carré	
V = 150 mm/s / 14 passes	43	32	
V = 150 mm/s / 30 passes	25	27	
V = 50 mm/s / 10 passes	75	70	

En conclusion, la réalisation de ces projections préliminaires avec des programmes de balayage conçus par programmation hors ligne a permis de valider l'emploi des doubles spirales. Il est souhaitable de privilégier une cinématique permettant de limiter les vibrations parasites ainsi que les variations importantes de la vitesse réelle par rapport à la valeur de consigne.

C.2 Premiers essais de recouvrement

C.2.a Présentation des défauts

Deux défauts de dimensions voisines mais de géométries différentes ont été réalisés sur des plaques en AU4G de 15 mm d'épaisseur. Le premier défaut (Figure 11) correspond à une cavité globalement circulaire, de 4 mm de profondeur en son centre et 9.8 cm³ de volume. Le second défaut (Figure 12) correspond à la juxtaposition de deux « trous » de taille et profondeur différentes. Le premier « trou » est de forme circulaire de 1.5 mm de profondeur tandis que le second est de forme elliptique et 3 mm de profondeur. Le volume global de ce défaut est de 3.1 cm³.



Figure 11 : Premier défaut : cavité de forme circulaire



Figure 12 : Second défaut : juxtaposition de deux cavités de forme et profondeur différentes

Le premier défaut est destiné à étudier l'impact du déplacement du robot (sa vitesse et le nombre de passes) pour des formes simples sur la construction du revêtement. Le second défaut est destiné à optimiser le déplacement du robot d'une programmation basique (double spirale circulaire) à une programmation spécifique se rapprochant de la forme du défaut. Le but est de combler le défaut en suivant uniquement les lignes de niveau de ce dernier en travaillant sur la vitesse de déplacement et le pas du robot.

Les lignes de niveau des deux défauts (Figure 13) ont été déterminées par un scanner 3D numérique au laboratoire IRTES-LERMPS afin d'en déduire, après traitement et exportation sous l'environnement du logiciel Catia, la topographie du défaut. Ces lignes de niveau sont utilisées dans la programmation hors ligne du robot en prenant en compte l'épaisseur déposée par passage en fonction de la vitesse du robot. Les fichiers Catia ont également permis de réaliser plusieurs exemplaires identiques de chaque type de défaut par fraisage 5 axes.





C.2.b Les différents essais de recouvrement basique

Pour le premier défaut, trois stratégies de recouvrement ont été appliquées (Figure 14) :

- Le premier revêtement correspond à un déplacement par programmation classique par apprentissage avec un balayage rectiligne de bas en haut ;
- Les deux revêtements suivants correspondent à une programmation hors ligne avec une double spirale circulaire et des vitesses de déplacement du pistolet de 150 et 50 mm/s correspondant respectivement aux deuxième et troisième revêtements.



Figure 14 : Vues de face du premier défaut avant et après les différentes stratégies de recouvrement : a) par apprentissage et b) par programmation hors ligne

Pour toutes ces configurations, la torche Cold Spray conserve la même orientation perpendiculaire à la surface de la plaque de base. Les substrats ont été préalablement sablés à une pression de 1.5 bars avec du corindon F60 (Ra = $2.5 \mu m$). Pour le premier revêtement, 40 passes ont été appliquées. Dans le cas des deux autres revêtements, 20 passes ont été effectuées. Cette différence s'explique par les

types de programmation : avec les doubles spirales, la torche effectue deux passages au même endroit pour un même balayage. Dans le cas des deux revêtements obtenus par spirales circulaires, la surépaisseur au centre du revêtement correspond à un quasi arrêt du robot lors du retour de ce dernier.

Lors de ces essais de projection, le temps de projection sur une dizaine de passes a été mesuré (Tableau 7). Le passage d'une programmation par apprentissage (point par point) à une programmation hors ligne permet un gain significatif du temps de projection pour une même vitesse de déplacement du robot. Cela induit indirectement un gain en matière première (poudre, gaz) et en temps d'immobilisation du dispositif de projection.

Défaut	Programmation	Vitesse du robot (mm/s)	Temps (20 passages)
1	Par apprentissage	150	14 min 40 s
	Hors ligne double	150	6 min 18 s
	spirale	50	17 min 50 s
2		150 (grand)	4 min 23 s
	Hors ligne double spirale	150 (petit)	2 min 52 s
		50 (grand)	12 min 13 s
		50 (petit)	7 min 44 s

Tableau 7 : Evolution du temps de projection en fonction de la stratégie de recouvrement

Pour le second type de défaut, deux recouvrements circulaires ont été réalisés suivant deux vitesses de déplacement : 50 et 150 mm/s (Figure 15). Une surépaisseur est visible dans la zone de chevauchement des deux recouvrements. Un effet de cratérisation est aussi noté sur l'ensemble des revêtements réalisés. Ce phénomène est d'autant plus important que l'épaisseur augmente, induisant une baisse du rendement de projection.



Figure 15 : Vues de face du second défaut avant et après le recouvrement par programmation hors ligne suivant deux vitesses de déplacement : 150 et 50 mm/s

Les observations en coupe sur les revêtements obtenus suivant la programmation par apprentissage et par la programmation hors ligne à une vitesse de déplacement de 150 mm/s du robot sont présentés dans le Tableau 8. Les revêtements obtenus sont denses et homogènes. Après attaque chimique au réactif de Keller, la microstructure des revêtements est identique quelle que soit la programmation choisie. Une légère différence est toutefois visible suivant la zone revêtue. En effet, sur le fond du défaut, perpendiculaire à la buse de projection, les particules impactent de manière classique les unes sur les autres. Sur les parois les plus inclinées du défaut où l'angle est de 75° par rapport à la buse, les particules, en impactant, subissent une déformation plus prononcée suivant cette orientation du substrat (Figure 16). La microstructure du dépôt apparaît donc affectée dès un angle de projection de 75°.





Dans le cas des essais de recouvrement du deuxième défaut, les deux recouvrements par spirales circulaires ont été réalisés l'un après l'autre en commençant par le plus grand « cercle ». Une observation en coupe après attaque chimique (Figure 15) de la zone de chevauchement met en avant deux zones (Figure 17), chacune issue de l'un des deux dépôts obtenus par spirales circulaires. Cette délimitation est caractérisée par un effet d'angle du revêtement. Les particules suivent des lignes de niveaux inclinées de 45° indiquant la limite de la première spirale. Lors de la projection de la deuxième spirale circulaire, les particules viennent recouvrir cette paroi inclinée. Les revêtements restent cependant denses.



Figure 16 : Vues en coupe après attaque chimique des dépôts sur la paroi la plus inclinée des revêtements selon deux grandissements



Figure 17 : Vues en coupe après attaque chimique du revêtement du deuxième défaut au niveau de la surepaisseur à deux grandissements

L'épaisseur déposée a été mesurée sur les revêtements réalisés sur le premier type de défaut, à la fois en fond de défaut (paroi plane) et sur la paroi inclinée (Figure 18). Pour une même vitesse de déplacement du robot, l'épaisseur déposée sur les parois plane et inclinée est identique quel que soit le type de balayage adopté. La diminution par trois de la vitesse de déplacement du robot entraîne une augmentation logique par un facteur trois de l'épaisseur déposée. En comparant les épaisseurs déposées en fonction de l'inclinaison de la surface du substrat, une chute de 20 à 30 % de l'épaisseur est observée dans le cas des parois inclinées. Ceci corrèle les mesures préliminaires (cf. Figure 5) effectuées pour déterminer l'effet de l'angle de projection où une baisse du rendement de projection de l'ordre de 20 % peut en être déduite pour un angle de 75°.



Figure 18 : Evolution de l'épaisseur du revêtement en fonction de l'angle d'inclinaison du substrat et du mode de recouvrement

La Figure 19 regroupe les valeurs moyennes de dureté pour les trois revêtements sur le premier type de défaut à la fois sur la paroi plane et sur la paroi inclinée du substrat. Les valeurs de duretés sont du même ordre de grandeur. Les duretés sur les parois inclinées sont cependant légèrement plus fortes que celles sur parois planes mais les écarts-types demeurent assez larges.



Figure 19 : Evolution de la microdureté Vickers du revêtement en fonction de l'angle d'inclinaison du substrat et du mode de recouvrement

Une dernière étape a consisté à déterminer le comportement du revêtement à l'usinage en surfaçant le revêtement au niveau du substrat. Une fraise cylindrique de surfaçage (DIN1880 acier rapide HSS Co8, 50x45x27) a été choisie afin de retirer la matière sur l'ensemble de la surface des plaques en une seule fois. Une vitesse de rotation de 620 mm/min et une avance de 42 mm/min ont été adoptées. Aucun décollement des revêtements n'a été constaté suite à cet usinage. Une coupe transversale a alors été réalisée au centre du revêtement (Tableau 9). Sans attaque chimique, il est difficile de distinguer le revêtement du substrat. Au niveau de la fin de la zone des revêtements, aucun décollement n'est décelable. Le revêtement semble bien adhérer au substrat aussi bien en paroi plane qu'en paroi inclinée. Ces observations sont valables pour les cinq revêtements réalisés dans le cadre de ces essais préliminaires.



Tableau 9 : Vues en coupe avant et après attaque chimique du revêtement après fraisage en surface des deux premières voies de recouvrement (point par point et hors ligne) pour le premier type de défaut pour une vitesse de deplacement de 150 mm/s

Ces essais préliminaires démontrent l'intérêt de la projection par programmation hors ligne avec un gain de temps et de matière. Cependant, des surépaisseurs sont visibles en périphérie des revêtements et doivent être minimisées. La prochaine étape concerne donc l'optimisation du déplacement de la torche par programmation hors-ligne.

C.3 Optimisations du processus de recouvrement

Ces optimisations de la programmation du robot s'appuient à la fois sur une programmation hors ligne spécifique pour chacun des deux types de défaut à recouvrir mais aussi sur la vitesse de déplacement du pistolet. Des déplacements circulaire et elliptique (de type double spirale d'Archimède) ont été adoptés respectivement pour les premier et deuxième types de défaut.

C.3.a Optimisation de la programmation hors ligne pour une forme simple

Antérieurement, une vitesse fixe de balayage a été appliquée en employant une double spirale sur une plaque en AU4G. Ce nouvel essai consiste à réaliser une projection également sur une plaque (sans défaut) en utilisant un programme hors ligne en forme de double spirale d'Archimède (Figure 21a) mais avec une vitesse linéairement dégressive de l'extérieur vers l'intérieur avec des valeurs de 150 mm/s en périphérie et 20 mm/s au centre (Figure 20). La diminution progressive de la vitesse a pour effet d'accroître progressivement l'épaisseur déposée.



Figure 20 : Evolution de la vitesse du robot (mm/s) pour un déplacement circulaire en double spirale d'Archimède

La Figure 21b présente une vue de dessus du revêtement obtenu après l'essai de projection suivant la programmation hors ligne avec une vitesse linéairement dégressive. L'application de ce choix en termes de variation de vitesse a eu pour effet d'accroître l'épaisseur déposée de l'extérieur vers le

centre du revêtement. En comparaison avec les premiers essais de projection sur plaque, suivant également une programmation en double spirale d'Archimède, le choix d'une vitesse linéairement dégressive permet de réduire la surépaisseur en bordure du disque formé.



Figure 21 : a) trajectoire simulée du robot avant projection, b) vue de surface du revêtement obtenu après projection sur une plaque

Au cours de l'essai de projection, la vitesse de déplacement du pistolet a été enregistrée (Figure 22). La vitesse suit bien la consigne d'une vitesse linéairement dégressive de l'extérieur vers le centre du revêtement, variant de 150 à 20 mm/s. Une mesure du profil du revêtement a été réalisée : l'épaisseur passe progressivement de 0.3 à 3 mm, avec un palier autour de 1.2 mm sur la moitié du disque (Figure 23). Il y a alors un facteur dix de l'épaisseur sur le rayon du disque formant le revêtement. Le profil du revêtement, en comparaison à l'évolution dégressive de la vitesse, est cohérent. En effet, avec la diminution de la vitesse, la quantité de matière déposée augmente, donnant un profil croissant de l'épaisseur du revêtement vers son centre.






Figure 23 : Evolution de l'épaisseur déposée en fonction de la position sur la diagonale du revêtement

C.3.b Optimisation de la programmation hors ligne dans le cas des défauts à combler

Cette variation de vitesse, couplée au suivi des contours du défaut, a été appliquée afin de combler les différentes cavités des deux types de défauts étudiés. Pour le premier défaut, le scan numérique en 3D du défaut (Figure 24a) a permis de définir la trajectoire de recouvrement en suivant ses contours (Figure 24b).



Figure 24 : a) Scan numérique du premier défaut et b) trajectoire mise en place à partir des contours scannés du premier défaut

La programmation hors-ligne du robot a généré les points de la trajectoire du pistolet, soit 1380 points (Figure 25). Ce nombre élevé a pour conséquence un alourdissement du programme et de son temps de traitement par le processeur du robot. Le traitement de la trajectoire du robot a alors été optimisé en éliminant les points les moins pertinents. Le nombre de points a ainsi été divisé par deux (Figure 26). La décomposition de la trajectoire en points étant effectuée, une vitesse de déplacement du pistolet a été appliquée pour chaque point suivant sa profondeur variant de zéro à quatre millimètres, afin d'obtenir une vitesse adaptée à la géométrie du défaut (Figure 27).



Figure 25 : Génération des points représentant la trajectoire du robot



Figure 26 : Optimisation de la génération du nombre de point de la trajectoire du robot



Figure 27 : Evolution a) de la vitesse du robot en fonction b) de la profondeur du premier défaut

Un essai de projection a été réalisé sur une plaque en AU4G ne comportant aucun défaut (Figure 28a), ceci pour un double but :

- Vérifier le bon fonctionnement du programme ;
- Déterminer l'épaisseur déposée pour dix passes. L'épaisseur du revêtement obtenu sur la plaque permettra d'estimer le nombre nécessaire de passages pour remplir la cavité du premier défaut.

Ainsi, cinquante passages ont été définis et appliqués pour combler la cavité du premier défaut (Figure 28b). Des effets de crêtes sont observables sur les deux revêtements (Figure 28). Ces crêtes sont inhérentes aux changements de direction de la torche pour suivre le contour d'origine du défaut. Cette réduction locale de la vitesse induit un effet de surépaisseur localisé qui est d'autant plus marqué que l'épaisseur du revêtement augmente et que l'effet de cratérisation devient important. Il apparaît alors souhaitable de lisser davantage la trajectoire afin d'éviter des changements trop brusques de direction. Le choix d'une vitesse adaptée apparaît utile afin d'obtenir une épaisseur relativement homogène du revêtement sans surépaisseur en périphérie de celui-ci, comme celles visibles lors des premiers essais de recouvrement (Figure 14 et Figure 15).





Dans la continuité de cette démarche d'optimisation de la programmation du robot, cette stratégie a été appliquée sur le second type de défaut, présentant deux cavités de profondeur et taille différentes (Figure 29a). Un déplacement en forme d'ellipse a été choisi (Figure 29b) afin de lisser la liaison entre les deux cavités et de ne pas resserrer le pas de balayage. Suivant la profondeur de la cavité, une vitesse a été définie pour chaque point (Figure 30). Après projection, le revêtement obtenu n'est toutefois pas homogène en surface (Figure 31) : un creux est visible au niveau de la jonction entre les deux cavités. Ceci provient d'une chute du rendement de projection dans cette zone qui semble découler d'une part d'un effet d'accélération du robot appliqué lors de la programmation et, d'autre part, de l'angle d'inclinaison au niveau de cette zone entre les deux cavités. Ces deux éléments ne favorisent pas un bon rendement de projection.



Figure 29 : a) Scan numérique du second défaut et b) trajectoire elliptique mise en place à partir des contours scannés du deuxième défaut



Figure 30 : Evolution a) de la vitesse du robot en fonction de b) la profondeur du deuxième défaut



Figure 31 : Comparaison visuelle avant et après réalisation du revêtement elliptique sur le second type de défaut

C.3.c Caractérisations des revêtements

Une comparaison visuelle avant et après projection a été effectuée sur l'ensemble des revêtements obtenus par programmations hors ligne (Figure 32). Lors des premiers essais sur le premier type de défaut (Figure 32a), un effet de surépaisseur avait été observé sur la périphérie des revêtements. Avec une vitesse définie pour chaque point de façon inversement proportionnelle à l'épaisseur totale à déposer, un dépôt permettant de remplir la totalité du défaut et s'affranchissant de l'effet de collerette en périphérie du revêtement a été obtenu (Figure 32b). Cependant quel que soit le programme, un effet de surépaisseur au centre des revêtements est encore visible. Il correspond à un quasi arrêt du robot (20 mm/s) lors du point de rebroussement de ce dernier.



Figure 32 : Vue de surface des différents revêtements issus de la programmation hors ligne dans le cas du prermier défaut : a) programme hors ligne de forme circulaire et b) programmation hors ligne avec vitesse dégressive

Pour le second type de défaut, deux recouvrements circulaires ont été réalisés suivant deux vitesses de déplacement lors des premiers essais (Figure 33a). Un effet de surépaisseur a été noté dans la zone de chevauchement des deux recouvrements. Une programmation en forme d'éllipse a ensuite été adoptée afin de s'affranchir de l'effet de surépaisseur au niveau du chevauchement des deux disques (Figure 33b). Le choix d'une vitesse adaptée permet en paralléle de limiter l'effet de surépaisseur en périphérie du revêtement. Le revêtement obtenu suivant la dernière programmation présente une surface globalement plane.



Figure 33 : Vue de surface des différents revêtements issus de la programmation hors ligne dans le cas du deuxième défaut : a) programme hors ligne de forme circulaire et b) programmation hors ligne avec vitesse dégressive

Un effet de cratérisation est tout de même observable sur l'ensemble des essais réalisés quel que soit le type de programme. Ce phénomène est d'autant plus important que l'épaisseur augmente, induisant une baisse du rendement de projection.

Des vues transversales ont été réalisées sur les différents revêtements en scannant ceux-ci et en traitant les données sous CAO. Le scan de chaque revêtement (couleur jaune) a été superposé à celui du substrat (en vert). Ces vues permettent de visualiser les constats effectués auparavant (Tableau 10 et Tableau 11) :

- Avec la programmation par apprentissage, le revêtement présente une épaisseur constante en tout point du substrat ;
- Avec la programmation hors ligne (double spirale d'Archimède à vitesse constante), un effet de surépaisseur en forme de cordon est visible en périphérie des revêtements pour les deux types de défaut et une surépaisseur est aussi visible au niveau de la zone de chevauchement des deux cercles pour le deuxième défaut ;
- Lors des essais avec une vitesse adaptée, le revêtement présente des épaisseurs correspondant à la morphologie du substrat à combler, sans surépaisseur en périphérie des revêtements.

Tableau 10 : Vues numériques des différents revêtements réalisés sur le premier type de défaut

Programmation	Vitesse du robot (mm/s)	Vue numérique	Défaut comblé
Par apprentissage	150		Non
Circulaire	150	The second se	Non
	50		Non
	Adaptée (150 à 20)		Oui

Tableau 11 : Vues numériques des différents revêtements réalisés sur le second type de défaut

Programmation	Vitesse du robot (mm/s)	Vue numérique	Défaut comblé
Circulaire	150		Non
	50		Non
Elliptique	Adaptée (150 à 20)		oui

Pour le premier type de défaut, l'épaisseur du dépôt avec une programmation circulaire et une vitesse adaptée varie selon les positions suivantes :

- Au centre du revêtement : 8.5 mm ;
- Dans la couronne intérieure (20 à 30 mm à partir du bord) : variable de 6 à 8 mm ;
- Dans la couronne intermédiaire (10 à 20 mm à partir du bord) : variable de 4.5 à 6 mm ;
- Sur la couronne extérieure : (0 à 10 mm à partir du bord) : variable de 2 à 4 mm.

L'épaisseur déposée est ainsi suffisante pour combler la cavité du défaut. Le volume de matière déposée est de l'ordre de 19 cm³.

La même tendance est notée dans le cas du revêtement en forme d'ellipse utilisé pour recouvrir le second type de défaut. L'épaisseur déposée varie de 2 à 8 mm en fonction de la position entre le substrat et le revêtement :

- Centre du revêtement : 8 mm ;
- Entre 3 et 5 mm suivant la cavité choisie, sur la zone intermédiaire ;
- Sur la couronne extérieure : 2 mm.

Le volume de matière obtenue est de l'ordre de 12.8 cm³.

Les revêtements ont été par la suite usinés par fraisage jusqu'à venir tangenter la surface du substrat. Il faut retirer 9 cm³ et 9.7 cm³ de matière respectivement pour le premier et le deuxième défaut De nouveau, aucun décollement du revêtement n'a été observé pour les deux derniers revêtements issus de la programmation avec vitesse adaptée (Figure 34 et Figure 35). Les cavités de chacun des deux défauts ont été correctement comblées.



Figure 34 : Vues en surface a) avant et b) après usinage de l'excès de matière sur la cavité du premier type de défaut



Figure 35 : Vues en surface a) avant et b) après surfaçage de l'excès de matière sur les cavités du second type de défaut

Conclusion

Les premiers essais de projection avec utilisation de la programmation hors ligne, réalisés dans l'optique de recouvrir deux types de défauts pré-usinés sur des blocs d'alliage d'aluminium avec des paramètres standards de projection, ont été concluants. La programmation hors ligne en comparaison à la programmation par apprentissage classique permet un gain de matière et de temps de projection. Les programmations adoptées sont des trajectoires en double spirale d'Archimède. La génération de la trajectoire du robot se fait à partir des contours du défaut, préalablement numérisés. La trajectoire du robot générée doit toutefois être lissée afin d'éviter les brusques changements de direction. Ces derniers ont pour effet de ralentir la vitesse de la torche et de créer des surépaisseurs ou des cavités. Une géométrie de recouvrement relativement simple pour le robot doit donc être choisie.

Le choix d'une vitesse adaptée à la profondeur de la zone à combler permet de déposer la matière là où il y en a besoin et de réduire la surépaisseur en périphérie du revêtement. De plus, cette diminution progressive de la vitesse permet de minimiser les effets des variations brusques de changement de direction du robot. Dans le cas du recouvrement simultané de deux cavités, un lissage de la vitesse est nécessaire lors du passage d'une cavité à l'autre afin d'éviter des différences de rendement de projection.

Le lissage de la vitesse couplé au lissage de la trajectoire du robot permet ainsi d'homogénéiser davantage l'épaisseur finale obtenue pour le remplissage de différentes cavités.

Bibliographie

- [1] S. Deng, « Programmation robotique hors-ligne et contrôle en temps réel des trajectoires: développement d'une extension logicielle de "Robotstudio" pour la projection thermique », Thèse de doctorat, Université de technologie de Belfort-Montbéliard, France, 2006.
- [2] S. Duncan, P. Jones, et P. Wellstead, « A frequency-domain approach to determining the path separation for spray coating », *IEEE Trans. Autom. Sci. Eng.*, vol. 2, n° 3, p. 233-239, juill. 2005.
- [3] Z. Cai, « Programmation robotique en utilisant la méthode de maillage et la simulation thermique du procédé de la projection thermique », Thèse de doctorat, IRTES. LERMPS, France, 2014.
- [4] Z. Cai, S. Deng, H. Liao, C. Zeng, et G. Montavon, « The Effect of Spray Distance and Scanning Step on the Coating Thickness Uniformity in Cold Spray Process », *J. Therm. Spray Technol.*, p. 1-9.
- [5] F.-I. Trifa, « Modèle de dépôt pour la simulation , la conception et la réalisation de revêtements élaborés par projection thermiquePplication au cas de l'alumine-rutile (Al2O3-13%TiO2) projetée à la torche atmosphérique à plasma d'arc », Université de Franche-Comté, 2004.
- [6] S. Guessasma, « Optimisation et contrôle de procédés de projection thermique par coopération de méthodes d'intelligence artificielle », Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2003.
- [7] Chedmail, E. Dombre, et P. Wenger, *La CAO en robotique*, Hermès. Paris, 1998.
- [8] E. DOMBRE, *Programmation des robots*. Ed. Techniques Ingénieur, 1998.
- [9] D. Fang, S. Deng, H. Liao, et C. Coddet, « The Improvements of Thermal Spray Toolkit, Extended Software for Robotic Off-Line Programming », présenté à International Thermal Spray Conference & Exposition 2010, Singapore, 2010, p. 522-526.
- [10] Z. Cai, S. Deng, H. Liao, et C. Coddet, « Robot Trajectory Generation on Free-Form Work Pieces for Thermal Spray Using », présenté à International Thermal Spray 2012, Houston, Texas, USA, 2012.
- [11] Z. Cai, S. Deng, H. Liao, C. Zeng, et C. Coddet, « A New Robot Trajectory Generation Method for Thermal Spray Coating Process », présenté à International Thermal Spray Conference and Exposition (ITSC), 2013.
- [12] D. Fang, Z. Cai, S. Deng, H. Liao, et C. Coddet, « Robot off-line programming for thermal spraying », *Rare Met. Mater. Eng.*, vol. 41, n° S1, p. 013-017, 2012.
- [13] S. Yin, Y. Sun, X. Wang, Z. Guo, et H. Liao, « Effect of Spray Angle on Temperature Distribution within the Metallic Substrate in Cold Spraying », J. Therm. Spray Technol., vol. 22, nº 6, p. 983-991, août 2013.
- [14] C. J. Li, W. Y. Li, Y. Y. Wang, et H. Fukanuma, *Effect of spray angle on deposition characteristics in cold spraying*. May, 2003.
- [15] S. Yin, X. Suo, J. Su, Z. Guo, H. Liao, et X. Wang, « Effects of Substrate Hardness and Spray Angle on the Deposition Behavior of Cold-Sprayed Ti Particles », J. Therm. Spray Technol., vol. 23, nº 1-2, p. 76-83, janv. 2014.

Conclusion Générale

Ce travail de thèse, inscrit dans un projet FUI nommé C-SAR portant sur la réparation de pièces pour l'industrie aéronautique, a consisté à optimiser l'ensemble des paramètres du procédé de projection dynamique à froid (Cold Spray) pour plusieurs couples substrat-revêtement combinant différents alliages d'aluminium, un alliage de magnésium et des composites à matrice métallique à base aluminium. A l'issue du projet, les paramètres optimisés pourront servir à la réparation de pièces rebutées ou endommagées et feront l'objet d'un transfert technologique vers les partenaires industriels.

La première étape a consisté à optimiser les paramètres principaux du procédé Cold Spray afin de s'affranchir du phénomène de colmatage pouvant intervenir au sein de la section divergente de la buse de projection, ce phénomène ayant pour effet de diminuer la vitesse des particules, les revêtements obtenus devenant alors assez poreux. La géométrie de la buse de projection, le choix de la répartition granulométrique de la poudre et les paramètres cinématiques du gaz principal ont fait l'objet d'études d'optimisations expérimentales et numériques suivant le couple substrat-revêtement étudié. Le phénomène de colmatage semble lié à l'échauffement des particules au contact de la paroi interne de la buse. La nature, la vitesse et la température des particules ainsi que la nature et la température interne de la buse conditionnent ce phénomène.

Les paramètres de projection sont globalement les mêmes pour une même gamme de matériau (base aluminium ou base magnésium). Pour quasiment toutes les configurations, la buse SiC-OUT1 en carbure de silicium refroidie par eau a été adoptée afin de limiter les risques de colmatage. Les revêtements en alliages d'aluminium, de magnésium et CMM présentent tous un aspect dense et homogène. Seule la projection d'alliages d'aluminium sur substrat en G-Z4TR nécessite une buse avec une géométrie plus longue (type PBI-33) permettant alors d'obtenir des revêtements avec un meilleur rendement de projection.

Les rendements de projection sont dépendants des caractéristiques des particules projetées et, pour les premiers balayages, de la nature du substrat. Ils sont relativement faibles de 10 à 40% selon le couple substrat-revêtement étudié et s'avèrent limités par le phénomène de colmatage.

Une étude a été conduite afin d'accroître l'adhérence des couples substrats-revêtements. Il a été démontré le rôle primordial de la préparation de surface dans l'adhérence des revêtements. Il apparaît que les particules n'ont pas assez d'énergie cinétique pour déformer le substrat et s'ancrer dans celuici. L'augmentation de l'adhérence est ainsi principalement régie par l'augmentation de la rugosité de surface du substrat et l'ancrage que pourra y trouver le revêtement. Un sablage relativement fort conduisant à une valeur pour le facteur Ra de l'ordre de 7 µm permet dans tous les cas d'obtenir des valeurs d'adhérence satisfaisantes, supérieures à la valeur visée de 15 MPa, bien qu'une pollution de l'interface par du corindon ne soit à déplorer. Des procédés comme la texturation laser ou l'usinage mécanique conduisent à des valeurs souvent meilleures que le sablage, de l'ordre de 40 à 50 MPa, tout en s'affranchissant de l'utilisation de corindon. Pour un coût modéré, le choix d'une préparation de surface par usinage mécanique semble ainsi judicieux avec une rugosité de l'ordre de 10 µm à atteindre pour le facteur Ra.

Une étude originale a été conduite pour mettre au point une méthodologie pour recharger localement une zone défectueuse sans avoir à recouvrir toute la surface du substrat. La programmation hors ligne du robot a été utilisée afin de recouvrir deux types de défauts pré-usinés sur des blocs d'alliage d'aluminium. Les trajectoires ont été générées par le logiciel RobotStudio[™] d'ABB et le module Thermal Spray Toolkit (TST) développé par l'IRTES-LERMPS. Le procédé consiste à numériser le défaut à combler en prenant soin d'éviter des angles présentant une inclinaison de moins de 70°, celui-ci conduisant à une baisse du rendement de projection et à une dureté du revêtement plus importante en raison de particules davantage écrouies par celles ne participant pas à l'élaboration du revêtement. La génération de la trajectoire de la torche se fait à partir des contours du défaut. Il a été montré à travers différents essais que cette trajectoire doit être lissée afin d'éviter de brusques changements de direction ayant pour effet de créer à la surface des revêtements des surépaisseurs ou des cavités. Les trajectoires adoptées sont en forme de double spirale d'Archimède et présentent, après optimisation, une vitesse qui varie de façon inversement proportionnelle à l'épaisseur à combler. Le défaut est ainsi rempli sans consommation excessive de poudre. De plus, la diminution progressive de la vitesse permet de minimiser les effets des variations brusques de changement de direction du robot. La programmation hors ligne, comparativement à la programmation classique par apprentissage, permet un gain sur la consommation de poudre et le temps de projection. Le lissage de la vitesse couplé au lissage de la trajectoire du robot permet de réduire le nombre de passages nécessaires au remplissage des différentes cavités. Les revêtements ayant permis de remplir des défauts de l'ordre de 4 mm de profondeur présentent des caractéristiques très satisfaisantes : densité et tenue à l'usinage.

L'ensemble des paramètres de projection obtenus dans le cadre de ce sujet de thèse sont affiliés aux couples de matériaux utilisés dans le cadre du projet C-SAR. A chaque couple de matériaux correspond une gamme de paramètres de préparation de surface et de projection (Tableau 1 et Tableau 2). Cette démarche d'optimisation peut également s'étendre à d'autres matériaux déposés par le procédé Cold Spray. La démarche de recouvrement par programmation hors ligne reste à finaliser afin de rendre ce processus de programmation plus abordable pour le mettre en place sur des défauts ou pièces plus complexes.

Tableau 1 : Synthèse des paramètres de projection et préparation pour les couples métalliques substrat - revêtement

Couples	Alliage d'aluminium /	Alliage d'aluminium /	Alliage de magnésium /		
Couples	Alliage d'aluminium	Alliage de magnésium	Alliage de magnésium		
	Al5056 LERMPS				
Poudres	• AI5056 ECKA		G-Z4TR		
	• Al6061				
Encadrement	d ₁₀ = 20, d ₅₀ = 35, d ₉₀ = 70		d ₁₀ = 30, d ₅₀ = 50, d ₉₀ =		
granulométrique (μm)			80		
Substrats	• Al7040 – T7451	G-7/1	⁻ R – T6		
500511015	• AS7G0.6 – T6	G-241K - 10			
Préparations types	Sablage < Usinage < Texturation laser				
Paramètres cinématique					
Type de gaz	Azote (N ₂)				
Pression (bars)	28				
Température (°C)	500		600		
Système de projection (Pistolet Kinetics 3000 CGT)					
Type de buse	Géométrie type SiC	Géométrie type PBI-33	Géométrie type SiC		
	OUT1	(buse acier)	OUT1		
Refroidissement	Système à eau				

 Tableau 2 : Synthèse des paramètres de projection et préparation pour les couples sur substrat (CMM ou

 Aluminium)- revêtement CMM

Couples	CMM base aluminium / Alliage d'aluminium	CMM base aluminium / CMM base aluminium		
Doudres	CMM 1050-SiC mécano-synth	nèse 1 et mécano-synthèse 2		
	CMM 2009-SiC mécano-fusion			
Encadrement granulométrique (μm)	d ₁₀ = 20, d ₅₀ = 35, d ₉₀ = 70			
Substrats	Al7040 – T7451	CMM (2009 – SiC) - T4		
Préparations types	Sablage < Usinage < Texturation laser			
Paramètres cinématique				
Type de gaz	Azote	Azote (N ₂)		
Pression (bars)	28			
Température (°C)	500			
Système de projection (Pistolet Kinetics 3000 CGT)				
Type de buse	Géométrie type SiC OUT1			
Refroidissement	Système à eau			

Annexes

Sommaire des annexes

Annexe 1 : Dynamique des fluides23	3
Annexe 2 : Etude des caractéristiques en vol des particules23	7
Annexe 3 : Les techniques de quantification de l'adhérence254	1
Annexe 4 : Les paramètres cinématiques clefs en programmation robotique250	5
Bibliographies259	9

Annexe 1 : Dynamique des fluides

A. Dynamique du flux gazeux

Couramment, dans les modèles utilisés pour caractériser le flux gazeux traversant la buse, le gaz est considéré comme parfait. L'écoulement du gaz est supposé à une dimension et isentropique (adiabatique et sans frottement) [1]–[3]. En appliquant les hypothèses précédentes et en prenant en compte le fait que le nombre de Mach est égal à 1 au niveau du col de la buse entre la section convergente et la section divergente, la température T* au col peut être calculée selon [1]–[3] :

$$T^* = \frac{T_0}{\left(1 + \frac{\gamma - 1}{2}\right)}$$
 Eq.1

avec T^{*} la température au niveau du col, T_0 la température du gaz principal et γ le coefficient isentropique du gaz.

Le coefficient isentropique γ du gaz est égal à 1.66 pour un gaz monoatomique et égal à 1.4 pour un gaz diatomique [4]. Dans la continuité, la vitesse du gaz au niveau du col peut être calculée en utilisant la formule suivante :

$$v^* = \sqrt{\gamma R T^*}$$
 Eq.2

avec v^{*} la vitesse du gaz au niveau du col, γ le coefficient isentropique du gaz, R la constante des gaz parfait et T^{*} la température.

La densité du gaz peut ensuite être déterminée par la formule suivante[1]-[3] :

$$\rho^* = \frac{\dot{m}}{v^* A^*}$$
 Eq.3

avec ρ^* la densité du gaz au niveau du col, \dot{m} le débit massique total traversant la buse, A* la section de la buse au niveau du col et v* la vitesse du gaz au niveau du col.

En utilisant la loi des gaz parfaits au niveau du col de la buse, la pression au niveau de cette dernière peut être calculée selon :

$$P^* = \rho^* R T^*$$
 Eq.4

avec P* la pression au niveau du col, ρ * la densité du gaz au niveau du col, R la constante des gaz parfait et T* la température au niveau du col.

L'obtention de la pression P^* permet de calculer la pression du gaz stagnant P_0 en utilisant la relation isentropique suivante :

$$P_0 = P^* \left(\frac{T_0}{T^*}\right)^{\gamma/(\gamma-1)} = P^* \left(1 + \frac{\gamma-1}{2}\right)^{\gamma/(\gamma-1)}$$
 Eq.5

avec P* la pression au niveau du col, P₀ la pression du gaz stagnant, T₀ la température constante, T* la température au niveau du col et γ le coefficient isentropique du gaz.

Après avoir obtenu l'ensemble des caractéristiques dynamiques du gaz (P*, T*, v* et ρ *) au niveau du col, ces caractéristiques (P, T, v, Ma et ρ) peuvent être calculées sur les autres sections de la buse [1]–[3].

Le nombre de Mach peut être calculé localement pour une section spécifique (A) de la buse. L'équation est la suivante :

$$\frac{A}{A^{*}} = \frac{1}{Ma} \left[\left(\frac{2}{\gamma + 1} \right) \left(1 + \frac{\gamma - 1}{2} Ma^{2} \right) \right]^{(\gamma + 1)/2} (\gamma - 1)$$
 Eq.6

avec A une section choisie de la buse, A^{*} la section de la buse au niveau du col et γ le coefficient isentropique du gaz.

En connaissant le nombre de Mach localement pour une section de la buse donnée (A), la vitesse du gaz en cette section peut être calculée :

$$Ma = \frac{v}{c}$$
 Eq.7

avec γ le coefficient isentropique du gaz, R la constante des gaz parfait, T la température du gaz, c la vitesse du son, v la vitesse du gaz.

La température (T), la pression ainsi que le débit du gaz peuvent être calculés pour toutes les sections de la buse[1]–[3] :

$$T = \frac{T_0}{\left(1 + \left(\gamma - \frac{1}{2}\right)Ma^2\right)}$$
 Eq.8

$$P = P^* \left(\frac{\gamma + 1}{2 + (\gamma - 1)Ma^2}\right)^{\gamma/(\gamma - 1)}$$
Eq.9

$$\rho = \frac{\rho_0}{\left(1 + \frac{(\gamma - 1)}{2}Ma^2\right)^{\frac{1}{(\gamma - 1)}}}$$
Eq.10

avec, T la température à la section A, T₀ la température constante, γ le coefficient isentropique du gaz, Ma le nombre de Mach au niveau de la section A, P la pression du gaz au niveau de la section A, P* la pression au niveau du col, p* la densité du gaz au niveau du col et p la densité du gaz au niveau de la section A.

Le débit massique total traversant la buse peut être calculé en utilisant la formule suivante :

$$\dot{m} = \frac{P_0}{\sqrt{T_0}} A^* \sqrt{\frac{\gamma}{R}} \left(\frac{\gamma+1}{2}\right)^{-(\gamma+1)/2(\gamma-1)}$$
Eq.11

avec \dot{m} le débit massique total traversant la buse, P₀ la pression total, T₀ la température constante, A* la section de la buse au niveau du col et γ le coefficient isentropique du gaz et R la constante des gaz parfaits.

Les équations précédentes peuvent être utilisées pour calculer les caractéristiques suivantes du gaz (P, T, v, Ma et p) au niveau de la section extérieure de la buse notée « e ». Par la suite, pour déterminer si l'onde de choc du gaz se forme à la sortie de la buse ou dans la section divergente de cette dernière, la pression de l'onde peut être comparée à celle de la pression ambiante. L'équation de la pression d'onde de choc est la suivante [1], [3] :

$$P_{s} = P_{e} \left(\frac{2\gamma}{\gamma + 1} M_{e}^{2} - \frac{\gamma - 1}{\gamma + 1} \right)$$
 Eq.12

avec P_s la pression de l'onde de choc, P_e la pression au niveau de la section en sortie, Me le nombre de Mach au niveau de la section en sortie et y le coefficient isentropique du gaz.

Si la pression d'onde de choc P_s est inférieure à la pression ambiante, l'onde de choc se forme dans la section divergente de la buse. La vitesse du gaz est dite subsonique. Dans le cas contraire, si la pression d'onde de choc est égale à la pression ambiante, l'onde de choc se forme à la sortie de la buse. La pression en sortie correspond alors à la pression ambiante. Dans les conditions normales d'utilisation du procédé Cold Spray, la pression d'onde de choc est au-dessus de la pression ambiante et la pression en sortie est inférieure. Dans ces conditions, le flux gazeux est plus étendu et les conditions représentées dans la buse par les équations précédentes se rapprochent de la réalité [1], [3].

B. Comportement des particules dans le flux gazeux

Lors de l'introduction des particules dans le flux gazeux, ce dernier accélère les particules dans le but de leur faire atteindre une vitesse supérieure ou égale à la vitesse critique dans le but de former un revêtement. L'accélération des particules peut être calculée en résolvant l'équation suivante [1], [3] :

$$m_{p} \frac{dv_{p}}{dt} = m_{p} v_{p} \frac{dv_{p}}{dx} = \frac{C_{D} A_{p} \rho (v - v_{p})^{2}}{2}$$
 Eq.13

avec m_p et A_p respectivement la masse moyenne et la section traversant la particule, C_D le coefficient de trainée de la particule, t le temps, x la distance axiale parcourue par la particule et v_p la vitesse de la particule.

En prenant, la vitesse du gaz constante ainsi que la densité du gaz et le coefficient de trainée de la particule, l'équation précédente peut être intégrée [1], [3]:

$$\log\left(\frac{v-v_p}{v}\right) + \frac{v}{v-v_p} - 1 = \frac{C_D A_p \rho x}{2m_p}$$
Eq.14

avec m_p et A_p respectivement la masse moyenne et la section traversant la particule, C_D le coefficient de trainée de la particule, t le temps, x la distance axiale parcourue par la particule, v la vitesse du flux gazeux et v_p la vitesse de la particule.

L'équation précédente n'est plus valide dès que la densité du gaz et le coefficient de trainée ne sont plus constants.

L'équation 13 met en avant le fait que la vitesse de la particule correspond à celle du gaz. Les équations 6, 7 et 8 montrent que la vitesse du gaz au sein de la buse dépend à la fois de la température totale du gaz et de la géométrie de la buse (diamètre du col et la longueur de la buse). Cependant, la vitesse du gaz ne dépend pas de la pression du gaz. Par le biais des équations 8, 10 et 13, l'accélération des particules est linéairement dépendante de la pression totale et indépendante de la température totale. Ainsi, la pression doit juste être suffisante pour permettre aux particules d'atteindre la vitesse du gaz sur une distance finie [1], [3]. Il faut aussi noter que l'augmentation de la température du flux gazeux entraîne une augmentation de la vitesse des particules projetées [2]. Cela permet d'améliorer la qualité du revêtement. Cependant la taille des particules joue un rôle sur leur cinétique. En effet, si les particules sont trop grosses, elles n'accumuleront pas assez de vitesse pour atteindre la vitesse dans les zones stagnantes. Elles perdent rapidement leur vitesse en sortie de buse [5].

Annexe 2 : Etude des caractéristiques en vol des particules

La connaissance des caractéristiques en vol des particules au cours du processus de projection est primordiale avant d'envisager une optimisation des différents paramètres de projection des couples étudiés. La détermination de la température et de la vitesse des particules avant impact sur le substrat ou le revêtement en construction est nécessaire. L'obtention de ces données permet de déterminer si les particules en question pourront adhérer à la surface du substrat.

L'optimisation de la vitesse des particules est donc nécessaire pour conduire à des revêtements plus denses et présentant de meilleurs rendements de projection tout en évitant le phénomène de colmatage. La vitesse des particules en vol est dépendante des caractéristiques du flux de gaz circulant dans la buse De Laval. En général, les paramètres d'entrée et la géométrie de la buse sont les principaux facteurs influençant le régime du flux de gaz et par conséquence la vitesse des particules.

A. Evolution de la vitesse et de la température des particules en fonction de leur répartition granulométrique

Les travaux de modélisation ont été réalisés avec le logiciel Fluent (Ansys) version 14.5 afin de simuler les caractéristiques en termes de vitesse et température des particules dans la buse de projection en fonction de leur distribution granulométrique. Deux types de poudre ont été modélisés, les alliages 6061 LERMPS et G-Z4TR LERMPS :

- 6061 : d = 2765 kg/m³C et Cp = 960 J/Kg.K
- G-Z4TR : d = 1840 kg/m³ et Cp = 960 J/Kg.K

La répartition granulométrique est considérée de 10 à 60 µm avec un intervalle de 10 µm et les particules sont considérées comme parfaitement sphériques. Une buse référencée MOC type 24 en WC-Co a été modélisée (Figure 1). Les calculs sont de type analytique et leurs résultats peuvent donc être considérés comme réalistes.

La buse a une section circulaire avec un diamètre d'entrée ø 17 mm, un col ø 2.7 mm et une sortie ø 6.4 mm. La longueur du convergent est de 40 mm et la longueur du divergent est de 130 mm. La distance de projection est de 30 mm entre la sortie de la buse et le substrat. Le débit de gaz porteur (argon, densité de 1.62 kg/m³) a été fixé à 40 l/min, soit 0.0108 kg/s. Les particules sont injectées avec une température ambiante de 20°C. Les paramètres considérés au niveau de la buse sont une température de 500°C et une pression de 30 bars. Une pression de 1 bar est appliquée pour la pression atmosphérique. Les parois de la buse sont considérées comme isolées.



Figure 1 : Schéma regroupant les paramètres dimentionnels de la buse de projection MOC type 24 pour les études numériques

L'air a été choisi comme gaz principal. La loi des gaz parfait est utilisée pour calculer la densité afin de prendre en compte les effets de compression. Les équations pour un modèle 2D de flux compressible sont les suivantes:

Equation de continuité :

 $\operatorname{div}(\rho \mathbf{u}) = 0$ Eq. 15

Equation de la quantité de mouvement en abscisse :

$$\operatorname{div}(\rho u \mathbf{u}) = -\frac{\partial P}{\partial x} + \operatorname{div}(\mu \operatorname{grad} u)$$
 Eq. 16

Equation de la quantité de mouvement en ordonnée :

$$\operatorname{div}(\rho v \mathbf{u}) = -\frac{\partial P}{\partial y} + \operatorname{div}(\mu \operatorname{grad} v)$$
 Eq. 17

Equation d'énergie :

$$\operatorname{div}(\rho i \mathbf{u}) = -P \operatorname{div}(\mathbf{u}) + \operatorname{div}(k \operatorname{grad} T) + \phi$$
 Eq. 18

Equation d'état :

$$P = \rho RT$$
 Eq. 19

où ρ , **u**, *u*, *v*, *P*, *T*, *i*, μ , *k*, ϕ , *R* sont respectivement la densité du gaz, la vitesse, la composante en x de la vitesse, la composante en y de la vitesse, la pression, la température, l'énergie interne, la viscosité dynamique, la conductivité thermique, l'énergie et la constante des gaz.

Un modèle de type implicite basé sur la densité est employé pour déterminer les caractéristiques du flux de gaz à l'intérieur et à l'extérieur de la buse en raison de sa capacité à résoudre les flux compressibles, aussi bien pour des problèmes subsoniques que supersoniques. Afin de déterminer les caractéristiques du régime turbulent, le modèle standard K-ɛ est employé. L'accélération des particules est calculée en utilisant un modèle de type DPM (Discrete Phase Modeling). Les interactions entre particules et les effets des particules sur le gaz sont négligés. Les particules de 6061 et de G-Z4TR sont

considérées comme parfaitement sphériques. L'équation d'entraînement des particules peut être exprimée selon :

$$\frac{du_p}{dt} = F_d \left(u - u_p \right) + \frac{g_x \left(\rho_p - \rho \right)}{\rho_p} + F_x$$
 Eq. 20

où u_p est la vitesse des particules y, p_p est la densité des particules, g_x est la composante en x du coefficient d'inertie, F_x est une accélération additionnelle, $F_d(u-u_p)$ est la force de traînée par unité de masse de particule et F_d peut s'écrire selon:

$$F_d = \frac{3\rho}{4\rho_p d_p} C_d |u - u_p|$$
 Eq. 21

où d_p est le diamètre des particules, C_d est le coefficient de traînée pour des particules sphériques donné par Morsi and Alexander.

Les graphiques suivants présentent, à 500°C et 25 bars avec la buse MOC type 24, l'évolution de la vitesse des poudres 6061 (Figure 2) et G-Z4TR (Figure 3) en fonction de leur position le long de la buse. L'injection des particules se fait au moyen d'un injecteur axial dans la section convergente de la buse 25 mm avant le col. Les principales interprétations de vitesses atteintes par les particules sont les suivantes :

- Une augmentation de la vitesse des particules est observée dès le passage du col ;
- La vitesse des particules augmente avec la diminution de leur diamètre ;
- A diamètre équivalent, la vitesse des particules de G-Z4TR est supérieure à celle des particules de 6061, ce qui est en cohérence avec la densité des particules ;
- La vitesse atteinte par les particules est comprise entre 450 et 750 m/s suivant leur taille et leur nature.







Figure 3 : Evolution de la vitesse des particules de G-Z4TR en fonction de leur taille

L'évolution de la température moyenne des particules le long de la buse a également été modélisée pour les poudres 6061 (Figure 4) et G-Z4TR (Figure 5) à 500°C et 25 bars avec la buse MOC type 24. Les principales conclusions de ces simulations sont les suivantes :

- Augmentation de la température de la sortie de l'injecteur jusqu'au col, puis décroissance de la température dans la section divergente jusqu'à la sortie de la buse ;
- Une forte décroissance de la température des plus petites particules (10 et 20 μm) est observée dans la partie divergente de la buse. Au contraire, la température des plus grosses particules varie peu après le passage du col.

Il n'y pas une différence très significative au niveau de la variation de température entre chaque type de matériau (G-Z4TR et 6061) car leurs chaleurs spécifiques (Cp) sont relativement proches.







Figure 5 : Variation de la température des particules de G-Z4TR en fonction de leur taille

Le choix de la répartition granulométrie de la poudre n'est pas à négliger dans le cadre du processus d'optimisation des conditions de projection. En effet, la pression et la température du gaz principal affectent plus ou moins la vitesse mais aussi la température des particules en fonction du diamètre de ces dernières. Les fines particules (diamètre de 10 à 20 μ m) sont fortement affectées : l'influence du flux gazeux est plus importante au niveau de leur vitesse mais aussi sur la variation de leur température lors de l'accélération et détente du gaz dans la section divergente. Ces dernières sont aussi à l'origine de l'initiation du phénomène de colmatage. Au contraire, les plus grosses particules (diamètres de 50 à 60 μ m) sont moins affectées par le flux gazeux car leur inertie thermique est moindre. Leur vitesse est aussi moins importante. Si cette vitesse demeure trop faible, la vitesse critique ne sera pas atteinte et ces particules, ne participant pas à la construction du revêtement, peuvent avoir au contraire un effet érosif. Le resserrement de la répartition granulométrique par l'élimination des plus fines et plus grosses particules apparaît ainsi judicieux.

B. Variation de la température et de la vitesse des particules en fonction de la pression et de la température du gaz principal

Cette simulation numérique sur l'évolution de la vitesse et de la température des particules en fonction de la pression et de la température du gaz principal a été également modélisée avec le logiciel Fluent (Ansys) version 14.5. Les deux poudres 6061 et R G-Z4TR ont été reprises avec les mêmes conditions opératoires que celles du paragraphe précédent. Une taille de particule sphérique de 30 µm a été choisie, ce qui s'approche du diamètre moyen des poudres employées dans le projet C-SAR et ce qui permet de rester dans des conditions de simulation représentatives des conditions de projection. Les essais numériques sont réalisés avec une buse MOC type 24 en WC-Co (Figure 1).

Les variables d'entrée au niveau de la buse sont une température évoluant de 200 à 600°C et une pression de 15 à 25 bars.

Les graphiques suivants présentent l'évolution de la vitesse des particules de 6061 (Figure 6) et de G-Z4TR (Figure 7) en sortie de buse en fonction de la pression et de la température du gaz principal (valeurs en entrée de la buse).



Figure 6 : Evolution de la vitesse des particules de 6061 en fonction de la pression et de la température du gaz principal (Air)



Figure 7 : Evolution de la vitesse des particules de G-Z4TR en fonction de la pression et de la température du gaz principal (Air)

L'interprétation de ces données est la suivante :

- A pression constante : la vitesse des particules augmente avec la température du gaz ;
- A température constante : la vitesse des particules augmente avec la pression ;
- Entre les deux types de matériau : la vitesse des particules de G-Z4TR est supérieure de 50 m/s à celle des particules de 6061, ce qui est en cohérence avec la densité plus faible du G-Z4TR ;
- Suivant les différents paramètres adoptés de pression et de température du gaz principal, la vitesse atteinte par les différentes particules est comprise entre 450 et 650 m/s.

L'évolution de la température des particules de 6061 (Figure 8) et de G-Z4TR (Figure 9) en sortie de buse en fonction de la pression et de la température du gaz principal a été modélisée pour une position correspondant à la sortie de la buse, toujours pour des particules de diamètre 30 µm.



Figure 8 : Evolution de la température des particules de 6061 en sortie de buse en fonction de la pression et de la température du gaz principal



Figure 9 : Evolution de la température des particules de G-Z4TR en sortie de buse en fonction de la pression et de la température du gaz principal

Les principales conclusions de ces simulations pour la température atteinte par les particules en sortie de buse sont les suivantes :

- Dans certain cas (200°C 15 bars), une température de particule en sortie de buse proche de zéro degré peut être atteinte. Cette chute s'explique par le phénomène de détente du gaz dans la section divergente de la buse. La température du gaz ainsi que celle des plus fines particules sont affectées par ce phénomène, d'où dans certaines configurations des températures de particules inférieures à la température d'injection ;
- A pression constante, la température des particules augmente avec la température du gaz principal (de 200 à 600 °C) en passant de quelques degrés à la centaine de degrés ;
- A température constante, la température des particules augmente avec la pression mais de manière moins accentuée que lors de l'augmentation de la température du gaz principal ;
- Il semble ne pas y avoir de réelle différence au niveau de la variation de température entre chaque type de matériau car leurs chaleurs spécifiques (Cp) sont relativement proches.

Au travers de la partie précédente A, l'impact de la pression et de la température sur la vitesse et la température des particules en fonction de leur répartition granulométrique a été mis en avant. Dans ce paragraphe, pour un diamètre moyen de particules de 30 µm, il a été modélisé que l'augmentation de la vitesse de ces derniers est continue avec l'augmentation de la pression du gaz principal mais aussi avec l'augmentation de la température de ce dernier. La vitesse atteinte dans la meilleure des configurations (air, 600°C et 25 bars) est comprise entre 600 et 650 m/s.

C. L'impact de la nature du gaz principal sur la vitesse et la température des particules

Ce paragraphe traite du choix du gaz principal, une étude numérique a été menée suivie d'une corrélation avec l'expérimental. Les gaz étudiés sont l'air et l'azote (N_2) [6]–[8]. Ils ont été choisis pour leurs coûts modérés. Les travaux de modélisation ont été réalisés avec le logiciel Fluent (Ansys) afin de comparer l'impact du gaz principal sur la vitesse des particules pour différentes températures et pressions. Les mêmes conditions opératoires que les deux paragraphes précédents ont été repris : la poudre 6061, un diamètre de 30 μ m, une buse MOC type 24 en WC-Co, un débit de gaz porteur (argon) de 40 l/min et les parois de la buse sont considérées comme isolées.

Dans le cadre de cette étude, les paramètres d'entrée au niveau de la buse sont une température de 300 et 500°C et une pression de 15 et 25 bars.

Pour des pressions et températures identiques, la vitesse en sortie de buse des particules d'aluminium est légèrement plus importante avec l'emploi d'azote comme gaz principal (Figure 10). Le gain en vitesse est de l'ordre de 10 à 15 m/s. Le passage d'un gaz à l'autre ne semble pas affecter la température des particules projetées (Figure 11). Les comportements en vitesse et température des particules de 6061 avec l'azote sont similaires à ceux observés précédemment lors de l'utilisation de l'air comme gaz principal. L'avantage de l'azote sur l'air résiderait alors plutôt dans l'absence d'oxydation des particules en cours de projection.



Figure 10 : Evolution de la vitesse des particules de 6061 en fonction du type de gaz pour différentes pressions et températures



Figure 11 : Evolution de la température des particules de 6061 en fonction du type de gaz pour différentes pressions et températures

Afin de corréler les résultats de ces travaux de modélisation, des mesures de vitesse des particules en vol ont été effectuées en employant un système DPV 2000 couplé à un éclairage par Laser. Des mesures avec une buse en SiC (réf. SiC-OUT1 fournie par Impact Innovations GmbH) ont été réalisées. Cette buse présente la même géométrie et le même ratio d'expansion que la buse MOC type 24 mais avec

une longueur de divergent réduite (30 mm). Une pression de 28 bars et une température de 500°C ont été adoptées en amont de la buse. Les mesures ont été effectuées à une distance en sortie de buse de 30 mm et avec trois types de poudres de granulométries relativement voisines :

- Poudre 5056 LERMPS élutriée ($d_{10} = 20.1 \,\mu\text{m}$, $d_{50} = 30.1 \,\mu\text{m}$ et $d_{90} = 45.2 \,\mu\text{m}$);
- Poudre 5056 ECKA élutriée (d₁₀ = 20.2 μm, d₅₀ = 41.4 μm, d₉₀ = 76.0 μm);
- Poudre 6061 LERMPS élutriée ($d_{10} = 18.0 \mu m$, $d_{50} = 27.0 \mu m$ et $d_{90} = 48.0 \mu m$).

Il n'y a pas de différence de vitesse entre les poudres 5056 LERMPS et 6061 LERMPS sous azote (Figure 12) ce qui est attendu étant donnée leurs densités identiques et leurs granulométries similaires. La comparaison entre l'emploi de l'air et de l'azote montre une perte de vitesse de l'ordre de 40 m/s des particules propulsées sous air. Ceci rejoint les constats effectués lors de projections où les dépôts obtenus avec l'air présentent plus de porosité que les dépôts obtenus avec l'azote, à paramètres de projection identiques (Figure 13). L'épaisseur déposée est aussi plus faible sous air, dénotant un moins bon rendement de projection. Il a été vérifié à la fin de chaque mesure que la buse n'avait pas subi de colmatage, ce qui aurait faussé ces mesures.



Figure 12 : Mesure par DPV2000 de la vitesse des particules de 5056 (poudre 5056 LERMPS élutriée) et de 6061 (poudre 6061 LERMPS élutriée) en fonction de leur position axiale à la distance de 30 mm avec la buse SiC OUT1



Figure 13 : Observations en coupe de revêtements réalisés avec la poudre 5056 LERMPS par projection Cold Spray a) sous azote et b) sous air

Des mesures complémentaires de vitesse (Figure 14) ont été réalisées avec la poudre de G-Z4TR. Il s'avère que l'utilisation d'azote ou d'air ne semble pas affecter significativement la vitesse des particules, les valeurs expérimentales restant très proches.



Figure 14 : Mesure par DPV2000 de la vitesse des particules de G-Z4TR en fonction de leur position axiale à la distance de 30 mm avec la buse SiC OUT1

La comparaison des mesures de vitesse sous azote des poudres 5056 et G-Z4TR permet de mettre en évidence une vitesse plus importante pour cette dernière (Figure 15). La densité plus faible du G-Z4TR par rapport à l'alliage d'aluminium 6061 le rend plus sensible à être entraîné par le gaz principal.



Figure 15 : Mesure par DPV2000 et la vitesse des particules 5056 ECKA et de G-Z4TR LERMPS en fonction de leur position axiale à la distance de 30 mm avec la buse SiC OUT1

Des modélisations obtenues avec le logiciel Kinetic Spray Solutions (KSS) ont permis aussi de corréler les essais expérimentaux dans le cas des poudres en alliage d'aluminium. Ce logiciel permet une modélisation assez flexible et précise des températures et vitesses atteintes par les particules. La géométrie de la buse SiC OUT1 a été définie ainsi que les caractéristiques de la poudre 6061. Les particules sont toutes situées dans le domaine de déposition (Figure 16) avec une marge de 150 à 200 m/s au-dessus de la vitesse critique. Les vitesses atteintes sont considérées sur l'axe de la buse et sont en moyenne de 620 m/s (valeur obtenue pour le diamètre moyen des particules de 6061 à la distance de projection de 30 mm) ce qui recoupe bien les mesures avec le DPV2000 où une valeur de 640 m/s a été obtenue.

Les différentes études numériques et expérimentales sont cohérentes entre elles. Le choix de l'azote comme gaz principal semble le plus adapté dans la cadre du projet C-SAR. En comparaison avec l'air, l'azote permet un gain de l'ordre de 40 m/s sur la vitesse des particules d'alliages d'aluminium, tout en s'affranchissant des risques d'oxydation de ces dernières en cours de projection.



Figure 16 : Modélisation par le logiciel KSS de la vitesse des particules de 6061 LERMPS en fonction de leur température - Position dans le domaine de déposition entre la vitesse critique minimale et la vitesse maximale d'érosion - Emploi de la buse SiC OUT1 avec une pression de 28 bars et une température d'entrée de 500°C

D. Etude préliminaire du comportement en vol des particules en fonction de la géométrie de la buse

Cette étude porte sur l'optimisation de la géométrie de la buse afin d'accroître la vitesse des particules. Dans cette première partie, la pression, la température, le ratio d'expansion de la buse (rapport de la surface de sortie / surface au col) et la longueur du divergent ont été étudiés pour optimiser la vitesse des particules d'aluminium et de magnésium. La buse a une section circulaire avec un diamètre d'entrée ϕ 17 mm et un col ϕ 2.2 mm. Trois ratios d'expansion ont été considérés dans cette étude : 4, 8 et 12 et correspondent respectivement aux diamètres de sortie de ϕ 4.4, ϕ 6.2 et ϕ 7.6 mm. La longueur du convergent est de 30 mm et la longueur du divergent a varié de 80 à 400 mm. La distance de projection est de 30 mm entre la sortie de la buse et le substrat (Figure 17).



Figure 17 : Géométrie et conditions aux limites du domaine de travail

Les simulations numériques ont été conduites en utilisant ANSYS-FLUENT pour prédire les caractéristiques du flux de gaz et les vitesses de particules. Les paramètres d'entrée au niveau de la buse sont une température variant de 600 à 1000 K et une pression de 5 à 40 bars. Une pression de 1 bar est appliquée pour la pression atmosphérique. Des conditions standards sont utilisées pour la surface du substrat et les parois de la buse sont considérées comme isolées.

D.1 Cas des particules d'aluminium

Les résultats (Figure 18) présentent la vitesse des particules avant impact en fonction de la pression en entrée de la buse. La température et la longueur du divergent ont été respectivement fixées à 600°K et 120 mm. La vitesse des particules augmente avec la pression, mais cette croissance ralentit progressivement. En effet, bien que l'augmentation de la pression ait un effet sur la vitesse des particules, il n'est pas nécessaire d'atteindre une trop haute pression. Cela permet de réduire d'un point de vue économique la consommation de gaz. Il est constaté que le ratio d'expansion de la buse n'a quasiment pas d'effet sur la vitesse atteinte par les particules.



Figure 18 : Vitesse des particules à l'impact en fonction de la pression pour un diamètre de particule de a) 20 µm et b) 40 µm

La Figure 19 présente la vitesse des particules à l'impact en fonction de la température en entrée de la buse. La pression et la longueur du divergent ont été fixées respectivement à 30 bars et 120 mm.

L'augmentation de la température conduit à une augmentation quasi-linéaire de la vitesse des particules. Ceci met en évidence que l'augmentation de la température est un moyen efficace pour accroître la vitesse des particules. Cependant, l'augmentation de la température peut accroître drastiquement les phénomènes d'oxydation et de colmatage. Le ratio d'expansion ne conduit de nouveau à aucun effet significatif sur la vitesse des particules.



Figure 19 : Vitesse des particules à l'impact en fonction de la température en entrée de la buse pour un diamètre de particule de a) 20 µm et b) 40 µm

La Figure 20 montre l'évolution de la vitesse des particules à l'impact en fonction de la longueur du divergent. La pression et la température sont fixées respectivement à 30 bars et 600°K. L'accélération des particules se produit dans la section divergente de la buse, donc seule la longueur du divergent est prise en compte. Pour les différents ratios d'expansion, il existe une longueur optimale du divergent permettant aux particules d'atteindre une vitesse maximale. La vitesse des particules augmente avec la longueur du divergent et le ratio d'expansion. Ces observations mettent en évidence l'importance de la géométrie de la buse. Toutefois les dimensions atteintes deviennent incompatibles avec les procédés d'élaboration (frittage, découpe par électro-érosion) des matériaux tels que le WC-Co ou le SiC.



Figure 20 : Vitesse des particules à l'impact en fonction de la longueur du divergent pour un diamètre de particule de a) 20 μm et b) 40 μm

D.2 Cas des particules de magnésium

Dans le cas de l'alliage de magnésium, les résultats obtenus sont similaires à ceux concernant les particules d'aluminium. La seule différence réside dans la vitesse plus importante obtenue avec les particules de magnésium, dans des conditions similaires aux particules d'aluminium. Le gain est de l'ordre de 20 à 30 m/s (Figure 21, Figure 22, Figure 23).



Figure 21 : Vitesse des particules à l'impact en fonction de la pression pour un diamètre de particule de a) 20 μ m et b) 40 μ m



Figure 22 : Vitesse des particules à l'impact en fonction de la température entrée de la buse pour un diamètre de particule de a) 20 μm et b) 40 μm



Figure 23 : Vitesse des particules à l'impact en fonction de la longueur du divergent pour un diamètre de particule de a) 20 μm et b) 40 μm
D.3 Résultats avec la buse PBI type 33

Une modélisation a été réalisée avec une buse commercialisée initialement par la société CGT GmbH et portant la référence PBI type 33. Cette buse a une section circulaire avec des diamètres d'entrée et de sortie respectivement de 18 et 10 mm. Le diamètre au col est de 2.7 mm ce qui conduit à un ratio d'expansion de 13.7. La longueur de la section convergente est de 40 mm et celle de la section divergente de 180 mm. Cette buse est réalisée à partir d'un polymère (PBI : polybenzimidazole) permettant de réduire les phénomènes de colmatage. Sa température maximale d'utilisation est de 400°C (673°K). Seul l'effet de la pression sur la vitesse des particules est considéré dans cette étude. La vitesse des particules augmente quasiment linéairement avec l'augmentation de la pression à partir de 25 bars (Figure 24). En raison d'une longueur de divergent et d'un rapport d'expansion important, la buse PBI permet d'atteindre de hautes vitesses. Cette buse serait alors adéquate pour la projection des particules de 6061 et de G-Z4TR.



En adoptant une température de 400 °C et une pression de 30 bars, il a été déterminé la longueur optimal du divergent en fonction de trois rapport d'expansion. Pour la buse PBI (ratio d'expansion de 13.7), la longueur optimale du divergent serait alors de l'ordre de 420 mm pour des particules de 6061 et de G-Z4TR d'un diamètre moyen de 40 μ m (Figure 25, Figure 26). La longueur du divergent de la buse PBI type 33 n'est que de 180 mm ce qui conduit, par rapport à la longueur optimale, à une baisse de l'ordre de 75 m/s de la vitesse des particules de 40 μ m. Pour des particules d'un diamètre moyen de 20 μ m, cette baisse est un peu plus faible, de l'ordre de 60 m/s. De même, d'un point de vue élaboration et usinage, la réalisation d'une buse optimisée s'avère impossible.



Figure 25 : Vitesse des particules de 6061 à l'impact en fonction de la longueur du divergent pour des diamètres de particule de a) 20 µm et b) 40 µm



Figure 26 : Vitesse des particules de G-Z4TR à l'impact en fonction de la longueur du divergent pour des diamètres de particule de a) 20 μm et b) 40 μm

D.4 Conclusion

La vitesse augmente avec la pression et la température, ce dernier paramètre étant le plus impactant. Il existe une longueur optimale pour le divergent de la buse qui permet d'atteindre une vitesse maximale pour les particules. Pour des buses avec un fort ratio d'expansion, la longueur optimale du divergent devient élevée ce qui conduit à des problèmes de fabrication.

Une buse PBI type 33 a été modélisée. Les vitesses peuvent atteindre, avec une pression de 30 bars, des valeurs de l'ordre de 600 m/s pour les particules d'alliage d'aluminium et de 650 m/s pour les particules d'alliage de magnésium.

Annexe 3 : Les techniques de quantification de l'adhérence

Plusieurs essais permettent de quantifier l'adhérence de revêtements [9]. Les essais d'adhérence ne sont pas comparables entre eux car ils ne sollicitent pas l'interface de la même manière. En effet, l'accès à l'adhérence peut se faire de façon directe avec des sollicitations en traction ou cisaillement, de manière indirecte ou encore par des essais de propagation de fissure [10]. Les essais d'adhérence peuvent être différenciés par la vitesse de sollicitation exercée: quasi statique ou dynamique. Enfin, l'aspect destructif ou non-destructif peut être abordé. Les essais les plus couramment utilisés pour caractériser des dépôts par projection thermique sont présentés ci-après.

A. Essai plot collé

L'essai par plot collé est un essai quasi statique uniaxial sollicitant l'interface en traction. Le test de traction adhérence est l'un des tests les plus utilisés dans le domaine de la projection thermique. Il fait l'objet d'une norme référencée ASTM C633-01 [11].

Pour la réalisation de ce test, des éprouvettes cylindriques sont revêtues sur une face. Les deux côtés de l'échantillon sont alors collés à des contre-pions. Un effort de traction vertical est alors exercé jusqu'à rupture de l'ensemble. La valeur de résistance à la traction est alors obtenue en divisant la force d'arrachement mesurée par l'aire de la surface revêtue.

La non-reproductibilité des résultats est régulièrement désignée comme une faiblesse de cet essai. L'alignement des plots doit être parfait afin d'éviter un phénomène de cisaillement dans les contraintes exercées et les revêtements ne doivent pas être trop poreux sous peine que la colle ne diffuse jusqu'à l'interface. La tenue de la colle elle-même limite les valeurs d'adhérence mesurable entre 30 et 70 MPa selon le type de colle employée.

B. Essai de flexion

L'essai de flexion trois ou quatre points permet de soumettre le dépôt à deux sollicitations différentes : une sollicitation en compression ou en traction [12]. Il est également possible, en réalisant un assemblage symétrique, de contraindre l'interface substrat - revêtement en cisaillement pur [13].

C. Essai de rayage

L'essai de rayage [14] consiste à déplacer une pointe sur la surface d'un revêtement mince. Une force croissante normale au déplacement est appliquée sur la pointe. A partir d'une limite, la contrainte

mène à la décohésion de l'interface. Cet essai reste qualitatif, une valeur quantitative étant difficile à extraire de l'essai. Un mode d'endommagement est identifiable par l'observation des sillons résultants de l'essai [15].

D. Indentation interfaciale

L'essai d'indentation interfaciale consiste à poinçonner l'interface d'un échantillon avec une pointe de type Vickers au niveau de l'interface substrat –revêtement. Une fissure semi circulaire est créée dans le plan de l'interface. La force nécessaire pour amorcer puis pour propager la fissure permet de remonter à la ténacité de l'interface [16]. Cet essai donne une information locale sur l'adhérence.

E. Essai par choc laser L.A.S.A.T.

Cet essai est fondé sur le décollement induit par une onde de choc créée par un laser. Ce dernier sollicite l'interface de manière dynamique. Il se forme une décohésion de l'interface qui se traduit par une fissure en coupe ou par un bombé en surface du revêtement (dans ce dernier cas, le revêtement a subi une déformation plastique). L'utilisation d'un système d'interférométrie permet de détecter la décohésion de l'interface par analyse des ondes de choc propagées dans le matériau [17].

Annexe 4 : Les paramètres cinématiques clefs en programmation robotique

Les paramètres cinématiques définis par la trajectoire du robot ont une influence sur les propriétés finales du revêtement comme le rendement de projection, la microstructure du revêtement ou encore l'adhérence. Les principaux paramètres cinématiques ne sont autres que l'angle de projection, le pas de balayage, le nombre de passes et la vitesse de balayage du robot. De précédentes recherches [18]– [21] ont mis en avant l'influence de ces paramètres entre eux.

A. Distance de projection

En projection dynamique à froid, la distance de projection peut être comprise entre 10 et 100 mm. Cependant, afin de limiter les interactions entre le flux de particules et l'air ambiant, la distance optimale est généralement comprise entre 20 et 50 mm [22], [23]. En effet, la vitesse et la température des particules ont tendance après 50 mm à diminuer avec l'augmentation de la distance de projection, affectant par la même occasion le rendement final.

B. Angle de projection

L'angle de projection correspond à l'angle entre l'axe de la torche et le plan du substrat à revêtir. Usuellement, l'angle de projection des particules sur le substrat se situe autour de 90° pour obtenir un rendement maximum. Cette règle s'applique sans problème lors des essais sur des échantillons simples ayant une surface plane. Cependant, pour des substrats ayant une géométrie plus complexe ou bien si une collision physique entre la torche et la pièce est possible, l'angle de projection peut varier en fonction de la position de la torche. Une diminution de l'angle de projection entraîne une diminution de la surface de contact des particules sur le substrat et donc une diminution des liaisons mécaniques entre les particules et le substrat [24], [25]. Des études [26], [27] ont montré que l'épaisseur du revêtement décroît avec la diminution de l'angle de projection en raison du rebond des particules sur le substrat. L'adhérence des revêtements diminue aussi avec la diminution de l'angle de projection.

C. Pas de balayage

Le pas de balayage correspond à la distance entre deux passages consécutifs de la buse de projection. Il se forme alors une succession de cordons de taille et de forme variable suivant le pas de balayage. Ce paramètre influe sur l'épaisseur et la forme du revêtement final (Figure 27).



Figure 27 : Lien entre pas de balayage et la texture de surface du revêtement

En projection thermique, l'uniformité du revêtement peut être obtenue en imposant une vitesse de déplacement du robot constante et un pas de balayage égal ou inférieur à un écart type du cordon singulier (basé sur une distribution symétrique assimilée à une répartition gaussienne). Si le pas de balayage est supérieur à cet écart type, l'ondulation à la surface du revêtement est visible [18], [21]. En Cold Spray, la dimension du cordon dépend aussi de la répartition granulométrique de la poudre et de sa composition (composition chimique, présence de renfort céramique,...). Un choix pertinent de la valeur du pas de balayage est donc important pour obtenir un revêtement homogène.

D. Nombre de passes

Une passe correspond à l'accumulation des particules déposées en un balayage de la surface du substrat à revêtir [28]. Le nombre de passes détermine l'épaisseur du revêtement à atteindre. Afin de générer un revêtement homogène, chaque passe de projection peut être réalisée avec un certain décalage [18].

E. Vitesse de balayage

La vitesse de balayage correspond à la vitesse de déplacement de la buse de projection par rapport à la surface du substrat. Avec le débit massique de poudre, le nombre de passes ou encore le pas de balayage, cette vitesse est un des paramètres influents sur l'épaisseur obtenue en une passe de projection [19]. La qualité du revêtement découle généralement de son homogénéité microstructurale (faible porosité, absence d'oxydation) mais aussi dans son homogénéité macroscopique (ondulations) [18]. L'obtention d'une épaisseur constante permet un gain de matière (respect d'une cote) et d'un post traitement réduit (usinage de la cote). L'épaisseur du revêtement obtenue va dépendre directement de la vitesse de déplacement de la buse de projection. L'obtention d'un revêtement homogène en épaisseur passe par une vitesse constante sur toute la surface du substrat à revêtir tout en garantissant que les autres paramètres de projection restent également constants. Il est alors

nécessaire de définir une vitesse de déplacement de la buse permettant de s'assurer une vitesse de recouvrement constante.

Avec un robot industriel, malgré un déplacement précis au niveau de la trajectoire, les caractéristiques cinématiques et dynamiques du déplacement de l'outil peuvent être variables lors de l'exécution de la trajectoire. En effet, rien ne garantit le respect des vitesses programmées surtout lors de fortes accélérations. Il est alors primordial de générer des trajectoires garantissant une vitesse de recouvrement constante. La programmation hors-ligne peut alors permettre de positionner la pièce de façon plus adaptée par rapport au robot afin que ses moteurs n'atteignent pas leurs vitesses limites.

Bibliographies

- R. C. Dykhuizen et M. F. Smith, « Gas dynamic principles of cold spray », J. Therm. Spray Technol., vol. 7, n° 2, p. 205–212, 1998.
- [2] T. Han, Z. Zhao, B. A. Gillispie, et J. R. Smith, « A fundamental study of the kinetic spray process », présenté à International Thermal Spray Conference, Osaka, Japon, 2004.
- [3] M. Grujicic, C. . Zhao, C. Tong, W. . DeRosset, et D. Helfritch, « Analysis of the impact velocity of powder particles in the cold-gas dynamic-spray process », *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 368, nº 1-2, p. 222-230, 2004.
- [4] T. Stoltenhoff, H. Kreye, et H. J. Richter, « An analysis of the cold spray process and its coatings », *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 11, n° 4, p. 542–550, 2002.
- [5] R. C. Dykhuizen et R. A. Neiser, « Optimizing the cold spray process », in *Thermal Spray 2003:* Advancing the Science & Applying the Technology, Ohio, USA, 2003, p. 19-26.
- [6] V. K. Champagne, *The cold spray materials deposition process: fundamentals and applications*. Cambridge; Boca Raton: Woodhead ; CRC Press, 2007.
- [7] M. Yandouzi et B. Jodoin, « Restoration of damaged aircraft skin by cold spray technique The advantages and the challenges », in *Thermal Spray 2012: Proceeding from the International Spray Conference and Exposition*, Houston, Texas, USA, 2012, p. 345-350.
- [8] O. Cheng, « Equipment engineering and process control for Cold Spraying », in *Thermal Spray* 2004: Advances in Technology and Application: Proceedings of the International Thermal Spray Conference, 10-12 May, 2004, Osaka, Japan, 2004.
- [9] K. L. Mittal, Adhesion Measurement of Films and Coatings. VSP, 1995.
- [10] H. Weiss, « Adhesion of advanced overlay coatings: mechanisms and quantitative assessment », Surf. Coat. Technol., vol. 71, n° 2, p. 201-207, mars 1995.
- [11] B08 Committee, « Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings », ASTM International, 2008.
- K. Ogawa, K. Ito, K. Ichimura, Y. Ichikawa, S. Ohno, et N. Onda, « Characterization of Low-Pressure Cold-Sprayed Aluminum Coatings », J. Therm. Spray Technol., vol. 17, nº 5-6, p. 728-735, nov. 2008.
- [13] R. Beydon, G. Bernhart, et Y. Segui, « Measurement of metallic coatings adhesion to fibre reinforced plastic materials », *Surf. Coat. Technol.*, vol. 126, nº 1, p. 39-47, avr. 2000.
- [14] S. J. Bull et E. G. Berasetegui, « An overview of the potential of quantitative coating adhesion measurement by scratch testing », *Tribol. Int.*, vol. 39, n° 2, p. 99-114, févr. 2006.
- [15] E. Darque-Ceretti et E. Felder, Adhésion et Adhérence. CNRS Editions, 2003.
- [16] K. Binder, J. Gottschalk, M. Kollenda, F. Gärtner, et T. Klassen, « Influence of Impact Angle and Gas Temperature on Mechanical Properties of Titanium Cold Spray Deposits », J. Therm. Spray Technol., vol. 20, nº 1-2, p. 234-242, oct. 2010.
- [17] D. Giraud, « Étude des composantes mécanique et métallurgique dans la liaison revêtementsubstrat obtenue par projection dynamique par gaz froid pour les systèmes "Aluminium/Polyamide6,6" et "Titane/TA6V" », phdthesis, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2014.
- [18] S. Deng, « Programmation robotique hors-ligne et contrôle en temps réel des trajectoires: développement d'une extension logicielle de "Robotstudio" pour la projection thermique », Thèse de doctorat, Université de technologie de Belfort-Montbéliard, France, 2006.

- [19] F.-I. Trifa, « Modèle de dépôt pour la simulation , la conception et la réalisation de revêtements élaborés par projection thermiquePplication au cas de l'alumine-rutile (Al2O3-13%TiO2) projetée à la torche atmosphérique à plasma d'arc », Université de Franche-Comté, 2004.
- [20] S. Guessasma, « Optimisation et contrôle de procédés de projection thermique par coopération de méthodes d'intelligence artificielle », Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2003.
- [21] Z. Cai, « Programmation robotique en utilisant la méthode de maillage et la simulation thermique du procédé de la projection thermique », Thèse de doctorat, IRTES. LERMPS, France, 2014.
- [22] V. Shukla, G. S. Elliott, et B. H. Kear, « Nanopowder deposition by supersonic rectangular jet impingement », J. Therm. Spray Technol., vol. 9, nº 3, p. 394–398, 2000.
- [23] J. Pattison, S. Celotto, A. Khan, et W. O'Neill, « Standoff distance and bow shock phenomena in the Cold Spray process », Surf. Coat. Technol., vol. 202, n° 8, p. 1443-1454, janv. 2008.
- [24] S. Yin, Y. Sun, X. Wang, Z. Guo, et H. Liao, « Effect of Spray Angle on Temperature Distribution within the Metallic Substrate in Cold Spraying », J. Therm. Spray Technol., vol. 22, n° 6, p. 983-991, août 2013.
- [25] S. Yin, X. Suo, J. Su, Z. Guo, H. Liao, et X. Wang, « Effects of Substrate Hardness and Spray Angle on the Deposition Behavior of Cold-Sprayed Ti Particles », J. Therm. Spray Technol., vol. 23, nº 1 -2, p. 76-83, janv. 2014.
- [26] J. Ilavsky, A. J. Allen, G. G. Long, S. Krueger, C. C. Berndt, et H. Herman, « Influence of Spray Angle on the Pore and Crack Microstructure of Plasma-Sprayed Deposits », J. Am. Ceram. Soc., vol. 80, nº 3, p. 733-742, mars 1997.
- [27] M. F. Smith, R. A. Neiser, et R. C. Dykhuizen, « An Investigation of the Effects of Droplet Impact Angle in Thermal Spray Deposition », déc. 1994.
- [28] I. Estebe, « Simulation et programmation hors ligne en robotique », Tech. Ing., vol. Tome R8 Mesures et Contrôle - Automatique et Robotique, p. R7735-1- R7735-9.

Résumé :

La réparation des composants en alliages légers est un processus clés dans le domaine de l'aéronautique. Ces alliages sont abondamment utilisés dans les constructions aéronautiques notamment pour des composants à forte valeur ajoutée. Leur utilisation combinée à une optimisation de la conception des pièces permet de disposer de produits satisfaisants aux exigences de masse, de coût et de performances. Cependant l'utilisation de ces pièces est limitée dans le temps car divers endommagements peuvent survenir aussi bien lors de leurs manipulations que lors de leurs utilisations en service. Des solutions de retouches existent mais ne permettent pas toujours de redonner leur intégrité aux zones affectées. Ces limitations sont à l'origine d'un fort taux de rebut parmi les pièces à forte valeur ajoutée.

Les multiples avantages du procédé Cold Spray en font un candidat idéal pour la projection de revêtements adaptés aux composants en alliages légers mis en œuvre en aéronautique, que ce soit dans une logique de protection, de retouche ou de réparation. Il s'agit de reconstruire la pièce par un revêtement aux caractéristiques les plus proches possibles de celles du matériau de base. Ce travail de thèse consiste à optimiser l'ensemble des paramètres du procédé de projection dynamique à froid (Cold Spray) pour plusieurs couples substrat-revêtement combinant différents alliages d'aluminium, de magnésium et des composites à matrice métallique à base aluminium.

La première étape a consisté à optimiser les paramètres principaux du procédé Cold Spray afin de s'affranchir du phénomène de colmatage pouvant intervenir au sein de la section divergente de la buse de projection. Ce phénomène a pour effet de diminuer la vitesse des particules, les revêtements obtenus devenant alors assez poreux. Une étude s'est ensuite focalisée sur l'optimisation de l'adhérence des couples substrats-revêtements. Il a été démontré le rôle primordial de la préparation de surface dans l'adhérence des revêtements où l'ancrage mécanique apparaît prépondérant. Enfin, une étude originale a été conduite pour mettre au point une méthodologie pour recharger localement une zone défectueuse sans avoir à recouvrir toute la surface du substrat. Une programmation hors ligne du robot a été employée afin de recouvrir deux types de défaut pré-usinés sur des blocs d'alliage d'aluminium. Les résultats sont satisfaisants avec des gains en temps de projection et des dépôts sans défaut après usinage.

Abstract :

The repair of light alloy parts is a major issue in aeronautics. Aluminum alloy and magnesium alloy are widely used in aircraft parts, especially for high value-added components. Their use combined to optimizing design allows to have satisfactory products meeting mass, cost and performance requirements. However, like any other life-limited components, various damages can occur not only during handling procedure but also while operating. Rectification solutions exist but do not always comply with requirements. These limitations entail high scrap rates among high value-added parts.

The various advantages of the cold spray process make it an ideal candidate for suitable coatings for light alloy aircraft components as protective, retouching or repair methods. The aim is to rebuild the damaged part by a coating whose characteristics are closest to those of primary materials. This thesis proposes to optimize different cold spray parameters for several substrate-coating pairs combining different aluminum alloys, magnesium alloys and aluminum alloy-based metal matrix composites.

The first step was to optimize the main parameters of cold spray process to prevent clogging phenomenon that may occur in the expansion part of the nozzle. It decreases particle kinetics and promotes porous coating. Then, adhesion optimization of substrate-coating couples was investigated. The substrate surface preparation is a key factor on coating adhesion, where the mechanical anchoring appears essential. Finally, an innovative study was conducted to develop a method to cover locally surface defects. Offline programming trajectories were used to fill up two kinds of pre-machined defaults on aluminum alloy blocks. Results are in good agreement with spray time savings and defect free coatings after machining.

SPIM

École doctorale SPIM - Université de Technologie Belfort-Montbéliard

F - 90010 Belfort Cedex 🔳 tél. +33 (0)3 84 58 31 39

■ ed-spim@univ-fcomte.fr ■ www.ed-spim.univ-fcomte.fr

