



HAL
open science

Projection de Ti-6Al-4V par cold spray pour un objectif de fabrication additive : contraintes résiduelles, microstructures et propriétés mécaniques

Samuel Lett

► To cite this version:

Samuel Lett. Projection de Ti-6Al-4V par cold spray pour un objectif de fabrication additive : contraintes résiduelles, microstructures et propriétés mécaniques. Autre. ISAE-ENSMA Ecole Nationale Supérieure de Mécanique et d'Aérotechnique - Poitiers, 2022. Français. NNT : 2022ESMA0018 . tel-03967544

HAL Id: tel-03967544

<https://theses.hal.science/tel-03967544v1>

Submitted on 1 Feb 2023

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

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



THÈSE

Pour l'obtention du Grade de
DOCTEUR DE L'ÉCOLE NATIONALE SUPÉRIEURE DE
MÉCANIQUE ET D'AÉROTECHNIQUE
(Diplôme National – Arrêté du 25 mai 2016)

École Doctorale :
Sciences et Ingénierie des Matériaux, Mécanique, Énergétique

Secteur de Recherche :
Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Présentée par :
Samuel LETT

PROJECTION DE Ti-6Al-4V PAR COLD SPRAY POUR UN OBJECTIF DE
FABRICATION ADDITIVE : CONTRAINTES RÉSIDUELLES,
MICROSTRUCTURES ET PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES

Directeur de thèse : Patrick VILLECHAISE

Co-directeur de thèse : Erick MEILLOT

Encadrant de thèse : Samuel HEMERY

Présentée le 27 octobre 2022

JURY :

Président : Eric CHARKALUK, Directeur de Recherche CNRS, École Polytechnique

Rapporteurs : Salima BOUVIER, Professeure des Universités, UTC
Sophie COSTIL, Professeure des Universités, UTBM

Membres du jury : Vincent GUIPONT, Chargé de Recherche, MINES ParisTech
Samuel HEMERY, Maître de Conférences, ISAE-ENSMA
Erick MEILLOT, Directeur de Recherche CEA, CEA Le Ripault
Patrick VILLECHAISE, Directeur de Recherche CNRS, Institut Pprime

Invités : Jonathan CORMIER, Maître de Conférences, ISAE-ENSMA
Aurélien QUET, Ingénieure - Chercheuse, CEA Le Ripault

Remerciements

Cette thèse est le fruit d'un long travail, qui n'aurait clairement jamais pu voir le jour sans le soutien et l'aide de nombreuses personnes que je tiens à vivement remercier. Tout d'abord, il faut savoir que cette thèse est issue d'une collaboration entre le **CEA Le Ripault** de Monts et l'**Institut Pprime** de Chasseneuil-du-Poitou. C'est cette collaboration, qui aura permis un enrichissement à la fois personnel et professionnel, de par la complémentarité des savoir-faire, des outils à disposition, mais aussi des acteurs présents tout au long de ces travaux.

Je souhaite, dans un premier temps, remercier l'ensemble des membres de mon jury de thèse, qui ont accepté (en un temps record, pour mon plus grand plaisir) d'évaluer mes travaux et participé à une discussion que j'ai trouvée des plus enrichissantes. Un grand merci à **Mme. Salima Bouvier** et **Mme. Sophie Costil**, qui ont rapporté mes travaux de thèse avec beaucoup de clarté. Je tiens aussi à adresser de sincères remerciements à **M. Eric Charkaluk** pour avoir présidé cette soutenance et **M. Vincent Guipont** en sa qualité d'examinateur. J'ai pris beaucoup de plaisir à répondre à l'ensemble de vos questions.

Je tiens maintenant à remercier mes encadrants, officiels ou officieux, qui ont toujours été là pour moi, qui m'ont fait évoluer et pour qui j'ai énormément de gratitude. Je pense tout d'abord à mes encadrants académiques : **Patrick**, **Jonathan** et **Samuel**. Même si j'étais rarement à Pprime, vous avez su vous rendre extrêmement disponibles pour moi à chaque fois que j'en avais besoin. J'avais toujours hâte de faire des réunions avec vous, car en seulement quelques heures, vous arriviez toujours à m'insuffler un regain de motivation grâce à vos idées toujours plus intéressantes les unes que les autres.

Patrick, je souhaite te remercier pour le temps que tu as pu me consacrer malgré ton emploi du temps plus que chargé. J'ai été impressionné par ta facilité à t'approprier les nouveaux résultats que je présentais pour proposer de nouvelles évolutions pertinentes. J'ai toujours senti que tu me faisais confiance et cela m'a rassuré à de nombreuses reprises.

Jonathan, tu ne fais pas partie officiellement de mes encadrants, j'ai mis de côté ton matériau au bout de seulement quelques mois de thèse et, pour autant, tu n'as clairement pas failli à ton rôle. Je te remercie d'avoir toujours gardé ta porte ouverte pour moi, car tu n'as cessé de m'apporter solutions et soutien pour chaque

problème rencontré.

Samuel, je termine par toi, parce que tu es celui qui en aura fait le plus. Je suis impressionné par l'ampleur de tes connaissances et par la justesse de tes réflexions. Tes nombreuses relectures et conseils m'auront permis de développer mes réflexions et de me préparer à la soutenance d'une manière beaucoup plus sereine. Merci pour tout !

J'en viens maintenant à mes encadrants du CEA. **Erick**, tu as toujours pris beaucoup de temps pour moi et tu m'as défendu à maintes reprises, pour mes demandes de prolongation notamment. Je te remercie, car c'est grâce à cela que j'ai pu aller plus loin dans la thèse et finaliser les derniers objectifs que nous nous étions fixés.

Aurélie, tu n'as pas non plus été officiellement dans mon encadrement, et pourtant, tu as toujours été présente pour moi. Je me souviens de mes premiers jours au CEA, pendant lesquels on essayait de déterminer plus en détail mon sujet de thèse... Tu auras pris beaucoup de temps pour moi, que ce soit sur la compréhension de mes résultats, sur les aléas qui ont pu survenir et sur bien d'autres thématiques diverses et variées. Je pense vraiment que tu es la personne qui m'aura permis d'aller jusqu'au bout dans cette thèse et je suis très heureux d'avoir pu te rencontrer. J'espère que l'on aura encore beaucoup d'occasions de rediscuter.

En dehors de mon encadrement, d'autres acteurs ont joué un rôle au cours de cette thèse, notamment au CEA Le Ripault. **Benjamin**, que ce soit avant, mais encore plus après ta promotion, ta bienveillance m'a fait énormément de bien. Tu as cru en moi et n'as pas hésité à me soutenir aux moments où je prospectais pour un nouveau boulot, merci ! Concernant les projections, je tiens à remercier **Claudic**, pour m'avoir formé sur Zéphyr et avoir résolu bon nombre de mes problèmes. Je pense aussi à **Jean-Luc** et à **Sébastien** pour m'avoir aidé dans ce travail ingrat, qui est le transport des bouteilles de gaz et à **Loïc** pour m'avoir prêté main forte pour l'usinage de certains échantillons. Merci à toi **Jean-Louis** pour m'avoir formé à la microscopie sur les équipements du CEA et m'avoir fait confiance pour la suite. J'ai hâte que l'on puisse travailler ensemble.

J'ai une pensée pour **Claire**, qui m'a fait vivre une expérience nouvelle en tant que tuteur de stage. Merci beaucoup pour toute l'aide apportée et pour les bons moments que l'on a pu passer ensemble. Je pense, bien entendu, aussi à toi **Arthur**, je te souhaite beaucoup de courage pour la suite et j'espère que tout se passera bien pour toi. **Timothée**, on aura eu l'occasion de travailler ensemble à diverses reprises et tu as toujours été hyper serviable. On aura peut-être moins d'occasions par la suite, mais on pourra heureusement toujours continuer à aller boire des coups ensemble.

Au cours des nombreux mois passés au CEA, j'ai pu partager mon bureau avec de nombreuses personnes. **Marius**, merci pour ta bonne humeur et ta gentillesse. **Raphaël**, tu as souvent changé de bureau, mais j'ai continué à venir t'embêter et à te conter mes déboires. Merci pour ton oreille attentive, tes conseils avisés et pour les quelques jours forcés à soulever de la fonte (cela reste jusqu'à maintenant le meilleur poisson d'avril que l'on m'ait fait). Je n'hésiterai pas à continuer à venir t'embêter même après la thèse, ne t'en fais pas! **Vincent**, roi des bouchons et des t-shirts, je m'en souviens très bien, c'est toi qui m'as accueilli au labo. Tu as été mon repère, un ami et un guide pendant une grande partie de ma thèse. Les bananas times vont me manquer...

On n'a pas officiellement partagé un bureau, mais j'étais tellement souvent assis dans le vôtre, que c'est tout comme. **Jullian** tu es celui qui m'aura supporté le plus longtemps. J'ai dû te voir évoluer à tous les niveaux d'une façon que je ne pensais pas imaginable! Je suis très heureux d'avoir pu passer autant de bon temps avec toi et je sais que l'on aura encore de nombreuses occasions de le faire. **Jonathan**, alias mon gros lapin, cela fait moins longtemps que l'on se connaît et pour autant, j'ai l'impression que cela fait des années. Merci pour ta joie de vivre et ta simplicité. Tu m'auras vraiment marqué et j'espère réussir à conserver ton amitié.

Pour finir, j'ai une pensée pour Astéroïd et surtout envers les personnes que j'ai pu croiser grâce à cette association : **Charlène**, **Gaëtane**, **Vincent**, **Florian** et plus récemment **Thibault**.

C'est maintenant au tour des personnes de Pprime, en commençant par les permanents, d'être remerciés pour leur soutien d'une importance extrême. Merci à **David** et **Amélie** pour votre aide sur les essais tomo! Merci à **Jacques** et **Laurent** pour les nombreuses heures passées sur les plans et l'usinage de mes échantillons, qui vous ont donné du fil à retordre. Merci **Médéric** pour les parties de coïncidences partagées avec **David**, mais aussi pour les formations sur l'utilisation des fours. Merci **Azdine**, pour l'aide sur l'exploitation des données tomo, mais surtout pour les nombreuses fois où tu auras réussi à me faire rire! Je tiens à remercier le secrétariat de l'équipe : **Karine**, **Valérie** et anciennement **Brigitte**. Merci pour votre soutien sans faille, vos sourires et votre regard enjoué. Quel que soit le moment où l'on a besoin de vous, vous êtes toujours là et avec toujours des petits mots réconfortants en prime. Merci beaucoup à toi aussi **Francine**. À part pour les changements de bureau, on n'a jamais parlé boulot, mais ça ne nous a jamais empêchés de discuter de tout et de rien à de très nombreuses reprises. Tu apportes beaucoup de vie au labo et je t'en remercie. Pour terminer, je pense à toi **Florence**, travailler avec toi n'aura été qu'un enchaînement de bon moments. Merci pour le savoir que tu auras su me transmettre en ta qualité indéniable de formatrice, mais aussi et surtout pour les nombreuses discussions tantôt futiles, tantôt rigolotes et tantôt teintées d'émotion.

Il est donc maintenant temps de remercier les doctorants de Pprime. Je ne pourrai jamais remercier chacun à la valeur de ce que vous m'avez apporté, mais sachez que c'est cette grande famille, qui m'aura permis de voir cette thèse comme un très beau moment.

Je tiens à remercier tout d'abord tous ceux qui auront été docteur avant moi. **Alice**, tu as soutenu le jour où je suis arrivé, ce qui m'a permis instantanément de me mettre dans le bain. Le fait que tu sois là à mon repas de thèse, m'a fait extrêmement plaisir : c'était l'occasion de boucler la boucle ! **Maxime**, merci pour les nombreux fous-rires à ardoise interposée et les moments partagés au bar, qui m'ont fait commencer la thèse sur les chapeaux de roues. **Cyril**, j'ai essayé de suivre ton exemple en tant que doctorant de Samuel. Merci pour ta gentillesse et ta bonne humeur. Merci **Samy**, principalement pour les derniers mois passés dans mon bureau. J'ai appris à vraiment te connaître et j'adore ta façon d'être : ne change rien ! Merci **Clément** pour ta présence et ton soutien pendant la thèse. Je savais que si j'avais un problème quelconque, je pouvais me tourner vers toi. Les soirées passées au labo étaient aussi beaucoup plus agréables lorsque tu étais là. J'en viens à toi **Lucille**. Entre toi, qui étais au début à Belfort, le covid et moi qui étais souvent au CEA, on n'a pas passé une longue période au labo, mais, pour autant, je squattais chez toi dès que possible. J'ai passé de superbes soirées en ta compagnie et j'espère qu'il y en aura d'autres. Ta bonne humeur et ton excentricité m'ont permis de passer des moments incroyables et même de m'assumer beaucoup plus. Merci loulou. J'aimerais aussi avoir quelques mots pour toi **Nicolas**. J'aime beaucoup ta personnalité et ta façon d'être. Tu m'as fait découvrir beaucoup de choses dans la vie, que ce soit l'Eurovision ou des choses plus personnelles. Grâce à toi et à ton empathie, j'ai modifié ma façon de penser et je t'en suis extrêmement reconnaissant.

Je voudrais aussi remercier les doctorants de ma promo, avec qui j'ai pu partager beaucoup de beaux moments, mais aussi des périodes plus compliquées. **Prasad**, tu es une personne adorable, tu as toujours été le premier à proposer de l'aide quelle que soit la situation et je t'en remercie. **Luciana**, tu es un véritable rayon de soleil pour tout le monde. Grâce au projet baleine, j'ai compris qu'on mérite ! Merci pour ça. **Happy**, on a été plus proches vers la fin, aux moments où c'était le plus difficile et où on était les derniers sur le bateau. Ça a été très agréable d'avoir quelqu'un avec qui partager mes galères et de voir que je n'étais pas seul. **Coline**, on a commencé le même jour, on a eu les mêmes galères de début de contrat, on a toujours partagé le même bureau et notre amour pour la coinche : autant dire que l'on a passé beaucoup de temps ensemble. C'était pour mon plus grand plaisir ! J'ai été impressionné par ton organisation, ta capacité à travailler de façon si soutenue, tout en restant une personne toujours disponible, souriante et avec qui il était facile de discuter de tout et de commérer. J'espère continuer à partager mes futurs bureaux avec des personnes aussi agréables que toi ! **Sarah**,

la rencontre entre l'homme niais et la wesh-wesh a commencé sur des chapeaux de roues. J'ai adoré passer du temps avec toi, en commençant par nos déboires avec l'ATEM. J'ai beaucoup ri, grâce à ta façon enjouée de voir la vie que ce soit pendant le démarchage où à l'aide de slogans « Si vous êtes pas contents, c'est le même tarif! ». Tu as été en quelque sorte ma confidente pendant cette thèse et j'ai adoré que tu sois là pour moi! J'espère que l'on réussira à garder cette belle connexion.

Je pense maintenant aux nombreux doctorants, qui sont encore en plein labeur. Je vous souhaite beaucoup de force et de courage pour la suite. Je ne vais pas tous vous citer, car sinon ces remerciements seraient infinis, mais seulement ceux avec qui j'aurais partagé le plus. Merci à mes recents cobureaux **Corentin** et **Romain** alias les deux Corentins pour avoir su garder une ambiance de bureau toujours agréable. **Florent, Julie, Théotime, Quentin, Mitia, Antonio**, j'ai toujours beaucoup aimé passer du temps avec vous au labo et surtout en dehors. **Marjolaine**, on n'a pas énormément parlé, mais j'aime beaucoup ta personnalité et c'est une discussion avec toi et ta façon de t'assumer, qui m'a décidé à me teindre les cheveux en violet! **Tiphaine**, je trouve que tu es une personne formidable et je ne me fais absolument aucun souci pour toi pour la fin de ta thèse et pour la suite! **Guillaume**, on aura passé pas mal de temps ensemble au labo ou en soirée. J'ai toujours eu du mal à te cerner, mais tu m'as beaucoup fait rire et au fond tu es une personne adorable. **Jérémy**, alias Jay-Jay, on s'est connu depuis moins longtemps que la plupart des autres doctorants, mais pour autant c'est toi qui as la plus grande place dans ma vie. Je te remercie pour ces derniers mois pendant lesquels il était plus difficile de me supporter. Merci pour tous ces beaux interludes, qui m'ont permis de mettre la thèse de côté. Je te souhaite beaucoup de courage pour la suite de ta thèse, mais je ne me fais aucun souci, car je sais que tu y arriveras.

Pour finir je tiens à remercier mes amis les plus proches, pour toutes ces belles aventures que l'on a pu vivre en dehors du travail. Alors, merci **Alice, Daphné, Dara, Florian, Gauthier, Marie, Melodi** et **Pauline**.

Enfin, je termine en remerciant les membres de ma famille (et particulièrement ma mère, qui est sûrement la personne qui aura relu le plus de fois ma thèse), qui, quoique ne baignant pas dans ce milieu, se sont toujours intéressés à ce que je faisais et m'ont beaucoup encouragé.

Je vous aime tous.

Table des matières

Remerciements	vii
Table des matières	ix
Table des figures	xii
Liste des tableaux	xx
Liste des acronymes	xxi
Glossaire	xxiii
Nomenclature	xxiv
Introduction	1
1 Chapitre Bibliographique	5
1.1 La Fabrication Additive	6
1.1.1 Origine	6
1.1.2 Fusion par laser sur lit de poudre (L-PBF)	8
1.1.3 Fusion par faisceau d'électrons (E-PBF)	9
1.1.4 Dépôt métallique par laser (LMD)	10
1.2 Le cold spray	11
1.2.1 Contexte	11
1.2.2 Projection thermique	12
1.2.3 Principe	13
1.2.4 Interaction du gaz avec le substrat	15
1.2.5 Adhérence des particules sur le substrat	16
1.2.6 Avantages et inconvénients	23
1.2.7 CSAM	24
1.3 Les contraintes résiduelles	26
1.3.1 Différentes origines	26
1.3.2 État de l'art des contraintes résiduelles en cold spray	31
1.4 Les alliages de titane et le Ti-6Al-4V	32
1.4.1 Différents types d'alliages de titane	32
1.4.2 Microstructures du Ti-6Al-4V	37
1.4.3 Mécanismes de déformation	43

1.5	Les propriétés mécaniques du Ti-6Al-4V en cold spray	49
1.5.1	Importance des conditions de projection	49
1.5.2	Modification de la microstructure	52
1.5.3	Propriétés mécaniques modifiées	54
1.5.4	Comparatif avec d'autres procédés de fabrication additive	57
2	Stratégie expérimentale	63
2.1	La mise en œuvre des revêtements	64
2.1.1	Poudres de Ti-6Al-4V	64
2.1.2	Substrats	66
2.1.3	Procédé de projection cold spray utilisé	66
2.1.4	Trajectoires de projection	67
2.2	Les techniques de caractérisation	68
2.2.1	Caractérisations en cours de projection	68
2.2.2	Caractérisation de la morphologie et de la microstructure des échantillons	71
2.2.3	Caractérisation des propriétés des échantillons post-projection	75
2.3	Les traitements thermiques	80
2.3.1	Oxydation de la poudre de grenailage	80
2.3.2	Restauration des propriétés mécaniques	80
3	Optimisations et analyses des projections	83
3.1	Des paramètres pour la réduction du taux de pores	84
3.1.1	Pression et température du gaz de projection	84
3.1.2	Type de tuyère	86
3.1.3	Distance de projection	89
3.1.4	Vitesse d'éclairement	90
3.1.5	Débit de poudre	91
3.1.6	Pas de projection	93
3.1.7	Température du gaz de 1100 °C	98
3.1.8	Trajectoire robot	99
3.1.9	Grenailage <i>in situ</i>	99
3.2	Caractérisation de la microstructure	104
3.2.1	Caractérisation de la porosité des éprouvettes de traction	104
3.2.2	Identification des phases obtenues par Diffraction des Rayons X	109
3.2.3	Analyse de la concentration en éléments interstitiels	110
3.2.4	Analyses micrographiques	111
3.3	Caractérisation des propriétés mécaniques	114
3.3.1	Dureté	114
3.3.2	Évaluation du module de Young par DRM	114
3.3.3	Étude du comportement en traction	118
4	Optimisations de la microstructure et des propriétés mécaniques	125

4.1	Caractérisations de la microstructure	126
4.1.1	Porosité	126
4.1.2	Identification des phases obtenues par Diffraction des Rayons X	131
4.1.3	Analyse de la concentration en éléments interstitiels	133
4.1.4	Caractérisation de la microstructure	134
4.2	Caractérisation des propriétés mécaniques	143
4.2.1	Dureté	143
4.2.2	Comportement en traction	145
4.2.3	Comparatifs avec les matériaux forgés, coulés ou élaborés par d'autres méthodes de Fabrication Additive	154
4.2.4	Étude des mécanismes de déformation à proximité des pores	155
5	Maîtrise des contraintes résiduelles pour un objectif de Fabrication Additive	163
5.1	Étude des contraintes résiduelles	164
5.1.1	Projections sans grenailage <i>in situ</i>	165
5.1.2	Projections avec grenailage <i>in situ</i>	173
5.2	Application à la Fabrication Additive	176
5.2.1	Étude de l'influence des paramètres robots sur la construction du dépôt	176
5.2.2	Application pour la fabrication d'un mur droit	180
	Conclusion	187
	Bibliographie	191
	ANNEXES	I
A	Tableau récapitulatif des essais de traction de la thèse	I

Table des figures

1.1	Principe général de la fabrication additive	7
1.2	Schéma du procédé L-PBF	8
1.3	Schéma du procédé E-PBF	9
1.4	Schéma du procédé LMD	11
1.5	Schéma des différents procédés de projection thermique	12
1.6	Champs d'utilisation des différents procédés de projection thermique selon la température et la vitesse des particules	13
1.7	Représentation schématique d'un pistolet de cold spray	13
1.8	Évolution du rendement de dépôt en fonction de la vitesse des particules	15
1.9	Schéma et photo de l'impact d'un jet de gaz supersonique sur la surface d'un substrat plan	16
1.10	Évolution de la déformation et de la température à l'interface en cold spray	18
1.11	Courbes caractéristiques de contrainte-déformation	18
1.12	Différences entre cisaillement uniforme et localisé	19
1.13	Champ de pression au sein d'une particule à l'impact	19
1.14	Évolution d'une particule de cuivre de $20 \mu m$ projetée à $650 m \cdot s^{-1}$ sur un substrat en aluminium après impact	20
1.15	Évolution d'une particule d'aluminium de $20 \mu m$ projetée à $650 m \cdot s^{-1}$ sur un substrat en cuivre après impact	21
1.16	Représentation schématique de la création de vortex lors de la projection et micrographie de l'interface aluminium cuivre	22
1.17	Schéma de l'évolution du film d'oxyde lors de la projection	22
1.18	Pièces axisymétriques contenant des dépôts en cold spray	24
1.19	Coque en tantale fabriquée par CSAM au CEA Le Ripault sur un support de projection en cuivre	25
1.20	Photographies de composants à géométrie complexe fabriqués par CSAM	25
1.21	Schéma de la courbure d'un dépôt en compression et de son substrat en tension, due à la différence de leur coefficient de dilatation	28
1.22	Mesures des contraintes résiduelles dans l'épaisseur de différents dépôts et substrats	31
1.23	Mesure de la courbure d'une éprouvette en cours de projection	32
1.24	Les phases allotropiques α et β du titane	33
1.25	Représentation schématique des effets des éléments d'alliages sur les diagrammes de phase des alliages de titane	34

1.26	Pseudo-diagramme binaire en fonction de la proportion en éléments bétagènes isomorphes	35
1.27	Diagramme de phase Ti-Al	36
1.28	Effets de l'oxygène, de l'azote et du carbone sur les paramètres de maille du titane	37
1.29	Micrographies MET de la phase α''	38
1.30	Phase ω d'un alliage de titane	38
1.31	Représentation schématique d'un traitement thermomécanique permettant d'obtenir une microstructure lamellaire et micrographies selon différentes vitesses de refroidissement	39
1.32	Représentation schématique du mécanisme de Widmanstätten	40
1.33	Influence de la taille des colonies sur les propriétés mécaniques	41
1.34	Représentation schématique d'un traitement thermomécanique permettant d'obtenir une microstructure équiaxe et sa micrographie	42
1.35	Représentation schématique d'un traitement thermomécanique permettant d'obtenir une microstructure bimodale et sa micrographie	43
1.36	Module de Young de la phase α selon l'orientation de la direction de sollicitation par rapport à l'axe c de la maille HC du titane	44
1.37	Modes de glissement de la phase α du titane	45
1.38	Histogramme de la répartition en nombre des systèmes de glissement actifs en fonction du niveau de contrainte appliqué pour une limite d'élasticité à 0,2 % de 770 MPa	46
1.39	Cartographies EBSD de la microstructure du titane pur avant et après une déformation en compression	47
1.40	Principaux systèmes de maillage du titane	47
1.41	Modes de glissement de la phase β du Ti-6Al-4V	48
1.42	Vitesses critique et d'érosion calculées pour différents métaux pour des tailles de particules de 25 μm et une température à l'impact de 20 °C	49
1.43	PEEQ à l'impact pour deux poudres de morphologies différentes	51
1.44	Micrographies de dépôts cold spray de Ti-6Al-4V pour différentes teneurs en particule de grenailage <i>in situ</i> en acier inoxydable	51
1.45	Représentation schématique de l'évolution microstructurale lors de la recristallisation dynamique	53
1.46	Graphique de la microdureté du revêtement et du rapport entre la microdureté du revêtement et celle des particules projetées en fonction du rapport entre la vitesse de la particule et sa vitesse critique	55
1.47	Courbes de traction à l'ambiante après différents traitements thermiques de matériaux projetés par cold spray	56
1.48	Micrographies illustrant des défauts observés en L-PBF : des manques de fusion et des bulles de gaz piégées	57
1.49	Micrographies illustrant des hétérogénéités en E-PBF	58
1.50	Micrographies illustrant des hétérogénéités en LMD	58

1.51	Dureté des échantillons élaborés par L-PBF et E-PBF selon l'orientation de la construction	59
1.52	Rm (a) et élongation (b) du Ti-6Al-4V par E-PBF, LMD et L-PBF directement après fabrication	60
1.53	Propriétés en traction d'échantillons obtenus par L-PBF en fonction de l'orientation par rapport au sens de construction et de traitements thermiques	60
1.54	Comparatif entre les propriétés en traction obtenues en fabrication additive ou par des procédés conventionnels	61
2.1	Micrographies MEB de la poudre de Ti-6Al-4V -45/+15 μm à différents grossissements	64
2.2	Granulométrie de la poudre de Ti-6Al-4V -45/+15 μm	64
2.3	Micrographies MEB de la poudre de Ti-6Al-4V -250+90 μm à différents grossissements	65
2.4	Granulométrie de la poudre de Ti-6Al-4V -250+90 μm	65
2.5	Pistolet Impact Spray System 5/11 utilisé au CEA	66
2.6	Robot Stäubli TX200 utilisé au CEA	67
2.7	Trajectoires robot	68
2.8	Schéma du principe de fonctionnement de l'ICP	69
2.9	Vue 3D du système d'analyse ICP n°8	70
2.10	Graphique de résultats typiques pouvant être obtenus avec l'ICP	70
2.11	Photographies montrant les microscopes électroniques à balayages	72
2.12	Comparaison entre une image obtenue avec un microscope optique et un MEB	73
2.13	Photographie du microtomographe à rayon X Ultratom	74
2.14	Duromètre Duramin 40 M1 de Struers	75
2.15	Photographie de la tête de mesure du montage DRM	76
2.16	Photographie du montage DRM	76
2.17	Géométrie des éprouvettes plates de traction utilisées	77
2.18	Machine d'essai de traction Instron 8862, extensomètre utilisé pour les essais et montage final d'une éprouvette	78
2.19	Photographie de la micromachine de traction Deben	79
3.1	Évolution du taux de pores en fonction de la pression du gaz porteur	85
3.2	Évolution du taux de pores en fonction de la température du gaz porteur	85
3.3	Schéma présentant les dimensions caractéristiques d'une tuyère	86
3.4	Comparaison des vitesses des particules et du fluide au sein et en sortie de tuyère	87
3.5	Vitesse moyenne des particules de Ti-6Al-4V en fonction de la tuyère utilisée et de la distance à sa sortie	88

3.6	Taux de pores moyen dans le revêtement selon le pas de projection et la tuyère utilisée	88
3.7	Coupes transversales de dépôts projetés à 110 mm et à 20 mm	89
3.8	Vitesse des particules et taux de pores en fonction de la distance de projection	90
3.9	Micrographie et photographie montrant des bandes dans lesquelles la fraction surfacique des pores est supérieure	90
3.10	Taux de pores selon la vitesse d'éclairement du robot	91
3.11	Distributeur de poudre fabriqué par Impact Innovations	92
3.12	Taux de pores selon le débit de poudre, représenté par la vitesse de rotation	93
3.13	Micrographies du dépôt à une vitesse de rotation de 2 et de 0,5	93
3.14	Taux de pores en fonction du pas avant l'optimisation des paramètres de projection	94
3.15	Influence du pas et de la vitesse d'éclairement sur le taux de pores à une distance de projection de 20 mm et une vitesse de rotation de 0,5	95
3.16	Influence du pas et de la vitesse d'éclairement sur le taux de pores pour une distance de projection de 20 mm et vitesse de rotation de 2	95
3.17	Influence du pas et du débit de poudre sur le taux de pores pour une vitesse d'éclairement de $40 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ et une distance de projection de 50 mm	96
3.18	Taux de pores selon l'épaisseur de matière déposée à chaque passage robot	97
3.19	Micrographie d'un dépôt projeté selon les paramètres de projection optimisés	98
3.20	Micrographie d'un dépôt projeté à une température du gaz porteur de 1100 °C	98
3.21	Taux de pores en fonction de la distance de projection à 1000 °C et 1100 °C	99
3.22	Micrographies des projections de Ti-6Al-4V avec du tungstène en tant que poudre de grenailage <i>in situ</i>	100
3.23	Micrographies des projections de Ti-6Al-4V avec du SiC et du B ₄ C en tant que poudre de grenailage <i>in situ</i>	101
3.24	Micrographie d'une projection de Ti-6Al-4V avec du 1Cr18 en tant que poudre de grenailage <i>in situ</i>	101
3.25	Micrographie d'une projection de Ti-6Al-4V avec du Ti-6Al-4V de plus grosse granulométrie en tant que poudre de grenailage <i>in situ</i>	102
3.26	Taux de pores en fonction de la distance de projection et du taux de particules de grenailage	103
3.27	Micrographie d'un dépôt avec des particules de grenailage <i>in situ</i> en Ti-6Al-4V oxydé	103
3.28	Taux de pores évalué dans les éprouvettes de traction	105

3.29	Micrographies de sections transverses d'éprouvettes avec et sans grenailage <i>in situ</i>	106
3.30	Représentation 3D des pores dans la partie utile de l'éprouvette G(Q + V)	107
3.31	Répartition des pores dans le sens de construction de l'éprouvette G(Q + V) en fonction de leur volume et de leur nombre	108
3.32	Répartition des pores dans le sens de construction de l'éprouvette CS(Q + V) en fonction de leur volume et de leur nombre	108
3.33	Représentation 3D des pores dans la partie utile de l'éprouvette CS(Q + V)	109
3.34	Diffractogrammes de la poudre et des éprouvettes CS(Q + V), G(Q + V) et F	109
3.35	Micrographie MEB de la poudre de Ti-6Al-4V -45+15 μm	111
3.36	Micrographies MEB de la poudre de Ti-6Al-4V -250+90 μm après traitement thermique	112
3.37	Micrographies MEB du dépôt sans grenailage <i>in situ</i>	113
3.38	Micrographies MEB du dépôt avec grenailage <i>in situ</i>	113
3.39	Dureté moyenne des dépôts obtenus avec différentes conditions de projection	114
3.40	Mesures DRM présentant un comparatif de l'évolution en température des modules de Young d'échantillons forgés	116
3.41	Mesures DRM présentant un comparatif de l'évolution en température des modules de Young d'échantillons forgés et projetés	116
3.42	Mesures DRM présentant un comparatif de l'évolution en température de l'amortissement d'échantillons forgés et projetés	117
3.43	Courbes contrainte déformation conventionnelles obtenues en traction pour des échantillons F et CS(Q + V)	118
3.44	Résistance mécanique moyenne des différents dépôts post-projection	119
3.45	Allongement à rupture moyen des différents dépôts post-projection	119
3.46	Micrographies MEB montrant les faciès de rupture de l'échantillon CS(Q + V)	120
3.47	Micrographies MEB montrant les faciès de rupture de l'échantillon F	121
3.48	Micrographies MEB montrant les faciès de rupture de l'échantillon CS(Q + V) à faible débit	121
3.49	Micrographies MEB montrant les faciès de rupture de l'échantillon CS(Q + V) à 1100 °C	121
3.50	Micrographies MEB montrant le faciès de rupture de l'échantillon G(Q + V)	122
4.1	Taux de pores des éprouvettes de type CS(Q + V) après traitement thermique	126
4.2	Représentation 3D des pores au sein de la partie utile de l'éprouvette CS(Q + V) ₁₀₅₀	128

4.3	Répartition des pores dans le sens de construction de l'éprouvette CS(Q + V) ₁₀₅₀ en fonction de leur volume et de leur nombre	128
4.4	Micrographie optique de l'éprouvette G(Q + V) ₁₀₅₀	129
4.5	Taux de pores des éprouvettes de traction de type G(Q + V) après traitement thermique	130
4.6	Répartition des pores dans le sens de construction de l'éprouvette G(Q + V) ₁₀₅₀ en fonction de leur volume et de leur nombre	131
4.7	Représentation 3D des pores au sein de la partie utile de l'éprouvette G(Q + V) ₁₀₅₀	131
4.8	Diffractogrammes des échantillons après traitements thermiques . . .	132
4.9	Micrographies MEB montrant la microstructure des éprouvettes de type CS(Q + V) après traitement thermique	135
4.10	Micrographies des éprouvettes G(Q + V) après traitements thermiques	136
4.11	Micrographies MEB des éprouvettes F	137
4.12	Cartographies des orientations cristallographiques codées selon la direction de projection obtenues par EBSD pour des éprouvettes de microstructure lamellaire	138
4.13	Cartographies des orientations cristallographiques codées selon la direction de projection obtenues par EBSD pour des éprouvettes de microstructure martensitique	139
4.14	Cartographies des orientations cristallographiques codées selon la direction de projection obtenues par EBSD pour des éprouvettes de microstructures équiaxes	139
4.15	Figures de pôles des éprouvettes de microstructure équiaxe	140
4.16	Comparatif des deux méthodes d'analyse des grains β parents sur l'éprouvette CS ₁₀₅₀	141
4.17	Micrographies et cartographie d'orientation utilisées pour mesurer le diamètre moyen des grains β parents	141
4.18	Dureté des éprouvettes de type CS après les différents traitements thermiques	144
4.19	Valeurs de dureté des éprouvettes de type CS, G et F après différents traitements thermiques	144
4.20	Courbes contrainte déformation conventionnelles obtenues en traction pour des échantillons de type CS après les différents traitements thermiques et F	146
4.21	Courbes contrainte déformation conventionnelles obtenues en traction après le traitement thermique 950 lent	147
4.22	Courbes contrainte déformation conventionnelles obtenues en traction après le traitement thermique 1050 eau	148
4.23	Courbes contrainte déformation conventionnelles obtenues en traction pour les éprouvettes CS ₁₀₅₀ et F ₁₀₅₀	149
4.24	Micrographies MEB illustrant les faciès de rupture des éprouvettes de type CS après traitements thermiques	150

4.25	Micrographies MEB illustrant les faciès de rupture des éprouvettes de microstructure équiaxe après traitement thermique	151
4.26	Micrographies MEB illustrant les faciès de rupture des éprouvettes de microstructure martensitique après traitement thermique	152
4.27	Micrographies MEB présentant les faciès de rupture des éprouvettes CS ₁₀₅₀ et F ₁₀₅₀	153
4.28	Comparatif des propriétés en traction obtenues par cold spray, par d'autres procédés de fabrication additive ou par des procédés conventionnels	154
4.29	Courbe de traction présentant la contrainte déformation aux arrêts	155
4.30	Répartition de la contrainte aux alentours d'un pore circulaire dans un milieu élastique isotrope pour une contrainte appliquée de 10 MPa	156
4.31	Micrographies MEB présentant une zone étudiée au cours de l'essai de traction <i>in situ</i> pour contrainte appliquée nulle (à gauche) et de 710 MPa (à droite)	157
4.32	Histogramme du nombre de systèmes de glissement actifs en fonction du facteur de Schmid	157
4.33	Histogramme du nombre de systèmes de glissement actifs en fonction de l'angle de déclinaison	158
4.34	Histogramme du nombre d'activations de systèmes de glissement en fonction de la contrainte appliquée	158
4.35	Histogramme du nombre de systèmes de glissement actifs en fonction de leur proximité au pore le plus proche	159
4.36	Distance du pore le plus proche lors de l'apparition des lignes de glissements dans les phases α et β	160
4.37	Micrographies MEB des macles apparues lors de l'essai de traction <i>in situ</i>	161
5.1	Mesures ICP avec et sans bouclier de protection pour vérifier la reproductibilité des essais	164
5.2	Courbure normalisée en fonction du débit de poudre montrant l'absence d'influence significative du débit	166
5.3	Courbure normalisée en fonction la distance de projection	167
5.4	Simulation de la vitesse et de la température du fluide et des particules en fonction de la distance de projection	167
5.5	Courbure normalisée en fonction de la vitesse d'éclairement	169
5.6	Température en fonction de la vitesse d'éclairement avec l'ICP	169
5.7	Température en fonction de la vitesse d'éclairement	170
5.8	Courbure normalisée en fonction du pas de projection	170
5.9	Représentation schématique des trajectoires verticale et horizontale	171
5.10	Courbure normalisée en fonction du pas de projection et de la trajectoire robot	172

5.11	Évolution de la courbure à 45 bars – 800 °C avec et sans grenailage <i>in situ</i>	173
5.12	Évolution de la courbure à 45 bars – 800 °C avec grenailage <i>in situ</i> avant et après maximalisation des contraintes d'origine thermique .	174
5.13	Représentations schématiques des projections et du support permettant la projection de dépôts selon 8 angles différents (90°, 80°, 70°, 60°, 50°, 45°, 40° et 30°)	176
5.14	Profil de la hauteur du dépôt en fonction de l'angle de projection α	177
5.15	Profils de la hauteur en fonction de la distance de projection pour $\alpha = 90^\circ$	178
5.16	Hauteur et largeur des profils en fonction de la distance de projection pour $\alpha = 90^\circ$	178
5.17	Hauteur maximale des profils en fonction de l'angle et la distance de projection	179
5.18	Photographies de dépôts présentant des délaminations survenues aux distances de 40 et 60 mm et murs projetés à 50 mm présentant une bonne intégrité structurelle	180
5.19	Photographies du mur pour une direction de projection perpendiculaire au substrat	181
5.20	Profil de la hauteur du dépôt à une distance de projection de 50 mm selon l'angle de projection α	181
5.21	Schémas représentant les différentes trajectoires robots envisagées pour la création d'un profil droit	182
5.22	Profil de la hauteur du dépôt en fonction du programme robot exploité	183
5.23	Schéma représentant la trajectoire robot choisie pour la production d'un mur droit	183
5.24	Photographies des murs obtenus avec la trajectoire choisie pour les murs épais	184
5.25	Micrographie d'une coupe du mur seillée pour mettre en avant la porosité présente dans le dépôt (en noir)	185

Liste des tableaux

1.1	Composition chimique du Ti-6Al-4V	35
1.2	Composition de la poudre de Ti-6Al-4V -45/+15 μm	43
2.1	Composition de la poudre de Ti-6Al-4V -45/+15 μm	65
2.2	Composition de la poudre de Ti-6Al-4V -250+90 μm	66
2.3	Traitements thermiques appliqués pour améliorer les propriétés mécaniques	81
3.1	Paramètres de projection avant optimisation	86
3.2	Dimension des tuyères Out 1 et Out 4	86
3.3	Paramètres de projection obtenus après optimisation	97
3.4	Paramètres de projection obtenus après optimisation du grenailage <i>in situ</i>	104
3.5	Caractéristiques de la porosité des éprouvettes CS(Q + V) et G(Q + V) mesurées par tomographie	107
3.6	Concentrations en éléments interstitiels dans les poudres et les dépôts	110
4.1	Caractéristiques de la porosité obtenues en tomographie pour les éprouvettes CS(Q + V) et CS(Q + V) ₁₀₅₀	127
4.2	Caractéristiques de la porosité obtenue en tomographie pour les éprouvettes G(Q + V) et G(Q + V) ₁₀₅₀	130
4.3	Concentrations en éléments interstitiels dans les dépôts projetés sans grenailage <i>in situ</i> avant et après traitement thermique	133
4.4	Tableau récapitulatif de la taille des éléments de microstructure pour les éprouvettes lamellaires	142
4.5	Comparatif de la taille des éléments de microstructure pour les éprouvettes équiaxes	143
5.1	Valeurs de la courbure et des contraintes résiduelles obtenues en fonction des paramètres de projection selon le niveau de contrainte recherché	175
.1	Limite d'élasticité (Rp _{0,2}), résistance mécanique (Rm), allongement conventionnel à rupture (A) et module de Young (E) de toutes les éprouvettes de tractions testée dans cette étude	III

Liste des acronymes

ASI instabilité de cisaillement adiabatique ou *Abiabatic Shear Instability*. 17, 18, 20–22

BSE électrons rétrodiffusés ou *Back-Scattered Electrons*. 71, 72

CAO Conception Assistée par Ordinateur. 8

CC Cubique Centrée. 14, 32

CFC Cubique Face Centrée. 14, 15, 50

CS échantillon en Ti-6Al-4V obtenu par cold spray sans utilisation du grenailage *in situ*. 104, 107–110, 118, 120, 121, 126–128, 133–136, 138–146, 148–150, 153, 155, I–III

CSAM fabrication additive par projection dynamique à froid ou *Cold Spray Additive Manufacturing*. 3, 24, 25, 56, 165, 168, 184

DRM méthode dynamique résonante ou *Dynamic Resonant Method*. 75, 76, 114, 116–118, 133

DRX Diffraction des Rayons X. 74, 109, 131, 134

EBSD diffraction d'électrons rétrodiffusés ou *Electron BackScattered Diffraction*. 72, 79, 137–140, 142

E-PBF fusion par faisceau d'électrons sur lit de poudre ou *Electron Beam Powder Bed Fusion*. 9, 57–60

F échantillon en Ti-6Al-4V forgé. 104, 109, 110, 118, 121, 134, 136–144, 146, 148, 149, 153, I

FA Fabrication Additive. 1, 2, 6–10, 23–25, 57–59, 61, 120, 142, 154, 155, 160, 163, 176, 179, 184

G échantillon en Ti-6Al-4V obtenu par cold spray avec utilisation du grenailage *in situ*. 104, 107–110, 122, 129–131, 134, 136, 138–140, 143–145, III

H échantillon prélevé horizontalement. 104, I, II

HC Hexagonale Compacte. 14, 32, 37, 44, 46, 50

HVOF projection par flamme supersonique ou *High-Velocity Oxygen Fuel*. 12

ICP In-situ Coating Properties. 66, 68–70, 164, 165, 168, 169, 171

LMD dépôt métallique par laser ou *Laser Metal Deposition*. 10, 11, 57–60

L-PBF fusion par laser sur lit de poudre ou *Laser Powder Bed Fusion*. 8, 10, 57, 59, 60

MEB Microscope Électronique à Balayage. 64, 65, 71–73, 77, 78, 111–113, 120, 121, 134, 135, 137, 140, 150–153, 157, 161

MEB-FEG Microscope Électronique à Balayage à canon à émission de champs ou *Field Emission Gun*. 71

MET Microscope Électronique en Transmission. 38, 52

PEEQ déformation plastique équivalente ou *equivalent plastic strain*. 50, 51

Q échantillon projeté avec une trajectoire quadrillée. 104, 107–110, 118, 120–122, 126–131, 134–136, 143, 145, 146, 148, 149, 153, 155, II, III

Rm Résistance mécanique en traction. 59, 60

S échantillon projeté avec une trajectoire spiralee. 104, I

SE électrons secondaires ou *Secondary Electrons*. 71, 72

V échantillon prélevé verticalement. 104, 107–110, 118, 120–122, 126–131, 134–136, 143, 145, 146, 148, 149, 153, 155, I–III

Z échantillon projeté avec une trajectoire en zig-zag. 104, I, II

Glossaire

Angle de déclinaison angle entre la direction de traction et la direction du paramètre de maille c de la phase α du Ti-6Al-4V. 80, 156–158, 160

Cupule cavité observée sur un faciès de rupture indiquant l'apparition de défauts lors de la déformation plastique du matériau. 120, 149, 150, 152, 153

Facteur de Schmid le facteur de Schmid relie la contrainte de traction à la contrainte de cisaillement dans le plan de glissement. Ainsi, lorsque la direction de glissement et la normale au plan de glissement sont coplanaires à l'axe de traction, le facteur de Schmid est maximal (il vaut 0,5) et donc la contrainte de cisaillement l'est aussi. 80, 156, 157

Longueur de glissement la longueur de glissement est définie par la longueur des lamelles de même orientation cristallographique séparées par des liserés β , qui ne constituent pas un obstacle à l'extension de la plasticité. 41, 126

Splat le splat est le nom donné à la particule après projection, dont on peut parfois discerner la morphologie dans le dépôt. 27, 55, 112, 120, 122, 134, 145, 150, 153, 154, 161, 188, 189

Vitesse d'éclairement vitesse relative du pistolet par rapport au substrat. 50, 59, 68, 90, 91, 94, 96, 168, 169, 174, 175

Nomenclature

A | B | C | D | E | F | G | H | K | L | N | O | P | R | S | T | V | Y

A

a diffusivité thermique ($m^2 \cdot s^{-1}$). 17

α phase hexagonale compacte des alliages de titane. 32–37, 39–42, 44, 46, 58, 72, 80, 109, 110, 115, 116, 134, 136, 138, 140, 142, 143, 148, 153, 156, 158–160

α' phase martensitique hexagonale compacte des alliages de titane. 37, 40, 110, 115, 116, 133, 134, 136, 148

α'' phase martensitique orthorhombique des alliages de titane. ix, 37, 38

α_2 phase fragilisante Ti_3Al . 36, 81, 125, 127

α_d coefficient de dilatation du splat / du dépôt (K^{-1}). 27–29

α_s coefficient de dilatation du substrat (K^{-1}). 28, 29

α_Y rapport du module de Young du revêtement sur celui du substrat. 29, 30

α_P nodules α primaires de la microstructure bimodale. 42

α_S lamelles α secondaires de la microstructure bimodale. 42

B

B épaisseur de l'échantillon (m). 75

b paramètre représentant le degré d'adiabaticité du système. 17

β phase cubique centrée du titane. 32–34, 36–42, 44, 48, 57, 72, 80, 109–111, 115, 116, 125, 132–134, 136, 138, 140–143, 148, 149, 152–154, 156, 158–160

β_e rapport de l'épaisseur du revêtement sur celui du substrat. 30

C

χ dimension caractéristique du système (m). 17

D

d_p diamètre des particules (m). 17

E

E module de Young (GPa). 75

E(0) module de Young d'un matériau dense (GPa). 115

E(p) module de Young d'un matériau avec un taux de porosité p (GPa). 115

E_d module de Young du dépôt (GPa). 28–30

E_d' module de Young effectif du dépôt (GPa). 27

E_s module de Young du substrat (GPa). 28–30

$\dot{\epsilon}$ vitesse de déformation (en s^{-1}). 77

$\Delta\epsilon$ déformation relative. 30

F

F_F fréquence de résonance en flexion (Hz). 75

G

κ_c conductivité thermique ($W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$). 26

H

h_d épaisseur du dépôt (m). 28–30

h_s épaisseur du substrat (m). 28–30

K

K courbure (m^{-1}). 29, 30

ΔK_d variation de courbure durant la projection (m^{-1}). 70

ΔK_q variation de courbure due aux contraintes de trempe (m^{-1}). 70

ΔK_{th} variation de courbure due aux contraintes thermiques (m^{-1}). 70

ΔK variation de courbure : différence entre courbure initiale et courbure finale (m^{-1}). 29, 30

L

L longueur de l'échantillon (m). 75

l distance entre les lasers les plus éloignés de l'ICP (m). 29

N

ν_d coefficient de Poisson du dépôt. 29

ν_s coefficient de Poisson du substrat. 29

O

ω phase hexagonale des alliages de titane. ix, 38, 48

P

p porosité du matériau. 115

R

R rayon de courbure (m). 29

ρ masse volumique ($kg \cdot m^{-3}$). 75

S

σ contrainte totale (MPa). 29, 30

σ_d contrainte thermique (MPa). 28, 29

σ_q contrainte de trempe (MPa). 27

T

t temps (s). 17

T_p température de la particule lors de l'impact (K). 27

T_{RT} température ambiante (K). 28, 29

T_s température du substrat lors de l'impact (K). 27–29

$T\left(\frac{h}{L}, \nu\right)$ facteur de correction proche de 1. 75

θ demi-angle de déviation : moitié de l'angle entre le faisceau incident et la direction du détecteur ($^\circ$). 74

V

v_p vitesse des particules ($m \cdot s^{-1}$). 17

Y

Δy flèche (m). 29

Introduction

Les alliages de titane sont des matériaux très étudiés de par leur résistance à la corrosion, leur biocompatibilité, mais aussi pour leurs propriétés mécaniques : ils présentent un excellent rapport résistance/densité, ce qui les rend extrêmement avantageux pour de nombreuses applications. Ils ont cependant un coût élevé. En effet, la production d'éponges de titane doit s'effectuer dans une atmosphère inerte ou sous vide poussé à cause de sa forte réactivité avec l'oxygène. En outre, le tétrachlorure de titane, qui est un intermédiaire lors de la production d'éponges de titane, a un coût élevé [51]. Son application est donc partiellement restreinte, mais reste forte dans des domaines tels que l'aéronautique ou le biomédical. Tous secteurs confondus, le Ti-6Al-4V est l'alliage de titane le plus utilisé [102], il s'agit donc du matériau d'étude de cette thèse.

Compte tenu de son intérêt, les propriétés de cet alliage ont été largement étudiées. Celles-ci résultent historiquement des conditions de mises en forme par des procédés conventionnels tels que le forgeage ou la fonderie. Or, ces dernières années, le nombre d'études sur ces thématiques montrent un intérêt grandissant pour la [Fabrication Additive \(FA\)](#). En effet, les procédés faisant partie de cette grande famille permettent la création de pièces avec moins de matière première et présentant des formes complexes. Ils permettent aussi de recharger des surfaces endommagées. Tous ces avantages expliquent l'intérêt industriel envers l'utilisation de matériaux issus de la [FA](#).

Le cold spray est un procédé utilisé à son origine pour la création de revêtements. Or, depuis quelques années, son utilisation s'est élargie à la réparation de pièces endommagées, pour devenir finalement un membre à part entière de la famille de la [FA](#) [92]. Cette évolution a permis à ce procédé de continuer à se développer, grâce à ses particularités, qui lui permettent de se distinguer des autres procédés de [FA](#). En effet, la spécificité des projections est qu'elles s'effectuent à une température inférieure à la température de fusion du matériau. Cela confère de considérables avantages aux matériaux issus de ce procédé, comme, par exemple, une oxydation limitée ou bien une conservation de la microstructure de la poudre dans les échantillons créés [129].

Dans ce contexte, l'étude d'un matériau tel que le Ti-6Al-4V semble cohérente. Cet alliage, qui affiche une utilisation continue dans de nombreux domaines, a la particularité d'être sensible à l'oxydation [94]. Ainsi, sa mise en forme à l'état

solide pourrait représenter un avantage considérable. En outre, le ratio Buy-to-Fly étant élevé pour les alliages de titane issus des voies conventionnelles, la production de pièces par FA pourrait permettre de l'abaisser.

Cependant, du fait de sa résistance élevée à la déformation, cet alliage est un matériau complexe à projeter. La création de pièces en cold spray reposant sur la déformation plastique des particules à l'impact, un travail sur l'optimisation des conditions de projection est nécessaire pour le Ti-6Al-4V, car les différentes études travaillant sur la projection de cet alliage en cold spray rapportent un taux de pores élevé au sein des dépôts [85, 112, 176]. En outre, le comportement en traction des matériaux issus du cold spray étant généralement décrit comme fragile [75, 101, 111, 173], une étude de l'influence de différents post-traitements est nécessaire pour réhabiliter les propriétés du matériau obtenu, en essayant d'atteindre des niveaux de résistance mécanique comparable à ceux des procédés conventionnels et de FA. Enfin, pour éviter des délaminations et des fissurations des pièces en cours de projection, une étude est impérative pour maîtriser les contraintes résiduelles en travaillant sur les conditions de projection et les trajectoires robot.

Ce travail de thèse sur la projection cold spray de Ti-6Al-4V pour une bonne intégrité structurelle dans les pièces obtenues et une réhabilitation des propriétés mécaniques du matériau, se divise donc en cinq chapitres résumés ci-après :

- Le chapitre 1 propose un état de l'art se focalisant d'abord sur la FA, pour introduire ensuite les particularités du procédé de projection cold spray. La provenance des différents types de contraintes résiduelles pouvant apparaître au sein d'un matériau est présentée pour comprendre leurs origines en cold spray. Les propriétés du matériau d'étude, le Ti-6Al-4V ont ensuite été examinées, pour être finalement confrontées aux propriétés des échantillons obtenus après projection.
- Le chapitre 2 définit les matériaux et le procédé utilisés, les systèmes d'analyses employés et les protocoles expérimentaux mis en place au cours de l'étude.
- Le chapitre 3 expose les différentes méthodes mises en œuvre pour réduire la porosité présente au sein des dépôts. À la suite de cette optimisation, la microstructure et les propriétés mécaniques de ces dépôts ont été analysées.
- Le chapitre 4 présente une stratégie d'optimisation des microstructures. Différents traitements thermiques ont été étudiés, en plus de l'évolution de la microstructure et des propriétés mécaniques de la matière au cours des traitements. Un accent a été mis sur la comparaison des résultats obtenus avec ceux du Ti-6Al-4V forgé.
- Le chapitre 5 met en évidence les effets des paramètres de projection sur les contraintes résiduelles au sein du matériau et présente une démarche pour les

maîtriser. Le but étant, *in fine*, de construire un mur en Ti-6Al-4V après une étude de l'influence de la trajectoire robot sur la morphologie des dépôts.

Ces différentes étapes vont permettre d'évaluer la faisabilité de pièces en Ti-6Al-4V par fabrication additive par projection dynamique à froid ou *Cold Spray Additive Manufacturing* (CSAM).

1. Chapitre Bibliographique

Sommaire

1.1	La Fabrication Additive	6
1.1.1	Origine	6
1.1.2	Fusion par laser sur lit de poudre (L-PBF)	8
1.1.3	Fusion par faisceau d'électrons (E-PBF)	9
1.1.4	Dépôt métallique par laser (LMD)	10
1.2	Le cold spray	11
1.2.1	Contexte	11
1.2.2	Projection thermique	12
1.2.3	Principe	13
1.2.3.1	Le pistolet de projection	13
1.2.3.2	Les vitesses de projection	14
1.2.4	Interaction du gaz avec le substrat	15
1.2.5	Adhérence des particules sur le substrat	16
1.2.5.1	Le principe de construction	16
1.2.5.2	Le mécanisme d'adhérence	17
1.2.5.3	L'ancrage mécanique des particules	20
1.2.5.4	L'instabilité de Kelvin-Helmholtz	21
1.2.5.5	La liaison métallique	22
1.2.5.6	Les forces de van der Waals	23
1.2.6	Avantages et inconvénients	23
1.2.7	CSAM	24
1.3	Les contraintes résiduelles	26
1.3.1	Différentes origines	26
1.3.1.1	Contraintes de grenailage	26
1.3.1.2	Contraintes de gradient de température	26
1.3.1.3	Contraintes de trempe	27
1.3.1.4	Contraintes thermiques dues à la différence des coefficients de dilatation	27
1.3.1.5	Courbure du substrat	29
1.3.1.6	Contraintes de transformation de phases	30
1.3.2	État de l'art des contraintes résiduelles en cold spray	31
1.4	Les alliages de titane et le Ti-6Al-4V	32
1.4.1	Différents types d'alliages de titane	32

1.4.1.1	Cristallographie du titane	32
1.4.1.2	Effet des éléments d'alliage	33
1.4.1.3	Ti-6Al-4V	35
1.4.2	Microstructures du Ti-6Al-4V	37
1.4.2.1	Différentes phases présentes	37
1.4.2.2	Traitements thermomécaniques	39
1.4.3	Mécanismes de déformation	43
1.4.3.1	La phase α	44
1.4.3.2	La phase β	48
1.5	Les propriétés mécaniques du Ti-6Al-4V en cold spray	49
1.5.1	Importance des conditions de projection	49
1.5.2	Modification de la microstructure	52
1.5.3	Propriétés mécaniques modifiées	54
1.5.3.1	La porosité	54
1.5.3.2	La dureté	54
1.5.3.3	Le comportement en traction	56
1.5.4	Comparatif avec d'autres procédés de fabrication additive	57
1.5.4.1	La microstructure	57
1.5.4.2	Les propriétés mécaniques	59

Le chapitre 1 est un état de l'art centré sur la projection dynamique à froid (appelée plus couramment cold spray) de Ti-6Al-4V et sa potentielle utilisation en tant que procédé de fabrication additive. Ce chapitre a pour but de présenter les différentes notions et connaissances scientifiques abordées durant cette thèse et d'apprécier les données de la littérature afin d'avoir un œil critique sur l'ensemble des résultats. Étant donné que notre problématique est basée sur l'emploi du cold spray comme procédé de fabrication additive, nous commencerons par analyser ce terme, ainsi que divers procédés déjà largement exploités pour la fabrication de métaux par voie additive. Par la suite, nous présenterons le procédé de projection cold spray pour connaître toutes ses particularités. Les différentes origines des contraintes résiduelles, leurs méthodes d'analyse ainsi que leurs apparitions en cold spray seront ensuite explicitées. Nous finirons par documenter le matériau d'étude : le Ti-6Al-4V, pour permettre d'appréhender ses propriétés mécaniques post-projection.

1.1. La Fabrication Additive

1.1.1. Origine

La FA est une famille de procédés ayant vu le jour à la fin des années 1980 avec environ une vingtaine d'années nécessaires pour normer le vocabulaire. La norme française NF ISO/ASTM 52900 :2015 a été élaborée par la délégation d'AFNOR

et définit la FA comme un « procédé consistant à assembler des matériaux pour fabriquer des pièces à partir de données de modèle en 3D, en général couche après couche, à l'inverse des méthodes de fabrication soustractive et de fabrication par mise en forme » (figure 1.1).

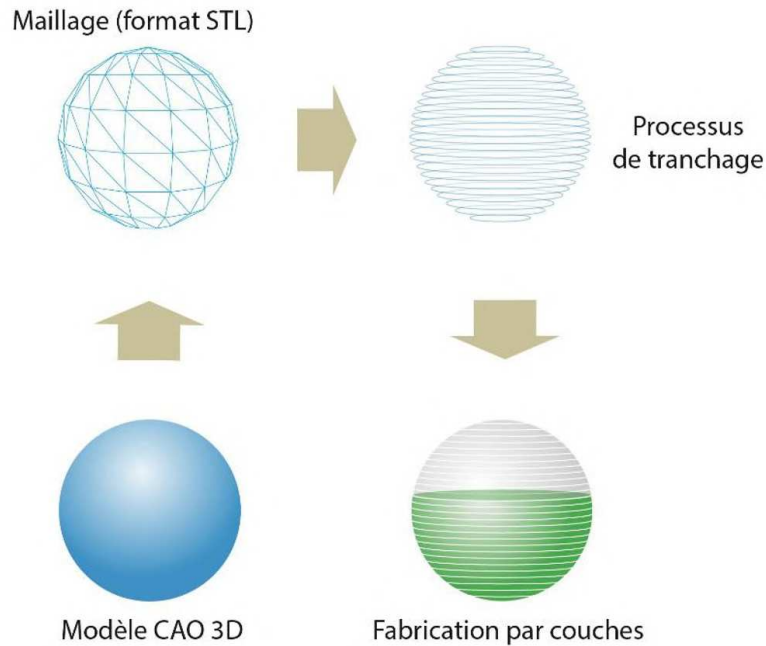


FIGURE 1.1. – Principe général de la fabrication additive [15]

Cette technologie innovante, de plus en plus utilisée en industrie, permet donc de créer des objets à géométrie complexe en limitant le gaspillage des matériaux par rapport à la fabrication soustractive. Elle regroupe un ensemble de procédés permettant de créer un objet reconstitué à partir de tranches obtenues en coupant le modèle 3D avec un plan orthogonal à la direction de reconstitution de l'objet [15].

En 2016, Barlier *et al.* [15] ont classé ces procédés en sept catégories, s'appuyant sur des principes physiques différents :

- La polymérisation d'une résine sous l'action d'un laser.
- La projection de gouttes de matériau.
- La projection d'un liant sur un substrat de type poudre.
- La fusion de poudre sous l'action d'une source d'énergie.
- La projection de poudre dans un flux d'énergie.
- La fusion de fil à travers une buse chauffante.
- L'assemblage de couches à partir de feuilles ou plaques découpées.

Ces différents procédés diffèrent radicalement par les matériaux utilisés, les précisions obtenues, les temps de fabrication ou encore les opérations de post-fabrication. Trois procédés de FA parmi les plus répandus pour les matériaux métalliques et intégrant la fusion de poudres par différentes sources d'énergie sont présentés dans les sections suivantes.

1.1.2. Fusion par laser sur lit de poudre (L-PBF)

La fusion par laser sur lit de poudre ou *Laser Powder Bed Fusion* (L-PBF) est un type de fabrication additive dit par fusion sur lit de poudre (figure 1.2). La poudre, précédemment disposée par un râteau ou un rouleau à partir d'un réservoir, est fondue à des endroits spécifiques par un laser, selon le modèle de Conception Assistée par Ordinateur (CAO). La plateforme de construction va ensuite déposer sur la surface une nouvelle couche de poudre qui sera de nouveau fondue par le laser. Ces opérations vont se répéter jusqu'à la réalisation de la pièce en 3D.

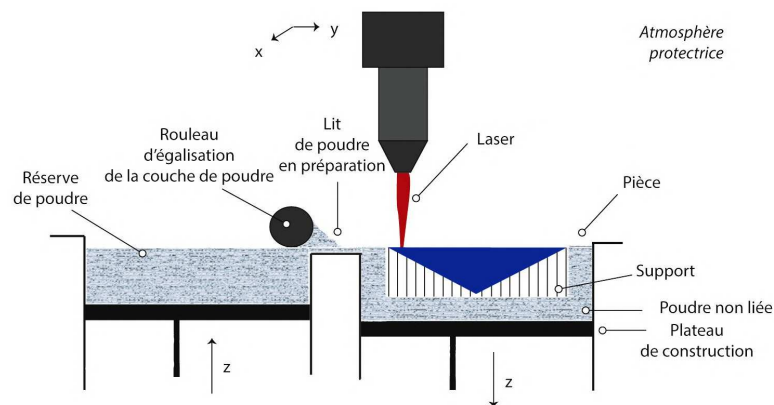


FIGURE 1.2. – Schéma du procédé L-PBF [25]

Pour ce procédé, la fabrication se fait sous atmosphère neutre et la grande convergence du faisceau laser en fait une méthode de FA très précise avec un diamètre moyen du faisceau laser inférieur à $200\ \mu\text{m}$. Ainsi, les poudres utilisées peuvent être de diamètre inférieur à $10\ \mu\text{m}$ et l'état de surface en sortie est peu rugueux [130].

Par contre, ce procédé peut engendrer de fortes contraintes résiduelles au sein des pièces réalisées. En effet, lors de la fusion des particules, un gradient de température non uniforme se crée au niveau de la zone chauffée. Cela entraîne des déformations complexes non uniformes lors du refroidissement rapide induit par le déplacement du laser. Ces contraintes résiduelles peuvent engendrer une modification de la géométrie attendue de la pièce finale, mais aussi générer des fissures ou du délaminage entre les différentes couches [13, 84, 124, 130, 188].

1.1.3. Fusion par faisceau d'électrons (E-PBF)

La fusion par faisceau d'électrons sur lit de poudre ou *Electron Beam Powder Bed Fusion* (E-PBF) est aussi un procédé de FA dit par fusion sur lit de poudre (figure 1.3).

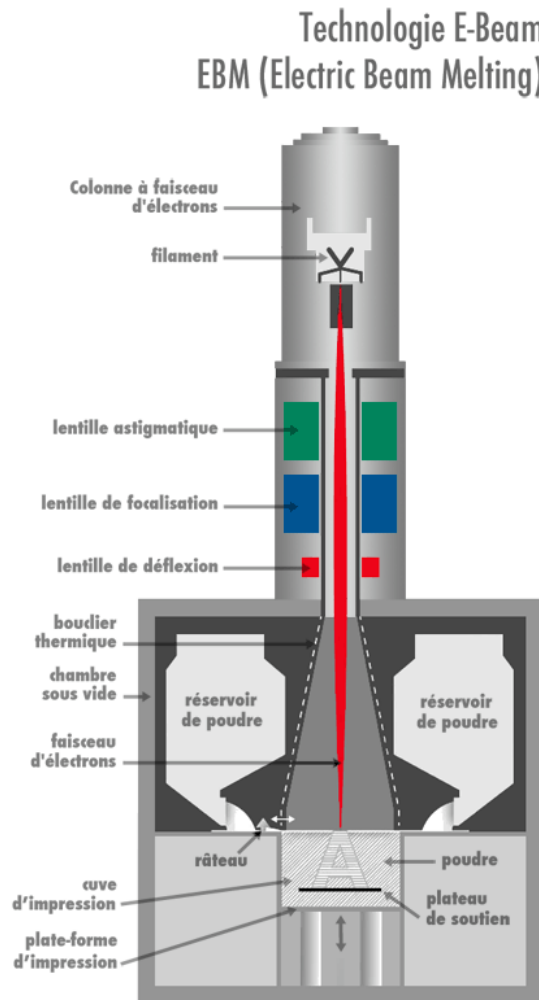


FIGURE 1.3. – Schéma du procédé E-PBF [61]

La poudre va être approvisionnée par un râteau à partir de deux réservoirs latéraux. Par la suite, une région particulière de ce lit de poudre va être fondue par un faisceau d'électrons. Puis, pour chaque étape du cycle, la plateforme va s'abaisser, une nouvelle couche de poudre de dimensions identiques à la précédente va être répartie par les réservoirs et le faisceau d'électrons va fondre une partie des poudres selon le modèle particulier souhaité [66].

Par rapport à la [L-PBF](#) la fabrication se fait sous vide. En outre, la poudre utilisée doit avoir une bonne conductivité électrique pour éviter des problèmes de charge électronique. Les poudres employées sont souvent plus grosses que pour la [L-PBF](#), car le faisceau d'électrons est légèrement plus divergent que celui du laser (diamètre d'environ $500 \mu\text{m}$ [18]). Ceci rend la fabrication un peu moins précise. L'état de surface final des pièces est donc aussi plus rugueux [131].

Néanmoins, l'utilisation d'un faisceau d'électrons comme source d'énergie offre des avantages spécifiques. Tout d'abord, le mouvement extrêmement rapide du faisceau d'électrons permet la fonte des poudres en plusieurs points simultanément, ce qui permet une meilleure productivité. De plus, après chaque dépôt de couche par le râteau, une étape de préchauffage est effectuée ; pour cela, le faisceau d'électrons est défocalisé pour balayer rapidement toute la surface du lit de poudre et donc légèrement le fritter. Ce maintien du lit de poudre à de hautes températures tout au long du procédé, permet d'éviter la génération de contraintes résiduelles trop élevées dans la pièce finale [15, 82].

1.1.4. Dépôt métallique par laser (LMD)

Le procédé de fabrication additive appelé [dépôt métallique par laser](#) ou *Laser Metal Deposition (LMD)* fait aussi intervenir des poudres métalliques, mais son fonctionnement est différent des deux procédés précédents. Un laser vient former un bain de fusion à la surface du substrat métallique, sur lequel la poudre d'un ou de plusieurs métaux est projetée à travers une buse, comme schématisé sur la figure 1.4. Ainsi, la poudre entre en fusion et se lie avec le substrat, jusqu'à ce que, petit à petit, une nouvelle couche soit déposée à la surface du substrat [82].

Contrairement aux procédés de fabrication additive sur lit de poudre, le [LMD](#) est utilisé principalement pour réparer des pièces endommagées. Néanmoins, ce procédé permet aussi de former des structures ou des couches protectrices sur pièces existantes, ainsi que de créer des composants entiers [10].

Ce procédé de [FA](#) a plusieurs avantages ; il permet de passer facilement d'un matériau utilisé à un autre lors d'un même processus de travail, mais il permet aussi d'obtenir des rendements élevés en terme de matière déposée et de travailler sur des pièces de grandes dimensions par rapport aux procédés précédents [10].

Néanmoins, le [LMD](#) est un procédé consommant d'importantes quantités d'énergie avec l'utilisation d'un faisceau laser de forte puissance. Il peut, de plus, être sujet à de nombreuses contaminations des matériaux par l'atmosphère, surtout pour des métaux tels que le titane, qui est particulièrement sensible à l'oxydation. Et enfin, problème inhérent à la [FA](#), les pièces créées ont un état de surface imprécis avec un diamètre de faisceau compris entre 1 et 3 mm [16].

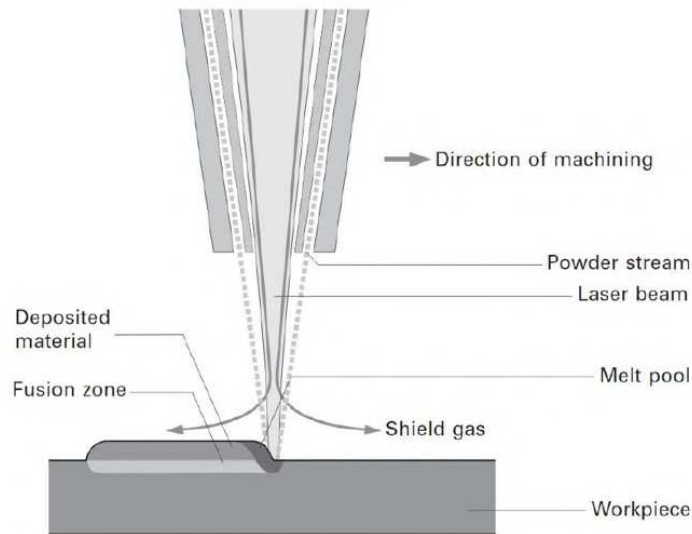


FIGURE 1.4. – Schéma du procédé LMD [82]

1.2. Le cold spray

1.2.1. Contexte

Le procédé de cold spray a été découvert dans les années 80 à l'Institut de Mécanique Théorique et Appliquée de l'Académie des Sciences Russe de Novosibirsk par Anatolii Papyrin et son équipe [129]. Cette découverte s'est faite par l'étude des écoulements supersoniques diphasiques. Les essais effectués en soufflerie sur le comportement de différentes pièces soumises à un flux biphasique ont permis de montrer que, selon les conditions, les particules contenues dans le flux pouvaient adhérer à certaines de ces pièces au-delà d'une certaine vitesse, alors que la température restait basse, d'où la naissance de la notion de "cold" spray.

La grande variété de matériaux projetables, la possibilité de créer un dépôt sur des substrats différents et, en outre, le fait que le rendement de la projection soit proche des 100 % a fait de ce procédé une méthode prometteuse pour de nombreuses applications industrielles. Après avoir commencé à se développer dans le monde avec un premier brevet publié aux États-Unis en 1994 [5] et en 1995 en Europe [4], ce procédé s'est assez rapidement démocratisé au vu de ses possibilités.

Bien que les gaz soient chauffés à des températures relativement basses, le cold spray fait tout de même partie de la famille des procédés de projection thermique analysés succinctement dans la section suivante.

1.2.2. Projection thermique

La projection thermique est une famille de procédés par lesquels est projeté un matériau d'apport, qu'il soit sous forme de poudre, de fil, de cordon ou de baguette. Ce matériau va être accéléré et chauffé par une source d'énergie qui sera de type différent selon le procédé utilisé. On va donc parler de projection électrique pour l'arc ou le plasma ; de projection calorifique lorsque l'on utilise la combustion comme pour la **projection par flamme supersonique** ou *High-Velocity Oxygen Fuel (HVOF)* ; et de projection cinétique obtenue grâce à la pression d'un gaz pour le cold spray. On peut retrouver ce classement sur la figure 1.5.

Pour les autres procédés de projection thermique, l'adhésion des particules sur le substrat se fait principalement grâce à l'énergie thermique apportée par un échauffement des particules en cours de vol avant qu'elles atteignent le substrat. En revanche, le cold spray est basé, lui, sur l'utilisation prédominante de l'énergie cinétique lors de la création de revêtements. Il est possible d'observer ces différences sur la figure 1.6.

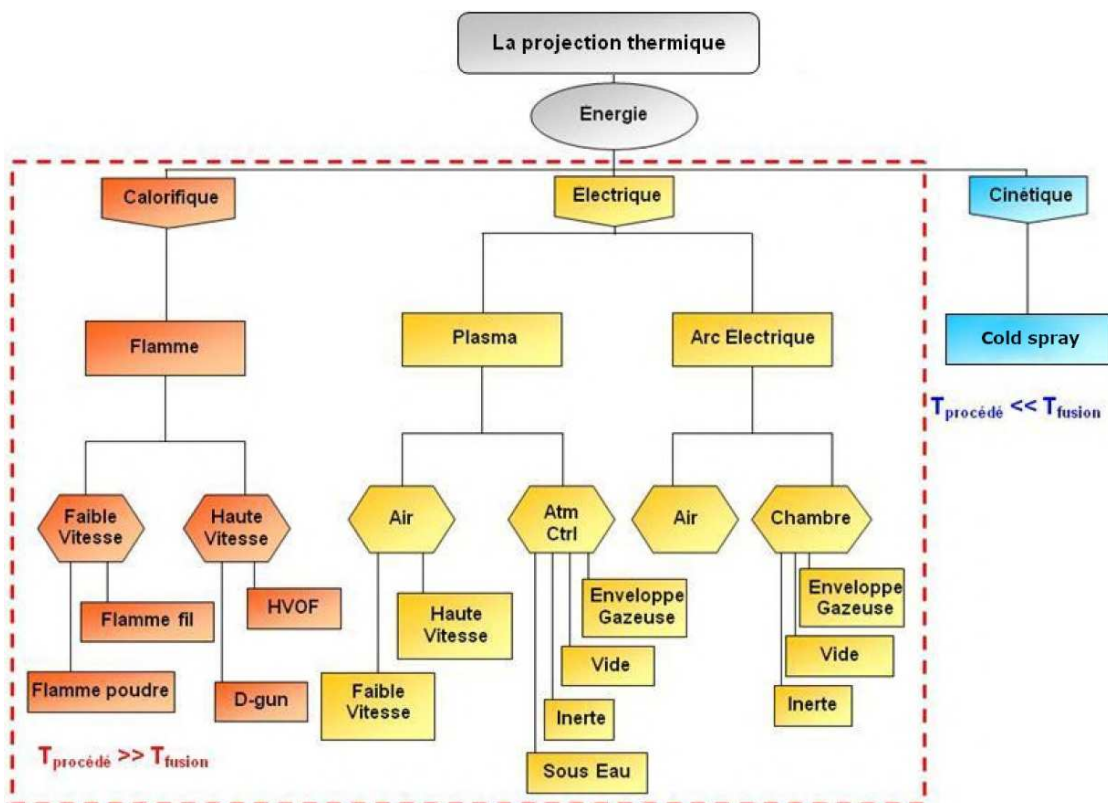


FIGURE 1.5. – Schéma des différents procédés de projection thermique [136]

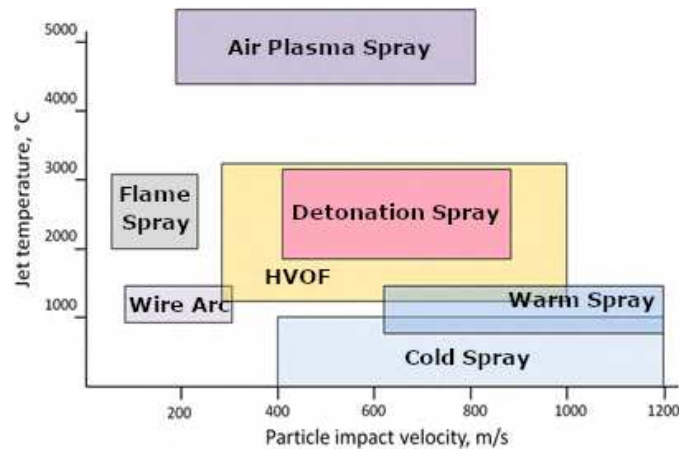


FIGURE 1.6. – Champs d’utilisation des différents procédés de projection thermique selon la température et la vitesse des particules [6]

1.2.3. Principe

1.2.3.1. Le pistolet de projection

Le cold spray est un procédé d’application de revêtements, caractérisé par la projection de matériaux (le plus souvent des métaux) sous la forme de petites particules (1 à 50 μm) à une vitesse élevée. L’accélération des particules à une grande vitesse est obtenue par l’expansion d’un gaz pressurisé et chauffé (toujours en deçà de la température de fusion des particules) à travers une tuyère convergente-divergente, dite de Laval. Le fonctionnement est illustré en figure 1.7. Les pistolets de projection actuels fonctionnent avec de l’azote, de l’air ou de l’hélium à des pressions et des températures pouvant aller respectivement jusque 50 bars et 1100 °C.

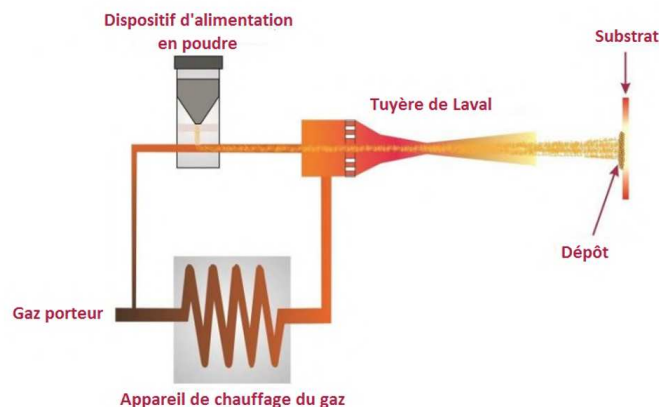


FIGURE 1.7. – Représentation schématique d’un pistolet de cold spray [7]

Avant d'arriver au niveau de la tuyère, les particules et le gaz ont une vitesse qui peut être supposée identique, et passent le col, où la vitesse du gaz approche celle du son. Du fait de la détente, le gaz est accéléré jusqu'à des vitesses supersoniques. Les particules, à cause de leur inertie, ne peuvent pas être accélérées à des vitesses identiques à celles du gaz en si peu de temps, et un flux biphasique non équilibré en termes de vitesse se crée. Pour limiter ce problème, des études ont été menées sur la longueur optimale de tuyère assurant une vitesse maximale des particules en sortie de buse [146].

1.2.3.2. Les vitesses de projection

Avant la naissance du cold spray, il avait été montré qu'un matériau cible pouvait être sujet à l'érosion lors de la projection de particules à faibles vitesses ($10-100 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$), sans qu'il y ait une quelconque adhérence des particules sur le matériau cible. Ainsi, lorsque le cold spray a été découvert, de nouvelles expériences avec un large panel de vitesses ($100-1000 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$) ont été effectuées afin d'étudier la transition entre l'érosion du substrat et la réalisation d'un revêtement. Des études pour des vitesses supérieures à $1 \text{ km} \cdot \text{s}^{-1}$ avaient déjà été effectuées (domaines spatial et militaire) [129].

Lors de l'impact des particules sur le substrat, une déformation plastique se produit. En fonction des caractéristiques du substrat et des particules, cette déformation a lieu au niveau du substrat, des particules ou des deux. Cependant, le revêtement ne se forme que lorsque la vitesse de projection des particules dépasse un certain seuil. Pour qualifier ce seuil, la notion de vitesse critique a été définie ; il s'agit de la vitesse à partir de laquelle le rendement de projection dépasse 50 % (figure 1.8). Pour des vitesses inférieures, une majorité de particules rebondit. Ce rebond est attribué à un stockage de l'énergie de déformation élastique dans le matériau, qui contrebalance la force d'impact. Ce rebond peut mener à l'érosion du substrat.

La vitesse critique est dépendante de la nature et des propriétés du substrat ainsi que de la taille, de la géométrie et de la nature des particules [136]. Les matériaux de faible résistance mécanique et de point de fusion bas, comme l'aluminium, le cuivre, le nickel, l'étain, le zinc et l'argent présentent des faibles vitesses critiques [146]. Ces métaux partagent la même structure cristallographique **Cubique Face Centrée (CFC)** caractérisée par douze systèmes de glissement dans les plans compacts permettant une déformation des mailles plus importante [20].

Par opposition, les métaux ayant une structure cristallographique **Cubique Centrée (CC)** ou **Hexagonale Compacte (HC)** présentent une déformation beaucoup moins importante. En effet, pour la structure **HC**, même si elle possède la même compacité que la structure **CFC**, cet effet s'explique par son nombre de plans de glissement grandement réduit. Concernant les matériaux **CC**, ces derniers présentent une com-

capacité et une coordinence inférieures aux structures CFC, ce qui en fait la structure avec la plus faible capacité à se déformer [168]. Ainsi, avec ces matériaux, il est nécessaire d'avoir une plus grande vitesse d'impact pour permettre la réalisation d'un revêtement [35].

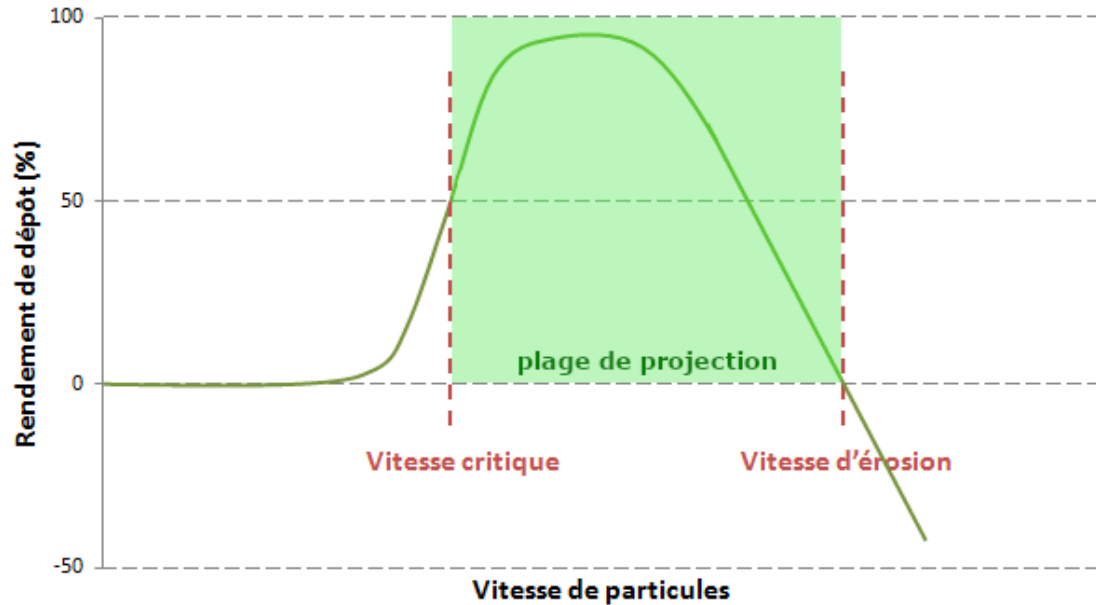


FIGURE 1.8. – Évolution du rendement de dépôt en fonction de la vitesse des particules

1.2.4. Interaction du gaz avec le substrat

Afin de maîtriser au mieux la vitesse des particules en sortie de tuyère et donc connaître la vitesse de leur impact – ce qui constitue un critère essentiel pour des projections réussies – l'étude de l'interaction entre le gaz projeté, les particules et le substrat est nécessaire.

Papyrin *et al.* [129] ont montré que lorsque le gaz supersonique atteint le substrat, une onde de choc est créée en amont (figure 1.9). Une couche de gaz comprimé est alors formée entre l'onde de choc et le substrat. Dans cette couche comprimée, la vitesse axiale du gaz décroît à partir de l'onde de choc jusqu'à la surface du substrat. De nouveau, à cause de leur inertie, les particules ne perdent pas leur vitesse instantanément au niveau de l'onde de choc, mais décélèrent une fois l'onde de choc passée. Papyrin *et al.* ont pu montrer, que plus le diamètre de sortie de la tuyère est faible (autrement dit, plus le diamètre du jet est faible), moins la couche de gaz comprimé est épaisse au niveau du substrat, et ainsi, plus la vitesse des particules est élevée au moment de l'impact.

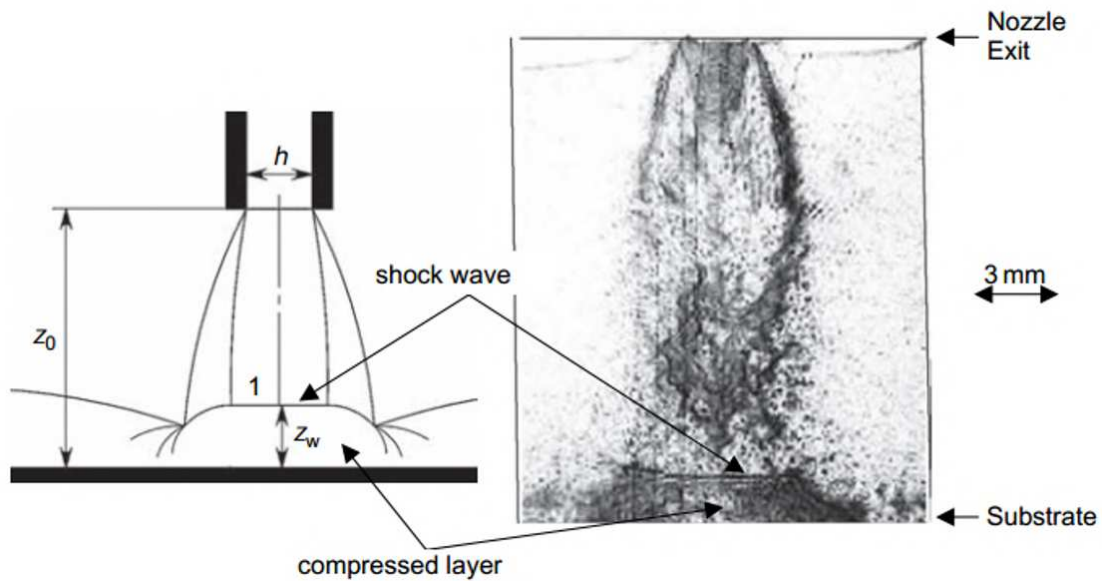


FIGURE 1.9. – Schéma et photo de l'impact d'un jet de gaz supersonique sur la surface d'un substrat plan [129]

En cold spray, la pièce à revêtir est positionnée à quelques dizaines de millimètres de la sortie du pistolet ; cela a pour objectif d'éviter la perte de vitesse des particules en sortie de tuyère avant impact. Schmidt *et al.* [146], par exemple, ont étudié expérimentalement et théoriquement la vitesse d'impact des particules en fonction de différents paramètres tels que la taille ou la nature des particules.

Ainsi, la vitesse des particules continue à augmenter en sortie de tuyère sur quelques centimètres. Cependant, ces dernières peuvent être complètement stoppées à cause de la couche de gaz compressé à la surface du substrat si leur diamètre est trop faible ($< 5 \mu\text{m}$) et si elles n'ont donc pas assez d'inertie.

1.2.5. Adhérence des particules sur le substrat

1.2.5.1. Le principe de construction

Suivant l'épaisseur du revêtement, ce procédé de projection peut être scindé en deux étapes : la projection de la première couche de particules sur le substrat et leur accumulation. Lors de la première étape, les particules interagissent avec le substrat et cette étape détermine la qualité de l'interface et son adhérence. Cette première étape de projection dépend des paramètres de la particule et du substrat (dureté, température, rugosité,...), mais aussi de l'état de surface du substrat, qui change avec le nombre d'impacts des particules.

Comme il a pu être observé expérimentalement, les particules commencent à adhérer au substrat après un certain temps. Les premiers impacts augmentent l'activité chimique de la surface, créant une concentration élevée de dislocations dans la couche superficielle. De plus, les premières particules vont modifier la rugosité du substrat et peuvent laisser à sa surface une certaine quantité de matériau, qui permettra de favoriser l'accroche des particules suivantes [129].

1.2.5.2. Le mécanisme d'adhérence

Lors de l'impact des particules sur le substrat au-delà du seuil de la vitesse critique, la vitesse de déformation est très importante (10^5 à 10^8 s^{-1}). Cette dernière engendre deux mécanismes se compensant : l'adoucissement thermique, associé à une augmentation plus ou moins locale de la température et permettant donc la diffusion et l'annihilation des dislocations, et l'écrasement du matériau, résultant d'une augmentation de la densité de dislocations, ce qui fait croître la résistance mécanique du matériau.

Pour le cold spray, l'instabilité de cisaillement adiabatique ou *Adiabatic Shear Instability* (ASI) est retenue comme étant le mécanisme dominant pour obtenir des liaisons entre les particules et le substrat ; le seuil de la vitesse critique est en fait expliqué par l'apparition du phénomène de cisaillement adiabatique, qui est exprimé par la relation suivante [7], [147] :

$$\frac{\chi^2}{at} = b \gg 1 \quad (1.1)$$

Cette dernière suggère que l'on se trouve dans des conditions adiabatiques uniquement si la dimension du système est considérablement plus importante que la distance de diffusivité thermique ($\sim \sqrt{at}$).

Or, en considérant que la dimension caractéristique du système est proche du diamètre des particules et que t se rapproche du rapport du diamètre des particules sur leur vitesse d'impact, on peut montrer que :

$$b \propto d_p v_p \quad (1.2)$$

Cela signifie que pour la même vitesse d'impact, une taille élevée de particules a tendance à favoriser une déformation adiabatique et vice-versa.

Cette apparition d'ASI est directement reliée à, d'un côté, l'augmentation brutale de la température et de la déformation et, d'un autre côté, la chute de la contrainte. Cette dernière est attribuée à la déformation plastique localisée et sévère (SPD – Severe Plastic Deformation) à l'interface de l'impact, que l'on peut voir sur les graphiques de la figure 1.10 [7].

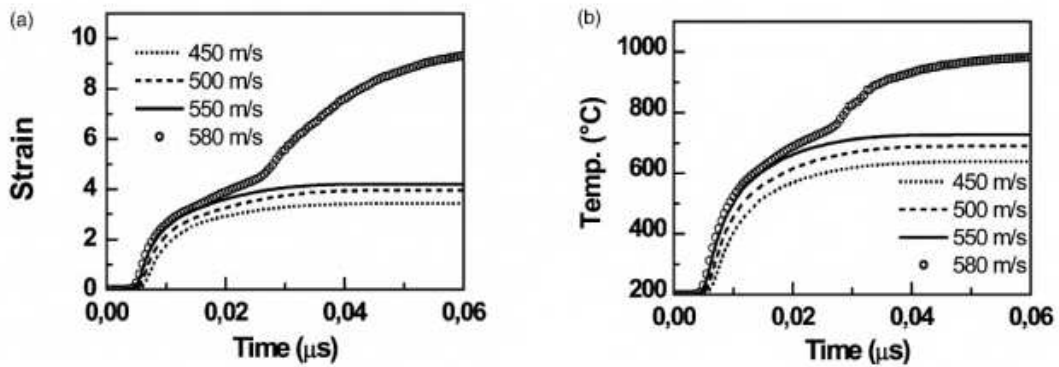


FIGURE 1.10. – Évolution de la déformation et de la température à l'interface en cold spray

Le phénomène d'ASI et les formes associées de bandes de cisaillement ont été considérés pour la première fois de façon détaillée par Wright [177, 178]. Pour comprendre plus facilement ce phénomène physique, on peut apprécier les courbes typiques de contrainte/déformation figure 1.11.

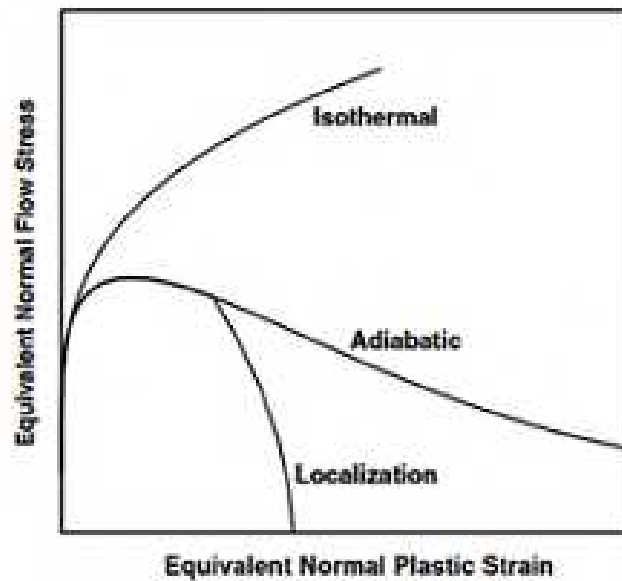


FIGURE 1.11. – Courbes caractéristiques de contrainte-déformation [65]

Pour un matériau écroui dans des conditions non-adiabatiques, la courbe de contrainte/déformation montre une augmentation monotone de la contrainte avec la déformation plastique (courbe "Isothermal" de la figure 1.11). Cependant, dans des conditions adiabatiques, l'énergie de déformation adiabatique est dissipée avec

l'augmentation de la température, ce qui provoque un adoucissement thermique du matériau. Par conséquent, le taux d'érouissage diminue et la contrainte atteint un maximum à partir duquel elle montre une décroissance monotone avec l'augmentation de la déformation plastique (courbe "Adiabatic" de la figure 1.11).

Dans un matériau idéal avec une distribution uniforme de la contrainte, de la déformation, de la température et de la microstructure du matériau, cet adoucissement pourrait continuer à augmenter [65]. Cependant, dans les matériaux réels, les fluctuations de contrainte, déformation, température ou microstructure et l'inhérente instabilité de l'adoucissement peuvent entraîner des flux plastiques localisés et non uniformes (figure 1.12). Dans de telles circonstances, le cisaillement et l'augmentation de la température (et donc l'adoucissement) deviennent très localisés, alors que la déformation et l'augmentation de la température dans les régions avoisinantes du matériau sont pratiquement nuls. Cela entraîne localement une chute de la contrainte (courbe "Localization" de la figure 1.11) [65].

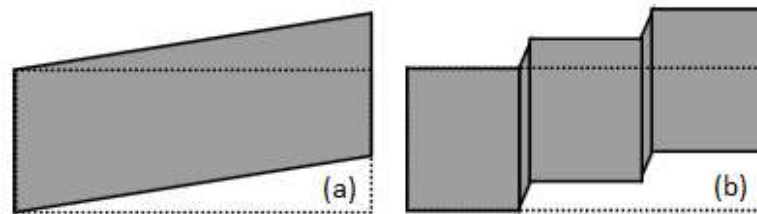


FIGURE 1.12. – Différences entre un cisaillement uniforme (a) et localisé (b) [65]

La pression de la particule lors de l'impact, additionnée à l'adoucissement local dû au cisaillement adiabatique, conduit à un jet de matière, que l'on peut voir sur les simulations effectuées par Schmidt *et al.* (figure 1.13).

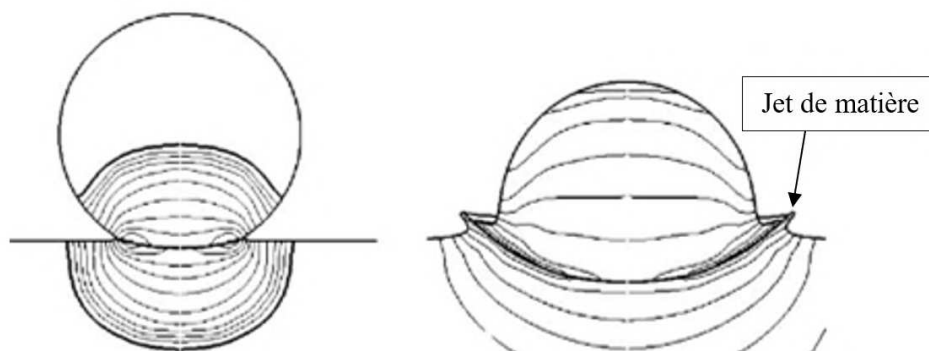


FIGURE 1.13. – Champ de pression au sein d'une particule à l'impact [147]

1.2.5.3. L'ancrage mécanique des particules

L'ancrage mécanique est défini comme une liaison physique entre deux matériaux en contact par la relation entre leurs états de surface caractéristiques. En cold spray, cet ancrage mécanique a été observé comme étant, dans certains cas, à l'origine d'une grande part de l'adhérence du revêtement [64, 76].

L'ASI et la déformation localisée jouent un rôle important dans la déformation liée à l'interaction entre le substrat et la particule. Cependant, le véritable mécanisme par lequel l'adoucissement thermique et l'échauffement adiabatique favorisent l'adhésion n'est pas encore clair [35, 76, 109]. Les simulations numériques d'impacts de particules en cold spray permettent d'obtenir des informations sur le comportement des matériaux endurent de forts taux de déformation, mais ne permettent pas d'obtenir des indications claires sur les conditions à partir desquelles les différents types de liaisons peuvent se former [58, 64, 76, 146].

Deux configurations ont été simulées par Grujicic *et al.* [64] ; une configuration où la poudre projetée est plus dure que le substrat illustrée sur la figure 1.14. Lors de l'impact d'une particule plus dure que le substrat, ce dernier subit une grande déformation et le jet de matière du substrat a pour effet d'entourer la particule projetée assurant donc un ancrage mécanique de cette dernière.

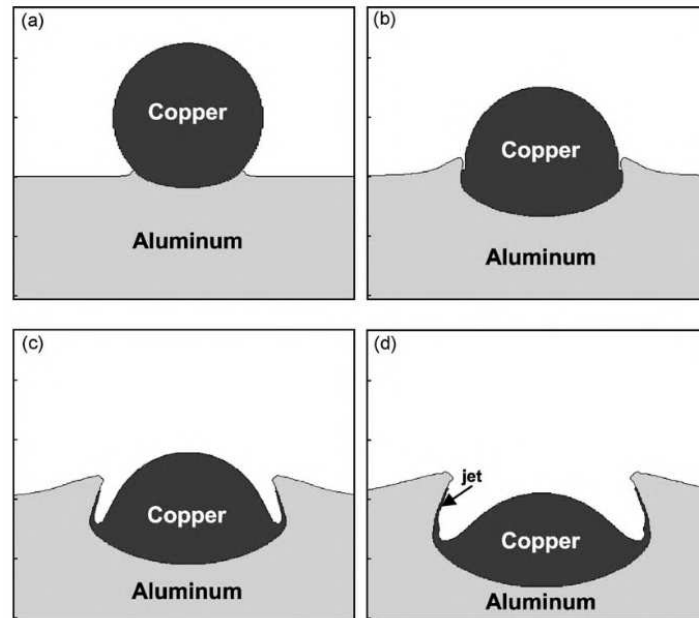


FIGURE 1.14. – Évolution d'une particule de cuivre de $20 \mu m$ projetée à $650 m \cdot s^{-1}$ sur un substrat en aluminium 5 ns (a), 20 ns (b), 35 ns (c) et 50 ns (d) après impact [64]

Dans la situation inverse, présentée en figure 1.15, c'est-à-dire, pour un substrat plus dur que les particules, ce dernier se déforme beaucoup moins. Cela rend donc l'ancrage mécanique moins efficace, même si – comme on peut le voir en figure 1.15 – cet ancrage est toujours présent. Pour tenter de rendre cet ancrage mécanique plus important, certaines études se sont tournées vers le sablage de la surface du substrat, afin de la rendre plus rugueuse [56, 76].

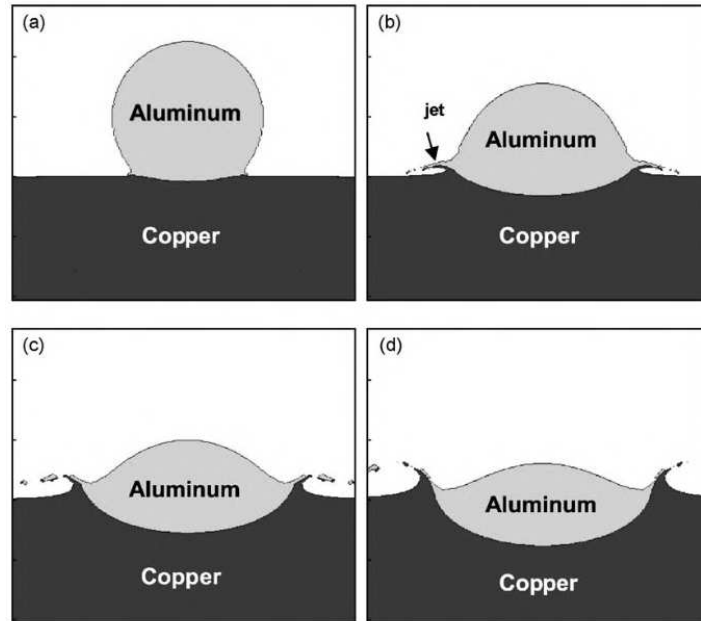


FIGURE 1.15. – Évolution d'une particule d'aluminium de $20 \mu m$ projetée à $650 m \cdot s^{-1}$ sur un substrat en cuivre 5 ns (a), 20 ns (b), 35 ns (c) et 50 ns (d) après impact [64]

1.2.5.4. L'instabilité de Kelvin-Helmholtz

Selon le type de matériau utilisé, la littérature montre que l'impact des particules pourrait engendrer la fusion locale de la matière due à l'ASI. Cela entraîne donc une interaction de type fluide/fluide entre le matériau projeté et le substrat, similaire au phénomène d'instabilité de Kelvin-Helmholtz : la différence de vitesse entre les deux fluides entraîne la formation de vortex, comme on peut le voir sur la figure 1.16 [186].

Ces tourbillons de matière observés expérimentalement [3, 38] peuvent améliorer la liaison entre le revêtement et le substrat de différentes façons. En effet, cela aura tendance à augmenter la surface de contact entre les deux matériaux, ce qui multiplie donc la proportion d'interactions physico-chimiques. De plus, cela permet une nouvelle fois un meilleur ancrage mécanique entre le revêtement et son substrat.

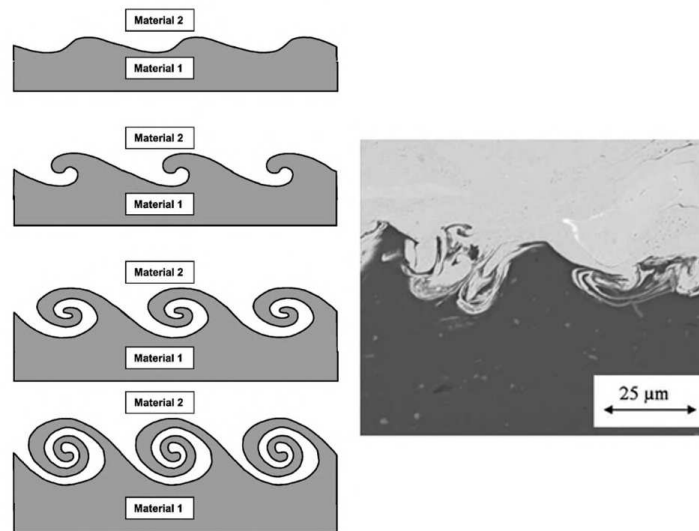


FIGURE 1.16. – Représentation schématique de la création de vortex lors de la projection (à gauche) et micrographie de l’interface aluminium cuivre (à droite) [186]

1.2.5.5. La liaison métallique

La création de liaisons métalliques est directement liée à l’apparition d’**ASI** et au jet de matière. En effet, lors d’une liaison métallique, les électrons de valence des atomes adjacents sont partagés. Créer une liaison métallique consiste théoriquement à rapprocher les surfaces pour que les atomes superficiels se trouvent à une distance de l’ordre de grandeur de leur propre réseau cristallin : les électrons de valence des deux matériaux franchissent alors les domaines d’influence de l’autre.

Pour cela, il faut que les surfaces soient activées pour enlever les éléments en surface pouvant perturber la liaison (comme par exemple un film d’oxyde superficiel), ce qui est permis grâce au jet de matière, qui va rendre possible un contact métal/métal entre le substrat et la particule (figure 1.17).

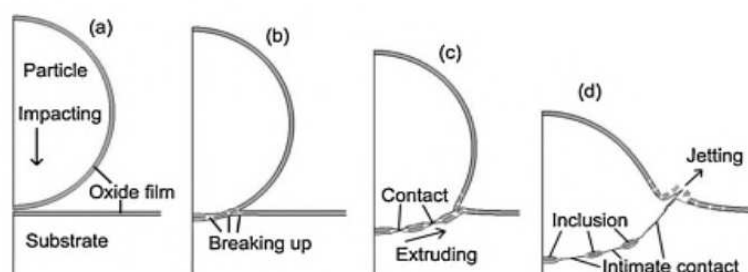


FIGURE 1.17. – Schéma de l’évolution du film d’oxyde lors de la projection [186]

Ce contact va potentiellement engendrer la création d'intermétalliques améliorant l'adhésion substrat/particules, ce qui a été fortement observé avec le couple aluminium/cuivre par exemple [76, 135].

1.2.5.6. Les forces de van der Waals

Des petites particules de diamètre moyen compris entre 0,1 et 1 μm et ayant une vitesse de 100 $m \cdot s^{-1}$ peuvent être déposées et adhérer avec succès à la surface impactée d'après Rollot *et al.* [143]. L'adhérence serait donc gouvernée par des forces électrodynamiques. Les forces électrodynamiques dites forces de van der Waals sont des interactions électriques d'attraction ou de répulsion de faible intensité qui agissent entre deux atomes ou molécules. Elles sont toujours présentes et dominantes en l'absence de forces électrostatiques, ce qui a lieu dans certains systèmes simples. Cependant, en cold spray, l'adhérence du revêtement excède considérablement le niveau des forces de van der Waals, ce qui explique qu'elles soient considérées, si présentes, comme ayant une faible influence sur l'adhésion des particules.

1.2.6. Avantages et inconvénients

Les particularités du cold spray, détaillées ci-avant, rendent ce procédé avantageux à plusieurs titres, mais engendrent également quelques inconvénients. La grande particularité du cold spray est de projeter les particules à des températures inférieures à leur température de fusion. Cela a pour effet d'éliminer ou de limiter certains problèmes liés aux méthodes traditionnelles de projection thermique.

- Cela va permettre la formation de revêtements denses.
- L'oxydation sera limitée selon les matériaux étudiés.
- Ce procédé va permettre d'éliminer les transformations de phases dues à la fusion et les porosités dues à la solidification du matériau.
- Par rapport aux autres procédés de projection thermique, le cold spray induit principalement des contraintes résiduelles en compression dans le revêtement [114, 138, 156], ce qui va avoir tendance à améliorer les propriétés en fatigue du matériau [36].

Malgré ces avantages, quelques inconvénients subsistent, et tout particulièrement la génération de contraintes résiduelles assez fortes au sein du revêtement (cf. section 1.3), mais aussi la consommation de gaz qui est importante et qui peut rendre le procédé assez onéreux.

En FA, ce procédé s'avère très prometteur. En effet, la température appliquée et

le temps de production extrêmement court – grâce à des vitesses de projection importantes – le rend extrêmement attractif. En outre, par rapport à la plupart des procédés de FA, le cold spray permet aussi de créer des pièces de dimensions non-limitées avec une large gamme de matériaux différents. C’est pourquoi la CSAM a été étudiée par de nombreuses équipes de recherche.

1.2.7. CSAM

La fabrication de pièces métalliques autoportées et la réparation de composants métalliques endommagés ont été réalisées avec succès par cold spray [74]. Ces développements apportent un nouveau regard par rapport aux procédés de fabrication additive conventionnels et étendent significativement les applications du cold spray. Ainsi, en FA, le cold spray a des avantages qui sont parfois uniques face aux procédés de fabrication basés sur la fusion, présentés précédemment.

Le CSAM a un potentiel particulièrement important pour la création de pièces axisymétriques (figure 1.18), car cette production ne nécessite pas une grande maîtrise en robotique. Il permet aussi la production de pièces semi-finies proches de leur forme finale ou de structures à géométrie complexe avec l’aide de moules ou de masques bien conçus (figure 1.19).

Des composants plus complexes peuvent être fabriqués (figure 1.20) en définissant précisément la trajectoire du pistolet. Mais, pour cela, il est nécessaire de maîtriser la conception et la fabrication assistée par ordinateur ainsi que la programmation robot, pour les différents matériaux projetés. En fonction, entre autres, de la vitesse d’éclairement, de la trajectoire du robot ou de l’orientation du pistolet, l’empilement des différentes couches sera différent. Ainsi, Chen *et al.* [40] par exemple, ont étudié l’effet de ces différents paramètres sur l’épaisseur du substrat, afin de maîtriser cet empilement et de créer par la suite des pièces plus complexes.



FIGURE 1.18. – Pièces axisymétriques contenant des dépôts en cold spray [115]

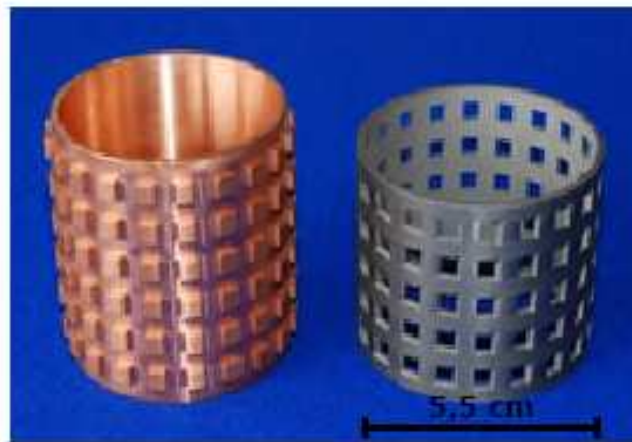


FIGURE 1.19. – Coque en tantale (à droite) fabriquée par CSAM au CEA Le Ripault sur un support de projection en cuivre (à gauche)



FIGURE 1.20. – Photographies de composants à géométrie complexe fabriqués par CSAM [35, 37, 81]

Cependant, le CSAM présente aussi quelques désavantages, parmi lesquels la nécessité de projeter les pièces voulues sur un substrat. Les matériaux conçus avec ce procédé se composent ainsi de deux parties. Cette structure unique pourra être favorable à certaines applications nécessitant de créer une structure sur un matériau non soudable, cependant, dans la plupart des autres cas, le substrat doit être retiré. Le fait de devoir retirer cette partie a pour conséquence d'augmenter le temps et le coût de la fabrication des pièces. En outre, comme l'état de surface final des objets conçus présente une rugosité élevée après projection, un ré-usinage est nécessaire pour la finalisation des pièces réalisées par cold spray, comme pour tout autre procédé de FA. Enfin, selon les matériaux projetés, les dépôts contiennent des contraintes résiduelles plus ou moins importantes, qui doivent être maîtrisées.

1.3. Les contraintes résiduelles

Lors de l'élaboration d'une pièce revêtue par cold spray, des contraintes résiduelles sont induites au sein du matériau. Or, ces dernières jouent un rôle critique par rapport à l'intégrité structurale des matériaux en termes de performance, de résistance, de fatigue et de stabilité.

1.3.1. Différentes origines

Avant la projection du matériau sur le substrat, ce dernier est couramment sablé afin d'améliorer l'accroche du dépôt [116]. Or, lors de cette opération, un gradient de contraintes résiduelles apparaît au sein du substrat, engendré par la forte compression induite en surface [95]. Ces contraintes vont potentiellement entraîner une courbure du substrat si celui-ci n'est pas assez épais. Or, en plus de ces dernières, de nouvelles contraintes peuvent se révéler en cours de projection, que ce soit au sein du substrat, mais aussi au sein du revêtement.

Afin de mener à bien les calculs mécaniques des contraintes, les hypothèses classiques suivantes sont généralement utilisées. Les matériaux sont considérés homogènes, isotropes et parfaitement élastiques, et les contacts interfaciaux et inter-lamellaires sont considérés parfaits.

1.3.1.1. Contraintes de grenailage

En cold spray, tout particulièrement, les contraintes résiduelles au sein d'un échantillon peuvent être notamment dues au martelage des particules sur la surface du substrat et entre elles. Contrairement à d'autres procédés de projection, le cold spray se fait à très haute vitesse. Ainsi l'énergie cinétique des particules à l'impact est très élevée. Cela a pour effet d'entraîner l'apparition d'une contrainte en compression au sein du dépôt formé. Cette dernière est introduite par la déformation plastique des particules lors de l'impact et est appelée contrainte de grenailage [83, 114, 138, 156].

1.3.1.2. Contraintes de gradient de température

Les flux thermiques se manifestant au niveau du revêtement ou du substrat peuvent engendrer de forts gradients de température lors des projections en cold spray. Ces gradients de température sont plus élevés pour des matériaux ayant une faible conductivité thermique ($\kappa_c < 30 \text{ W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) [55]. Ces gradients thermiques vont provoquer une dilatation différentielle du matériau selon la profondeur et donc modifier l'équilibre mécanique local. Ainsi, des contraintes mécaniques vont apparaître dans le matériau en cours de projection ; cependant dès la dissipation du gradient thermique, celles-ci vont disparaître à condition qu'elles n'aient pas dépassé la limite élastique du matériau sollicité [14].

Cependant, en cold spray, les gradients thermiques engendrés par la différence de température entre les particules et le substrat à l'impact, par la modification de température lors de la déformation plastique des particules et par le transfert thermique entre le gaz porteur et le substrat, peuvent induire des contraintes résiduelles se rapprochant de contraintes de trempe [165].

1.3.1.3. Contraintes de trempe

En projection plasma par exemple, lorsque la particule en fusion frappe le substrat, elle s'étale et se solidifie rapidement. Une fois solidifiée, elle se refroidit jusqu'à atteindre la température du substrat. Ainsi, elle est soumise à une trempe rapide alors que sa contraction est restreinte par sa solidification sur le substrat. Cela entraîne de ce fait une contrainte en traction au sein du revêtement [14].

Or, en cold spray, le procédé pourrait entraîner une fusion locale au sein des particules dans certaines conditions. Cela engendrerait donc l'apparition de contraintes de trempe lors de la projection.

La valeur théorique de la contrainte de trempe pour un **splat** est donnée – en considérant un étalement parfait du **splat** sur le substrat – par la relation suivante [55, 154] :

$$\sigma_q \approx E_d' \cdot \alpha_d \cdot (T_p - T_s) \quad (1.3)$$

Or, avec un étalement parfait du **splat** sur le substrat, la valeur réelle de contrainte de trempe est souvent bien moins importante que celle calculée théoriquement. Cela est dû aux nombreux phénomènes de relaxation pouvant survenir lors de la projection, tels que la fissuration pour un matériau plutôt fragile de type céramique ou bien l'écoulement plastique et le fluage pour un matériau métallique. Ces phénomènes ne sont pas pris en compte dans le calcul classique de la contrainte de trempe. Ainsi, la valeur théorique représente plutôt la contrainte de trempe maximale lors de l'impact.

1.3.1.4. Contraintes thermiques dues à la différence des coefficients de dilatation

Lors du refroidissement du dépôt, étant donné que les coefficients de dilatation thermique du revêtement et du substrat sont généralement différents, leur retrait thermique diffère. La liaison des deux matériaux à l'interface, ainsi que leur contraction différente au moment du refroidissement vont entraîner une augmentation des contraintes.

Ces dernières peuvent être, selon les cas, en traction ou en compression, comme on peut le voir figure 1.21 :

- Si $\alpha_d < \alpha_s$, le refroidissement génère une contrainte en traction dans le dépôt et une contrainte de compression dans le substrat.
- Inversement, si $\alpha_d > \alpha_s$ cela génère une contrainte en compression dans le dépôt et une contrainte de traction dans le substrat [55, 161].

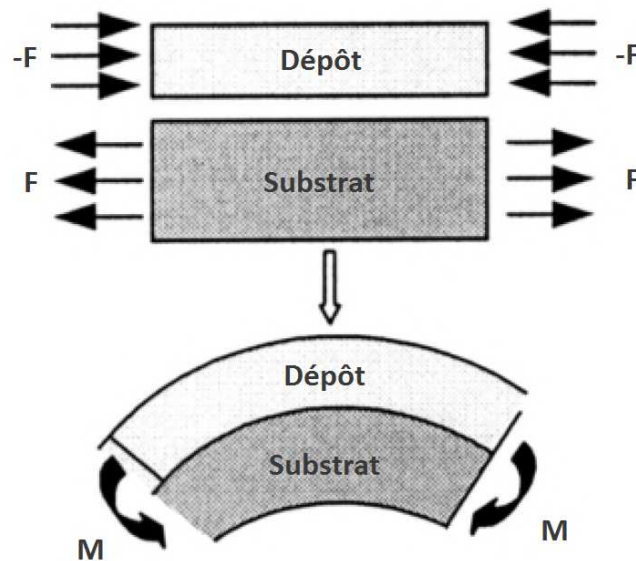


FIGURE 1.21. – Schéma de la courbure d'un dépôt en compression et de son substrat en tension, due à la différence de leur coefficient de dilatation [161]

La contrainte thermique théorique peut être calculée avec l'équation suivante. Elle provient d'une approche par la méthode de Crank-Nicholson nécessitant l'utilisation de l'hypothèse supplémentaire d'un dépôt solide homogène sans gradient de température interne [73, 161].

$$\sigma_d = \frac{E_d \cdot (\alpha_s - \alpha_d) \cdot (T_s - T_{RT})}{1 + \frac{2E_d h_d}{E_s h_s}} \quad (1.4)$$

Au lieu d'utiliser les modules de Young du revêtement et du substrat, pour plus de précision, il est recommandé d'utiliser les modules effectifs des matériaux, de formule :

$$E' = \frac{E}{1 - \nu} \quad (1.5)$$

Cela donne alors :

$$\sigma_d = \frac{E_d \cdot (\alpha_s - \alpha_d) \cdot (T_s - T_{RT})}{(1 - \nu_d) + \frac{2E_d h_d}{E_s h_s} (1 - \nu_s)} \quad (1.6)$$

Dans le cas particulier où le revêtement est très fin par rapport au substrat, c'est-à-dire $h_d \ll h_s$, l'équation se simplifie [55] :

$$\sigma_d = \frac{E_d \cdot (\alpha_s - \alpha_d) \cdot (T_s - T_{RT})}{(1 - \nu_d)} \quad (1.7)$$

1.3.1.5. Courbure du substrat

Les contraintes résiduelles ont pour effet de courber le substrat et son dépôt. Ainsi, différentes relations permettent de retrouver les contraintes résiduelles globales au sein du matériau en fonction de leur courbure. La courbure étant par définition l'inverse du rayon de courbure, elle peut être approximée à partir de la flèche par la relation suivante [121] :

$$K = \frac{1}{R} \approx \frac{8\Delta y}{l^2} \quad (1.8)$$

Pour effectuer ce calcul, certaines approximations sont faites [17] :

- Les contraintes résiduelles sont constantes dans l'épaisseur du dépôt.
- La déformation de l'échantillon se fait dans une seule direction : sa largeur est considérée comme faible par rapport à sa longueur.
- Les matériaux sont homogènes, isotropes et élastiques.

Une des premières relations permettant de relier les contraintes résiduelles à la courbure de l'échantillon a été trouvée par Stoney *et al.* [155].

$$\sigma = \frac{E_s h_s^2}{6h_d} \Delta K \quad (1.9)$$

Néanmoins, cette formule n'est valable que pour des dépôts pour lesquels le rapport entre épaisseur de projection et épaisseur du substrat est inférieur à 5 % et si les modules de Young des deux matériaux sont du même ordre de grandeur.

Pour des dépôts plus épais, pouvant atteindre la moitié de l'épaisseur du substrat, on peut utiliser la formule ci-après, proposée par Benner et Senderoff [30].

$$\sigma = \frac{E_s h_s (h_s + \alpha_Y \frac{5}{4} h_d)}{6h_d} \Delta K \quad (1.10)$$

De plus, si l'hypothèse de la faible largeur de l'échantillon par rapport à sa longueur n'est pas respectée, on peut modifier la formule de Brenner et Senderoff en remplaçant les modules de Young par les modules de Young effectifs pour prendre en compte l'état de contrainte biaxial.

Enfin, une relation plus générale a été proposée par Benabdi *et al.* [17], qui est applicable à tous les dépôts et qui est telle que :

$$\sigma = \frac{E_s h_s^2}{6h_d} \frac{\Delta K}{1 + \alpha_Y \beta_e} \left[1 + \beta_e (4\alpha_Y - 1) + \beta_e^2 \left[\alpha_Y^2 (\beta_e - 1) + 4\alpha_Y + \frac{(1 - \alpha_Y)^2}{1 + \beta_e} \right] \right] \quad (1.11)$$

Plus récemment, Clyne et Gill [47] ont proposé une relation permettant de prévoir la courbure en fonction de la déformation relative à partir de la théorie des poutres.

$$K = \frac{6E_d E_s (h_d + h_s) h_d h_s \Delta \varepsilon}{E_d^2 h_d^4 + 4E_d E_s h_d^3 h_s + 6E_d E_s h_d^2 h_s^2 + 4E_d E_s h_d h_s^3 + E_s^2 h_s^4} \quad (1.12)$$

Pour un rapport de l'épaisseur du dépôt sur l'épaisseur du substrat donné, la courbure de l'échantillon est inversement proportionnelle à l'épaisseur du substrat. Ainsi, des substrats suffisamment fins sont essentiels afin d'obtenir des courbures assez importantes pour générer des mesures précises avec cette méthode.

Il existe de nombreux autres modèles dans la littérature, utilisables pour quantifier les contraintes résiduelles présentes dans les échantillons. Cependant, dans cette thèse où l'objectif recherché est de réduire au maximum les contraintes, sans nécessairement en avoir une quantification, il a été décidé d'étudier directement la courbure au cours de l'optimisation.

1.3.1.6. Contraintes de transformation de phases

Une transformation de phase est une modification de la phase métallurgique présente dans un alliage (par exemple, une transformation d'austénite en martensite dans un acier). Or, des contraintes résiduelles peuvent apparaître, du fait d'une différence de volume entre les phases initiales et finales.

Par exemple, lorsque la transformation de phase se produit au cours d'un refroidissement, les portions extérieures de l'échantillon vont refroidir en premier. Si les phases avant et après refroidissement n'ont pas le même volume, c'est la portion externe du matériau qui va changer de phase et donc de volume en premier. Or, lorsque la partie interne de l'échantillon se refroidit, elle aussi va changer de volume. Cependant, cette contraction (ou dilatation suivant les cas) sera contrainte par la couche externe préalablement refroidie [19, 163]. Ainsi, lorsque le volume occupé par

la nouvelle phase est plus important que celui de l'initiale, la surface du matériau est en tension, alors que la partie interne est en compression et inversement. En outre, si la transformation de phase ne se fait pas uniformément dans tout le matériau, des contraintes résiduelles vont aussi être générées entre les parties transformées et non transformées de l'échantillon.

1.3.2. État de l'art des contraintes résiduelles en cold spray

Grâce à l'analyse de la courbure, ainsi qu'à d'autres méthodes telles que la diffraction de neutrons ou la méthode du trou incrémental, des analyses de contraintes ont été rapportées dans la littérature pour des revêtements produits par cold spray [23, 24, 43, 106, 138, 151, 156].

La forte énergie cinétique des particules et leur déformation plastique élevée à l'impact, induisent de fortes contraintes résiduelles en compression dues au martelage de ces particules sur le substrat et sur les couches précédemment déposées. En effet, la déformation plastique, plus élevée pour les particules de cuivre, entraîne de plus fortes contraintes en compression au sein du dépôt que des particules d'aluminium (figure 1.22).

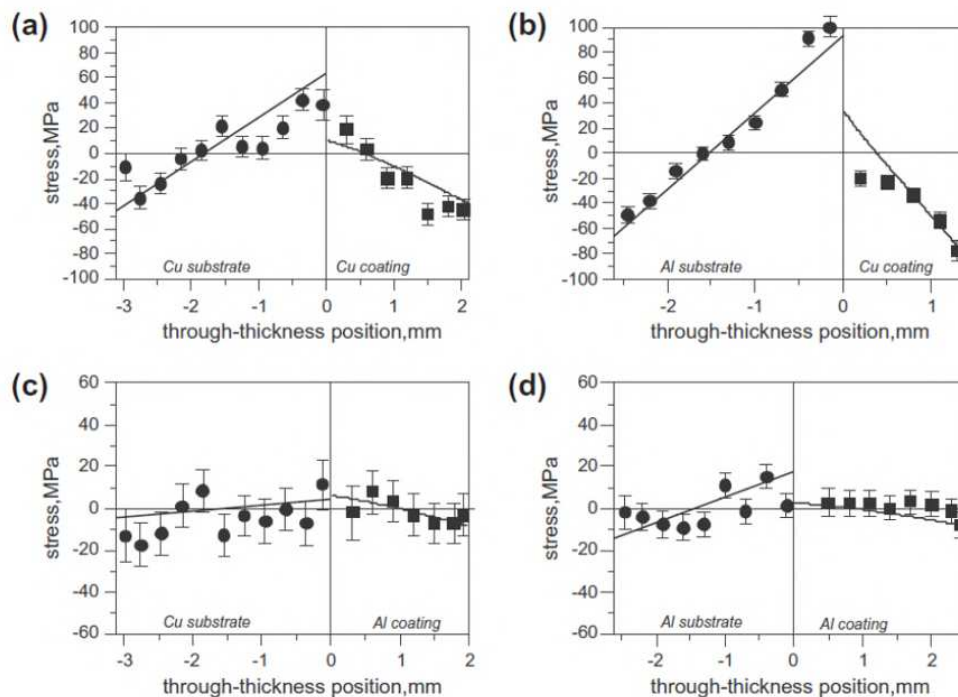


FIGURE 1.22. – Mesures des contraintes résiduelles dans l'épaisseur de différents dépôts et substrats respectivement en (a) cuivre/cuivre, en (b) cuivre/aluminium, en (c) aluminium/cuivre et en (d) aluminium/aluminium [106]

En 2013, Suhonen *et al.* [156] ont employé une technique basée sur la courbure de l'échantillon, permettant de mesurer pour la première fois l'évolution des contraintes résiduelles en cold spray en cours de projection et pendant le refroidissement avec trois matériaux : le cuivre, l'aluminium et le titane. Les contraintes résiduelles en cours de projection pouvaient être soit en compression, soit en tension (figure 1.23).

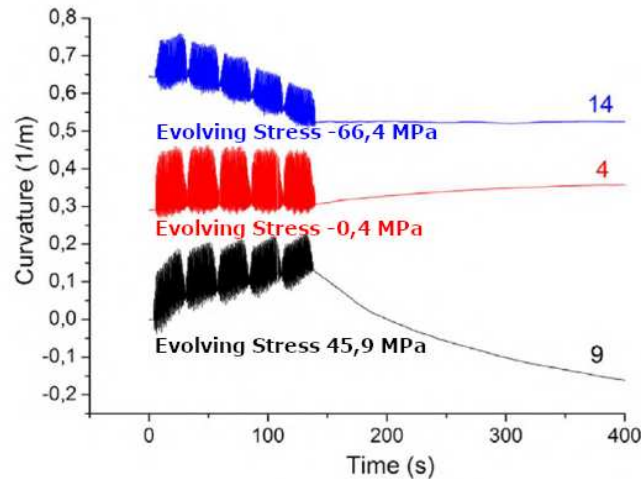


FIGURE 1.23. – Mesure de la courbure d'une éprouvette en cours de projection pour du cuivre(14), de l'aluminium (4) et du titane (9) [156]

Ainsi, le titane, avec sa densité assez faible ($4,5 \text{ g} \cdot \text{cm}^{-3}$), son faible coefficient de dilatation thermique ($8,6 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), mais une température de projection relativement élevée, présente des contraintes résiduelles en tension lors de la projection. Cette observation – faite aussi par Boruah *et al.* par la suite en étudiant le Ti-6Al-4V [24] – implique que des contraintes d'origine thermique apparaissent en cours de projection en cold spray, malgré des températures de projection relativement basses par rapport aux autres procédés de projection thermique.

1.4. Les alliages de titane et le Ti-6Al-4V

1.4.1. Différents types d'alliages de titane

1.4.1.1. Cristallographie du titane

Le titane et ses alliages sont principalement constitués de deux phases allotropiques, la phase α avec une structure cristallographique hexagonale compacte HC représentée à gauche de la figure 1.24 et la phase β avec une structure cubique centrée CC à droite de la même figure.

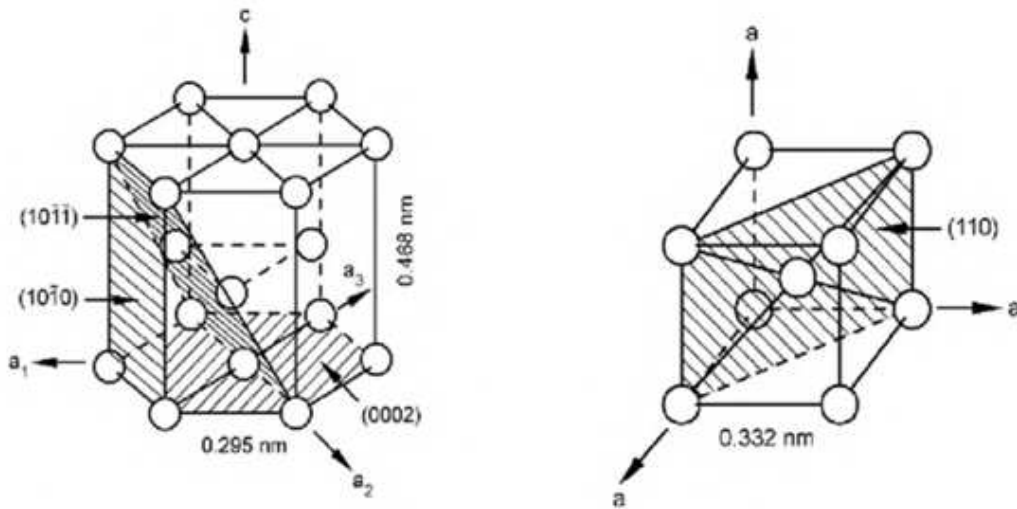


FIGURE 1.24. – Les phases allotropiques α (à gauche) et β (à droite) du titane [103]

La stabilité des deux phases cristallines du titane dépend de la température. Pour du titane pur, à température ambiante et jusqu'à 882 ± 2 °C, la phase α est stable, alors qu'à des températures supérieures, la stabilité de la phase β prévaut. Les paramètres de maille de la phase α à température ambiante sont $a = 0,295$ nm et $c = 0,468$ nm et la phase β a pour paramètre $a = 0,332$ nm à 900 °C [104].

La température à laquelle la phase α se transforme en phase β est appelée température de transus β . En ajoutant des éléments d'alliage, on peut modifier la température de transus β et permettre la coexistence des deux phases à température ambiante. Les microstructures résultantes permettent l'obtention de propriétés mécaniques remarquables.

1.4.1.2. Effet des éléments d'alliage

Les éléments d'alliages sont séparés en trois groupes principaux en fonction de leur effet de stabilisation [51, 62, 103, 132] (figure 1.25) :

- Les éléments neutres, qui se dissolvent préférentiellement dans la phase α sans modifier la température de transus β et qui entraînent le durcissement en solution solide – tels que l'étain ou le zirconium.
- Les éléments alphagènes, qui se dissolvent aussi préférentiellement dans la phase α et qui permettent sa stabilisation tout en élevant la température de transus β – tels que l'aluminium ou l'oxygène.

- Les éléments bêtagènes, qui se dissolvent préférentiellement dans la phase β et permettent sa stabilisation tout en abaissant la température de transus β . On peut diviser cette catégorie en deux sous-catégories ; les éléments bêta isomorphes, qui sont en solution solide – tels que le molybdène et le vanadium – et les éléments bêta eutectoïdes pouvant entraîner la création de composés eutectoïdes – tels que le fer ou le manganèse.

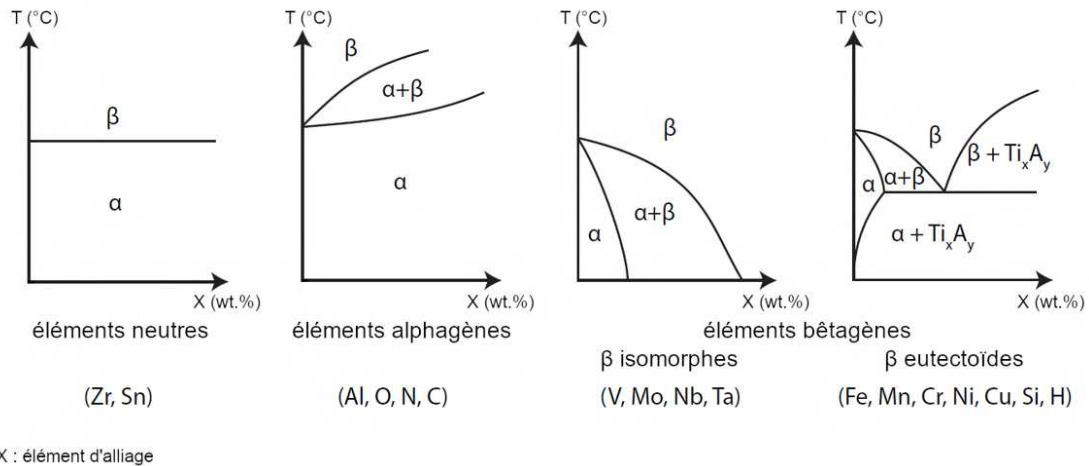


FIGURE 1.25. – Représentation schématique des effets des éléments d’alliages sur les diagrammes de phase des alliages de titane

Ainsi, en fonction des éléments d’alliage ajoutés, des alliages de différents types sont obtenus : α , $\alpha + \beta$, β métastable ou β . C’est la stabilisation de certaines phases à température ambiante qui détermine ces différentes catégories (figure 1.26). Par exemple, le domaine des alliages $\alpha + \beta$ est conditionné par une concentration en éléments bêtagènes (trop élevée pour former 100 % de phase α à température ambiante) entraînant la formation de la phase martensitique α' après trempe du domaine β .

Les alliages $\alpha + \beta$ – qui nous intéressent ici – contiennent des éléments α -gènes et β -gènes. Les caractéristiques microstructurales de ces alliages sont gouvernées par des traitements thermomécaniques, ce qui permet d’ajuster les propriétés mécaniques [103]. De manière générale, ils ont une bonne aptitude au forgeage, une résistance élevée à température ambiante et modérée à haute température, cependant ils ont une mauvaise résistance au fluage à haute température, ainsi qu’une soudabilité réduite [190].

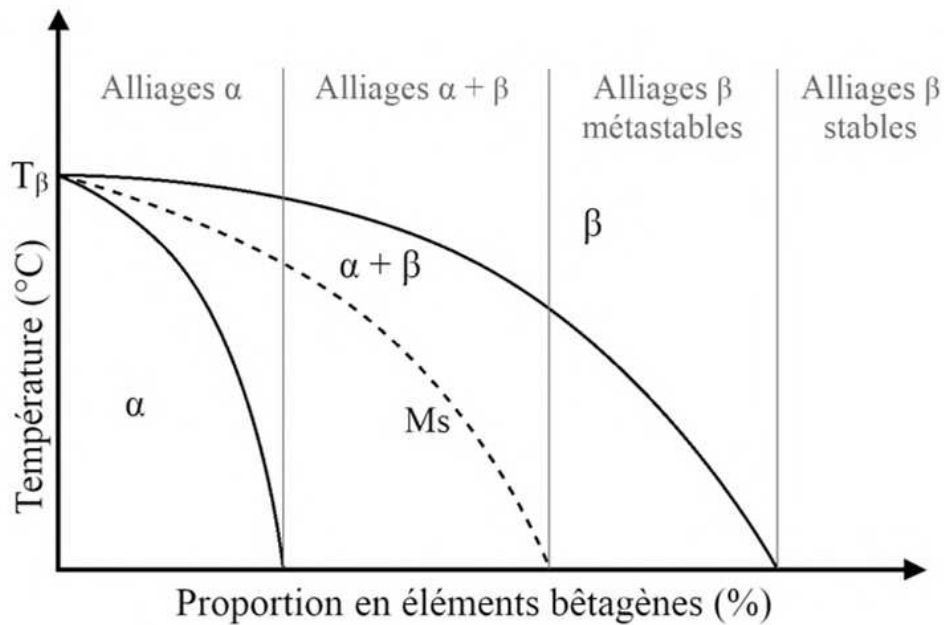


FIGURE 1.26. – Pseudo-diagramme binaire en fonction de la proportion en éléments bêtagènes isomorphes

1.4.1.3. Ti-6Al-4V

L'alliage de titane Ti-6Al-4V, dont la composition nominale est résumée dans le tableau 1.1, est l'alliage de titane le plus utilisé à ce jour [132].

Éléments d'alliage	Ti	Al	V	C	Fe	O	N
Pourcentage massique	Base	5,5–6,75	3,5–4,5	<0,08	<0,30	<0,20	<0,07

TABLE 1.1. – Composition chimique du Ti-6Al-4V

Le Ti-6Al-4V est un alliage dans lequel l'aluminium durcit la phase α et accroît la valeur du rapport $\frac{\epsilon}{a}$ lorsqu'il se trouve en solution solide, ce qui facilite le glissement basal, d'après la théorie de Peierls-Nabarro [122]. D'après Sakai *et al.* [144], l'accroissement de la teneur en aluminium augmenterait la cission critique de glissement le long des systèmes prismatiques. Une influence plus modérée a été observée par Williams *et al.* [172] sur les autres modes de déformation. Ainsi, la résistance mécanique et les propriétés en fluage sont améliorées, mais la ductilité de l'alliage est diminuée. Le taux d'aluminium présent dans le Ti-6Al-4V est limité

souvent à 6 % massiques, car au-delà de cette teneur, pour des températures inférieures à 500 °C, la phase intermétallique Ti_3Al (α_2) précipite, comme on peut le voir figure 1.27. Or, il s'agit d'une phase connue pour être fragilisante [132].

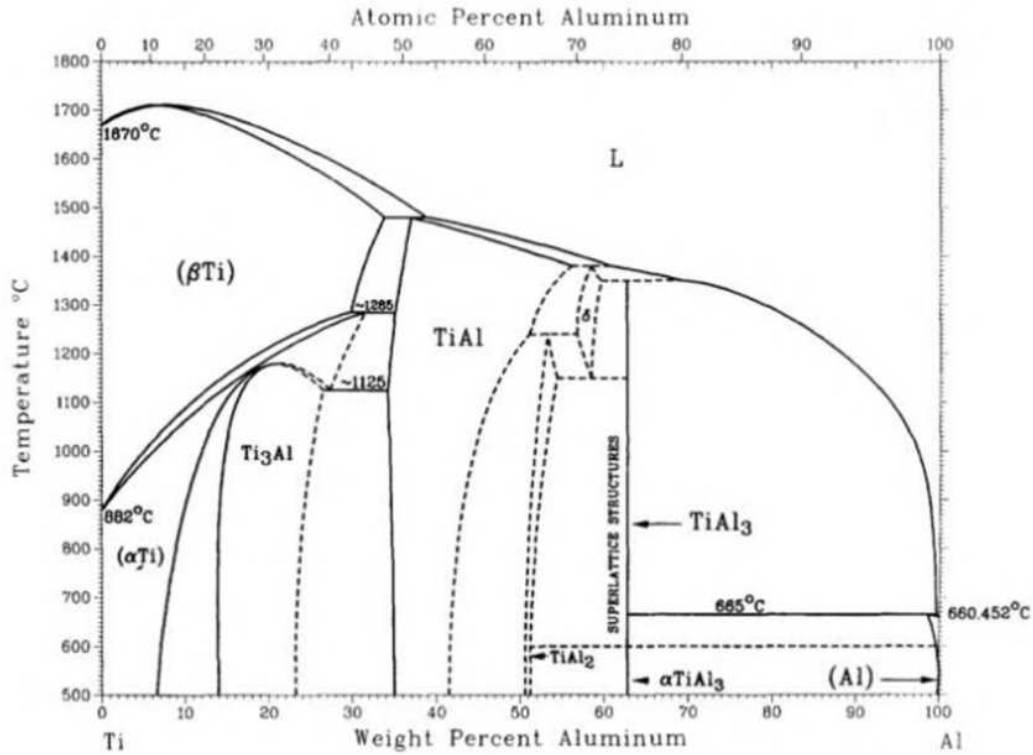


FIGURE 1.27. – Diagramme de phase Ti-Al [49]

Le vanadium, quant à lui, est fortement soluble dans la phase β et possède une solubilité limitée dans la phase α . Cependant, en solution solide dans la phase α , il entraîne une réduction du rapport $\frac{c}{a}$, ce qui contrebalance l'effet de l'aluminium et facilite le glissement prismatique d'après la théorie de Peierls-Nabarro. Lutjering *et al.* [102] ont de plus montré que le vanadium, comme l'aluminium, est un élément durcissant.

Concernant le carbone, l'azote ou l'oxygène, on les trouve en insertion dans la phase α , ce qui selon Holmberg *et al.* [72] induit donc une déformation de la maille selon l'axe c principalement, comme on peut le voir en figure 1.28. Ces éléments sont présents en proportion limitée dans l'alliage (tableau 1.1), car malgré un effet de durcissement, ils peuvent avoir des effets indésirables sur ses propriétés. Par exemple, pour une teneur en oxygène élevée, la solubilité de l'aluminium dans la phase α est limitée, ce qui favorise donc l'apparition de la phase fragilisante α_2 [98].

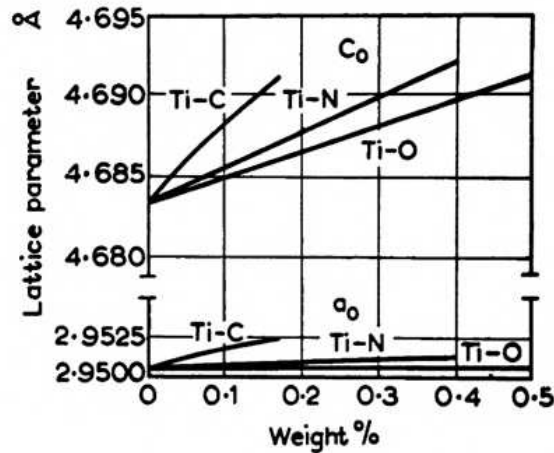


FIGURE 1.28. – Effets de l’oxygène, de l’azote et du carbone sur les paramètres de maille du titane [78]

1.4.2. Microstructures du Ti-6Al-4V

1.4.2.1. Différentes phases présentes

Dans l’alliage Ti-6Al-4V, plusieurs phases, que l’on va détailler dans les paragraphes suivants, peuvent coexister.

La phase α , présentée précédemment, est HC et ses paramètres de maille à température ambiante sont les suivants : $a = 0,292$ nm et $c = 0,467$ nm [110]. La température de transus β est d’environ 990 °C, mais celle-ci varie selon le taux d’éléments en insertion et la vitesse de chauffe ou de refroidissement choisie pour atteindre cette température [77]. À l’équilibre thermodynamique et à température ambiante, la proportion de phase β est d’environ 12 vol.% d’après Elmer *et al.* [53].

La phase α' a la même composition chimique que la phase β au delà du transus, car elle se forme hors équilibre sans diffusion à partir de cette phase. Sa structure est HC, dont les paramètres de maille sont très proches de ceux de la phase α : le paramètre les différenciant est la longueur de maille c qui est plus faible pour la phase α' [110]. Par conséquent, elles peuvent être très difficiles à différencier même avec des techniques telles que la diffraction des rayons X. La phase α' a une microstructure aciculaire, c’est-à-dire qu’elle est constituée d’aiguilles enchevêtrées.

La phase α'' est orthorhombique et a pour paramètres de maille $a = 0,303$ nm, $b = 0,492$ nm et $c = 0,466$ nm. Il s’agit d’une phase martensitique, comme la phase α' , formée par une transformation sans diffusion de la phase β . On l’observe principalement pour des alliages plus riches en éléments bêtagènes, qui vont conduire à une distorsion de la maille [149]. Même si sa présence est rarement rapportée

dans l'alliage Ti-6Al-4V, elle peut apparaître, d'après Lee *et al.* [90], après une trempe à l'eau à la suite d'une mise en solution à 800 °C. Sur la figure 1.29, on peut voir la phase α'' observée dans un alliage Ti-7,5 Mo à l'aide d'un **Microscope Électronique en Transmission (MET)**.

Enfin, la phase ω , mise en exergue par Silcock *et al.* [148], a une structure hexagonale de paramètre $a = 0,282$ nm et $c = 0,460$ nm. Elle est indiquée par les flèches vertes sur la micrographie de la figure 1.30. Sa précipitation dans le Ti-6Al-4V est limitée par la présence d'éléments alphasgènes (aluminium et oxygène) dans la phase β [172], mais elle peut cependant se produire si la phase β est très riche en vanadium (supérieure à 15 %). Fan *et al.* [54] ont rapporté la présence de cette phase après un vieillissement entre 200 et 350 °C ou lors de vieillissements à température ambiante pour les matériaux solidifiés rapidement.

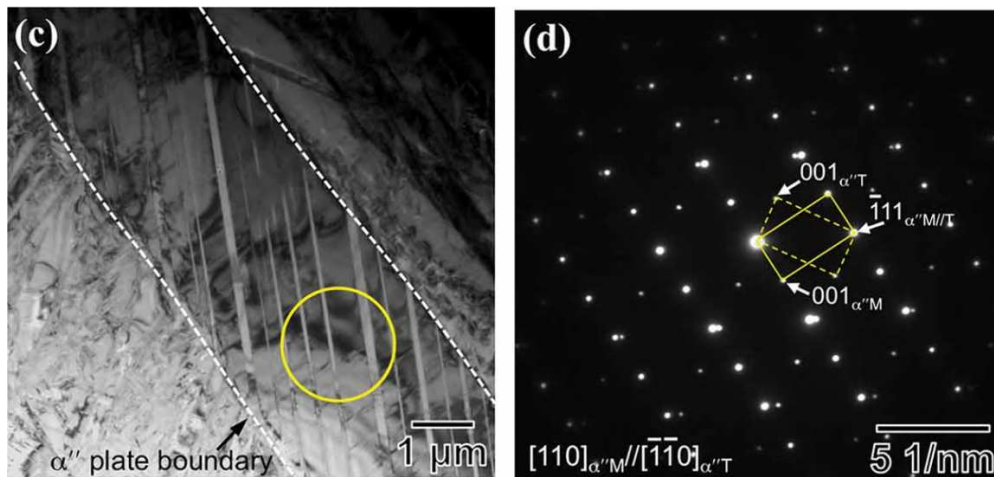


FIGURE 1.29. – Micrographies MET de la phase α'' [80]

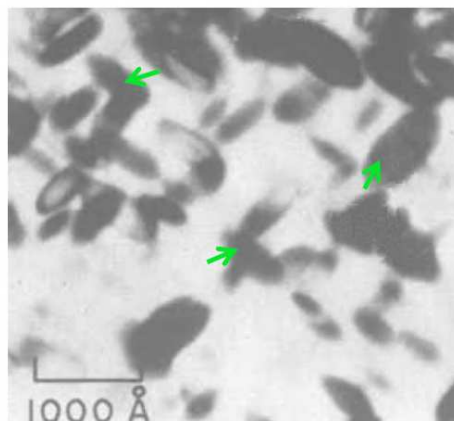


FIGURE 1.30. – Phase ω du Ti-35%Nb [26]

1.4.2.2. Traitements thermomécaniques

Ces phases présentées ci-dessus peuvent être arrangées dans le Ti-6Al-4V sous plusieurs formes qui peuvent être obtenues à travers différents traitements thermomécaniques. En principe, les procédés thermomécaniques généralement utilisés pour atteindre la microstructure désirée comprennent 4 étapes : l'homogénéisation, la déformation, la recristallisation et le revenu [103].

Il existe trois grands types de microstructures dans les alliages de titane $\alpha + \beta$: lamellaire, équiaxe et bimodale. Pour obtenir ces différentes microstructures, les étapes de déformation et de recristallisation sont à considérer.

La microstructure lamellaire est obtenue si la recristallisation est effectuée dans le domaine β (3ème étape de la figure 1.31-a), ou plus généralement, après une mise en solution dans le domaine β .

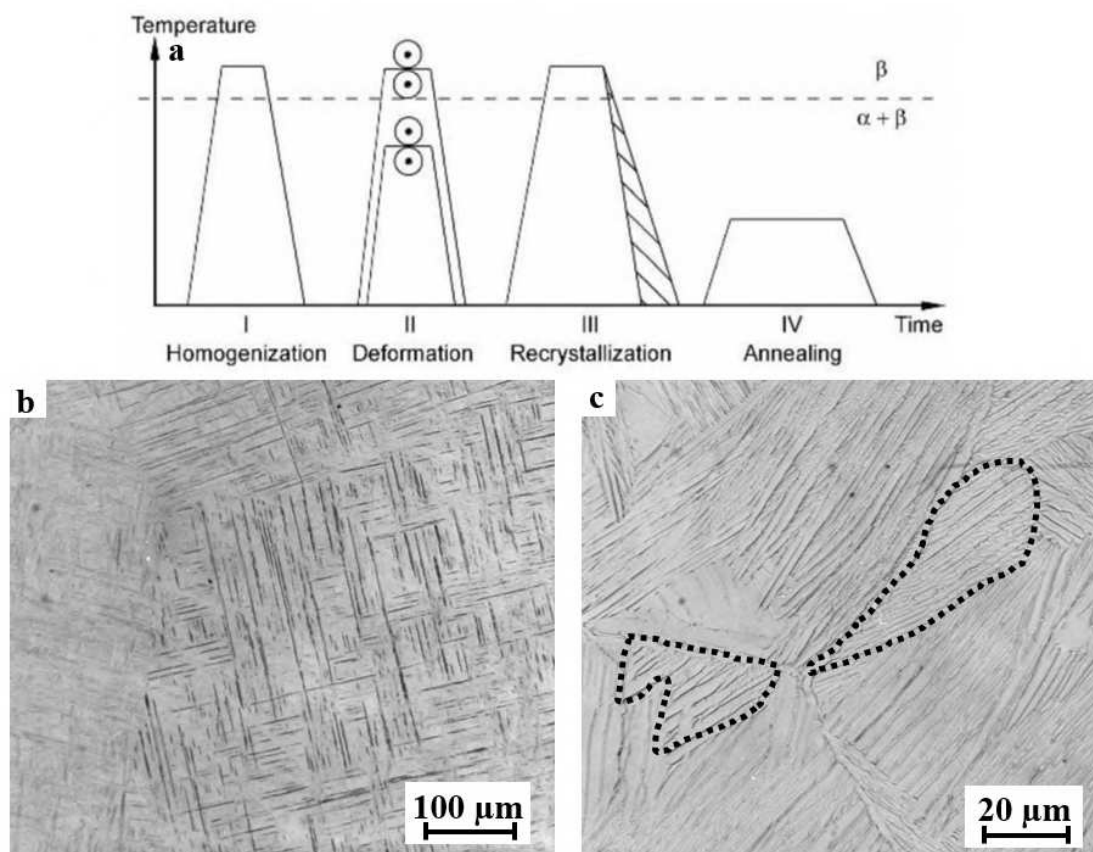


FIGURE 1.31. – Représentation schématique d'un traitement thermomécanique permettant d'obtenir une microstructure lamellaire (a) [103] et des micrographies avec une vitesse de refroidissement de 30000 °C/min (b) et de 90 °C/min (c) [1]

Selon la vitesse de refroidissement, la phase α se forme par transformation martensitique ou par un mécanisme contrôlé par la diffusion, dit de Widmanstätten [103]. La transformation martensitique induit la formation de lamelles enchevêtrées de phase α' (figure 1.31), alors que pour le mécanisme de Widmanstätten, on obtient une germination des lamelles α le plus souvent à l'interface entre les joints de grain α et la matrice β (figure 1.32), ce qui donne lieu à la formation de colonies lamellaires dans lesquelles les lamelles sont de même orientation [128].

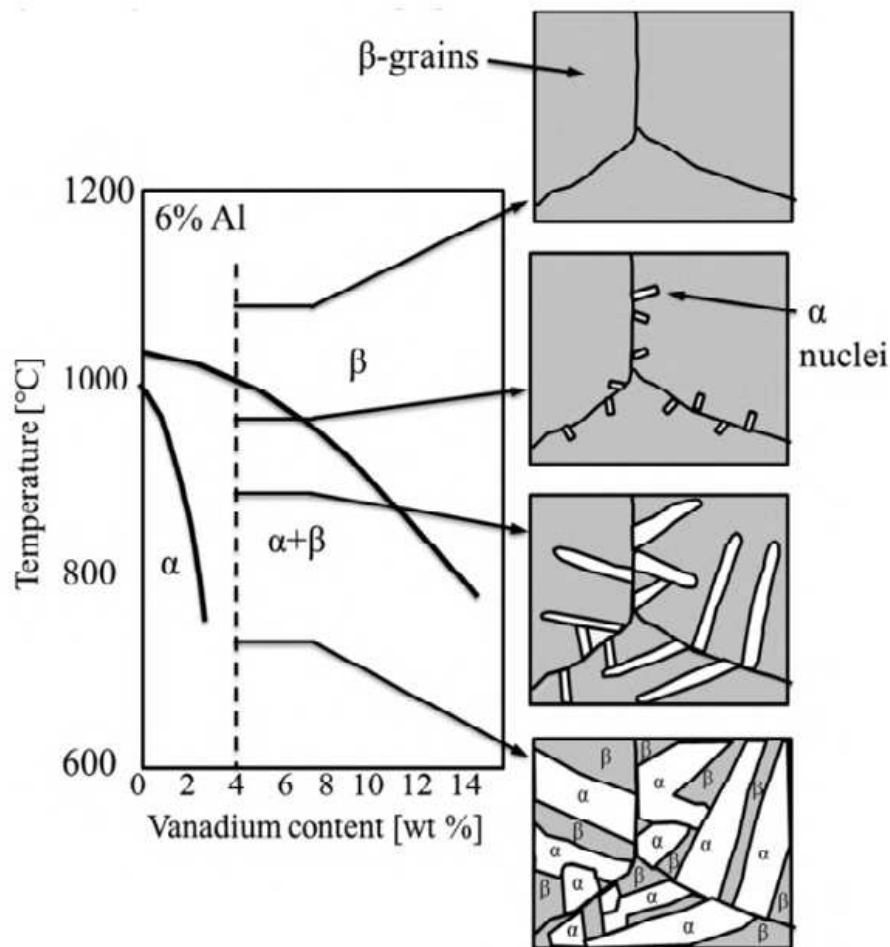


FIGURE 1.32. – Représentation schématique du mécanisme de Widmanstätten [51]

La vitesse de refroidissement contrôle ainsi l'épaisseur des aiguilles, qui est d'environ $5 \mu\text{m}$ pour des vitesses de refroidissement de l'ordre de $1 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ et elle chute à $0,5 \mu\text{m}$ pour des refroidissements de l'ordre de $100 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ [103]. À partir d'un refroidissement de $1200 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$, le mécanisme de Widmanstätten est remplacé graduellement par la transformation martensitique, qui est totale à partir de $24600 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ d'après Ahmed *et al.* [1].

Pour la microstructure lamellaire, c'est la taille des colonies qui a le plus d'influence sur les propriétés mécaniques de l'alliage. En effet, la diminution de la taille de ces colonies – délimitées par des pointillés sur la micrographie de la figure 1.31-c – engendre généralement une augmentation de l'allongement à la rupture, de la limite d'élasticité du matériau, mais permet aussi d'améliorer la résistance à la propagation des fissures courtes.

Cependant, dans les microstructures lamellaires, la taille de ces colonies peut atteindre celle des grains β . Cela entraîne donc une augmentation de la **longueur de glissement**, qui sera plus importante que pour des microstructures équiaxes ou bimodales que nous expliciterons dans les paragraphes suivants. Cette caractéristique va permettre une amélioration de la résistance à la propagation de fissures longues, grâce à la déviation plus importante des fronts de fissuration [88, 103], mais au détriment des propriétés citées ci-dessus (figure 1.33).

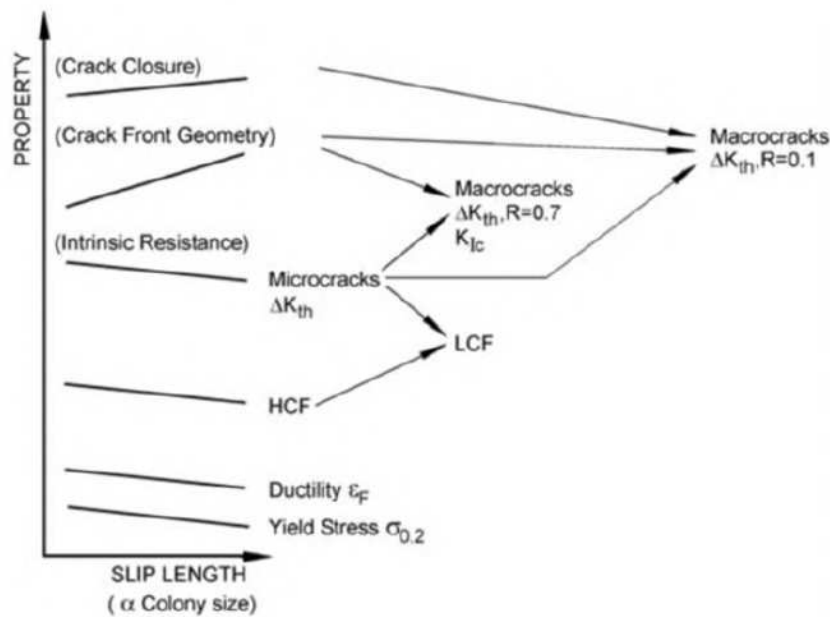


FIGURE 1.33. – Influence de la taille des colonies sur les propriétés mécaniques [102]

La microstructure équiaxe est formée de nodules de phase α , indiqués par des pointillés verts sur la figure 1.34, dans une matrice β , indiquée par des pointillés orange sur la figure 1.34. Pour obtenir cette microstructure, les étapes de déformation et de recristallisation doivent s'effectuer dans le domaine $\alpha + \beta$ (figure 1.34 à gauche). Cependant, afin d'éviter la formation de lamelles, il est nécessaire de suivre l'étape de recristallisation avec une vitesse de refroidissement très basse ou d'effectuer cette étape à partir d'une température assez basse [102].

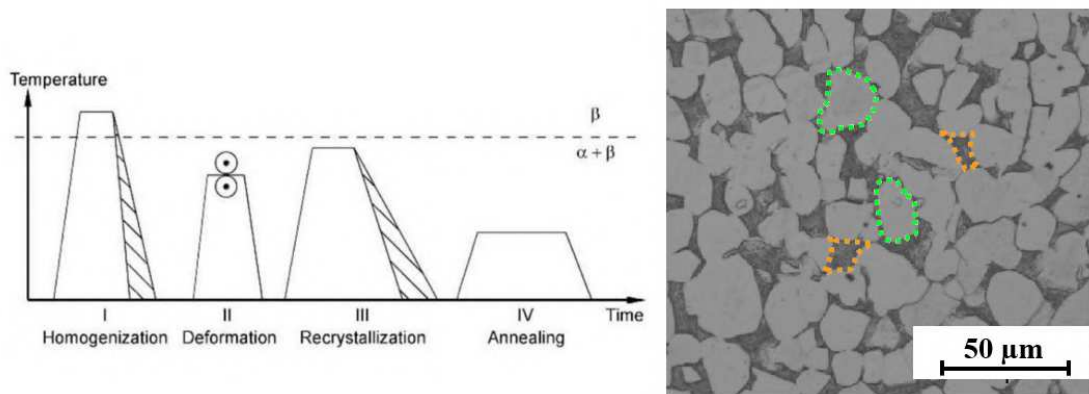


FIGURE 1.34. – Représentation schématique d’un traitement thermomécanique permettant d’obtenir une microstructure équiaxe (à gauche) [103] et sa micrographie (à droite) [8]

Par rapport à la microstructure lamellaire, la température de l’étape de recristallisation est plus basse pour la microstructure équiaxe. Ainsi, la dimension des nodules α , qui caractérise cette microstructure – d’une manière similaire aux dimensions des colonies pour la microstructure lamellaire – est réduite. Or, plus cette taille est réduite, meilleures seront la ductilité et la limite d’élasticité du matériau. La propagation des fissures courtes et l’amorçage des fissures sont également ralenties [88].

La microstructure bimodale est constituée de nodules α primaires notés α_P qui sont indiqués par des pointillés verts sur la figure 1.35 dans une matrice β transformée constituée de lamelles α secondaires notées α_S , identifiée par les pointillés orange. C’est pourquoi la structure bimodale est considérée comme une combinaison de la microstructure lamellaire et équiaxe. Pour obtenir une structure bimodale, il faut appliquer le même traitement thermomécanique que pour la structure équiaxe, à la différence que la vitesse de refroidissement ou la température initiale lors de l’étape de recristallisation sont plus élevées.

Dans cette microstructure, on parle de phases α_P et α_S , car ces dernières n’ont pas la même composition. En effet, en raison du partitionnement des éléments d’alliage, la phase α_S contient une fraction d’éléments alphas moins importante que la phase α_P . Ainsi, le durcissement structural de cette phase par la précipitation de Ti_3Al est moins prononcé. De plus, le fait d’augmenter le taux de phase primaire va avoir pour effet de réduire la taille des colonies. Cette dépendance entre les différentes caractéristiques, qui gouverne aussi les propriétés mécaniques, rend les relations plus complexes comparativement aux autres types de microstructures [102]. Malgré tout, il existe une bonne compréhension des relations entre microstructure et propriétés du Ti-6Al-4V et la microstructure bimodale est un compromis

intéressant permettant d'obtenir de bonnes propriétés en fluage et en fatigue avec cet alliage.

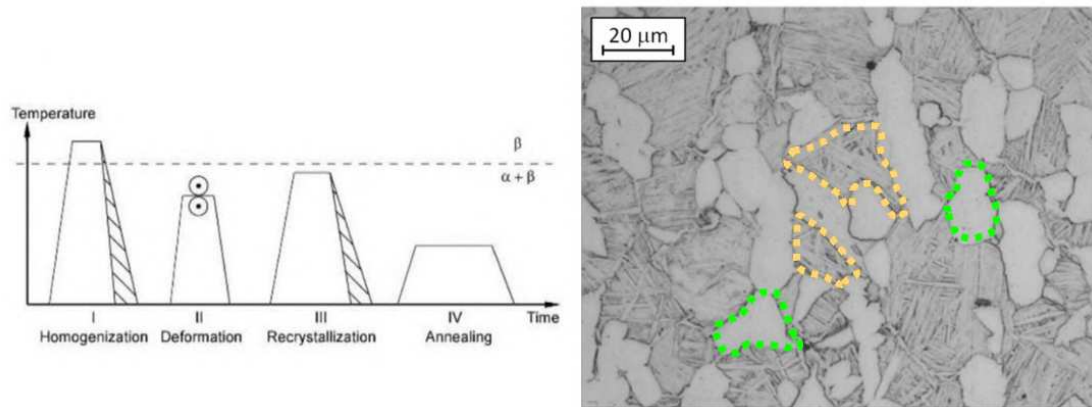


FIGURE 1.35. – Représentation schématique d'un traitement thermomécanique permettant d'obtenir une microstructure bimodale (à gauche) [103] et sa micrographie (à droite) [9]

Finalement, ces différents traitements thermomécaniques sont étudiés et choisis en fonction des propriétés du matériau recherchées. Un résumé succinct est proposé dans le tableau 1.2.

	Microstructure lamellaire	Microstructure équiaxe	Microstructure bimodale
Comportement en traction	Bonne limite d'élasticité mais plus fragile	Bonne ductilité	Bonnes ductilité et limite d'élasticité
Fatigue	Résistance à la propagation des fissures	Résistance à l'amorçage des fissures	Bon équilibre entre résistance à l'amorçage et à la propagation

TABLE 1.2. – Composition de la poudre de Ti-6Al-4V -45/+15 μm

1.4.3. Mécanismes de déformation

L'étude des mécanismes de déformation est un point essentiel pour comprendre et prédire les propriétés des matériaux métalliques. L'analyse du comportement individuel des phases constituantes de l'alliage est nécessaire, mais il faut également

s'intéresser aux interactions qui peuvent exister entre elles. Étant donné que la phase α est présente en plus grande quantité par rapport à la phase β dans le Ti-6Al-4V, nous allons commencer cette étude par l'analyse de la phase α .

1.4.3.1. La phase α

La phase α ayant une structure HC, elle présente un comportement fortement anisotrope. En effet, la réponse du matériau va dépendre significativement de l'orientation cristallographique par rapport à la direction de sollicitation. Par exemple, le module de Young du titane pur peut varier entre 100 et 145 GPa selon que l'axe de sollicitation soit respectivement perpendiculaire ou parallèle à l'axe c de la structure hexagonale, comme illustré en figure 1.36 [103].

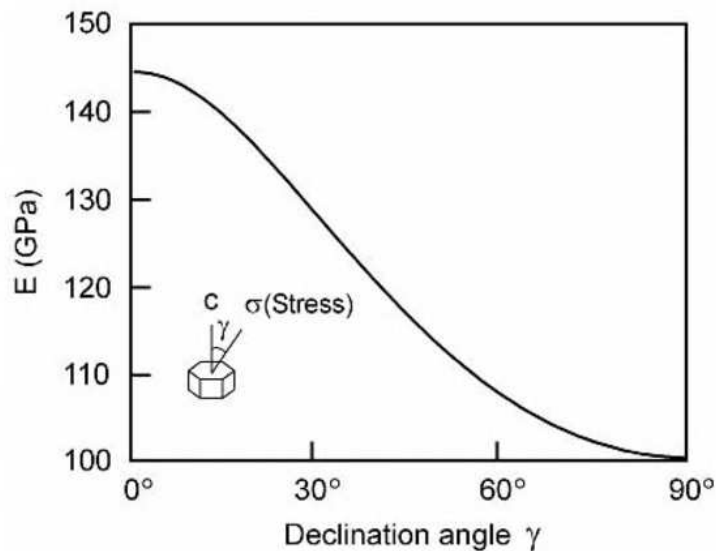


FIGURE 1.36. – Module de Young de la phase α selon l'orientation de la direction de sollicitation par rapport à l'axe c de la maille HC du titane [103]

La phase α du Ti-6Al-4V possède 5 modes de glissement. La figure 1.37 résume ces différents modes. Parmi ceux-ci, 3 plans de glissement font intervenir les trois directions denses $[11\bar{2}0]$. Il existe ainsi 12 systèmes de glissement avec des vecteurs de Burgers de type \vec{a} :

- trois faisant intervenir le plan $\{0001\}$ dit basal ;
- trois faisant intervenir les plans $\{1\bar{1}00\}$ dits prismatiques ;
- six faisant intervenir les plans $\{1\bar{1}01\}$ dits pyramidaux de 1^{ère} espèce (π_1).

De plus, il existe aussi des modes de glissement selon les directions $[\bar{1}\bar{1}23]$, de type $\vec{c} + \vec{a}$, qui regroupent 18 systèmes de glissements :

- douze faisant intervenir les plans $\{1\bar{1}01\}$, pyramidaux de 1^{ère} espèce (π_1) ;
- six faisant intervenir les plans $\{11\bar{2}2\}$ dits pyramidaux de 2^{nde} espèce (π_2).

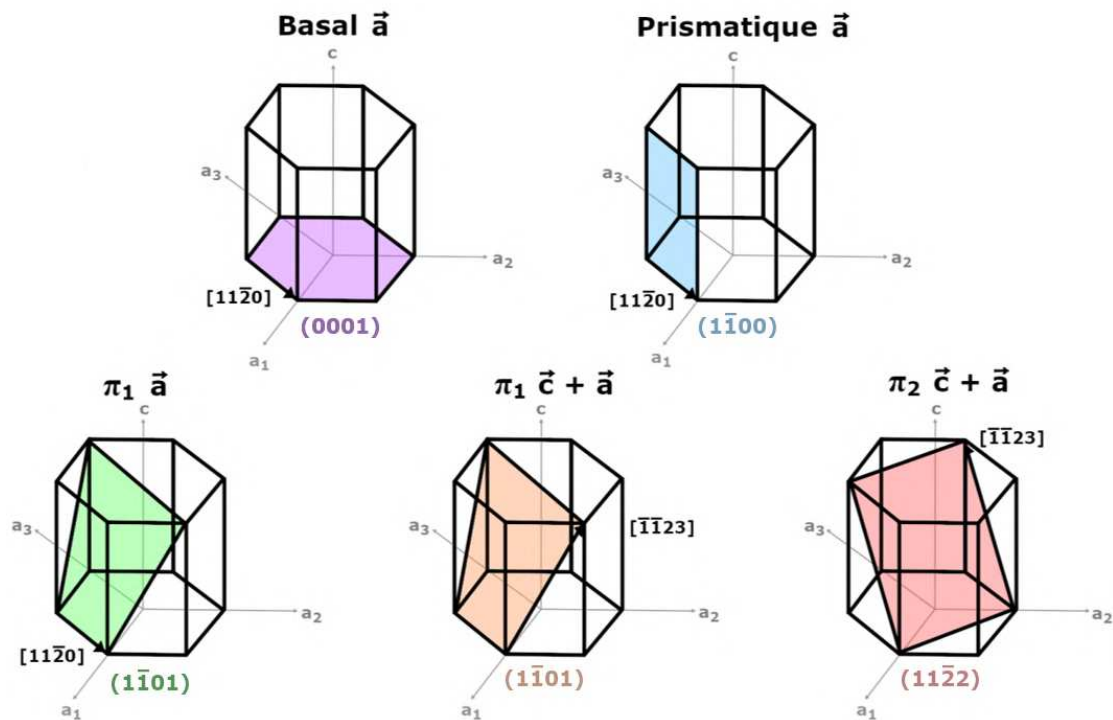


FIGURE 1.37. – Modes de glissement de la phase α du titane

Étant donné qu'il s'agit d'une direction dense, les systèmes de glissement selon \vec{a} sont les plus actifs. Pour le titane pur, c'est plus particulièrement le glissement prismatique qui est favorisé, du fait que la compacité est maximisée dans les plans prismatiques [70, 187]. Or, pour le Ti-6Al-4V, la présence d'éléments d'addition comme l'aluminium a pour conséquence d'augmenter la cission critique d'activation du glissement prismatique et plus faiblement celle du glissement basal [144].

D'après la loi de Schmid, un système de déformation est activé si la contrainte de cission résolue critique est atteinte [145]. Contrairement au titane pur, pour le Ti-6Al-4V, la cission critique du glissement prismatique est proche de celle du glissement basal et conduit à une compétition des deux modes de glissement illustrée en figure 1.38.

Lorsque la déformation ne peut pas être accommodée par du glissement \vec{a} , et c'est le cas d'une déformation le long de l'axe c de la maille HC, les autres modes de déformation possibles sont le glissement de type $\vec{c} + \vec{a}$, ou bien le maillage. Les modes de glissement pyramidaux $\vec{c} + \vec{a}$ présentent une cission critique plus élevée que les systèmes de glissement \vec{a} . Le maillage est observé couramment dans les métaux. Il est dû au cisaillement homogène d'une partie d'un réseau cristallin par rapport à un plan appelé plan de macle, qui entraîne la réorientation cristallographique de cette partie cisailée pour accommoder les contraintes générées par la déformation. Cette réorientation s'effectue par une rotation uniforme d'un réseau cristallin selon un axe, c'est pourquoi chaque mode de maillage est identifié par une rotation. La texture du matériau peut-être significativement influencée par ce mode de déformation. Des exemples de macles sont indiqués par des flèches vertes sur la figure 1.39-b.

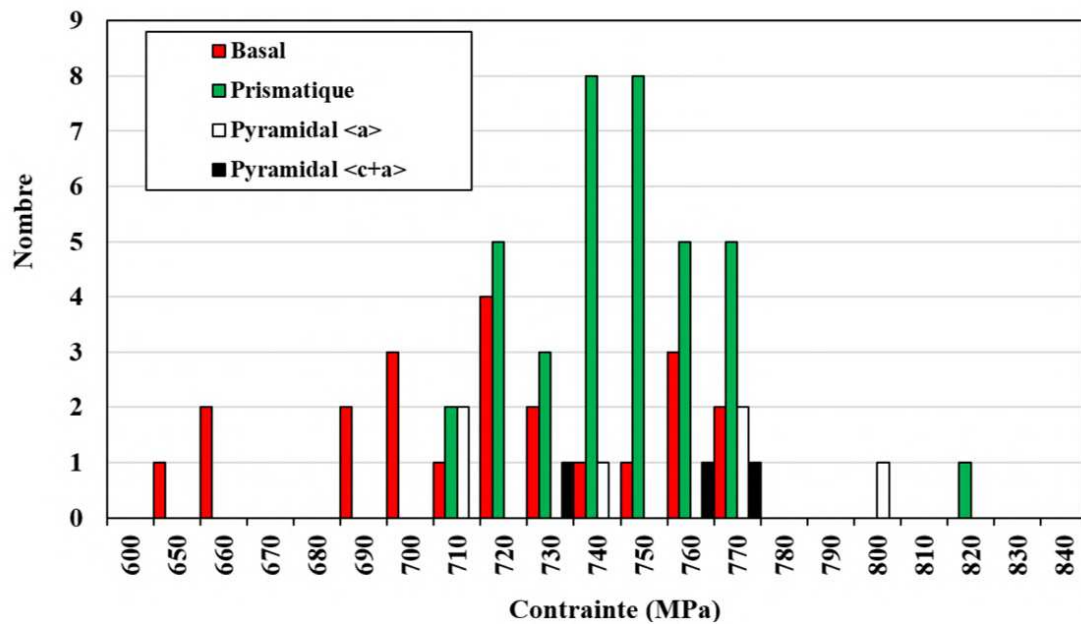


FIGURE 1.38. – Histogramme de la répartition en nombre des systèmes de glissement actifs en fonction du niveau de contrainte appliqué pour une limite d'élasticité à 0,2 % de 770 MPa [89]

Concernant la phase α du titane, il existe trois systèmes de maillage, qui sont les plus courants (figure 1.40) : deux permettant l'accommodation d'une extension selon l'axe c ($\{10\bar{1}2\} \langle 10\bar{1}1 \rangle$ et $\{11\bar{2}1\} \langle \bar{1}\bar{1}26 \rangle$); et un permettant l'accommodation d'une contraction selon ce même axe ($\{1122\} \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$) [187].

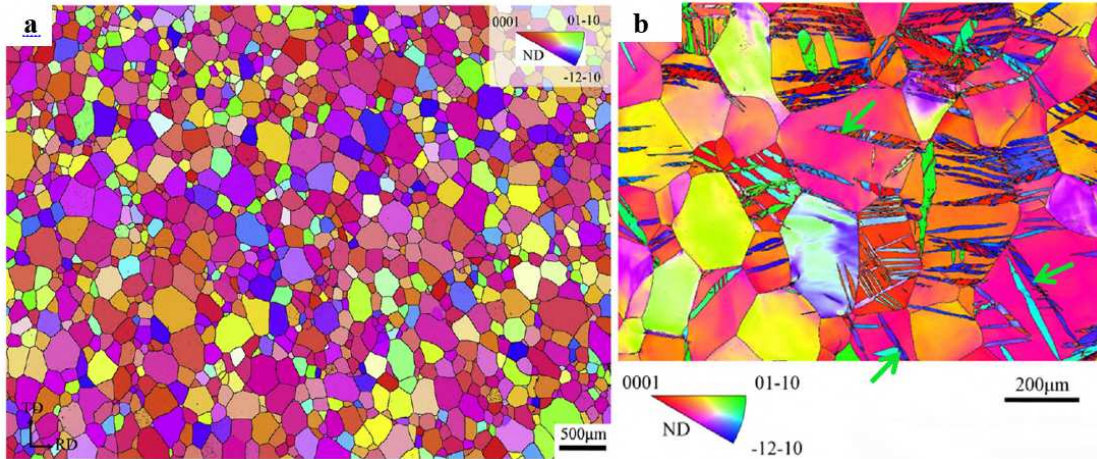


FIGURE 1.39. – Cartographies EBSD de la microstructure du titane pur non déformé (a) et après une déformation en compression de 8,1 % (b) [184]

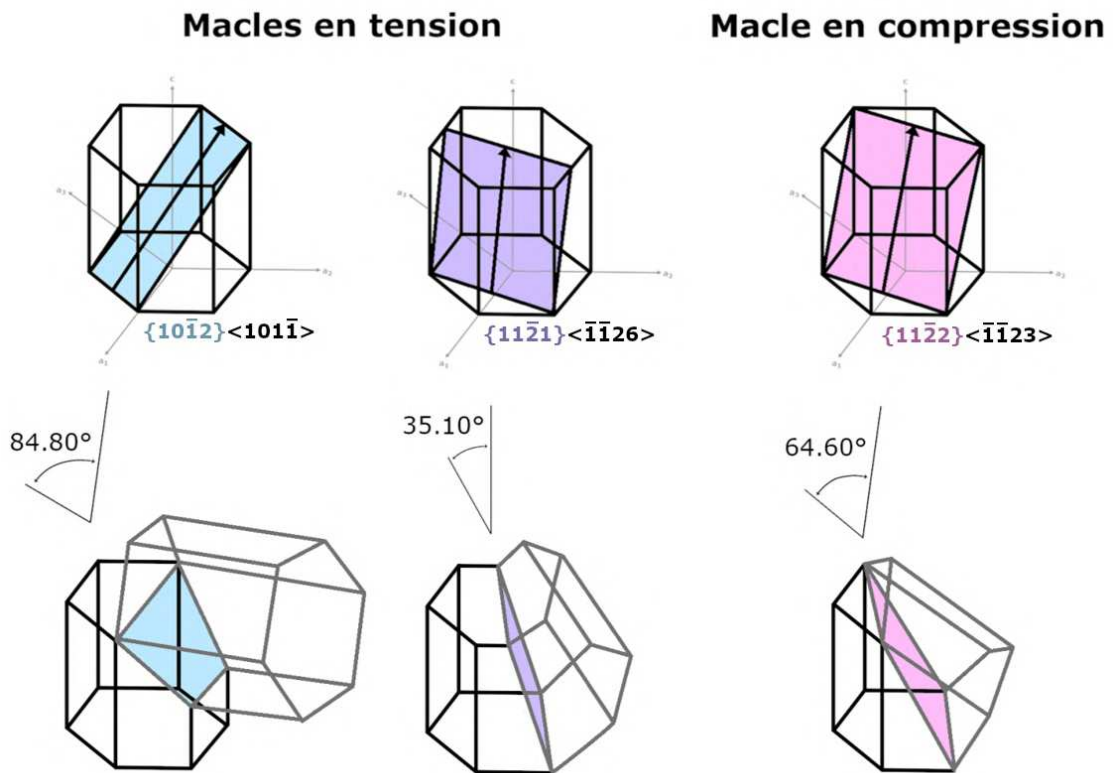


FIGURE 1.40. – Principaux systèmes de maillage du titane

Lorsque l'on compare les mécanismes de déformation entre le titane pur et le Ti-6Al-4V, on remarque que le maclage est beaucoup moins fréquent pour ce dernier. Prakash *et al.* [134] montrent que la présence d'aluminium à une hauteur de 6 % inhibe le maclage.

1.4.3.2. La phase β

Le comportement de la phase β est moins connu, cependant, des études sur des alliages de titane β métastables ont permis d'étudier les différents mécanismes de déformation de cette phase comme le glissement de dislocations [69], le maclage [68] ou la précipitation sous contrainte [52].

Les principaux systèmes de glissements dans la phase β cubique centrée sont au nombre de trois, schématisés sur la figure 1.41 : $\{1\bar{1}0\} \langle 111 \rangle$, $\{1\bar{2}1\} \langle 111 \rangle$ et $\{2\bar{3}1\} \langle 111 \rangle$. Il a souvent été observé que le glissement des dislocations est sinueux dans le titane β . On parle de glissement dévié, car tous les plans qui contiennent la direction $[111]$ sont des plans de glissement potentiel.

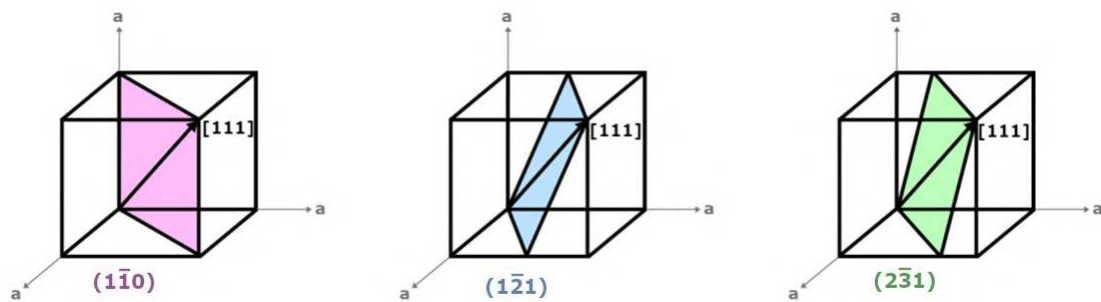


FIGURE 1.41. – Modes de glissement de la phase β du Ti-6Al-4V

Sous l'action d'une contrainte extérieure, du maclage peut aussi survenir, notamment en fonction de la composition de la phase β , alors qu'on ne s'attend qu'à du glissement dans du Ti-6Al-4V [71]. Les systèmes de maclage les plus régulièrement rencontrés sont de type $\{112\} \langle 111 \rangle$ ou $\{332\} \langle 113 \rangle$ [68].

Une autre façon d'accommoder la déformation mécanique macroscopique observée est la transformation martensitique. En effet, la précipitation de phases martensitiques peut se produire sous l'effet des contraintes extérieures, qui sont des transformations induisant un cisaillement du réseau, mais aussi une variation de volume du cristal. Ce phénomène complexe, qui est encore sujet à d'intenses études, a aussi été remarqué par Duerig *et al.* [52] pour qui le maclage de type $\{332\} \langle 113 \rangle$ pouvait s'accompagner de précipitation de la phase ω .

1.5. Les propriétés mécaniques du Ti-6Al-4V en cold spray

1.5.1. Importance des conditions de projection

Le titane et ses alliages sont d'un intérêt grandissant pour la communauté scientifique, car il existe de nombreuses applications en raison de leurs propriétés particulières. Ainsi, la projection par cold spray de ces matériaux a fait l'objet de nombreuses études [2, 20, 22, 23, 63, 75, 86, 87, 91, 93, 99, 108, 112, 119, 139, 156, 159, 166, 169, 175, 189, 192]. Les principales difficultés rencontrées lors de la projection de ces matériaux sont dues à leur haute vitesse critique, à leur grande réactivité avec l'oxygène et à leur structure cristallographique. En effet, comme on peut le voir sur la figure 1.42, la vitesse critique – calculée par des simulations – d'une particule de titane de $25 \mu\text{m}$ est environ de $650 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$, ce qui est largement supérieur à celles des matériaux classiquement projetés tels que le tantale ou le cuivre, par exemple. Cette valeur devient encore plus élevée (environ $900 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$) lorsqu'on simule la projection d'une particule de Ti-6Al-4V, de par sa forte résistance mécanique.

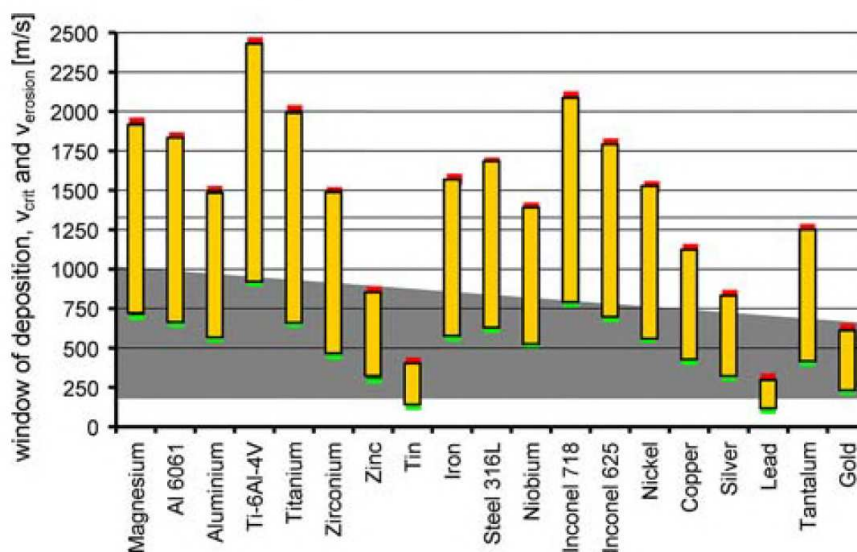


FIGURE 1.42. – Vitesses critique et d'érosion calculées pour différents métaux pour des tailles de particules de $25 \mu\text{m}$ et une température à l'impact de $20 \text{ }^\circ\text{C}$ [146]

De plus, d'après la littérature, le titane est l'un des métaux les plus réactifs avec l'oxygène présent dans l'air dès que l'on atteint une température d'environ $550 \text{ }^\circ\text{C}$ [94]. Cette forte réactivité conduit à une oxydation des particules lors de leur court temps de vol en sortie de la tuyère, avant leur impact sur le substrat, ce qui peut nuire à l'adhésion de ces particules en renforçant leur résistance mécanique. Or, du

fait de sa structure cristallographie [HC](#), les mécanismes de déformation sont plus complexes que pour un matériau [CFC](#) comme le cuivre par exemple.

Il est donc difficile de produire des revêtements denses avec des alliages à résistance élevée tels que le Ti-6Al-4V. Une des solutions envisagée est d'utiliser l'hélium en tant que gaz porteur, ce qui va permettre d'augmenter la vitesse des particules par rapport à une projection sous azote. En effet, l'hélium est un meilleur propulseur que l'azote, du fait de sa plus faible masse moléculaire et de son plus grand coefficient isentropique. Li *et al.* [93] ont obtenu des dépôts en Ti-6Al-4V avec environ 22 % de pores et une efficacité de projection de 60 % sous azote ; en projetant sous hélium, Luo *et al.* [99] ont obtenu des dépôts beaucoup plus denses (environ 3 % de pores) avec un rendement de projection d'environ 84 %. Cependant, l'hélium étant très onéreux, son utilisation est rarement retenue industriellement.

En cold spray, on peut faire varier d'autres paramètres, pour tenter d'obtenir un plus faible taux de pores, une meilleure adhésion et une meilleure dureté des revêtements. Dans un premier temps, il est possible de faire varier des paramètres au niveau du pistolet de projection. Ainsi, des études appliquées au titane ou au Ti-6Al-4V ont exploré l'effet de la température ou de la pression du gaz de propulsion [159], mais aussi de la température du substrat [63] ou de la [vitesse d'éclairement](#) du pistolet [160]. L'augmentation de la température du substrat ou du gaz ainsi que l'augmentation de la pression du gaz tendent à diminuer le taux de pores des revêtements obtenus.

D'autres solutions sont proposées, comme avec, par exemple, l'utilisation de poudres de morphologies différentes par MacDonald *et al.* [108]. Certaines morphologies de poudres permettraient, pour les mêmes conditions de projection, d'augmenter la [déformation plastique équivalente](#) ou *equivalent plastic strain* (PEEQ) (1.43) et donc de réduire le taux de pores au sein des échantillons.

Certaines études sur les paramètres de projection des revêtements en titane ou en Ti-6Al-4V [85, 112, 176], montrent que le taux de pores de la couche supérieure est plus important que celui des couches inférieures, ce qui signifie que les particules suivantes ont joué un rôle dans la déformation de celles déjà déposées.

En se basant sur ce phénomène, il est raisonnable de penser que la densification de métaux, présentant une déformation plastique plus difficile comme le titane et ses alliages, peut être obtenue en ajoutant d'autres particules larges et dures dans le flux de poudre projetée. Cela génère ainsi un grenailage *in situ* – appelé aussi micro-forgeage – induit par ces particules adjointes au flux. Le plus grand risque de cette technique reste l'inclusion potentielle de ces particules de grenailage *in situ* dans le dépôt. Or la figure 1.44 montre qu'il n'y a aucune inclusion de ces particules [99].

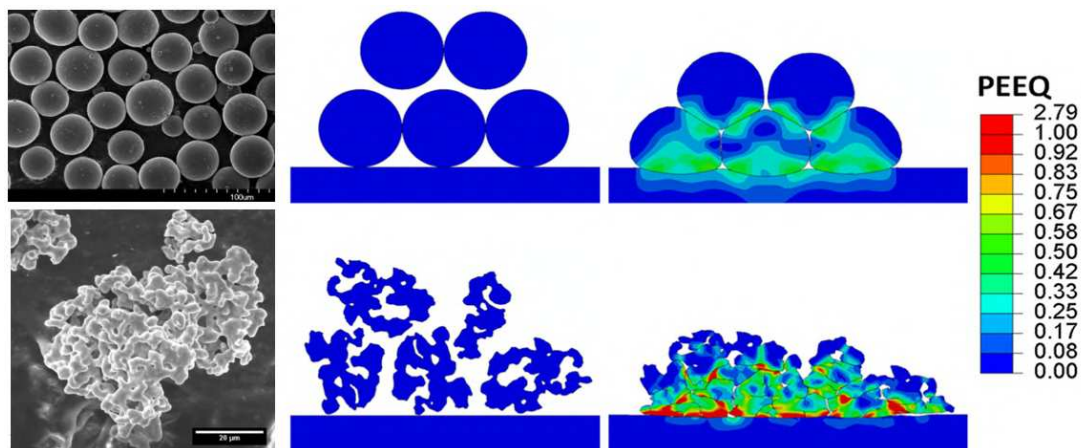


FIGURE 1.43. – PEEQ à l'impact pour deux poudres de morphologies différentes [94]

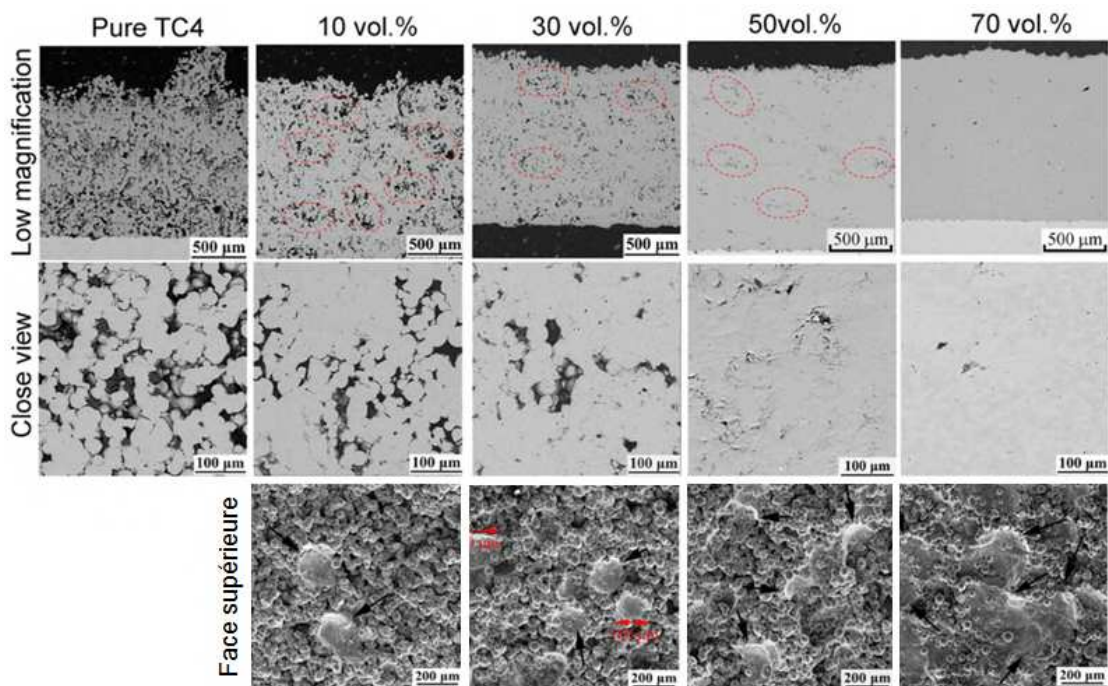


FIGURE 1.44. – Micrographies de dépôts cold spray de Ti-6Al-4V pour différents teneurs en particule de grenailage *in situ* en acier inoxydable [99]

C'est le diamètre des particules qui contribue principalement à l'effet de grenailage tout en évitant l'incorporation de particules de grenailage exogènes dans le revêtement. En effet, un diamètre de particule important assure une grande énergie cinétique avec donc un effet de grenailage considérable. De plus, les particules étant de diamètre supérieur, leur vitesse est inférieure à celle des autres particules

du flux, et surtout, inférieure à leur propre vitesse critique, ce qui fait qu'elles rebondissent simplement sur le revêtement (permettant donc un martelage en évitant des inclusions parasites). Cependant, des particules de diamètre trop grand engendreraient une diminution de la vitesse de réalisation du revêtement et une instabilité du débit de la poudre. C'est pourquoi ce diamètre doit être choisi avec attention.

De plus, la réalisation d'essais avec du grenailage *in situ* impose le choix de particules de dureté élevée, avec un taux de présence adapté pour la réussite de cette opération. L'étude de Luo *et al.* [99] indique que des teneurs en particules de grenailage entre 10 et 50 %, induisent une morphologie de surface assez hétérogène avec seulement certains endroits poreux. Ceci s'explique par le fait que la teneur en particules de grenailage est trop faible pour recouvrir la surface complète : les régions proches des cratères dus aux impacts sont bien martelées laissant les autres régions poreuses. Une teneur de 70 % permet de marteler l'intégralité de la surface du revêtement, conduisant à la création d'un dépôt totalement dense, sans hétérogénéité. De plus, grâce à ce martelage, la couche supérieure du revêtement reste également homogène.

1.5.2. Modification de la microstructure

En cold spray, il a été montré que la microstructure peut être partiellement modifiée dans certains cas, avec de hautes densités de dislocations, des raffinements des grains, des transformations de phases ou bien même la création de phases amorphes dont on parlera plus précisément dans les paragraphes suivants.

Des observations au MET montrent une microstructure non-uniforme dans certains revêtements cold spray [7, 117, 195]. Des grains et des sous-grains ultrafins (UFG – Ultra Fine Grains) et d'autres allongés ont été observés dans les zones ayant subi les déformations les plus élevées. Cela peut indiquer la présence du phénomène de recristallisation en cold spray. Cependant, à cause de la quantité limitée de données collectées et de zones examinées au MET, le mécanisme complet permettant de passer des grains originaux à ces grains n'est pas encore totalement compris.

Ainsi, d'après les observations de Meyers *et al.* [117], la formation des grains ultrafins serait attribuée à une recristallisation dynamique due à la vitesse de déformation extrêmement importante lors de la déformation des particules, plutôt qu'à une recristallisation statique induite lors du processus de refroidissement ou d'échauffement. La recristallisation dynamique est usuellement considérée comme un procédé de germination et de grossissement de grains, pour lequel la nucléation peut se faire de manière homogène ou hétérogène le long des joints de grains du matériau déformé. D'après Derby [50], il existe deux types de recristallisation dynamique : celle par laquelle les nouveaux grains sont formés par la migration

de joints de grains à forte désorientation, et celle provoquée par la désorientation graduelle des sous-grains de grains. C'est ce second mécanisme, qui a été retenu en cold spray avec l'observation, par Meyers *et al.* [117], de grains équiaxes avec des frontières clairement identifiées au sein d'échantillons projetés.

Au cours de ce mécanisme – dont une représentation schématique des différentes étapes est présentée en figure 1.45 – la forte déformation induite par le procédé de cold spray (a) provoque le réarrangement des dislocations en des cellules de dislocations allongées (b). Ces cellules vont ensuite devenir des sous-grains avec l'augmentation de la déformation (c). Ces sous-grains vont se séparer en micro-grains qui sont approximativement équiaxes pour minimiser l'énergie de surface (d). Enfin, avec l'augmentation de la déformation, ces micro-grains vont entrer en rotation (e). Cela explique donc les observations effectuées, montrant des micro-grains fortement désorientés dans des régions restreintes ayant subi des déformations intenses (les régions de cisaillement localisé). Dans les cas où la poudre est déjà initialement nanocristalline, cette structure est souvent gardée après projection comme on peut le voir dans l'étude de Rokni *et al.* [142] sur l'alliage Al-Mg.

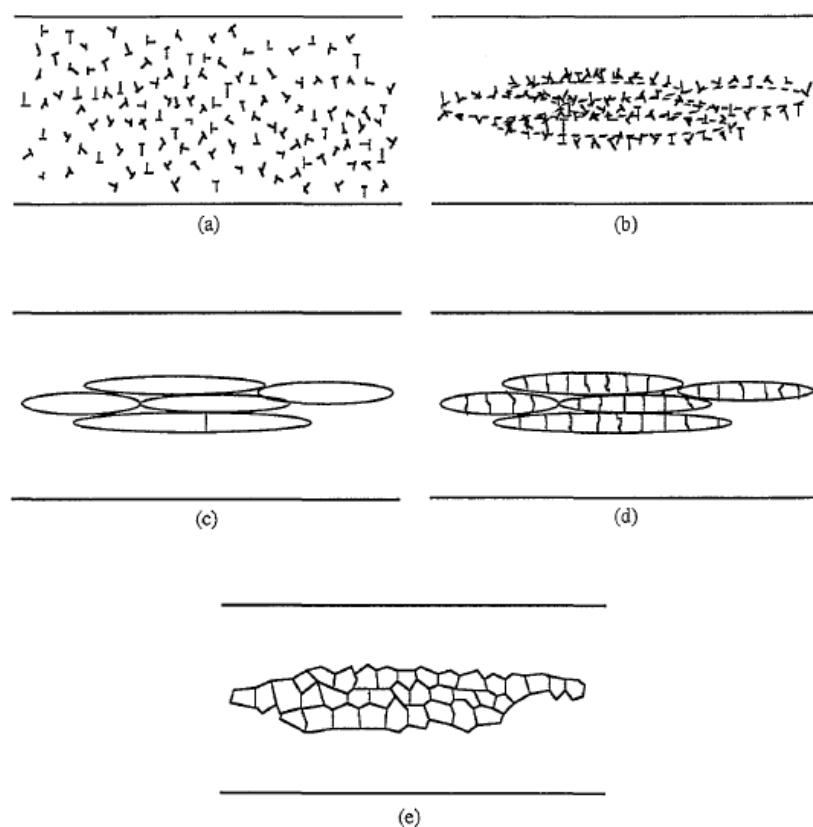


FIGURE 1.45. – Représentation schématique de l'évolution microstructurale lors de la recristallisation dynamique [123]

Récemment, des études ont montré – en plus de la recristallisation – un phénomène d’amorphisation dynamique lors de l’impact des métaux en cold spray. En effet, une zone amorphe de quelques nanomètres a été détectée par plusieurs chercheurs [35, 67, 171, 182, 183]. Celle-ci résulterait de l’effet synergique du taux de déformation et de la trempe rapide subie par le matériau à l’impact. Et c’est cette transition rapide entre une phase amorphe instable et une phase cristalline qui aiderait à la formation de joints ductiles entre le substrat et le revêtement : cela peut être en partie stabilisé par la présence d’impuretés.

1.5.3. Propriétés mécaniques modifiées

Le niveau des propriétés mécaniques et l’intégrité structurale des dépôts cold spray sont souvent les premières problématiques lors du développement de matériaux pour des applications industrielles. En effet, les industries telles que l’automobile ou l’aéronautique ont des spécifications strictes en termes de propriétés mécaniques. C’est pourquoi il est d’un intérêt certain de bien connaître les effets de différents post-traitements sur ces dépôts en vue de contrebalancer des défauts inhérents au procédé.

1.5.3.1. La porosité

Le cold spray a été développé initialement pour créer des revêtements denses. L’utilisation de pression et de température de gaz élevées donne accès à la création de revêtements avec des matériaux de plus en plus denses. Ces dernières années, l’éventail des applications s’est élargi avec des utilisations médicales demandant des matériaux ayant une porosité contrôlée, comme pour la création de prothèses en titane poreux, par exemple [157].

La porosité dépend en grande partie des conditions de projection, car un taux élevé résulte d’une déformation trop faible des particules, liée à leur vitesse insuffisante. Or, la porosité du matériau influe sur ses propriétés mécaniques : c’est pourquoi ces dernières sont fortement dépendantes des conditions de projection.

1.5.3.2. La dureté

Dans le domaine de la projection thermique, la caractérisation de la dureté est principalement évaluée par des tests de microdureté, les essais étant réalisés en grande partie sur des sections transverses polies. En effet, l’épaisseur des revêtements, souvent assez réduite, ne permet pas de faire des tests de dureté macroscopique. C’est pourquoi ces mesures sont principalement effectuées avec des charges comprises entre 25 et 500 gf, selon l’épaisseur et les caractéristiques du revêtement, afin d’être dans le respect de la norme ASTM B933-04 ; pour des charges plus importantes, le substrat risquerait d’influencer la mesure de dureté.

Des études sur la dureté des matériaux en cold spray [97, 100, 152] ont montré d'une part, un effet positif du procédé sur la dureté des matériaux grâce à la grande déformation plastique qu'ils subissent lors de l'impact ; d'autre part, les pores et autres défauts engendrés par la projection vont entraîner une réduction de la microdureté en raison d'un manque de cohésion entre les *splats*. Par exemple, les matériaux ductiles présentent une augmentation de leur microdureté après projection. Cette microdureté est, bien entendu, aussi accrue par une meilleure compaction et une déformation plastique plus élevée, liées à des paramètres de projection optimisés [39].

D'autres études ont montré l'influence de paramètres tels que l'utilisation de poudres de différentes duretés. Wong *et al.* [174] montrent que l'utilisation de poudres de plus faible dureté permet d'améliorer la capacité de déformation des particules lors de l'impact, ce qui mène à un plus fort taux de déformation et donc à une augmentation de la dureté des particules après projection (figure 1.46).

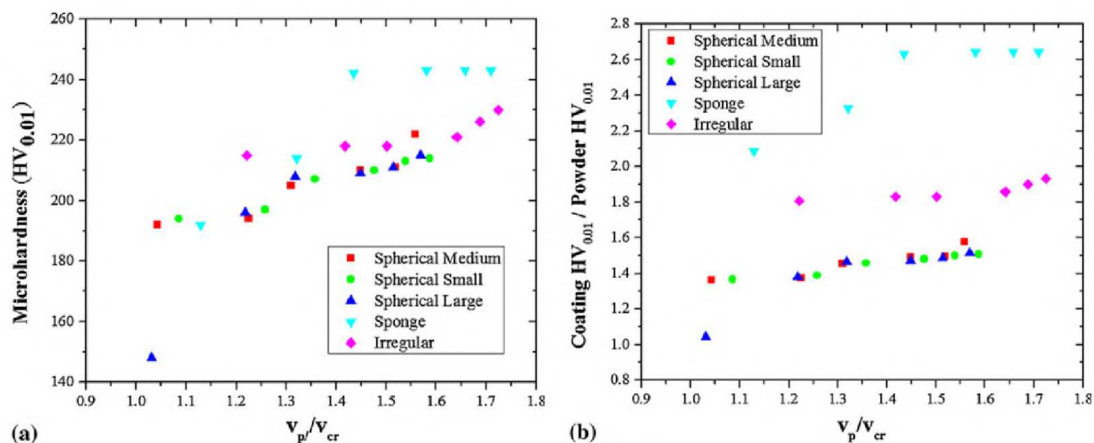


FIGURE 1.46. – Graphique de la microdureté du revêtement (a) et du rapport entre la microdureté du revêtement et celle des particules projetées (b) en fonction du rapport entre la vitesse de la particule et sa vitesse critique (pour du titane pur) [174]

La microdureté a aussi été étudiée après divers traitements thermiques pour le Ti-6Al-4V, qui auraient tendance à la réduire, par le relâchement des contraintes résiduelles et de l'écroutissage du matériau. Cela permettrait cependant aussi d'améliorer sa résistance à la traction, grâce à l'amélioration de la cohésion entre les *splats* [169].

1.5.3.3. Le comportement en traction

Pour de nombreux matériaux, comme par exemple, le cuivre, l'acier inoxydable, le titane ou l'Inconel 718 [75, 101, 111, 173], en étant déposés par cold spray, ils montrent une faible ductilité et une faible résistance à la traction par rapport à des matériaux élaborés par des méthodes plus conventionnelles telles que le forgeage ou la fonderie. De nombreux traitements thermiques sont effectués sur ces matériaux pour essayer d'améliorer ces propriétés mécaniques. La figure 1.47 présente le comportement en traction de plusieurs matériaux avant et après traitement thermique. On observe toujours une amélioration de leurs propriétés mécaniques (principalement de la ductilité), mais qui parfois reste faible devant les propriétés mécaniques des mêmes matériaux mis en forme de manière conventionnelle. Or, très peu d'études sur le comportement en traction du Ti-6Al-4V projeté par cold spray après traitements thermiques apparaissent dans la littérature [169]. Pour finir, ces traitements post-projection ont également comme intérêt la relaxation partielle ou totale des contraintes résiduelles présentes dans le matériau [152], ce qui représente un avantage pour leur utilisation en CSAM et donc pour la création de pièces épaisses.

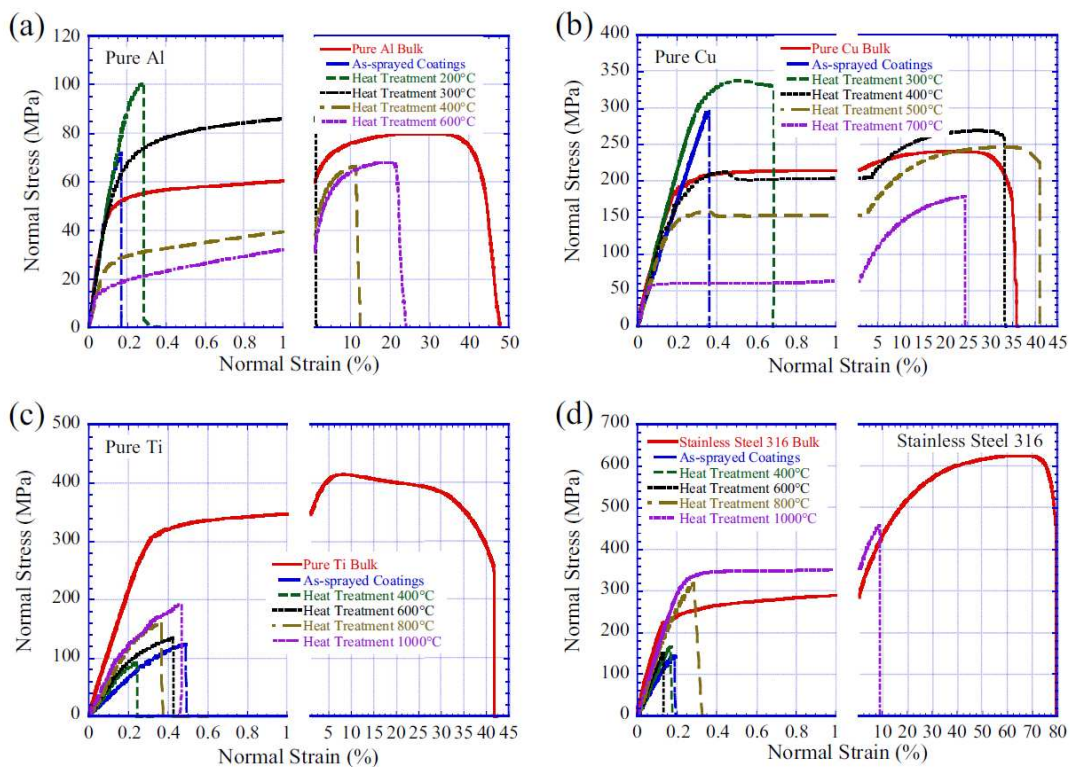


FIGURE 1.47. – Courbes de traction à l'ambiante après différents traitements thermiques de l'aluminium (a), du cuivre (b), du titane pur (c) et de l'acier inoxydable 316 (d) projetés par cold spray [75]

1.5.4. Comparatif avec d'autres procédés de fabrication additive

1.5.4.1. La microstructure

Étant donné que la fusion des particules n'a pas lieu au cours de l'élaboration, la fabrication de pièces en Ti-6Al-4V par cold spray est plus complexe et engendre un taux de pores supérieur comparé aux autres procédés de FA tels que le L-PBF, la E-PBF ou le LMD. En effet, les taux de pores sont couramment inférieurs à 1 % pour ces trois procédés [10, 60, 84]. Cependant, d'autres défauts peuvent apparaître dans ce type de dépôts, comme, par exemple, des zones dites de « manque de fusion » ou des bulles de gaz piégées, comme montrés sur la figure 1.48 [167].

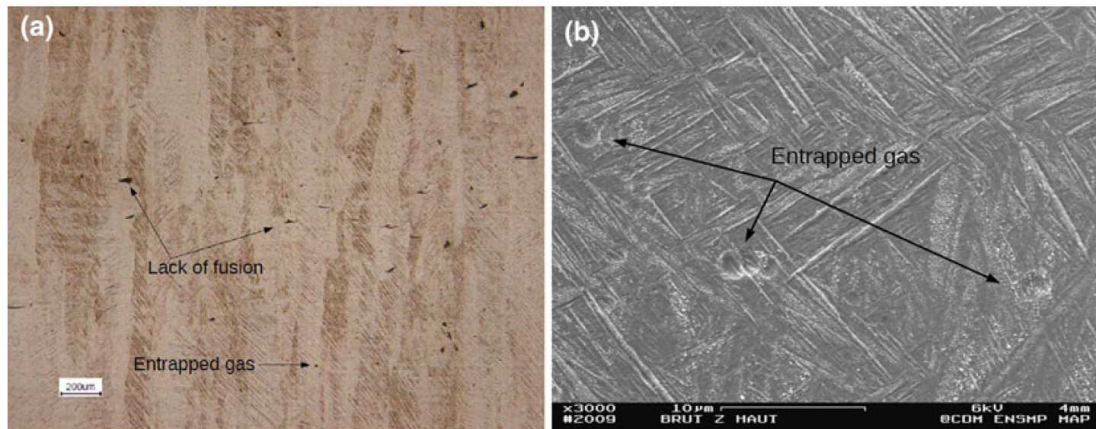


FIGURE 1.48. – Micrographies illustrant des défauts observés en L-PBF : des manques de fusion (a) et des bulles de gaz piégées (b) [167]

Comme la température de fusion du matériau est atteinte au cours de la fabrication, ces trois procédés de FA suivent essentiellement un processus de solidification. La microstructure va donc grandement dépendre de la distribution de la température au sein du matériau et de la vitesse de refroidissement [185]. Cependant, comme ces deux paramètres ne sont pas homogènes dans tout l'échantillon, cela peut mener à des problèmes d'hétérogénéité au sein des échantillons créés [10, 42, 130, 139].

En E-PBF, par exemple, il est possible d'observer une microstructure lamellaire assez homogène dans la direction transverse d'un échantillon, et une microstructure avec des anciens grains β colonnaires dans la direction longitudinale, ce qui est illustré en figure 1.49. Ces différences observées sont dues à un gradient thermique plus important dans la direction longitudinale que dans la direction transverse [57].

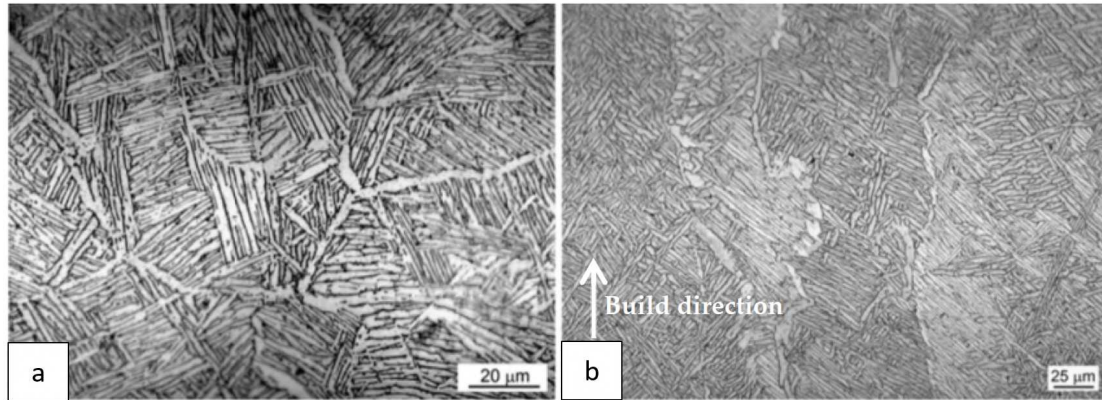


FIGURE 1.49. – Micrographies illustrant des hétérogénéités en E-PBF : une microstructure lamellaire dans la direction transverse (a) et colonnaire dans la direction longitudinale (b) [57]

En LMD, Brandl *et al.* ont noté des différences de microstructures au sein d'un même échantillon [28]. La figure 1.50 montre, qu'en effet, la surface de l'échantillon – étant sujette à des vitesses de refroidissement plus importantes – présente une microstructure martensitique, alors que cette dernière est bimodale dans le reste de l'échantillon.

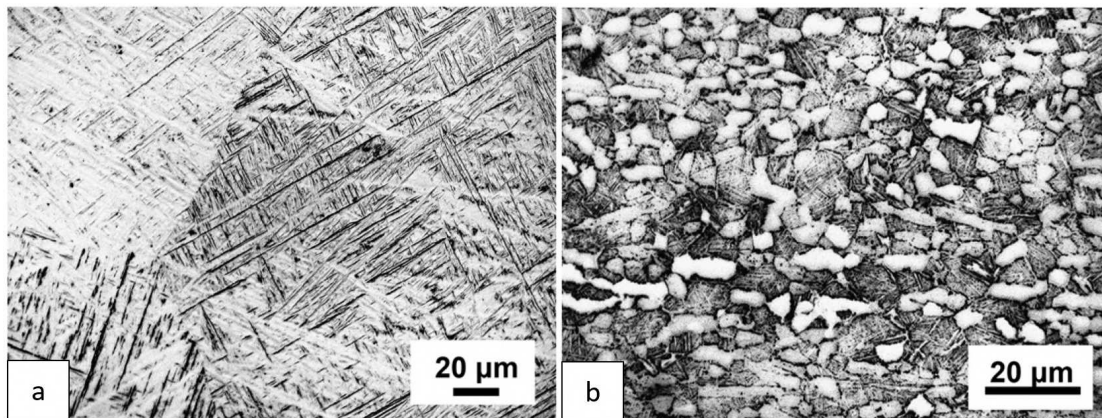


FIGURE 1.50. – Micrographies illustrant des hétérogénéités en LMD : une microstructure martensitique en surface (a) et bimodale en profondeur (b) [28]

En résumé, dans un état post-fabrication, les échantillons issus de ces trois procédés de FA peuvent présenter une microstructure martensitique, avec des vitesses de refroidissement pouvant atteindre 10^4 à $10^6 \text{ K} \cdot \text{s}^{-1}$. Cependant, selon les cas et les conditions de fabrication, il est aussi possible d'obtenir des microstructures avec des lamelles α ou même une microstructure bimodale [27, 140]. Cette microstructure peut varier au sein d'une même pièce et est dépendante des stratégies de construction employées, ce qui rend le matériau très anisotrope. C'est pourquoi des

traitements thermiques sont réalisés dans de nombreuses études [96]. Concernant ces hétérogénéités inhérentes à ces procédés de FA, le cold spray paraît attrayant, car ces problèmes sont limités par la réalisation des revêtements à l'état solide, qui permet d'obtenir des échantillons plus homogènes.

1.5.4.2. Les propriétés mécaniques

La dureté des échantillons, comparativement à celle des matériaux forgés, ne varie pas intensément, même en fonction de l'orientation de construction (figure 1.51). En L-PBF, la dureté peut augmenter, pour des vitesses d'éclairement plus lentes [162].

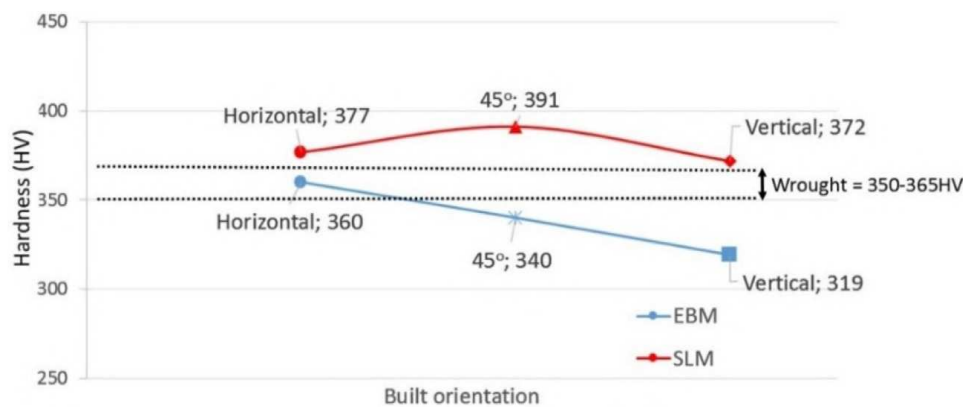


FIGURE 1.51. – Dureté des échantillons élaborés par L-PBF et E-PBF selon l'orientation de la construction [131]

Le comportement en traction post-fabrication est bien meilleur que ce soit en L-PBF, E-PBF ou LMD par comparaison avec le cold spray. En effet, même sans post-traitement, les échantillons montrent des propriétés comparables au Ti-6Al-4V forgé [170] et respectant assez bien la norme ASTM, qui requiert pour le Ti-6Al-4V que l'élongation et la Résistance mécanique en traction (R_m) ne soient pas inférieures à 10 % et à 860 MPa, respectivement (figure 1.52).

Ces données suggèrent que, dans l'état brut de fabrication, le procédé E-PBF, serait celui permettant de respecter au mieux la norme ASTM, avec sa bonne combinaison de ductilité et de résistance à la traction. Cependant, étant donné la grande hétérogénéité de microstructures au sein des échantillons créés, on retrouve un comportement très dépendant de la zone et de la direction du prélèvement, ce qui est illustré sur la figure 1.53-a. Ainsi, différents traitements thermiques sont souvent proposés pour réduire cette anisotropie inhérente à ces procédés (figure 1.53-b, c et d) [139].

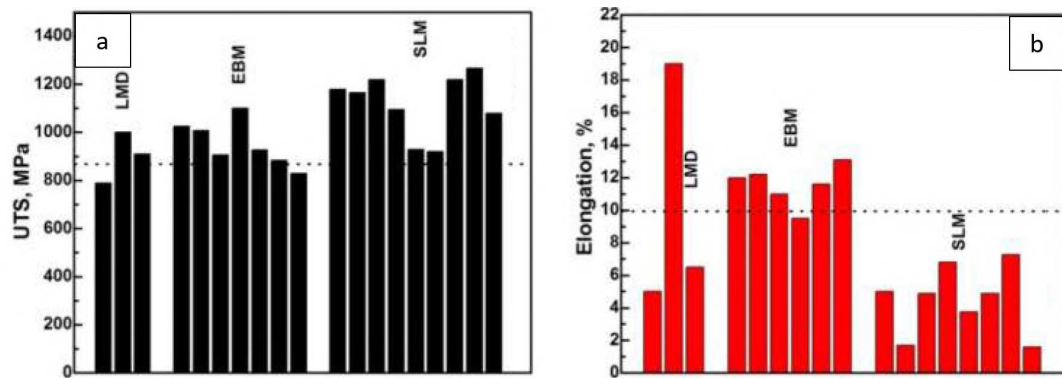


FIGURE 1.52. – R_m (a) et élongation (b) du Ti-6Al-4V par E-PBF, LMD et L-PBF directement après fabrication [185]

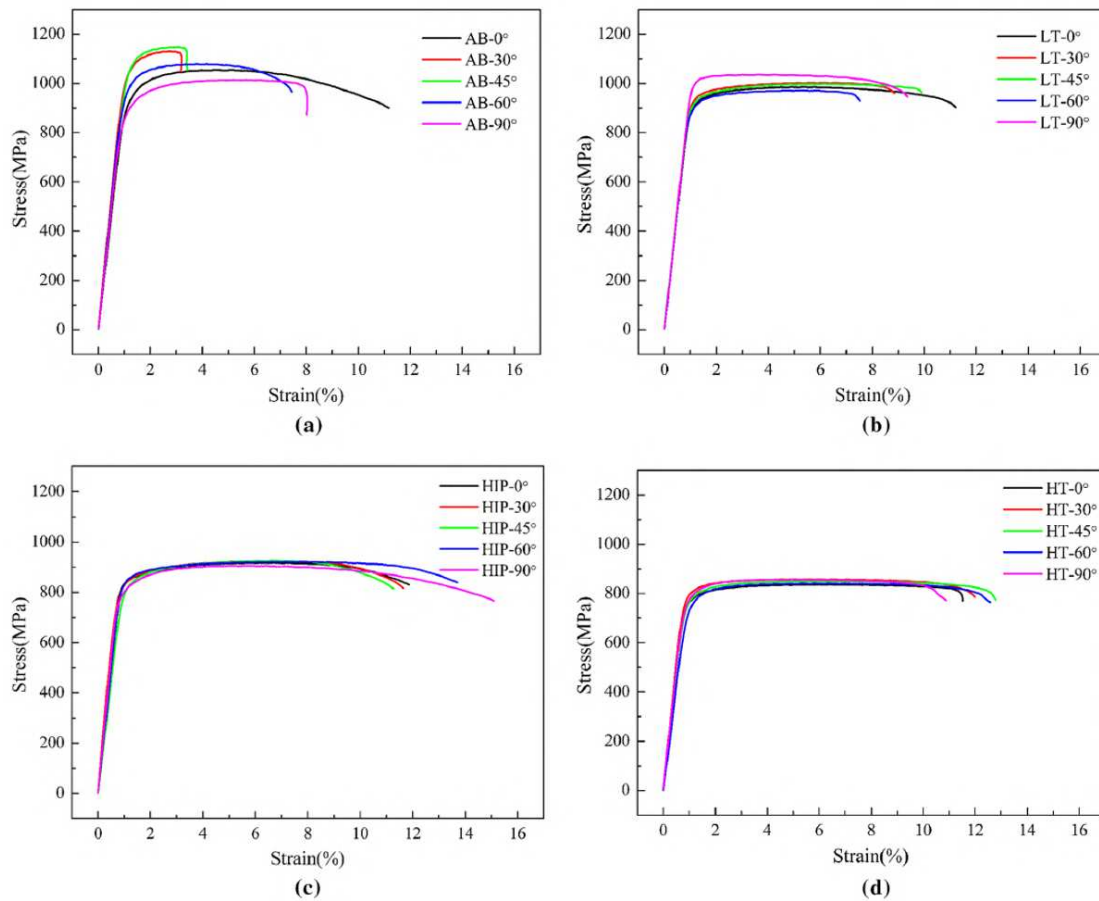


FIGURE 1.53. – Propriétés en traction d'échantillons obtenus par L-PBF en fonction de l'orientation par rapport au sens de construction et de traitements thermiques : sans traitement thermique (a), après 2 h à 800 °C (b), après 2 h à 920 °C sous 100 MPa (HIP) et après 2 h à 1050 °C [139]

Afin de placer les propriétés mécaniques du Ti-6Al-4V obtenu avec ces procédés de FA comparativement aux procédés conventionnels, les données rassemblées par Liu *et al.* [96] pour du Ti-6Al-4V obtenu par forgeage, par fonderie, mais aussi par FA, ont été regroupées en un graphique proposé en figure 1.54.

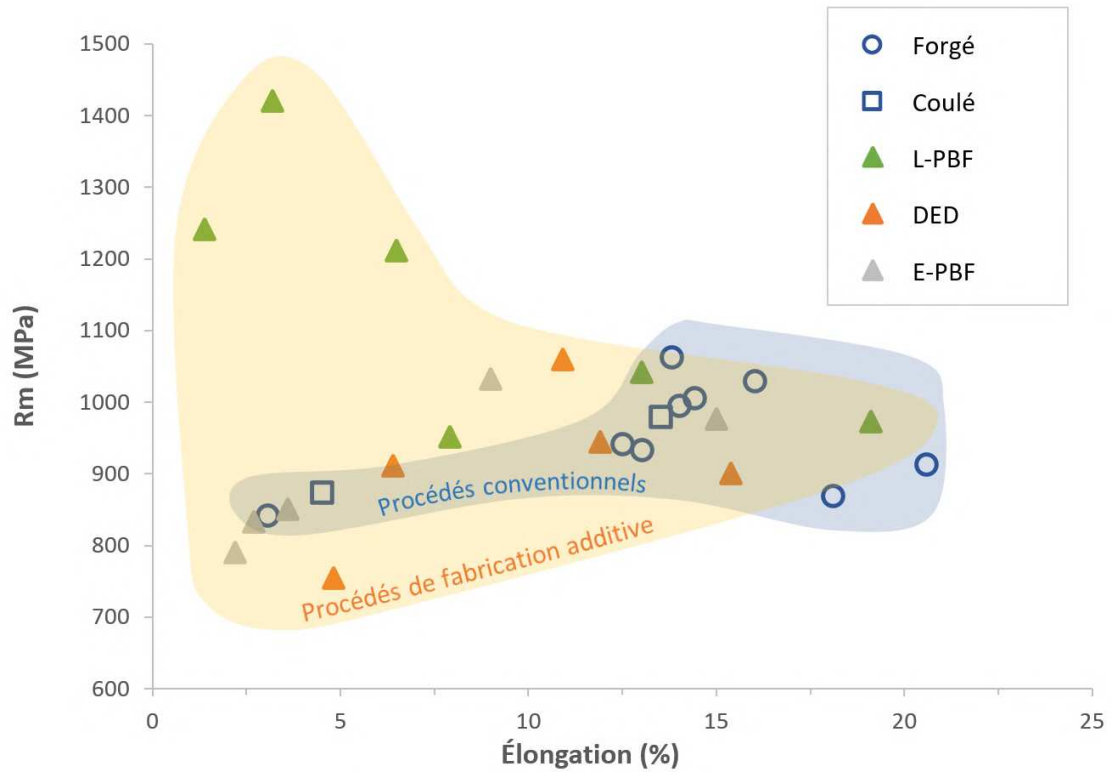


FIGURE 1.54. – Comparatif entre les propriétés en traction obtenues en FA ou par des procédés conventionnels

2. Stratégie expérimentale

Sommaire

2.1	La mise en œuvre des revêtements	64
2.1.1	Poudres de Ti-6Al-4V	64
2.1.2	Substrats	66
2.1.3	Procédé de projection cold spray utilisé	66
2.1.4	Trajectoires de projection	67
2.2	Les techniques de caractérisation	68
2.2.1	Caractérisations en cours de projection	68
2.2.1.1	Analyses DPV	68
2.2.1.2	Analyses ICP	68
2.2.2	Caractérisation de la morphologie et de la microstructure des échantillons	71
2.2.2.1	Préparation des échantillons	71
2.2.2.2	MEB	71
2.2.2.3	Estimation de la porosité	72
2.2.2.4	La tomographie	73
2.2.2.5	Diffraction des Rayons X	74
2.2.3	Caractérisation des propriétés des échantillons post-projection	75
2.2.3.1	Dureté	75
2.2.3.2	Méthode dynamique résonante	75
2.2.3.3	Comportement en traction	77
2.3	Les traitements thermiques	80
2.3.1	Oxydation de la poudre de grenailage	80
2.3.2	Restauration des propriétés mécaniques	80

Ce chapitre a pour but de présenter, dans un premier temps, les méthodes de mise en œuvre des revêtements par cold spray. Nous expliciterons les poudres et les substrats utilisés, mais aussi le procédé et les trajectoires choisis lors des projections. Par la suite, nous exposerons les différentes techniques expérimentales employées en les regroupant en trois classes : celles permettant des analyses en cours de projection, celles évaluant la microstructure des matériaux et celles déterminant leurs propriétés mécaniques. Pour finir ce sont les traitements thermiques effectués sur la poudre et sur les matériaux post-projection qui seront explicités.

2.1. La mise en œuvre des revêtements

2.1.1. Poudres de Ti-6Al-4V

La poudre de Ti-6Al-4V utilisée majoritairement durant cette thèse a été fournie par l'entreprise Oerlikon Metco sous la référence MetcoAdd Ti-6Al-4V ELI-A. Il s'agit d'une poudre contenant des particules obtenues par atomisation gazeuse. La morphologie sphérique des poudres est illustrée par des micrographies [Microscope Électronique à Balayage \(MEB\)](#) en figure 2.1.

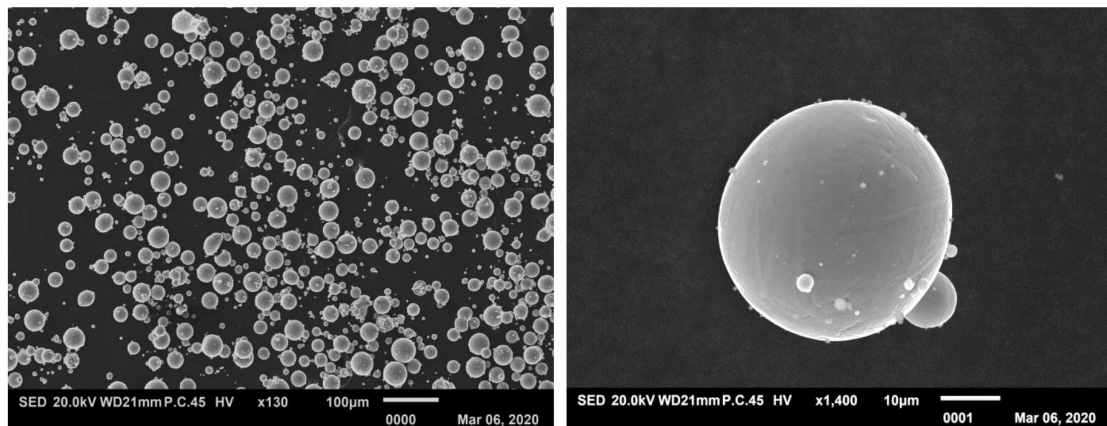


FIGURE 2.1. – Micrographies [MEB](#) de la poudre de Ti-6Al-4V $-45/+15 \mu m$ à différents grossissements

La granulométrie de la poudre est de $-45/+15 \mu m$. La distribution des diamètres est donnée en figure 2.2 et sa composition chimique est présentée dans le tableau 2.1.

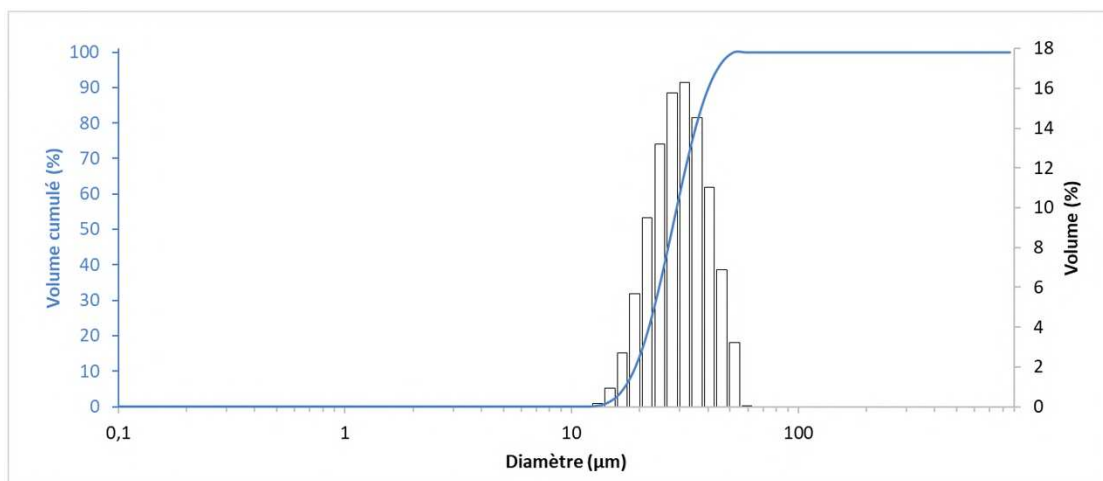


FIGURE 2.2. – Granulométrie de la poudre de Ti-6Al-4V $-45/+15 \mu m$

Éléments d'alliage	Ti	Al	V	Fe	O	C	N	H
Pourcentage massique	Bal. 6,39	3,95	0,16	0,1	0,02	0,01	0,002	

TABLE 2.1. – Composition de la poudre de Ti-6Al-4V -45/+15 μm

La poudre de Ti-6Al-4V utilisée pour le grenailage *in situ*, ayant pour référence Tekmat Ti64-250/90, a été achetée à l'entreprise Tekna Advanced Materials. Les particules sont obtenues par atomisation plasma. La figure 2.3 montre qu'elles sont de morphologie sphérique et la figure 2.4 présente la distribution des diamètres des particules, qui sont de granulométrie -250+90 μm . La composition chimique de cette poudre est donnée dans le tableau 2.2.

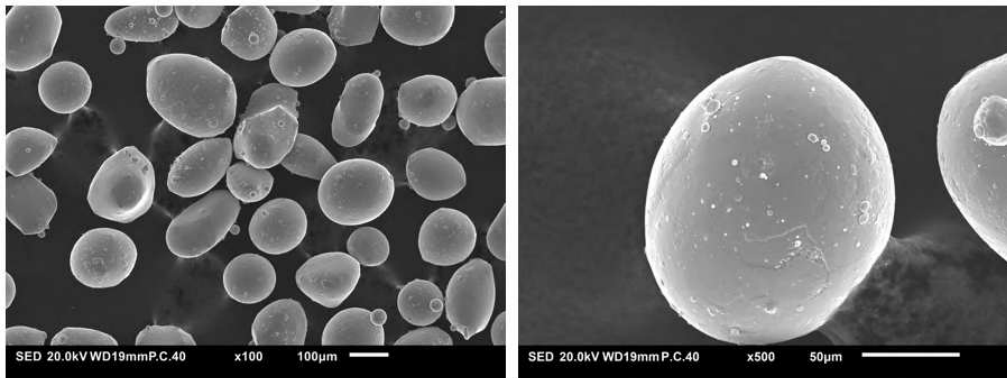


FIGURE 2.3. – Micrographies MEB de la poudre de Ti-6Al-4V -250+90 μm à différents grossissements

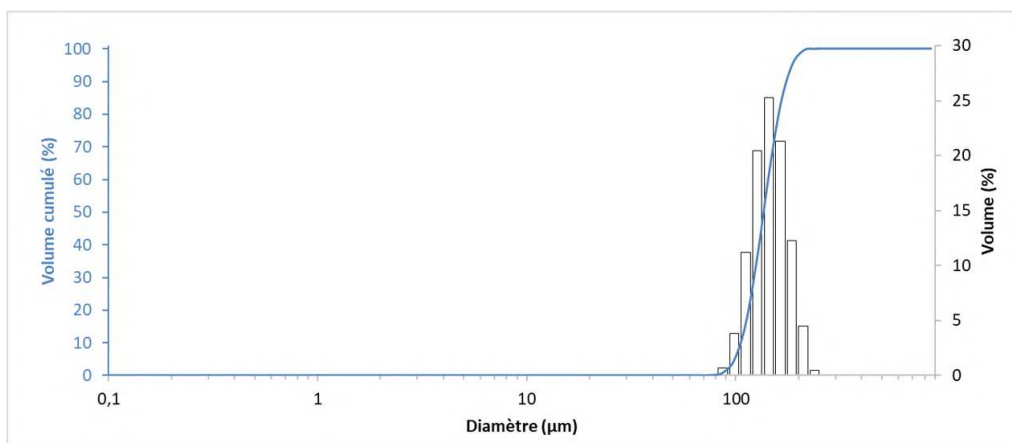


FIGURE 2.4. – Granulométrie de la poudre de Ti-6Al-4V -250+90 μm

Éléments d'alliage	Ti	Al	V	Fe	O	C	N	H
Pourcentage massique	Bal.	6,34	4,07	<0,001	0,050	<0,005	0,010	0,003

TABLE 2.2. – Composition de la poudre de Ti-6Al-4V -250+90 μm

2.1.2. Substrats

Lors des projections visant à l'optimisation des paramètres du procédé et pour produire le matériau utilisé pour les essais de traction, les substrats étaient des parallélépipèdes rectangles en acier inoxydable de type 316 L et de dimension 50x50x2 mm^3 . Pour les analyses de contraintes résiduelles les substrats utilisés étaient, soit en 316 L, soit en Ti-6Al-4V, et de dimension 229x25x4,15 mm^3 . Pour ces analyses, cette épaisseur était suffisante pour permettre une mesure fiable de la flèche avec l'[In-situ Coating Properties \(ICP\)](#) présenté à la section 2.2.1.2.

2.1.3. Procédé de projection cold spray utilisé

Le procédé de cold spray que l'on peut utiliser au CEA est commercialisé par la société allemande Impact Innovation GmbH sous la référence « Impact Spray System 5/11 ». Le pistolet est présenté sur la figure 2.5.



FIGURE 2.5. – Pistolet Impact Spray System 5/11 utilisé au CEA

Il comporte un pistolet de projection, deux distributeurs de poudre, un système permettant un refroidissement à l'eau de la tuyère lors du fonctionnement de l'appareil et une unité de contrôle. Ce système permet la projection de particules pour une pression et une température du gaz porteur pouvant respectivement aller jusqu'à 50 bars et 1100 °C. Cependant, malgré la possibilité théorique de projeter la poudre à 1100 °C avec le pistolet, nous avons été limités par la baie de commande à une montée à 1000 °C pendant la majeure partie de la thèse. Le pistolet est monté sur un robot Stäubli six axes de référence TX200, présenté figure 2.6, permettant une modification aisée des trajectoires selon les échantillons voulus.



FIGURE 2.6. – Robot Stäubli TX200 utilisé au CEA

2.1.4. Trajectoires de projection

Différents programmes de projection ont été mis au point dans cette thèse pour pouvoir évaluer l'influence de la trajectoire robot au cours de la réalisation du revêtement sur les contraintes résiduelles et les propriétés mécaniques du matériau. En se basant sur les résultats de Wu *et al.* [179] montrant que les contraintes résiduelles étaient dépendantes des différentes trajectoires robots, trois trajectoires de projection ont été mises au point pour la suite de l'étude et seront appelées zig-zag (a), quadrillée (b) et spiralee (c). Ces trajectoires sont illustrées en figure 2.7. Pour la trajectoire spiralee, un cycle robot comprend deux passages : un premier

de l'extérieur vers l'intérieur de la spirale et un autre dans le sens inverse. Sans précision supplémentaire, la [vitesse d'éclairément](#) et le pas seront respectivement de $200 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ et de $0,5 \text{ mm}$.

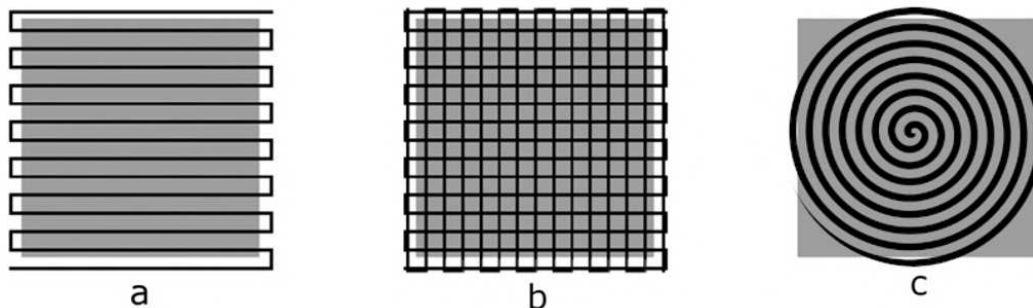


FIGURE 2.7. – Trajectoires robot en zig-zag (a), quadrillée (b) et spiralee (c)

2.2. Les techniques de caractérisation

2.2.1. Caractérisations en cours de projection

2.2.1.1. Analyses DPV

Lors de la projection des particules, de nombreux paramètres font varier, entre autres caractéristiques, leur vitesse et leur température. Cela a été mis en évidence à de nombreuses reprises à l'aide de simulations numériques présentées dans la littérature [58, 146]. Divers outils ont donc été conçus afin d'analyser expérimentalement l'état des particules en vol. Le DPV-2000 utilisé dans cette thèse en est un exemple.

Cet appareil est commercialisé par la société Tecnar (Québec, Canada). Il permet la mesure de la vitesse des particules à l'aide d'un détecteur laser, qui est placé perpendiculairement au flux. La vitesse est calculée grâce à la mesure de l'intervalle de temps écoulé lors du passage des particules devant un masque à deux fentes. L'erreur de mesure de vitesse est estimée comme étant seulement de $\pm 1 \%$ [133].

Cependant, étant donné que les vitesses des particules ne sont pas identiques dans tout le flux en sortie de tuyère, cette mesure s'interprète plutôt de manière similaire à une analyse statistique sur un grand nombre de particules, afin d'obtenir des résultats représentatifs.

2.2.1.2. Analyses ICP

Lors du processus de projection et lors du refroidissement, la courbure d'un échantillon peut être enregistrée par un appareil appelé [ICP](#) vendu par Reliacoat

Technologies LCC (New York, USA) dont le schéma de principe est illustré en figure 2.8.

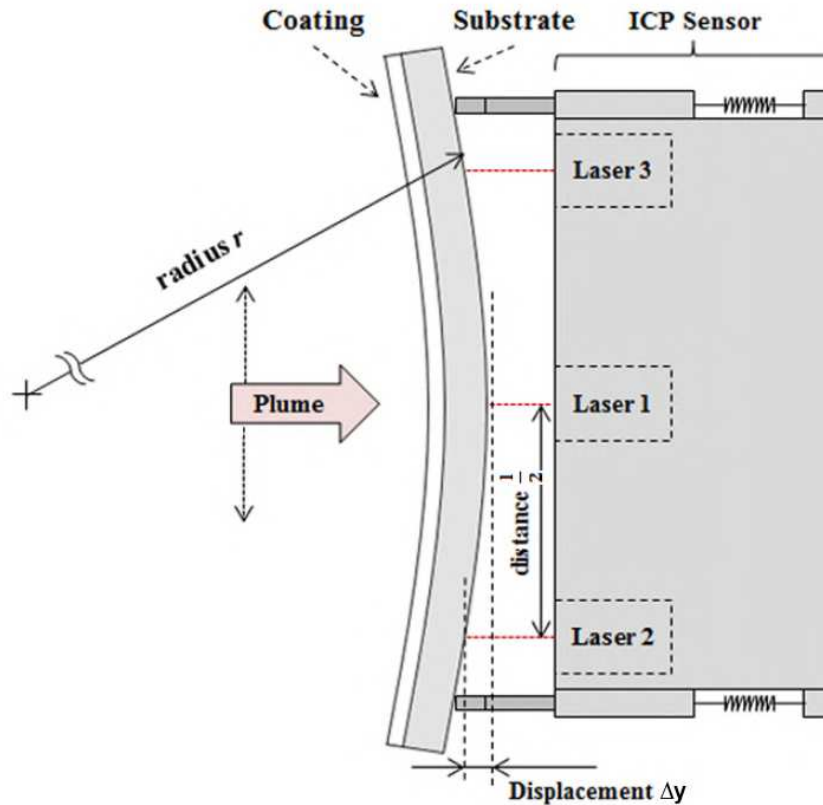


FIGURE 2.8. – Schéma du principe de fonctionnement de l'ICP [121]

Un échantillon est fixé à un support par des ressorts pour que la courbure de l'échantillon ne soit pas limitée. Sa courbure K est déterminée par la mesure du déplacement au centre et proche des extrémités du support à l'aide de trois lasers. De plus, la température de l'échantillon est mesurée aux extrémités par deux thermocouples placés à l'arrière du substrat. Ainsi, la température et la courbure de l'échantillon sont enregistrées durant toute la durée de la projection et lors du refroidissement de ce dernier.

L'ICP possède un bouclier de protection permettant de protéger l'électronique de l'équipement (figure 2.9). Pour la plupart des essais, un second bouclier de protection en acier a été ajouté au système, afin de mieux préserver l'équipement des vitesses d'impact et des températures élevées. Cependant, pour les essais à faible distance de projection, ce deuxième bouclier générerait trop d'encombrement et devait donc être retiré. Par la suite, il sera précisé lorsque le second bouclier aura été retiré du système.

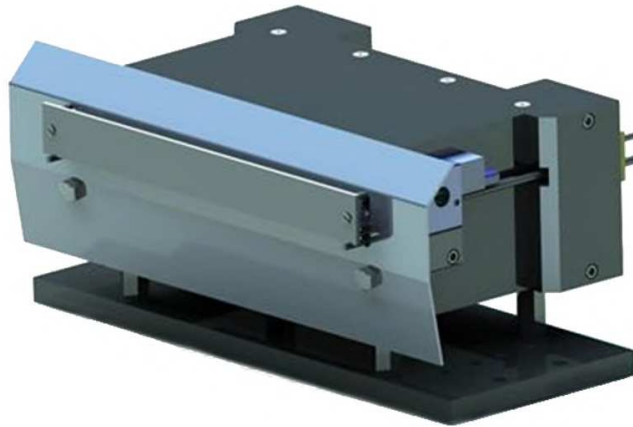


FIGURE 2.9. – Vue 3D du système d’analyse ICP n°8

En plus d’être non-destructive, cette méthode permet d’analyser les effets des différents types de contraintes sur le revêtement pendant et après projection ; cette étude de l’évolution de la contrainte en cours de projection facilite l’analyse de l’influence des différents paramètres de projection.

À partir de ces résultats, on peut tenter d’identifier plusieurs évolutions liées aux différentes contraintes intervenant lors de la projection, comme on peut le voir sur la figure 2.10. En effet, d’après Mutter *et al.* et Suhonen *et al.* [120, 156], l’évolution de la courbure de l’échantillon peut être divisée en trois phases.

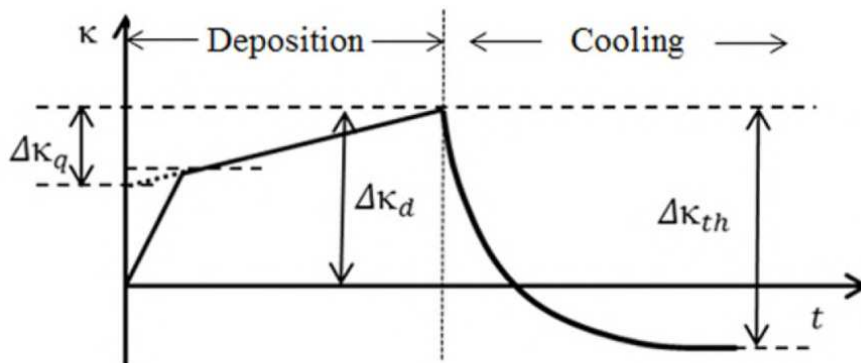


FIGURE 2.10. – Graphique de résultats typiques pouvant être obtenus avec l’ICP avec ΔK_d , ΔK_q et ΔK_{th} [120]

La première phase – correspondant à la première pente sur la figure 2.10 et durant laquelle une augmentation de la courbure de l’échantillon est observée – est principalement dépendante des conditions de projection et du substrat. Ce

phénomène est interprété comme étant dû à la relaxation des contraintes proches de la surface du substrat, induites par un sablage éventuel de l'échantillon avant projection.

Par la suite, on obtient une augmentation ou une diminution linéaire de la courbure de l'échantillon dans la plupart des cas. Cette seconde phase est due à l'épaississement du dépôt et à l'apparition de contraintes de trempe ou de grenailage selon le procédé étudié. Lors de cette étude, un accent sera mis sur l'étude de cette phase.

Enfin, lors du refroidissement après projection (correspondant à la troisième phase), on peut observer l'apparition de contraintes d'origine thermique, qui peuvent être en compression ou en tension, selon les coefficients de dilatation du substrat et du revêtement.

2.2.2. Caractérisation de la morphologie et de la microstructure des échantillons

2.2.2.1. Préparation des échantillons

Pour toutes les observations microscopiques, les échantillons ont été préparés en suivant le même protocole. Un polissage mécanique a été effectué au papier SiC jusqu'au grade 4000, suivi d'un polissage mécano-chimique avec un mélange constitué à 90 % de suspension à la silice colloïdale (OP-S) et à 10 % d'une solution aqueuse de peroxyde d'hydrogène H_2O_2 à 30 %. À la suite de cette étape, un état de surface dit « poli-miroir » est obtenu.

2.2.2.2. MEB

Les outils d'analyse de microstructure les plus employés sont des [MEB](#) :

- Un [MEB](#) de marque JEOL JSM IT100 (figure 2.11-a) a été principalement utilisé à une tension d'accélération de 20 kV pour l'analyse des faciès de rupture des échantillons, grâce à un détecteur d'[électrons secondaires ou Secondary Electrons \(SE\)](#) favorisant l'analyse de la topographie.
- Un [Microscope Électronique à Balayage à canon à émission de champs ou Field Emission Gun \(MEB-FEG\)](#) de marque FEI Versa 3D avec des détecteurs [SE](#) et [électrons rétrodiffusés ou Back-Scattered Electrons \(BSE\)](#) (figure 2.11-b) a été employé avec une tension d'accélération de 20 kV pour l'analyse de la microstructure des matériaux avant et après traitement thermique. Ce canon à émission de champs permet d'obtenir une meilleure résolution, nécessaire à l'observation de la microstructure post-projection.

- Un microscope JEOL JSM 6100 (figure 2.11-c), qui est aussi équipé de détecteurs SE et BSE a été utilisé lors de l'essai de traction *in situ* pour l'analyse de l'apparition et du développement de la plasticité en lien avec la microstructure. Des observations par **diffraction d'électrons rétrodiffusés** ou *Electron BackScattered Diffraction (EBSD)* ont aussi été effectuées afin d'analyser l'orientation cristallographique locale et distinguer les phases α et β des échantillons projetés. À partir de ces informations et du logiciel EDAX OIM Analysis, les textures des échantillons ont pu être obtenues. Ce microscope a permis aussi de détecter l'orientation des plans de glissement lors des essais de traction *in situ* et de reconstituer les anciens joints de grain β après une mise en solution à une température supérieure au transus β .

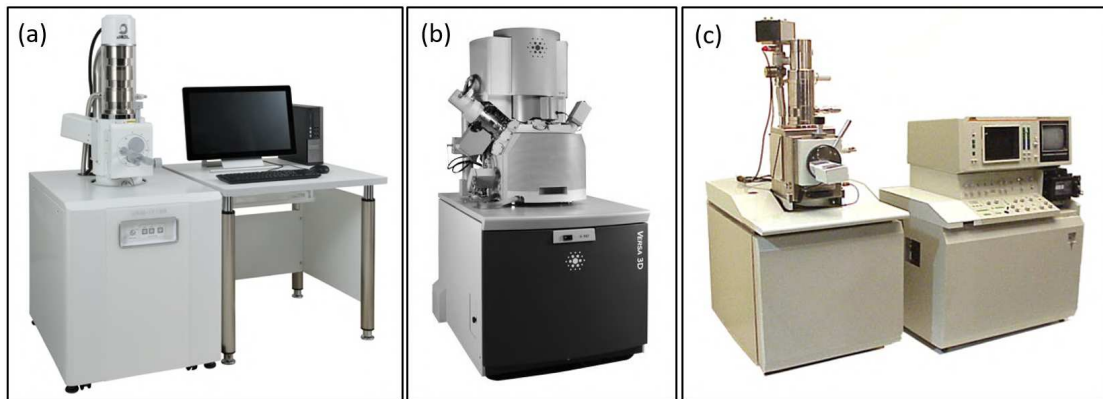


FIGURE 2.11. – Photographies montrant les MEB JEOL JSM IT100 (a), FEI VERSA 3D (b) et JEOL JSM 6100 (c)

2.2.2.3. Estimation de la porosité

La détermination des caractéristiques de la porosité des différents échantillons a principalement été effectuée par analyse d'image au cours de cette étude. Cependant, une détermination par analyse d'image peut facilement être source d'erreurs. Le protocole de polissage doit être précis et doit rester inchangé afin qu'il conduise à une porosité relative comparable entre tous les échantillons (risque de beurrage et d'arrachement lors du polissage). Une autre source d'erreur lors de l'estimation des caractéristiques de la porosité par analyse d'image (dimension, morphologie, fraction surfacique) peut être le choix et les paramètres de l'outil d'observation des échantillons. Pour des raisons de rapidité, des observations MEB ou par microscopie optique ont été choisies pour effectuer la majorité des mesures de porosité.

La profondeur de champ est plus importante avec le MEB qu'avec un microscope optique. Nous observons donc parfois la matière présente sous le pore dans les micrographies MEB, ce qui risque de sous-évaluer la porosité résiduelle des

échantillons lors de l'analyse d'images. Il est possible d'observer en figure 2.12 cette différence d'analyse d'une même zone d'un échantillon avec les deux microscopes. À partir de ces résultats, c'est le recours à la microscopie optique qui a été privilégié pour évaluer les caractéristiques de la porosité.

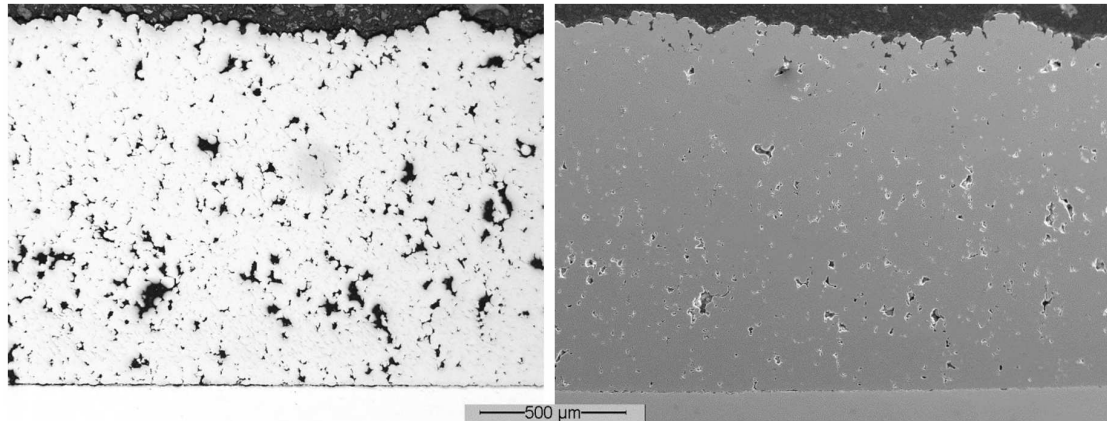


FIGURE 2.12. – Comparaison entre une image obtenue avec un microscope optique (à droite) et un MEB (à gauche)

Un autre critère important est l'échelle spatiale de capture de ces micrographies : un grossissement trop faible va entraîner une sous-évaluation de la porosité, car les plus petits pores risquent de ne pas être comptabilisés lors de la mesure. Cependant, un grossissement élevé a pour effet de réduire la surface étudiée et entraîne une mesure de la fraction surfacique des pores non fiable du fait de la répartition hétérogène des pores dans le matériau.

Après des analyses des résultats à différentes échelles, il a été décidé de se placer à un grossissement de $\times 100$ sur un microscope optique numérique VHX Keyence, permettant la prise en compte de la plupart des pores les plus fins. De plus, pour chaque échantillon, 10 images ont été prises dans différentes zones de l'échantillon pour pallier l'hétérogénéité de répartition au sein du matériau. La fraction surfacique des pores a été estimée après un seuillage, grâce au logiciel open source Fiji, puis moyennée en s'assurant d'avoir un écart type faible entre les différents échantillons étudiés.

2.2.2.4. La tomographie

Dans cette étude un microtomographe à rayon X Ultratom de RX Solution (figure 2.13) a été utilisé, avec une source Hamamatsu à micro foyer utilisable de 20 à 150 kV et de 0 à 500 μA . Les essais ont été réalisés à 90 kV et 50 μA sur une longueur de 5 mm de la partie utile des microéprouvettes de traction. La taille de voxel atteinte est d'environ $3 \times 3 \times 3 \mu\text{m}^3$.

Contrairement à l'analyse de la porosité par microscopie, cet outil – nécessitant l'analyse du matériau couche après couche et une reconstruction 3D des images obtenues – rend la mesure de porosité extrêmement chronophage ; ainsi, ces mesures ont été effectuées seulement sur quatre éprouvettes de traction pour confirmer les observations préalablement effectuées.

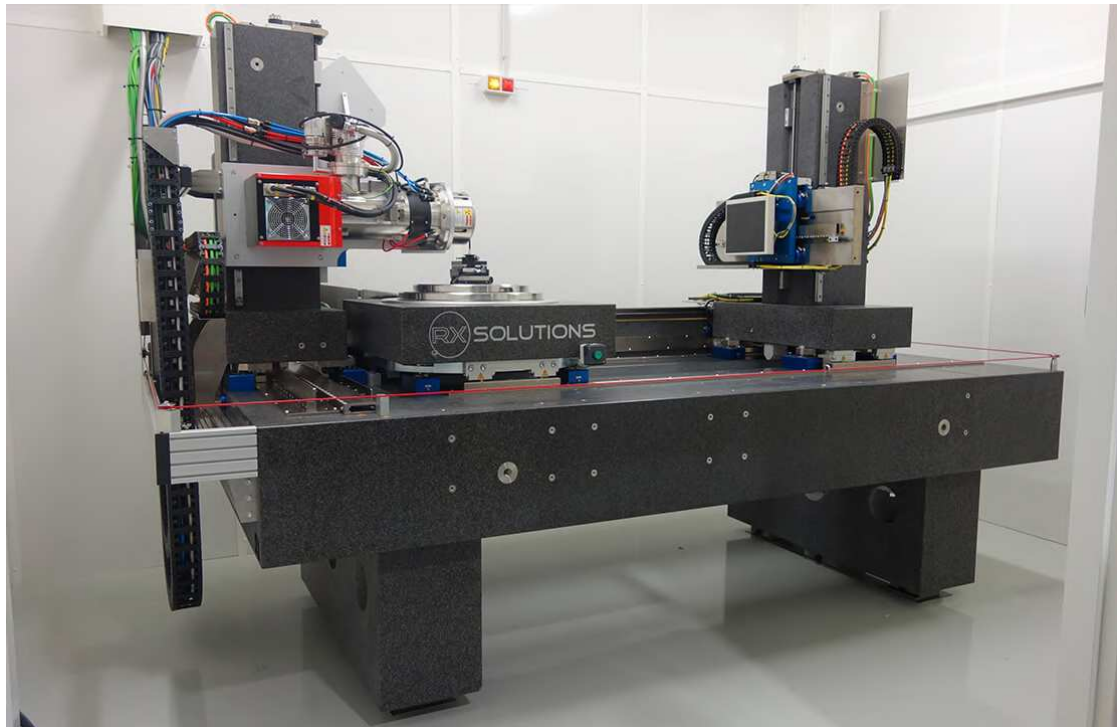


FIGURE 2.13. – Photographie du microtomographe à rayon X Ultratom

Les résultats des analyses tomographiques sont traités par les logiciels Fiji, Paraview (opensource) et Matlab (The MathWorks Inc.) pour obtenir une représentation 3D des pores, mais aussi des analyses statistiques sur leur répartition, leur sphéricité, leur nombre et leur volume.

2.2.2.5. Diffraction des Rayons X

La technique de caractérisation par [Diffraction des Rayons X \(DRX\)](#) est utilisée pour identifier les différentes phases cristallines présentes dans un matériau. Le diffractomètre utilisé est un Panalytical Empyrean S3 de géométrie Bragg-Brentano ($\theta-2\theta$) avec comme longueur d'onde utilisée la raie $K_{\alpha 1}$ du cuivre ($1,54060 \text{ \AA}$). Par la suite, l'analyse des diffractogrammes obtenus a été effectuée à l'aide du logiciel EVA.

2.2.3. Caractérisation des propriétés des échantillons post-projection

2.2.3.1. Dureté

La dureté des échantillons a été mesurée à l'aide d'un duromètre Duramin 40 M1 de la marque Struers (figure 2.14) dans l'épaisseur des échantillons polis miroir. La charge appliquée était de 300 gf avec un temps de maintien de 15 secondes. De plus, les pores présents dans la plupart des échantillons étudiés augmentant la variabilité des résultats, cette mesure a été moyennée en réitérant la manipulation dix fois par échantillon.



FIGURE 2.14. – Duromètre Duramin 40 M1 de Struers

2.2.3.2. Méthode dynamique résonante

La *méthode dynamique résonante* ou *Dynamic Resonant Method (DRM)* appelée aussi flexion libre sur fil [59] est une technique non-destructive permettant l'étude des modules élastiques d'un matériau. Le principe de la mesure du module de Young est basé sur la détermination de la fréquence de flexion d'une lame sous excitation fréquentielle continue suivant la norme ASTM E-1876 00. Or, on a la relation suivante, qui lie le module de Young à la fréquence de résonance de flexion d'une lame :

$$E = 0,9464\rho F_F^2 \frac{L^4}{B^2} T \left(\frac{h}{L}, \nu \right) \quad (2.1)$$

Ce montage permet d'effectuer des essais allant de -50 °C à 1200 °C sous vide secondaire (10^{-4} Pa). Les mesures en température sont effectuées à la vitesse d'environ $1,5 K \cdot \text{min}^{-1}$. L'échantillon est placé dans une chambre, sur une tête de mesure et est maintenu à l'horizontale par deux appuis élastiques entre des fils d'acier situés aux nœuds naturels de vibration de la poutre étudiée (figure 2.15).

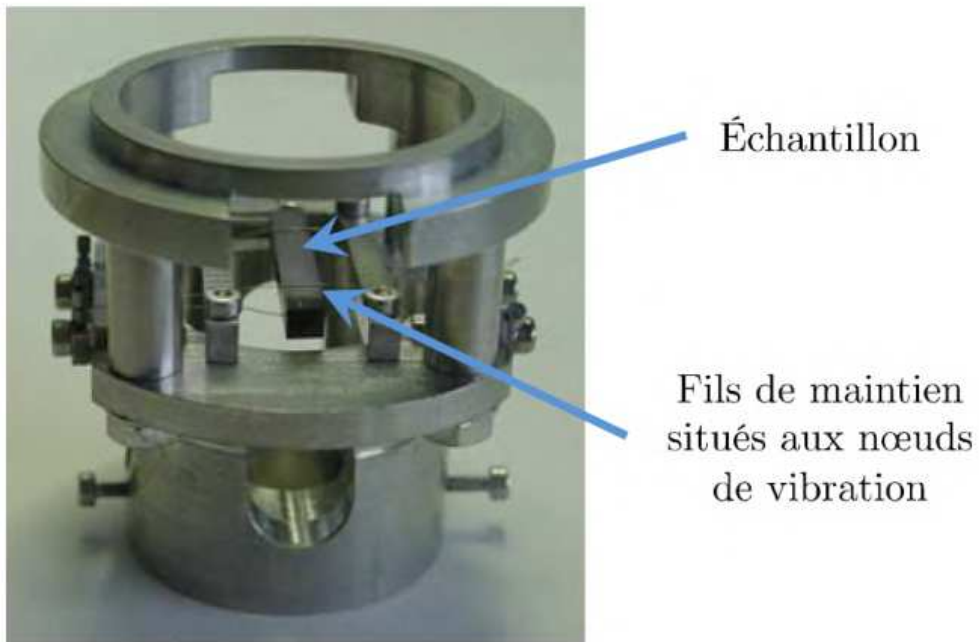


FIGURE 2.15. – Photographie de la tête de mesure du montage DRM

L'excitation et la détection sont assurées par un système électrostatique dans lequel une capacité est créée entre l'électrode et l'échantillon (figure 2.16).

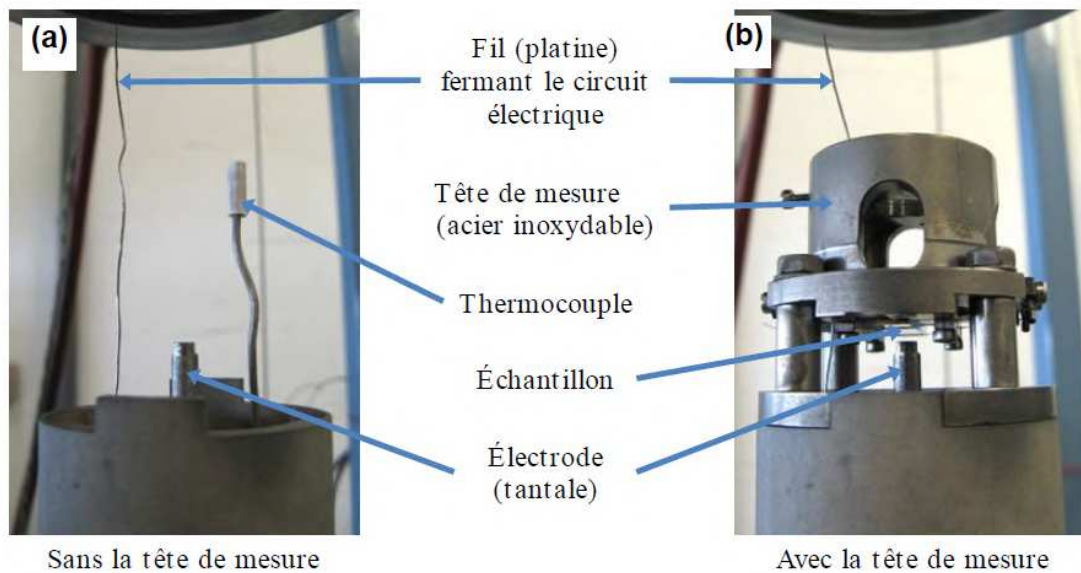


FIGURE 2.16. – Photographie du montage DRM

Les échantillons sont de dimensions $30 \times 5 \times 1,5 \text{ mm}^3$ et ont été prélevés par électro-érosion. Un polissage mécanique a ensuite été effectué pour obtenir une rugosité inférieure à $1 \text{ }\mu\text{m}$. Les dimensions de chaque échantillon ont été déterminées à $0,01 \text{ mm}$ ainsi que leur densité, déterminée à $\pm 0,01$. Avec ces précautions, la dispersion expérimentale est de l'ordre de $\pm 0,5 \text{ GPa}$ pour des matériaux massifs isotropes et homogènes.

2.2.3.3. Comportement en traction

Tous les essais de traction ont été effectués à température ambiante et jusqu'à rupture sur des éprouvettes plates d'une épaisseur d'environ 1 mm . Les autres dimensions sont visibles sur le plan de la figure 2.17. De telles éprouvettes ont été choisies pour réduire les temps de projection des blocs de matière par cold spray et permettre la réalisation d'essais *in situ* sous MEB.

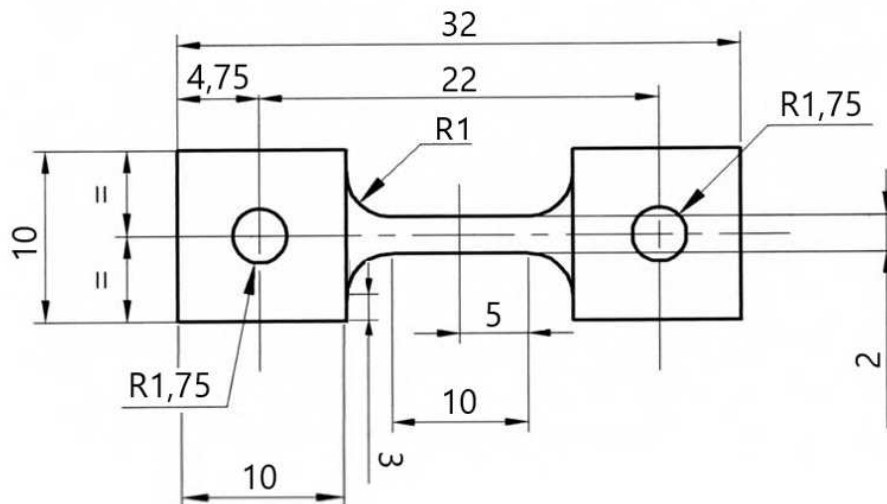


FIGURE 2.17. – Géométrie des éprouvettes plates de traction utilisées (toutes les dimensions sont en millimètres)

Toutes les éprouvettes ont été prélevées perpendiculairement à la direction de projection, mais soit horizontalement, soit verticalement, afin d'évaluer une éventuelle anisotropie du matériau dans l'épaisseur, en fonction des trajectoires robot. Elles ont été usinées par électro-érosion, pour limiter l'introduction de nouvelles contraintes dans les matériaux.

Machine Instron Les essais de traction ont été effectués sur une machine électromécanique Instron 8862. Elle dispose d'un vérin ayant une course de $\pm 50 \text{ mm}$ et d'une cellule de charge d'une capacité dynamique de 100 kN (figure 2.18-a). Les essais ont été pilotés en déplacement avec une vitesse de déformation équivalente à $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.



FIGURE 2.18. – Machine d’essai de traction Instron 8862 (a), extensomètre utilisé pour les essais (b) et montage final d’une éprouvette (c)

Un extensomètre à couteaux avec une base de $8,78 \pm 1,3$ mm a été utilisé. Celui-ci est montré en figure 2.18-b/c. Pour éviter le glissement des couteaux placés sur la tranche des éprouvettes, ces dernières ont été polies mécaniquement au papier SiC jusqu’au grade 500, tandis que la surface a été polie jusqu’au grade 4000 pour éliminer la majorité des défauts de surface.

Micromachine Deben Pour l’essai de traction *in situ* sous MEB, une micromachine Deben a été utilisée (figure 2.19) avec une cellule de charge d’une capacité de 5 kN. La vitesse de déplacement des traverses mobiles de la micromachine, appliquée entre deux niveaux de contrainte est de $0,12 \text{ mm} \cdot \text{min}^{-1}$. Pour caractériser la déformation, l’évolution et l’endommagement de la microstructure, le déplacement est maintenu.

L’éprouvette de traction était de dimensions identiques à celles utilisées pour les essais de traction conventionnels, mais a été polie miroir sur sa face supérieure afin de pouvoir effectuer des analyses MEB avant, pendant et après l’essai. Afin de

connaître assez précisément la déformation de l'éprouvette aux différents niveaux de contrainte étudiés, deux éléments microstructuraux ont été repérés de part et d'autre de la partie utile. Leur position a été identifiée et suivie pour chaque niveau de contrainte grâce à la platine du microscope qui donne une mesure précise au micron près.

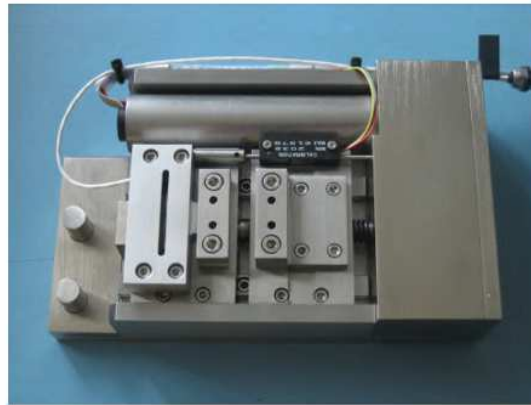


FIGURE 2.19. – Photographie de la micromachine de traction Deben

Lors de cet essai de traction, plusieurs zones d'intérêt ont été suivies et principalement une zone contenant un des plus gros pores de l'éprouvette, situé au milieu de la partie utile. Cette zone a été choisie pour suivre l'activation des mécanismes de déformation plastique, mais aussi comme étant potentiellement le site avec la plus forte concentration de contraintes (à cause de la présence du pore). Pour étudier les mécanismes de déformation actifs lors de l'essai de traction, les lignes de glissement ont été identifiées dans chaque grain de la zone étudiée, à chaque niveau de contrainte et jusqu'à atteindre une déformation macroscopique totale de 1,1 %. Lorsque plusieurs lignes de glissement parallèles apparaissaient dans un grain, seule la première était prise en compte. La distance du grain contenant ces lignes de glissement au pore visible le plus proche et l'orientation de ces lignes ont été mesurées par analyse d'image permettant respectivement une précision de $1 \mu m$ et de 1° .

L'orientation cristallographique locale a été mesurée par [EBSD](#) avant et après l'essai. En prenant en compte la phase dans laquelle les lignes de glissement étaient apparues et les angles d'Euler, l'orientation des différents plans de glissement potentiels a été calculée et a été comparée à l'orientation des lignes de glissement mesurées. Lorsque l'écart entre l'orientation des lignes de glissement et des plans de glissements théoriques était inférieur à 5° , le plan de glissement actif était identifié. Lorsque aucun ou plus d'un plan de glissement correspondait avec la ligne identifiée, le cas a été considéré comme une ambiguïté et n'a pas été retenu.

La direction de glissement est choisie en maximisant le **facteur de Schmid** du plan de glissement identifié. Par exemple :

- Dans les cas d'identification du glissement basal de la phase α du Ti-6Al-4V, compte tenu du fait que les trois directions de glissement sont contenues dans le même plan, le système de glissement ayant le **facteur de Schmid** le plus important, comme proposé par les travaux de Bridier *et al.* [32], est considéré comme actif.
- Enfin, dans les cas d'identification des systèmes de glissement de la phase β du Ti-6Al-4V, le choix a été fait de chercher les systèmes de glissement actifs parmi $\{1\bar{2}1\} \langle 111 \rangle$, qui d'après Suri *et al.* [158] se trouve être les systèmes de glissement les plus régulièrement rencontrés. En faisant ce choix, le taux de systèmes de glissement identifiés sans ambiguïtés est de 65 %.

Pour chaque cas retenu, le **facteur de Schmid** et l'**angle de déclinaison** ont été calculés.

2.3. Les traitements thermiques

2.3.1. Oxydation de la poudre de grenillage

Un traitement thermique pour durcir la poudre Tekmat Ti64-250/90 par oxydation a été recherché au cours de la thèse. L'étude de Brice *et al.* [31] étudiant les effets d'un traitement thermique de poudre de titane sous air à 530 °C pendant 20 h a montré que cela engendrait une diffusion d'oxygène dans la poudre sur une distance de 2 à 5 μm entraînant une augmentation de la dureté de 3 GPa à environ 8,5 GPa en surface sans fritter la poudre.

Nous avons donc reproduit le même traitement thermique avec comme refroidissement une trempe à l'air, à la suite duquel seule une étape de tamisage restait nécessaire pour éviter de projeter des agrégats de poudre lors des essais.

2.3.2. Restauration des propriétés mécaniques

Afin d'améliorer les propriétés mécaniques du matériau après projection, différents traitements thermiques ont été effectués (tableau 2.3).

Nom choisi	Montée en température	Palier de température	Refroidissement
575	4 °C·min ⁻¹	2 h à 575 °C	Trempe à l'air
650	4 °C·min ⁻¹	2 h à 650 °C	Trempe à l'air
750	4 °C·min ⁻¹	2 h à 750 °C	Trempe à l'air
850	4 °C·min ⁻¹	2 h à 850 °C	Trempe à l'air
950	4 °C·min ⁻¹	2 h à 950 °C	Trempe à l'air
1050	4 °C·min ⁻¹	2 h à 1050 °C	Trempe à l'air
950 lent	4 °C·min ⁻¹	2 h à 950 °C	0,1 °C·min ⁻¹
	4 °C·min ⁻¹	2 h à 700 °C	Trempe à l'air
1050 eau	4 °C·min ⁻¹	2 h à 1050 °C	Trempe à l'eau

TABLE 2.3. – Traitements thermiques appliqués pour améliorer les propriétés mécaniques

Les traitements thermiques ont été testés sur une gamme assez large et dans des conditions similaires. Seul le traitement thermique 950 lent a été fait en plusieurs étapes, qui visaient à obtenir une microstructure équiaxe (étape 1 avec une vitesse de refroidissement très lente) et à éliminer la présence de phase α_2 , qui a une température de solvus comprise entre 550 et 600 °C (étape 2 avec chauffe puis trempe à 700 °C).

3. Optimisations et analyses des projections

Sommaire

3.1	Des paramètres pour la réduction du taux de pores	84
3.1.1	Pression et température du gaz de projection	84
3.1.2	Type de tuyère	86
3.1.3	Distance de projection	89
3.1.4	Vitesse d'éclairement	90
3.1.5	Débit de poudre	91
3.1.6	Pas de projection	93
3.1.7	Température du gaz de 1100 °C	98
3.1.8	Trajectoire robot	99
3.1.9	Grenailage <i>in situ</i>	99
	3.1.9.1 Essais préliminaires (d'après Luo <i>et al.</i>)	99
	3.1.9.2 Grenailage avec deux poudres de Ti-6Al-4V de granulométries différentes	101
3.2	Caractérisation de la microstructure	104
3.2.1	Caractérisation de la porosité des éprouvettes de traction	104
	3.2.1.1 Analyse d'image	105
	3.2.1.2 Tomographie	106
3.2.2	Identification des phases obtenues par Diffraction des Rayons X	109
3.2.3	Analyse de la concentration en éléments interstitiels	110
3.2.4	Analyses micrographiques	111
	3.2.4.1 Microstructure des poudres	111
	3.2.4.2 Microstructure des dépôts	112
3.3	Caractérisation des propriétés mécaniques	114
3.3.1	Dureté	114
3.3.2	Évaluation du module de Young par DRM	114
3.3.3	Étude du comportement en traction	118

Ce chapitre traite, dans une première partie, de l'optimisation du taux de pores lors des projections. Cette étude est prioritaire, car les propriétés mécaniques et notamment la ductilité des matériaux peuvent être modifiées selon leur porosité ; la densification du matériau d'étude permet d'envisager de meilleures performances en traction. Dans une seconde partie, la microstructure et les propriétés mécaniques du matériau sont caractérisées en faisant varier certains paramètres de projection. Le but est d'observer les états de la matière post-projection et de réfléchir aux améliorations possibles, qui seront étudiées dans un chapitre suivant.

3.1. Des paramètres pour la réduction du taux de pores

Les premiers essais de projection de Ti-6Al-4V ayant dénoté une fraction surfacique de pores d'environ 20 % dans le revêtement, il a été indispensable de rajouter à cette étude une optimisation du taux de pores du matériau. Ceci avait pour but de densifier les dépôts, afin de garantir un certain niveau de propriétés mécaniques du matériau.

3.1.1. Pression et température du gaz de projection

Une des solutions envisagées pour la réduction de la fraction surfacique des pores des dépôts en Ti-6Al-4V est d'utiliser l'hélium en tant que gaz porteur, du fait de sa plus faible masse molaire et de son plus grand coefficient isentropique. Cependant, l'hélium étant très onéreux, son utilisation est rarement retenue industriellement. Nous avons donc utilisé exclusivement de l'azote en tant que gaz porteur dans cette étude.

Les premières expériences effectuées avaient pour objectif la recherche de paramètres de projection optimaux en termes de pression et de température du gaz porteur utilisé. L'évolution du taux de pores selon la pression et selon la température du gaz porteur est respectivement illustrée en figure 3.1 et figure 3.2. On observe que l'augmentation de ces deux paramètres induit une réduction de la fraction surfacique des pores au sein des échantillons. Les valeurs maximales de pression et de température du gaz porteur, de 50 bars et de 1000 °C en début de thèse pour des raisons techniques, ont permis de passer d'un taux de pores supérieur à 25 % à un taux proche de 4 %. Étant donné que cette fraction surfacique de pores aurait une influence importante sur les propriétés mécaniques du matériau projeté, il a semblé également nécessaire d'étudier l'effet des autres paramètres de projection, afin d'augmenter la densité des échantillons projetés.

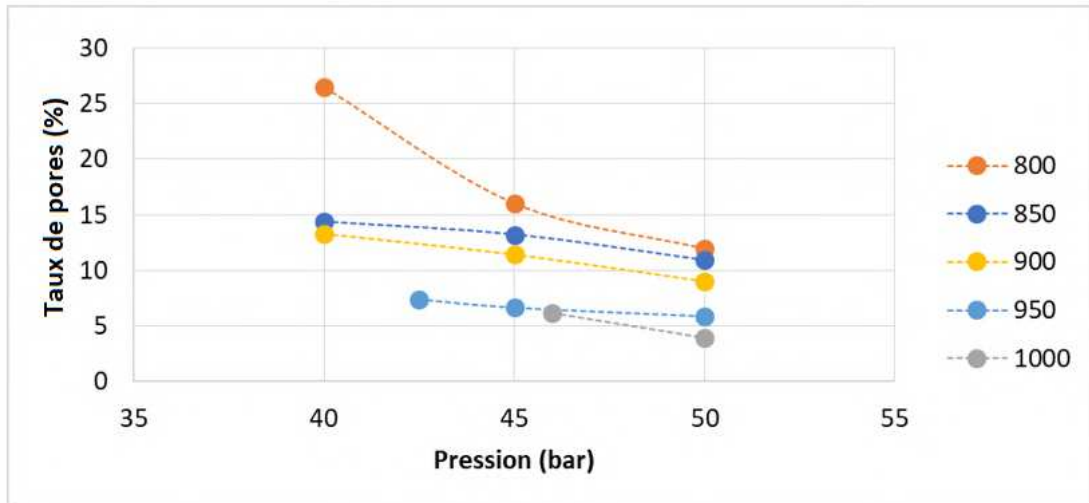


FIGURE 3.1. – Évolution du taux de pores en fonction de la pression du gaz porteur

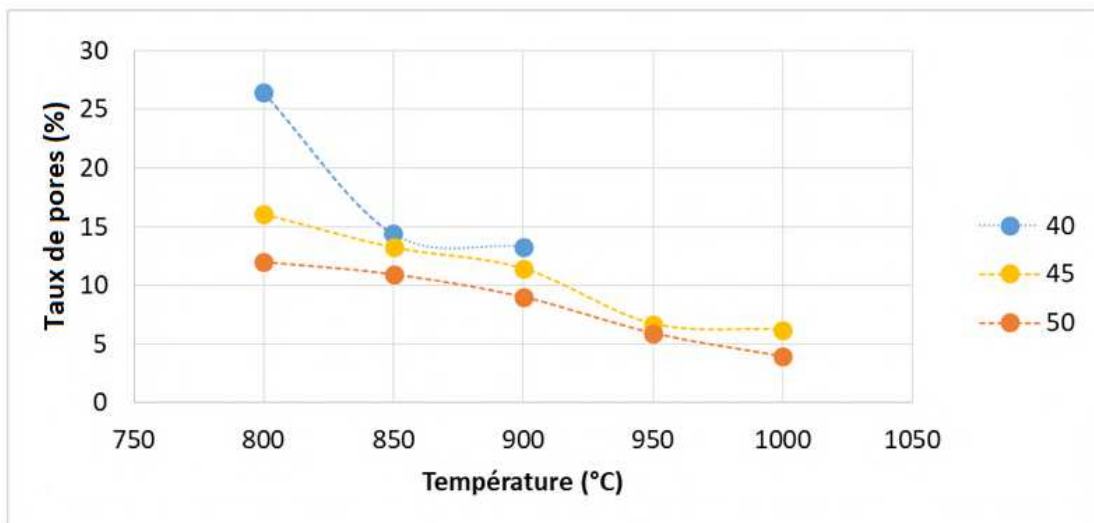


FIGURE 3.2. – Évolution du taux de pores en fonction de la température du gaz porteur

Les paramètres de projection usuellement utilisés en cold spray pour la projection de Ti-6Al-4V sont indiqués dans le tableau 3.1. Un travail d'optimisation de chacun des paramètres cités est décrit dans les sections suivantes.

Pression (bar)	Température (°C)	Tuyère	Distance de projection (mm)
50	1000	Out 1	100
Vitesse d'éclairage (mm·s ⁻¹)	Vitesse de rotation	Pas (mm)	Substrat
200	2	1	316 L

TABLE 3.1. – Paramètres de projection avant optimisation

3.1.2. Type de tuyère

Comme précisé dans le tableau 3.1, la tuyère utilisée est une tuyère de Laval Out 1 de type divergent long en SiC de chez Impact Innovation et dont les dimensions précises sont reprises dans le tableau 3.2. Or, la tuyère recommandée par le constructeur, pour les matériaux ayant des vitesses critiques élevées, est dénommée Out 4. Sa différence avec la tuyère Out 1 se situe au niveau de son divergent, qui est plus long.

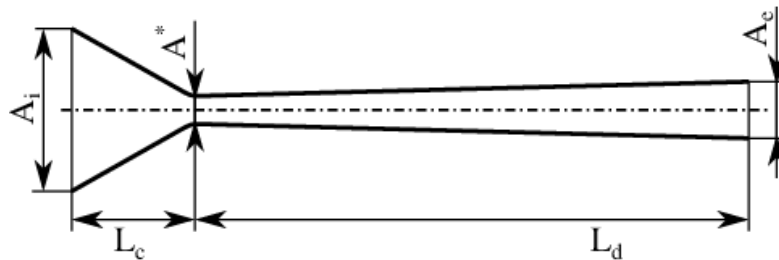


FIGURE 3.3. – Schéma présentant les dimensions caractéristiques d'une tuyère

Nom tuyère	Out 1	Out 4
L_c (mm)	31,5	31,5
L_d (mm)	128,5	179,3
A_i (mm)	12,7	12,7
A^* (mm)	2,7	2,7
A_c (mm)	6	7,3

TABLE 3.2. – Dimension des tuyères Out 1 et Out 4

Afin de calculer les vitesses, en sortie de tuyère, du flux et des particules de Ti-6Al-4V dans des conditions de projection optimales (50 bar – 1000 °C), une simulation a été effectuée à l'aide d'un code de simulation numérique CFD (Continuus Fluid Dynamics) : le code ARES du CEA. Cette simulation intégrait le comportement du flux et de particules injectées selon les paramètres de projection et la nature des poudres utilisées. D'après la littérature [141], une vitesse maximale des particules à l'impact entraîne un taux de pores moindre. Or, les résultats de cette simulation, présentée en figure 3.4, ont montré que, en sortie de tuyère, dans des conditions de projection similaires, la tuyère Out 4 permettait d'accélérer plus intensément le flux, et donc d'obtenir des particules projetées avec une vitesse supérieure de plus de $100 \text{ m} \cdot \text{s}^{-1}$ par rapport à l'emploi de la tuyère Out 1 ; l'emploi de cette tuyère semblait donc d'un intérêt certain.

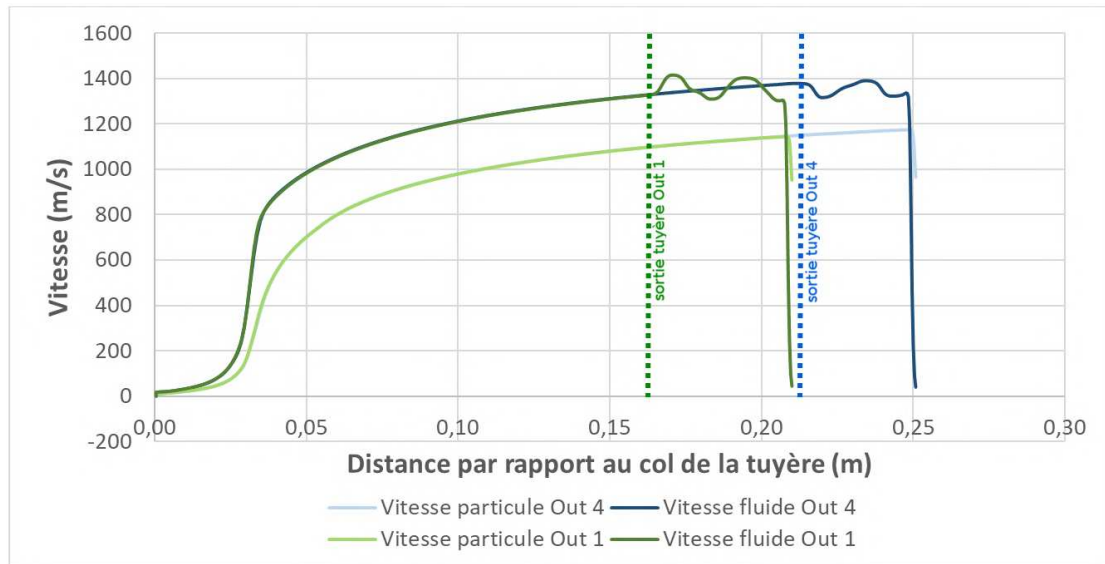


FIGURE 3.4. – Comparaison des vitesses des particules et du fluide au sein et en sortie de tuyère

Afin d'observer expérimentalement cette différence de vitesse des particules selon la tuyère utilisée, plusieurs analyses DPV ont été effectuées pour une pression de 50 bars et une température de 1000 °C avec les deux tuyères. Cependant, nous avons obtenu une tendance contraire aux résultats de la simulation (figure 3.5). L'écart entre ces deux résultats contradictoires peut s'expliquer par des hypothèses faites lors de la simulation :

- Pas de prise en compte du débit de poudre.
- Pas de prise en compte des interactions entre les particules.
- Présence de particules unitaires d'un diamètre moyen.

De plus, d'après les résultats expérimentaux, les vitesses atteintes selon la tuyère utilisée ont un écart moyen inférieur à 5 %, ce qui n'est pas significatif. Il a donc été décidé d'évaluer le taux de pores de différents revêtements obtenus avec chacune des deux tuyères, afin de déterminer laquelle utiliser. Les résultats de cette analyse, effectuée en fonction du pas de projection, sont mis en exergue en figure 3.6.

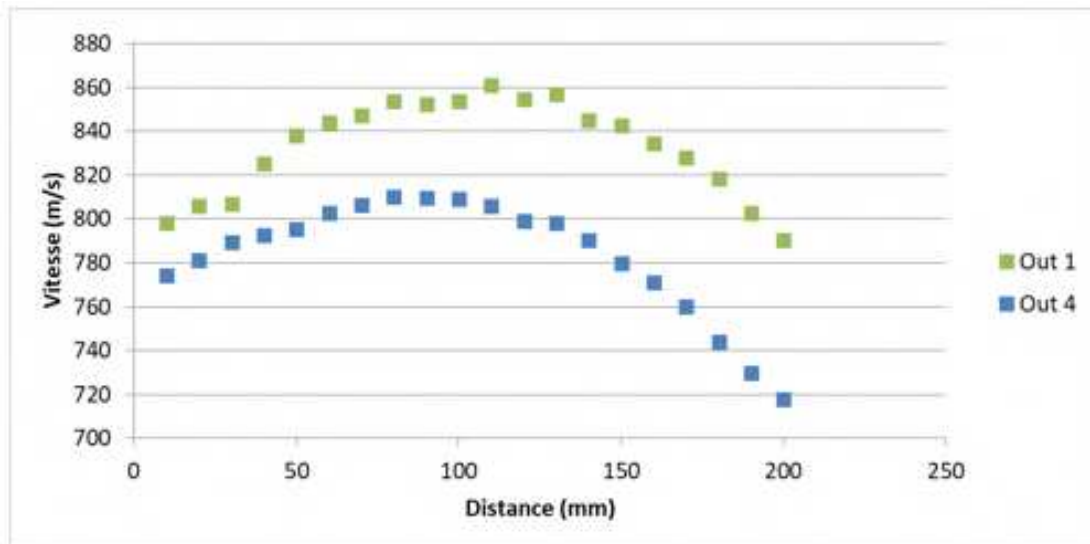


FIGURE 3.5. – Vitesse moyenne des particules de Ti-6Al-4V en fonction de la tuyère et de la distance à sa sortie

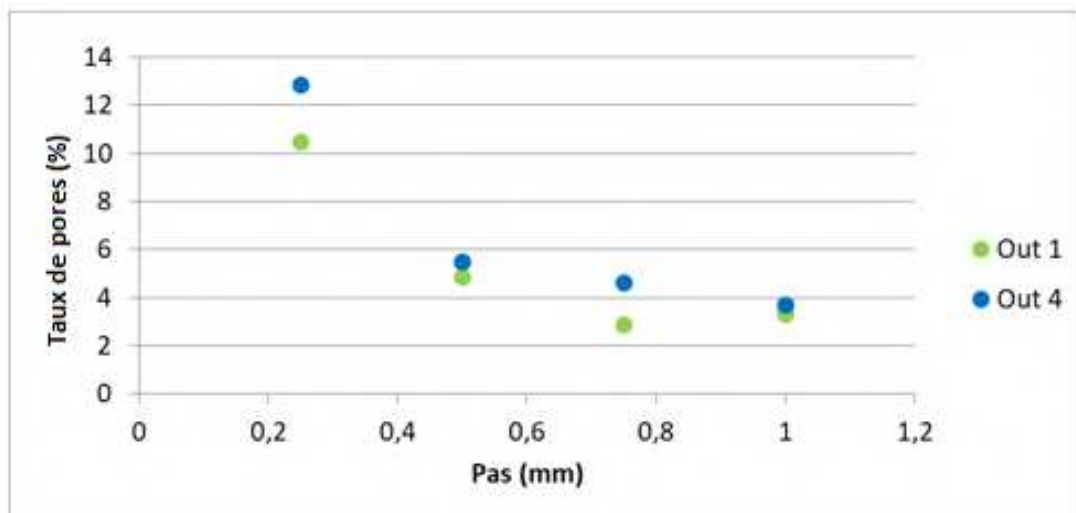


FIGURE 3.6. – Taux de pores moyen dans le revêtement selon le pas de projection et la tuyère utilisée

On a observé alors que les projections avec la tuyère Out 1 engendraient de plus faibles taux de pores. Ceci permet de supposer que la vitesse des particules est supérieure avec cette tuyère, comme indiqué par les essais DPV. C'est donc la tuyère Out 1 qui a été choisie pour le reste des projections.

3.1.3. Distance de projection

D'après les analyses DPV, la vitesse maximale des particules est atteinte pour une distance de projection d'environ 110 mm. La fraction surfacique des pores a été évaluée par analyse d'images pour vérifier qu'elle variait de façon similaire. Or, les micrographies en figure 3.7 soutiennent la théorie selon laquelle c'est pour les plus faibles distances de projection, que le taux de pores s'avère plus faible. En outre, le graphique de la figure 3.8 valide cette tendance pour l'ensemble des distances de projection testées.

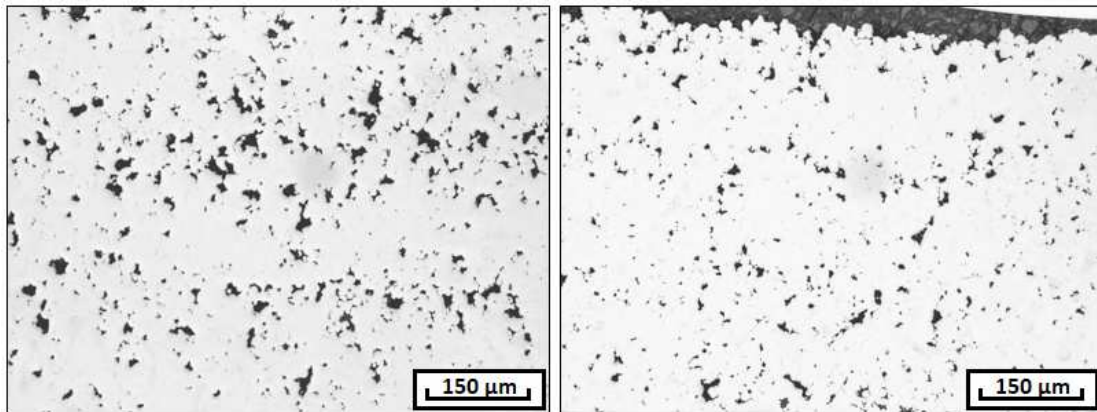


FIGURE 3.7. – Coupes transversales de dépôts projetés à 110 mm (à gauche) et à 20 mm (à droite) avec des fractions surfaciques de pores respectivement évalués à 6,6 % et à 4 %

Ces résultats apparemment contradictoires peuvent être expliqués par le fait que, lors des essais DPV, la vitesse et la température des particules sont analysées lors de projections sans substrat. L'onde de choc est donc inexistante lors de ce type d'essais. Or, cette dernière joue un rôle important sur la vitesse et la température des particules ; il paraît donc plus raisonnable de se baser directement sur les taux de pores calculés pour la suite de l'optimisation. Par la suite, la distance a donc été fixée à 20 mm, afin de réduire le taux de pores tout en évitant que le pistolet ne soit trop proche du substrat pour permettre la faisabilité des dépôts.

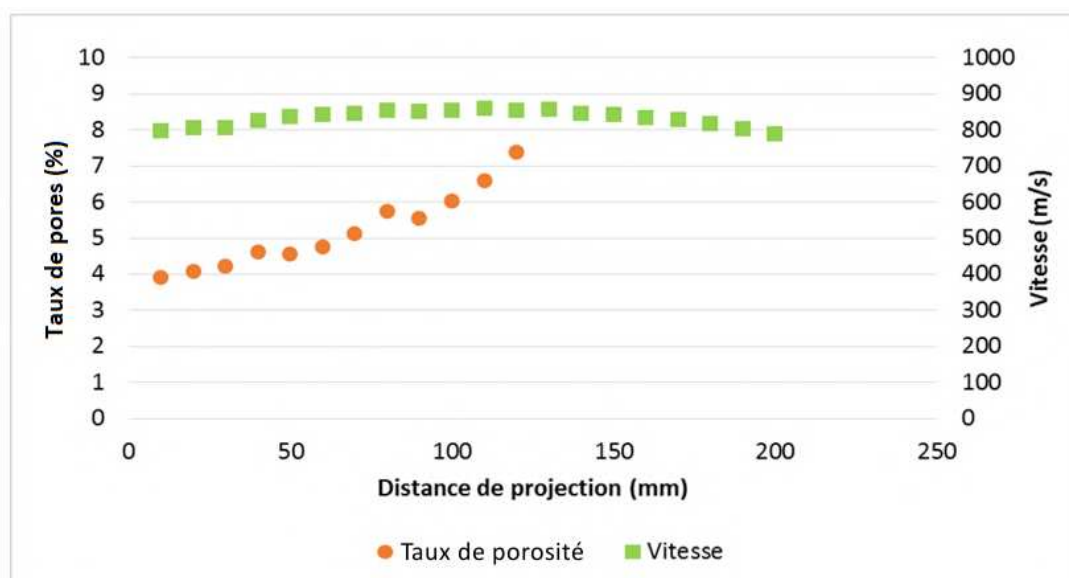


FIGURE 3.8. – Vitesse des particules et taux de pores en fonction de la distance de projection

3.1.4. Vitesse d'éclairement

Lors des essais précédents, une fraction surfacique plus élevée de pores a été observée et apparaît au niveau des interfaces entre les différentes couches résultant des passages successifs du cold spray (tirets orange sur la figure 3.9).

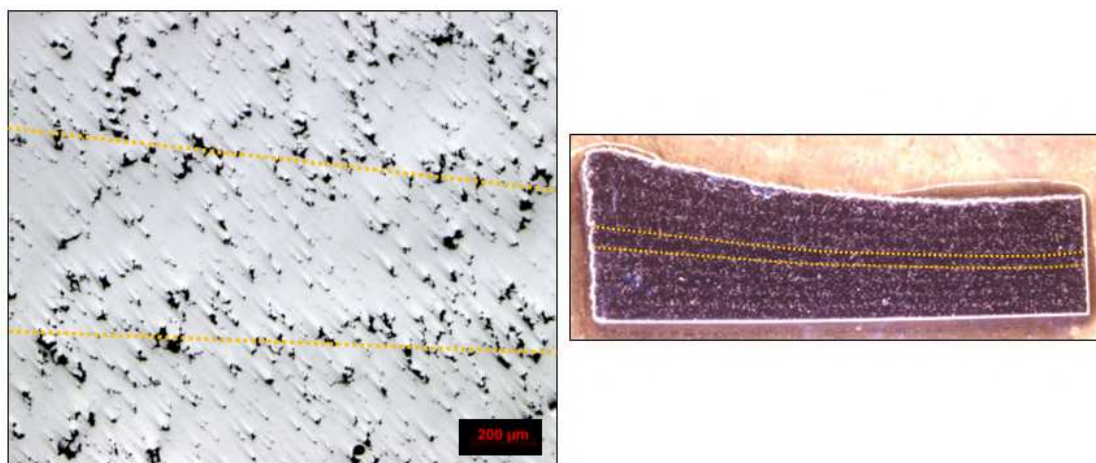


FIGURE 3.9. – Micrographie et photographie montrant des bandes dans lesquelles la fraction surfacique des pores est supérieure

Par ailleurs, l'étude de l'influence de la [vitesse d'éclairement](#) sur le taux de pores, qui a été entreprise, est visible en figure 3.10. Cette vitesse pourrait jouer un

rôle important dans l'apparition ou non de ces bandes de pores, car elle contrôle l'intervalle de temps entre deux passages du pistolet ainsi que le nombre de particules déposées en un passage. Cependant, cette campagne d'optimisation de la **vitesse d'éclairement** n'a permis de modifier ni les pores présents entre les passes, ni leur fraction surfacique moyenne dans l'échantillon. La **vitesse d'éclairement** n'est donc pas un paramètre d'influence significatif sur la porosité globale du matériau.

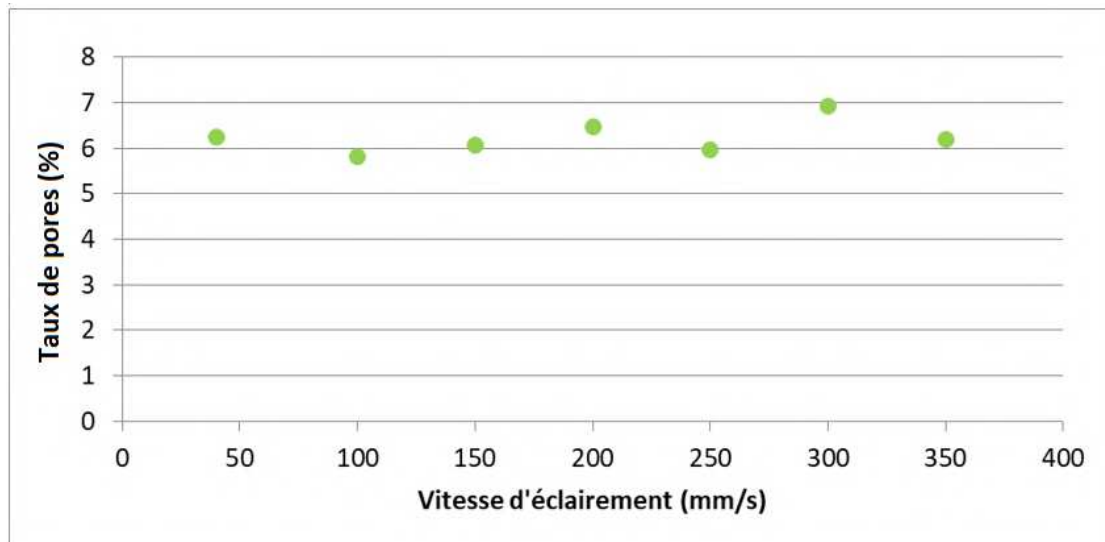


FIGURE 3.10. – Taux de pores selon la vitesse d'éclairement du robot

Avant de vérifier si la tendance est la même pour la distance de projection optimisée de 20 mm, il a été décidé d'évaluer l'effet du débit de poudre sur le taux de pores présent au sein des dépôts.

3.1.5. Débit de poudre

Le débit de poudre dépend d'un paramètre constructeur nommé « vitesse de rotation », qui est explicité par la suite. Les distributeurs de poudres utilisés dans l'installation Impact Innovation contiennent un disque perforé sur le rayon externe, encadré en rouge sur la figure 3.11. Ainsi, la « vitesse de rotation » fixée par l'opérateur correspond à une grandeur sans dimension, proportionnelle à la vitesse de rotation réelle du disque. En tournant, les volumes de poudre contenus dans les trous du disque perforé sont injectés successivement dans le pistolet. La rotation fixée par l'opérateur est donc proportionnelle au débit de poudre, sans toutefois pouvoir être reliée directement par le calcul.

Pour lier ces deux valeurs, un essai supplémentaire de mesure de débit – par le calcul du rapport entre la masse de matière projetée et le temps de projection – est nécessaire à chaque modification des paramètres de projection. Ainsi, pour ne

pas doubler le nombre d'expériences, l'optimisation du débit poudre a été faite en utilisant la valeur adimensionnelle, nommée par commodité « vitesse de rotation des poudres ». Une fois cette grandeur optimisée, le débit de poudre effectif lui a été relié.



FIGURE 3.11. – Distributeur de poudre fabriqué par Impact Innovations

Les essais effectués en faisant varier le débit de poudre donnent la tendance illustrée en figure 3.12 : plus ce dernier est faible, plus le taux de pores est faible. Cela pourrait être dû au fait qu'avec l'augmentation du nombre de particules, les interactions entre particules sont plus fréquentes, ce qui leur fait perdre de l'énergie avant l'impact avec le substrat.

Un second effet de la réduction du débit de poudre peut être observé en figure 3.13. En effet, plus ce dernier est faible, moins les bandes de pores entre les passages robots sont visibles et donc plus la répartition des pores au sein du dépôt est homogène.

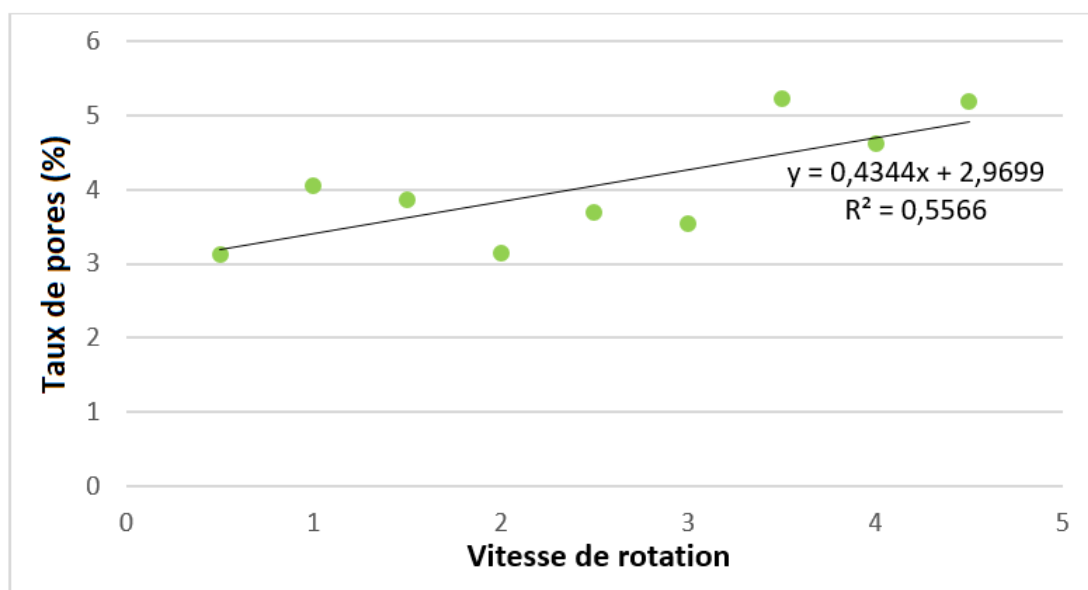


FIGURE 3.12. – Analyse du taux de pores selon le débit de poudre, représenté par la vitesse de rotation

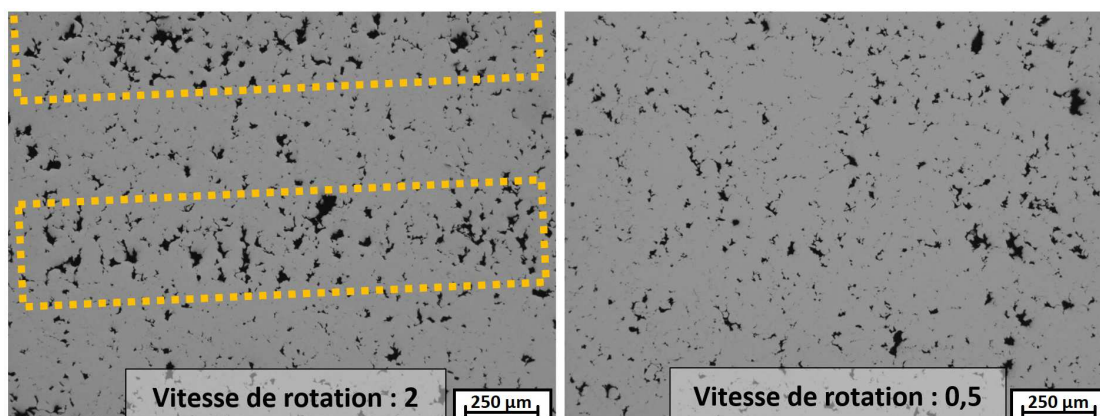


FIGURE 3.13. – Micrographies du dépôt à une vitesse de rotation de 2 et de 0,5 permettant de mettre en exergue l'homogénéisation de la répartition des pores à plus faible débit

3.1.6. Pas de projection

En projetant en un point fixe, le dépôt se forme sur un diamètre d'environ un demi-centimètre avec une morphologie de type « gaussienne ». Ainsi, pour avoir un dépôt continu sur une plaquette, le pas doit être inférieur à un demi-centimètre. Et, plus le pas est grand, plus le risque d'avoir des vaguelettes à la surface des échantillons, dues au manque de recouvrement entre les couches déposées, est

important. Les études effectuées avant l’optimisation des autres paramètres ont montré que la fraction surfacique des pores est plus faible avec un pas de 1 mm (figure 3.14). De plus, avec un pas supérieur, des vaguelettes sur la face supérieure du dépôt apparaissaient. Afin de valider ce résultat, il a été décidé d’étudier le pas en faisant varier aussi les autres paramètres de projection.

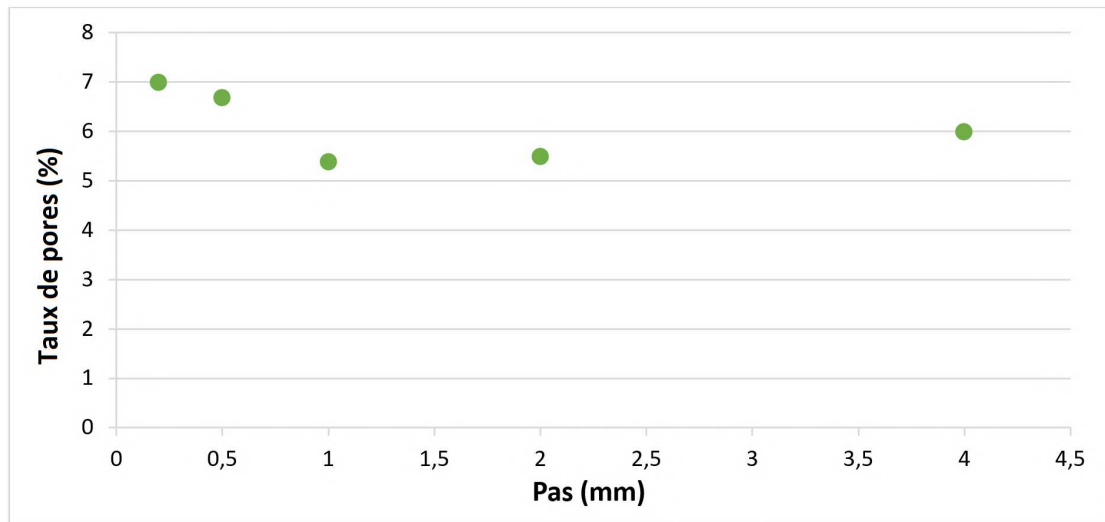


FIGURE 3.14. – Taux de pores en fonction du pas avant l’optimisation des paramètres de projection

Dans un premier temps, nous avons analysé la variation du taux de pores en fonction du pas et de la vitesse d’éclairement appliqués, en se plaçant à 20 mm de distance du substrat et à une vitesse de rotation de 0,5, contrairement aux conditions de projection indiquées dans le tableau 3.1, étant donné que ces paramètres permettaient de réduire au maximum la fraction surfacique des pores.

On peut observer, sur la figure 3.15, que la [vitesse d’éclairement](#) n’influence pas significativement le taux de pores présent dans le dépôt. Pour ces essais, la valeur de $40 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ a été sélectionnée pour nous placer dans des conditions similaires à celles relevées dans la littérature pour projeter du Ti-6Al-4V [99]. De la même manière, le pas semble sans influence significative sur le taux de pores, ce dernier étant aux alentours de 3 %. Cependant, comme les projections à très faible débit consomment beaucoup de gaz et sont très chronophages, elles ne sont pas envisageables pour des applications industrielles.

De nouvelles projections ont ainsi été effectuées à une distance de projection de 20 mm et en augmentant le débit. Ces dernières, illustrées en figure 3.16, montrent que pour une faible [vitesse d’éclairement](#), la fraction surfacique des pores augmente lorsque le pas diminue. En effet, à faible pas, faible [vitesse d’éclairement](#)

et fort débit de poudre, la construction du dépôt est très rapide. L'épaisseur de matériau projeté à chaque passage robot atteint quasiment un centimètre, ce qui semble montrer que lorsque l'épaisseur par passage robot est élevée, le taux de pores grimpe rapidement.

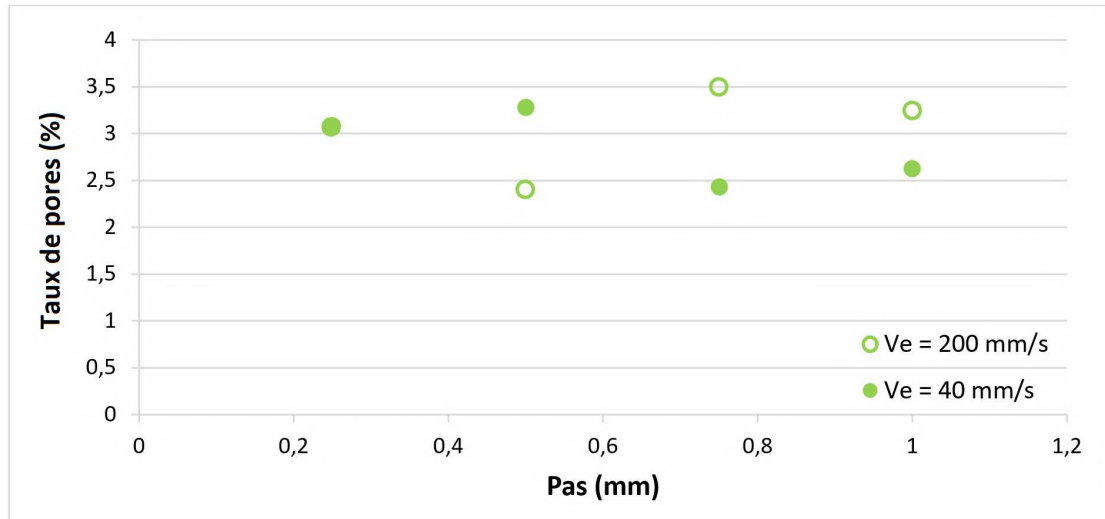


FIGURE 3.15. – Analyse de l'influence du pas et de la vitesse d'éclairage sur le taux de pores à une distance de projection de 20 mm et une vitesse de rotation de 0,5

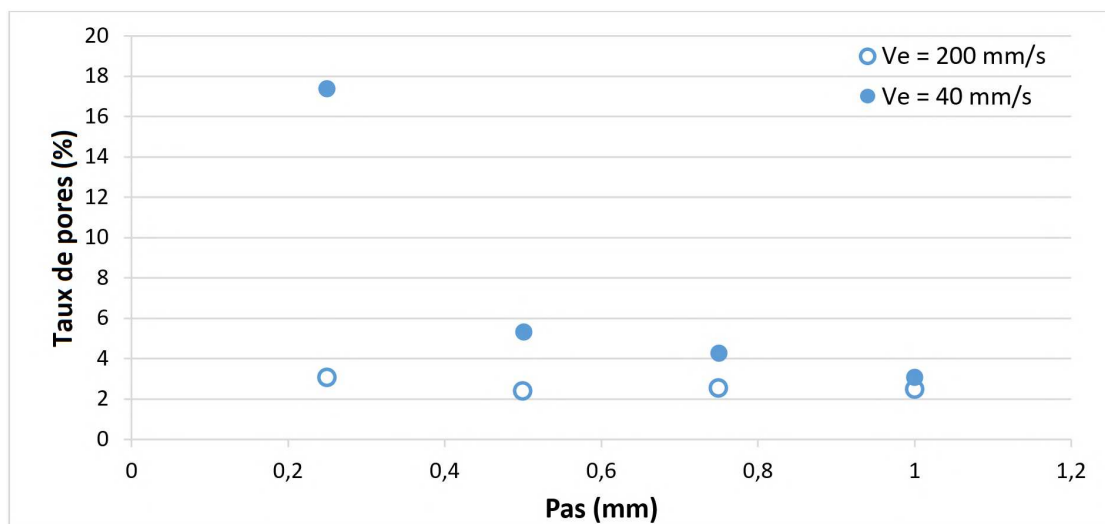


FIGURE 3.16. – Analyse de l'influence du pas et de la vitesse d'éclairage sur le taux de pores pour une distance de projection de 20 mm et vitesse de rotation de 2

Afin de vérifier cette tendance, des essais similaires ont été effectués à une autre distance de projection : 50 mm. Ces essais, présentés en figure 3.17, indiquent aussi que pour un débit de poudre élevé et une **vitesse d'éclairement** réduite, une diminution du pas induit une forte augmentation du taux de pores.

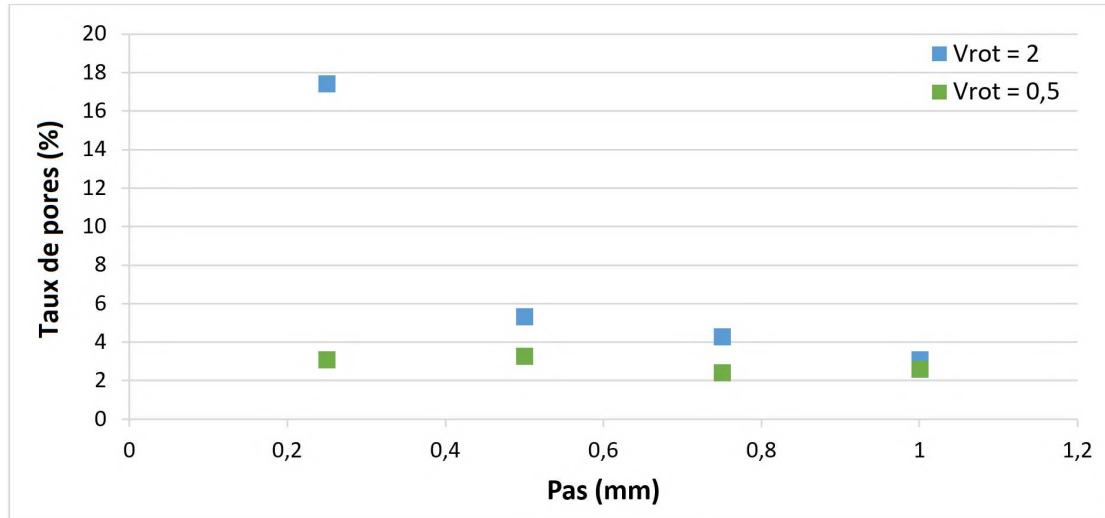


FIGURE 3.17. – Analyse de l'influence du pas et du débit de poudre sur le taux de pores pour une vitesse d'éclairement de $40 \text{ mm} \cdot \text{s}^{-1}$ et une distance de projection de 50 mm

Pour analyser plus finement ce phénomène, un graphique a été tracé à partir de tous les essais effectués pour une pression de 50 bars et une température de 1000 °C. Pour chacun d'entre eux, l'épaisseur déposée par passe a été calculée à partir de l'épaisseur totale et du nombre de cycles : plus l'épaisseur déposée par cycle est faible, moins le dépôt est poreux. Ceci est illustré en figure 3.18.

Pour conclure, afin d'obtenir une fraction surfacique des pores minimale, il est nécessaire de se placer à des paramètres de projection pour lesquels l'épaisseur déposée par passe est faible. Cependant, le débit de poudre doit convenir à la réalisation de dépôts, voire celle d'objets 3D ; c'est-à-dire avec une productivité et un coût compatibles avec une application industrielle. Il ne peut donc pas être trop réduit. Les paramètres de projection choisis d'après ces considérations, sont présentés dans le tableau 3.3. Ils permettent d'obtenir des dépôts avec un taux de pores d'environ 3 %, malgré le choix d'un débit assez élevé. Une micrographie de la coupe transverse d'un dépôt projeté dans les conditions optimisées apparaît en figure 3.19.

Ce taux de 3 % est dépendant de l'épaisseur et de la morphologie voulues du dépôt : il a été remarqué que les bandes de pores sont plus marquées lorsque les

projections se font sur des supports plus larges ou plus longs, ce qui a tendance à augmenter le taux de pores. Or, lors de l'usinage d'éprouvettes de traction – afin de réduire la consommation de poudre, de gaz et diminuer les temps de projection – la matière a été projetée sur plusieurs supports à la fois. Un taux de pores plus élevé a résulté de cette procédure : celui-ci sera donc réévalué dans ces conditions.

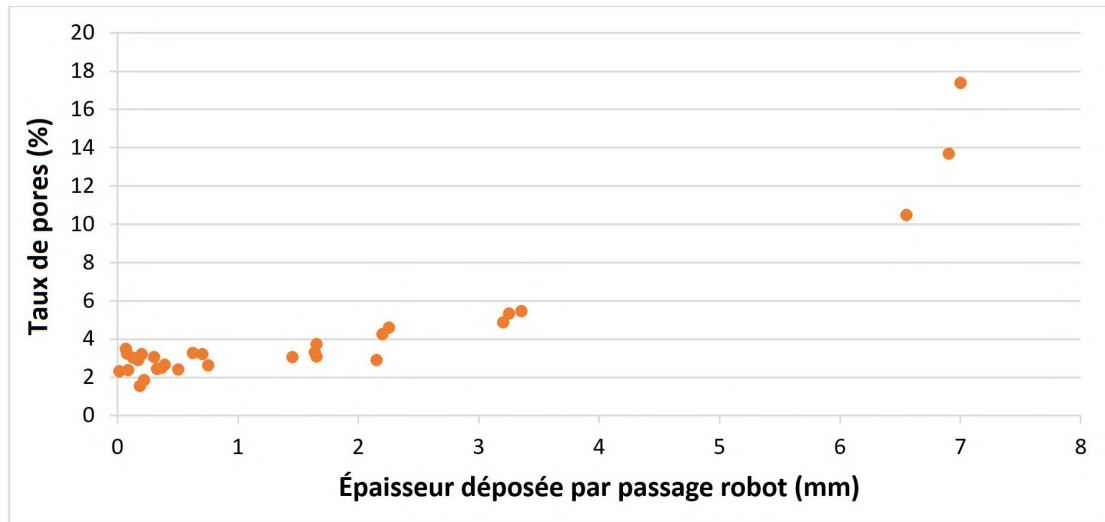


FIGURE 3.18. – Taux de pores selon l'épaisseur de matière déposée à chaque passage robot

Pression (bar)	Température (°C)	Tuyère	Distance de projection (mm)
50	1000	Out 1	20
Vitesse d'éclairement (mm·s ⁻¹)	Vitesse de rotation	Pas (mm)	Substrat
200	2	0,5	316 L

TABLE 3.3. – Paramètres de projection obtenus après optimisation

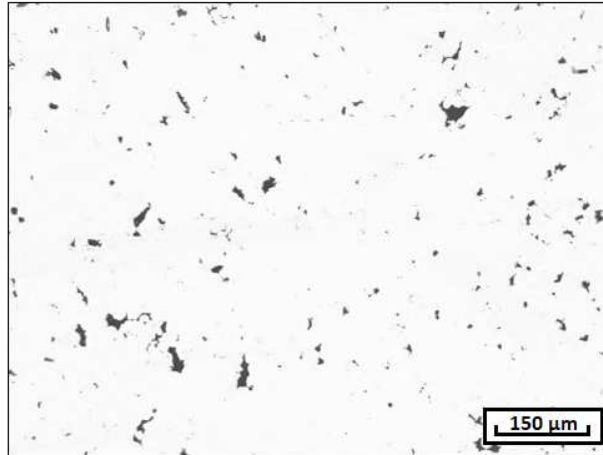


FIGURE 3.19. – Micrographie d'un dépôt projeté selon les paramètres de projection optimisés du tableau 3.3 avec un taux de pores de 3 %

3.1.7. Température du gaz de 1100 °C

A posteriori de l'étude d'optimisation, il a été possible d'utiliser le pistolet de projection cold spray jusqu'à une température du gaz porteur de 1100 °C. Ceci a permis de réduire le taux de pores des dépôts à environ 2,5 %. La figure 3.20 présente la coupe transverse d'un dépôt projeté avec les paramètres optimisés du tableau 3.3, à part la température, qui est donc de 1100 °C. Malgré cette différence, l'optimisation effectuée à 1000 °C est toujours adéquate à 1100 °C. L'influence de certains paramètres a été étudiée à 1100 °C, comme par exemple la distance de projection. La figure 3.21 nous montre que la même tendance est observée.

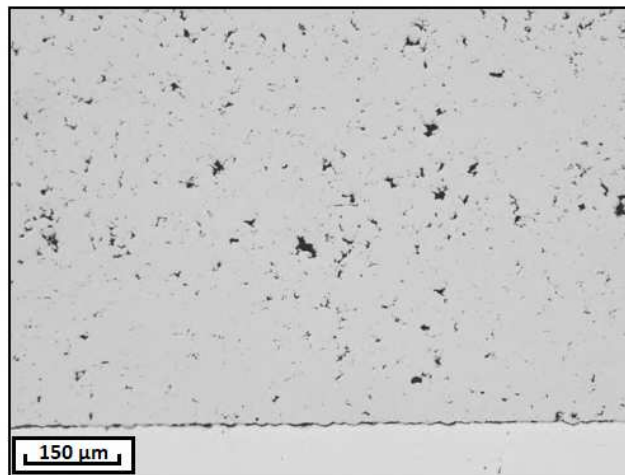


FIGURE 3.20. – Micrographie d'un dépôt projeté à une température du gaz porteur de 1100 °C avec un taux de pores d'environ 2,5 %

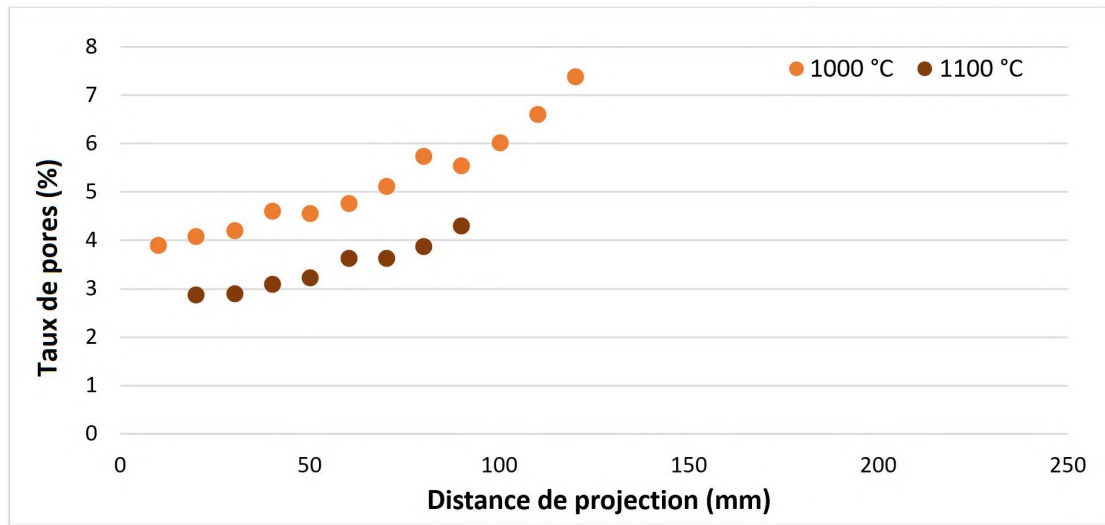


FIGURE 3.21. – Taux de pores en fonction de la distance de projection à 1000 °C et 1100 °C

3.1.8. Trajectoire robot

Comme précisé à la section 2.1.4, différentes trajectoires de robot ont été appliquées pour évaluer leur influence sur la fraction surfacique des pores, les contraintes résiduelles et les propriétés mécaniques. Que ce soit pour la trajectoire en zig-zag, quadrillée ou spiralée, le taux de pores est proche de 3 % avec les paramètres optimisés : la trajectoire ne semble donc pas avoir d'influence significative sur ce taux. Ce résultat est intéressant dans l'optique de réaliser des pièces aux géométries complexes nécessitant différentes trajectoires robot.

3.1.9. Grenailage *in situ*

Plusieurs articles publiés par Luo *et al.* sur le grenailage *in situ* montrent une densification des dépôts, précédemment mis en avant à la section 1.5.1 [99, 192–194]. Ces expériences ont donc été envisagées par la suite pour la projection de Ti-6Al-4V.

3.1.9.1. Essais préliminaires (d'après Luo *et al.*)

Dans un premier temps, une poudre de tungstène de granulométrie $-200+15 \mu\text{m}$ a été employée en faisant varier les paramètres de projection et la granulométrie des poudres ($-200+80 \mu\text{m}$ après tamisage). Quels que soient les paramètres choisis, la poudre de tungstène est incluse dans le dépôt, alors qu'il s'agit d'une poudre plus dure et plus dense que celle de Ti-6Al-4V. On remarque sur la figure 3.22, que ce sont les plus petites particules, entourées en bleu, que l'on retrouve au sein du dépôt.

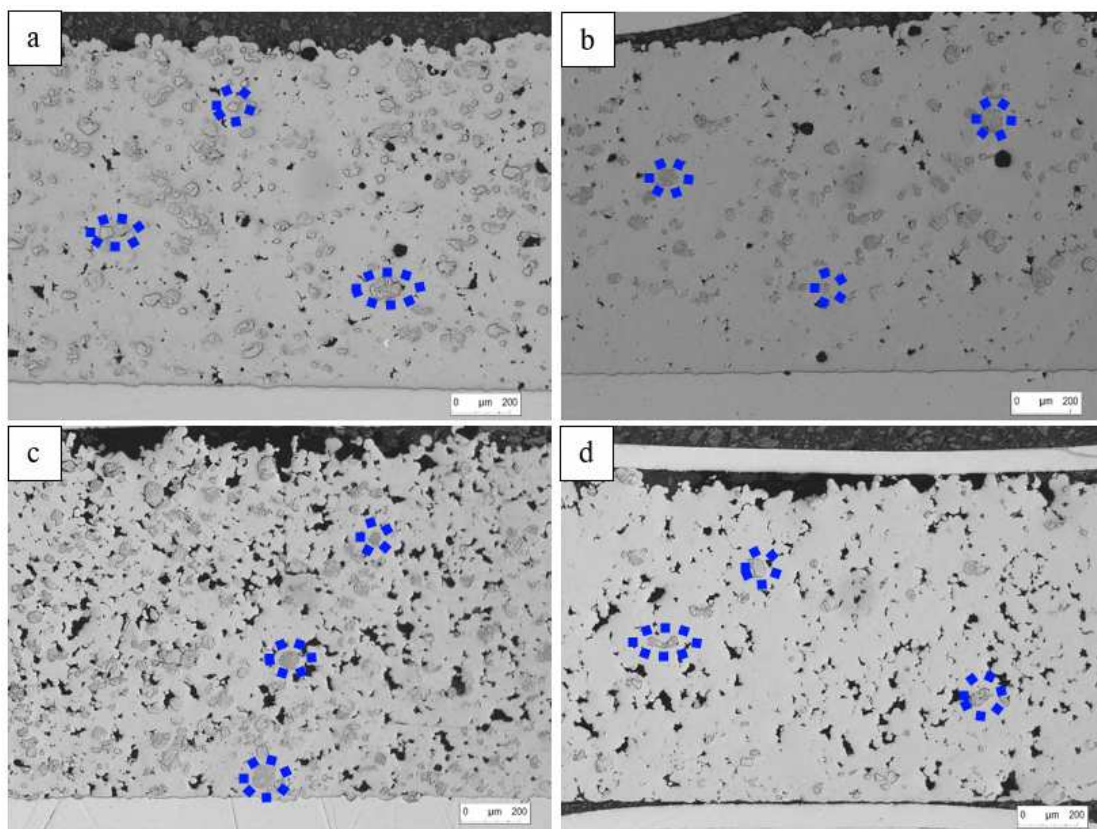


FIGURE 3.22. – Micrographies des projections de Ti-6Al-4V avec du tungstène (de granulométrie $-200+15\ \mu\text{m}$ en a et $-200+80\ \mu\text{m}$ en b, c et d) en tant que poudre de grenailage *in situ* avec comme paramètres $P = 50\ \text{bars}$ $T = 1000\ \text{°C}$ en a et b, $P = 40\ \text{bars}$ $T = 800\ \text{°C}$ en c et $P = 30\ \text{bars}$ et $T = 500\ \text{°C}$ en d

En effet, malgré la densité du tungstène, le faible diamètre des poudres leur permet d'atteindre une vitesse supérieure à leur vitesse critique. Or, malgré des tamisages successifs, une partie des plus petites particules est conservée et se retrouve, après projection, présente dans les dépôts. Comme les tamisages n'étaient pas suffisants pour sélectionner la granulométrie de poudre de tungstène voulue, d'autres poudres plus grosses et plus dures ont été utilisées. Il s'agit d'une poudre de SiC de dimension $-212+180\ \mu\text{m}$ (figure 3.23-a) et d'une autre de B_4C de dimension $-500+425\ \mu\text{m}$ (figure 3.23-b). Ces essais ont d'abord été effectués à 50 bars 1000 °C, cependant, les autres paramètres appliqués (40 bars 800 °C et 30 bars 500 °C), ont montré des résultats similaires. Les micrographies en figure 3.23 montrent l'inclusion systématique de la poudre de grenailage, mise en évidence en bleu.

D'après l'observation des micrographies, les poudres en céramique semblent être trop dures et de morphologie trop irrégulière pour pouvoir permettre un grenailage *in situ* : elles semblent perforer le dépôt en Ti-6Al-4V. Le choix des céramiques n'est ainsi pas à privilégier. Un dernier essai avec une poudre d'acier inoxydable

de type 1Cr18 et de granulométrie $-250+150 \mu\text{m}$ a donc été entrepris, afin de se rapprocher au maximum de l'étude de Luo *et al.* dans laquelle du Ti-6Al-4V est grenailé [99]. Malgré des paramètres de projection similaires, cet essai n'a pas été concluant, en raison de la présence, là aussi, d'inclusions visibles et mises en exergue en bleu sur la figure 3.24.

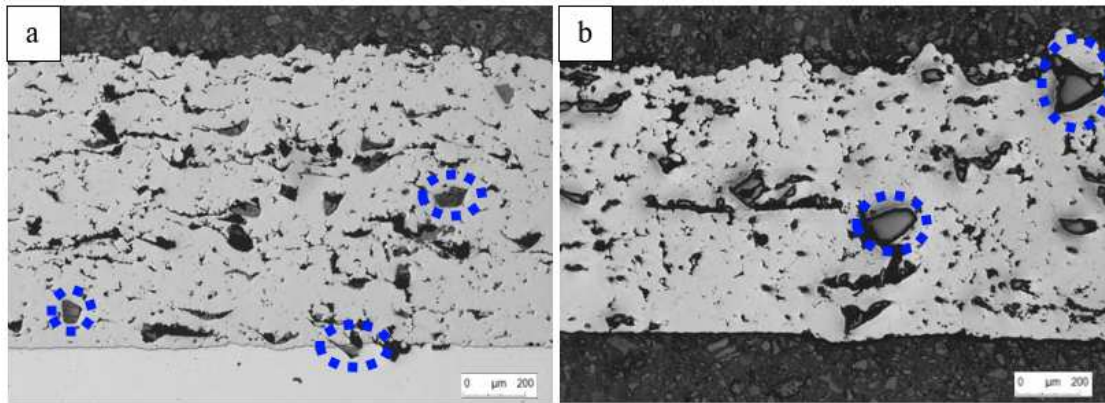


FIGURE 3.23. – Micrographies des projections de Ti-6Al-4V avec du SiC en (a) et du B₄C en (b) en tant que poudre de grenailage *in situ*

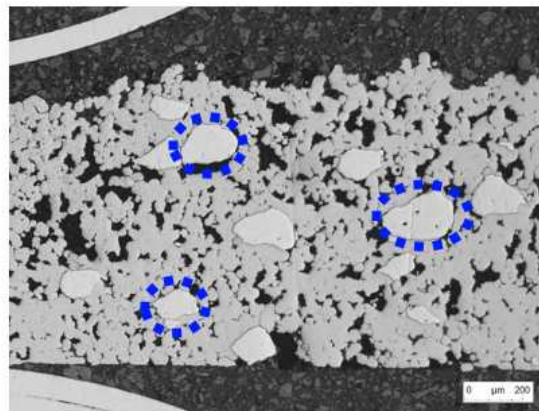


FIGURE 3.24. – Micrographie d'une projection de Ti-6Al-4V avec du 1Cr18 en tant que poudre de grenailage *in situ*

3.1.9.2. Grenailage avec deux poudres de Ti-6Al-4V de granulométries différentes

Pour pallier ce problème d'inclusions, une poudre de Ti-6Al-4V de granulométrie supérieure, précédemment présentée à la section 2.1.1, a été sélectionnée en tant que poudre grenailante. La micrographie d'une coupe transverse d'un dépôt obtenu avec cette poudre de grenailage est présentée en figure 3.25. Les inclusions sont

entourées en bleu. Les deux poudres ayant des duretés similaires, le grenailage n'apporte que des conséquences néfastes sur les projections : des particules sont incluses dans les dépôts et ces dernières étant plus grosses, elles induisent une vitesse de déformation à l'impact moins importante. Ces effets engendrent ainsi des taux de pores élevés (environ 9 %).

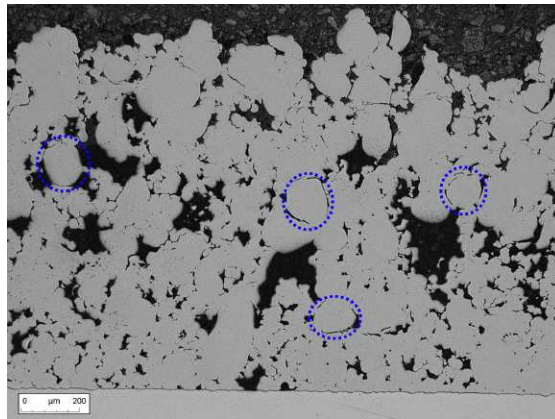


FIGURE 3.25. – Micrographie d'une projection de Ti-6Al-4V avec du Ti-6Al-4V de plus grosse granulométrie en tant que poudre de grenailage *in situ*

Afin d'augmenter la différence de dureté entre les poudres de projection et de grenailage, la poudre de grenailage a été durcie par oxydation, via le traitement thermique étudié à la section 2.3.1. Aux conditions de projection de 800 °C et 45 bars, le dépôt est moins poreux et sans inclusion visible. En optimisant la distance de projection et le taux de particules de grenailage dans le flux, la fraction surfacique des pores a été réduite à moins d'un pour cent. La figure 3.26 montre la diminution du taux de pores avec l'augmentation du taux de particules de grenailage. On peut noter, en outre, que les bandes de pores présentes lors d'essais sans grenailage ne le sont plus. De telles conditions entraînent ainsi une bonne homogénéité de la répartition des pores dans l'échantillon et ce, quelle que soit la morphologie du support de projection.

Par contre, si le taux de pores est plus faible grâce au grenailage, la morphologie des pores est différente. On peut observer des pores beaucoup plus allongés sur la figure 3.27. Cette caractéristique pourrait modifier significativement les propriétés mécaniques. De plus, ce grenailage induit des contraintes en compression supplémentaires dans les dépôts, qui peuvent être délétères pour l'intégrité structurelle du dépôt, mais aussi pour les propriétés mécaniques. Les réponses à ces interrogations seront fournies dans la suite du manuscrit. Les conditions de projection employées lors des projections avec du grenailage *in situ* pour le reste du manuscrit sont résumées dans le tableau 3.4.

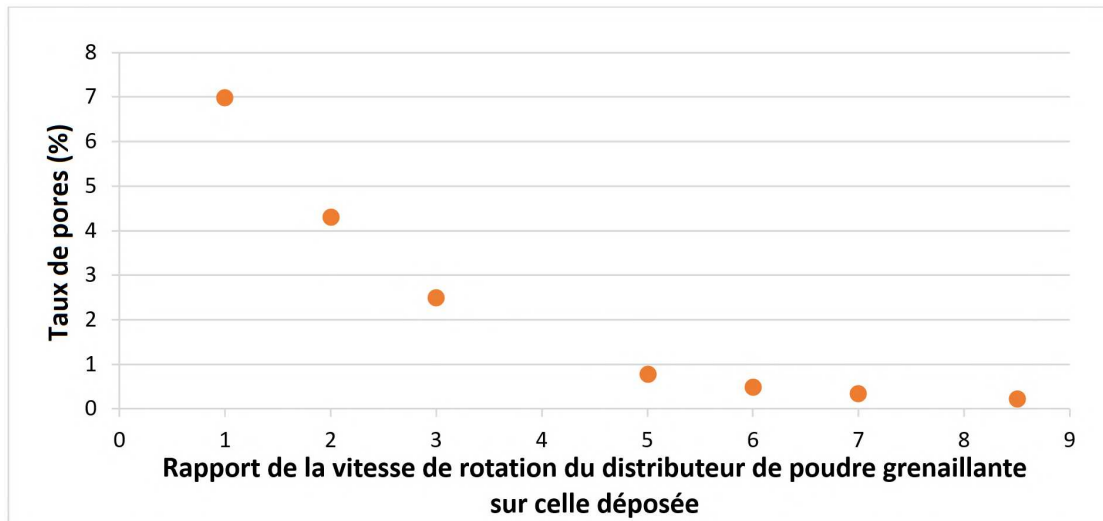


FIGURE 3.26. – Taux de pores en fonction de la distance de projection et du taux de particules de grenailage

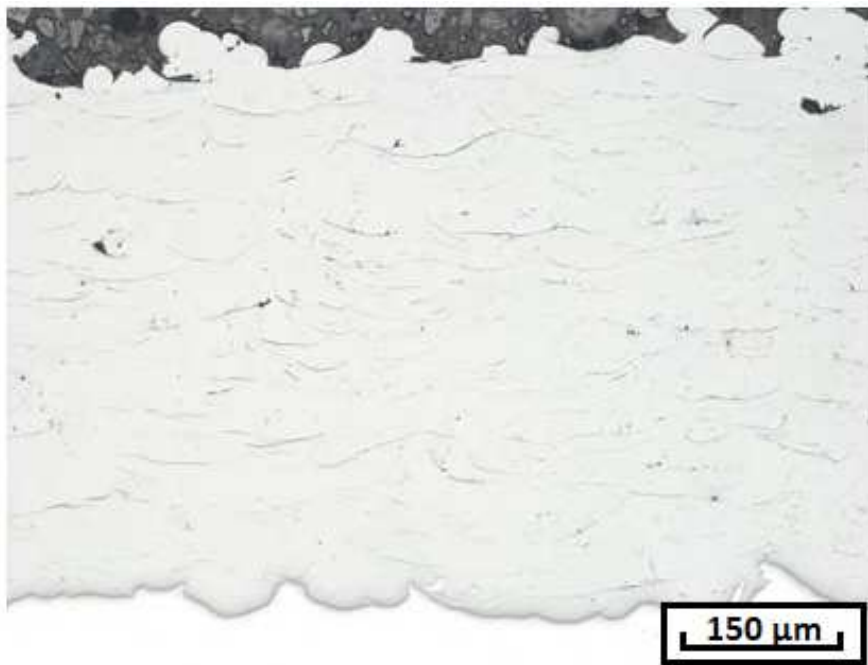


FIGURE 3.27. – Micrographie d'un dépôt avec des particules de grenailage *in situ* en Ti-6Al-4V oxydé avec un taux de pores inférieur à 1%

Pression (bar)	Température (°C)	Tuyère	Distance de projection (mm)
45	800	Out 1	60
Vitesse d'éclairement (mm·s ⁻¹)	Vitesse de rotation poudre dépôt	Vitesse de rotation poudre grenailage	Pas (mm)
200	1	4	1

TABLE 3.4. – Paramètres de projection obtenus après optimisation du grenailage *in situ*

Pour permettre une analyse complète des microstructures et des propriétés mécaniques du Ti-6Al-4V déposé par cold spray, les microstructures de la poudre avant projection et celles des dépôts sont étudiées dans la section suivante afin de pouvoir apprécier leurs différences.

3.2. Caractérisation de la microstructure

Pour la suite du manuscrit, une nouvelle nomenclature est proposée pour décrire plus clairement et simplement les échantillons analysés. Cette nomenclature se présente sous la forme suivante : $X(Y + Z)_{Tth}$ avec X le type de production de matière utilisé (CS, G, F); Y et Z – employés uniquement pour les échantillons projetés – respectivement la trajectoire robot appliquée (Z, Q, S) et le sens de prélèvement choisi (V, H). Tth indique le nom du traitement thermique effectué, le cas échéant. Le nom de chaque traitement thermique étudié est donné à la section 2.3.2. Si aucune précision n'est faite, la trajectoire robot et le sens de prélèvement sont respectivement quadrillée et vertical.

3.2.1. Caractérisation de la porosité des éprouvettes de traction

Après l'optimisation des paramètres de projection, les dépôts sont produits sur des supports plus larges pour augmenter le rendement de production de matière. Or, cela a tendance à augmenter les taux de pores. Ainsi, ces derniers sont réévalués pour chaque éprouvette de traction, pour vérifier que les tendances obtenues précédemment sont valides dans ces conditions de projection particulières.

3.2.1.1. Analyse d'image

Les taux de pores sont mesurés dans un premier temps par analyse d'image, ce qui est représenté dans la figure 3.28. Par ces premiers résultats, on peut noter que la fraction surfacique moyenne des pores n'est pas significativement différente pour les échantillons dont seuls changent la trajectoire de projection et le sens de prélèvement. On remarque tout de même que c'est pour la trajectoire spiralée que l'on retrouve les taux les plus bas, mais aussi une répartition des pores la moins homogène.

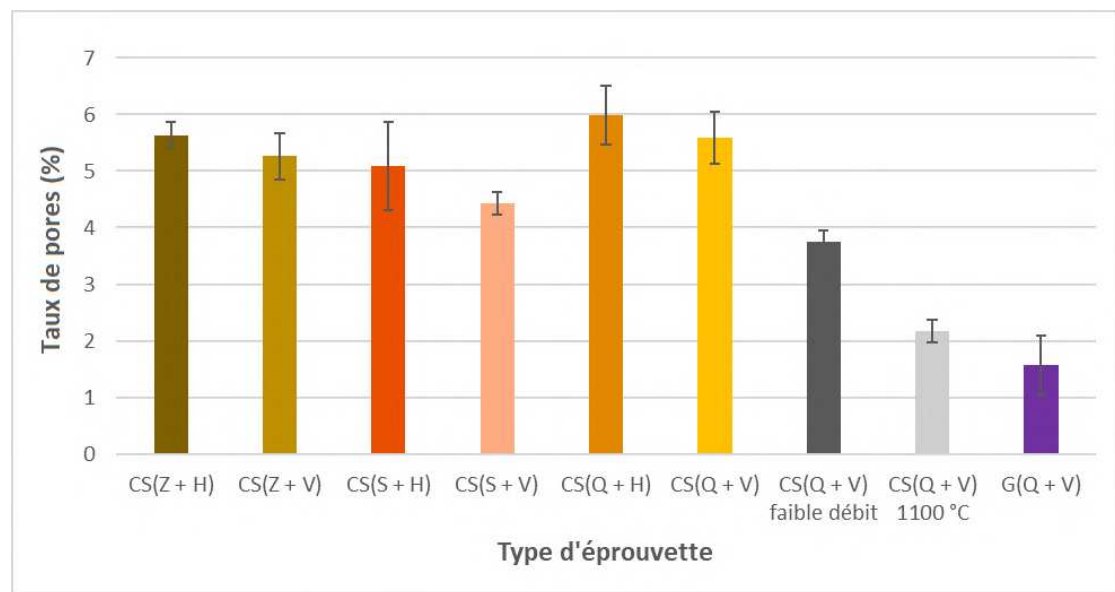


FIGURE 3.28. – Taux de pores évalué dans les éprouvettes de traction

On observe aussi que les projections avec un faible débit et une température de gaz porteur de 1100 °C présentent un taux de pores réduit. Comme vu précédemment, un débit plus faible n'est pas envisageable au vue d'une utilisation dans un contexte industriel, mais permet de réduire l'épaisseur des bandes de pores présentes dans les dépôts. Cependant, l'augmentation de la température de projection de seulement 100 °C a un effet plus important sur le taux de pores. Or, cette augmentation de température ne pose pas de problème d'un point de vue industriel, car elle n'a pas d'influence significative sur le coût ou la productivité des pièces réalisées. Cette température de fonctionnement n'étant pas disponible durant la majorité du temps de cette étude, un seul dépôt a pu être projeté dans ces conditions, permettant d'obtenir un set de trois éprouvettes ; cependant nos résultats pourraient sûrement encore être améliorés de cette façon.

Enfin, le grenailage *in situ* est le paramètre permettant une réduction du taux de pores de la manière la plus efficace. Cependant, dans nos conditions d'utilisation,

avec une tuyère en SiC, ces projections posent un problème : la tuyère utilisée s'érode rapidement durant les projections. Cela engendre des instabilités de flux lors de projections longues. Le débit de gaz du pistolet de cold spray est surveillé en cours de projection. Or, il augmente à cause de l'érosion de la tuyère. Une élévation trop importante de ce débit coupe la projection de poudre, qui doit donc être relancée pendant la projection. Cela a pour conséquence de créer de nouvelles bandes de pores au sein des dépôts de manière intempestive, entourées par des tirets orange sur la figure 3.29. Enfin, on remarque une nouvelle fois, que la morphologie des pores obtenus – en dehors de ceux présents dans les bandes – est complètement différente de ceux des dépôts sans grenailage *in situ*. La figure 3.29 met en avant ce changement de morphologie en les comparant : les pores des dépôts grenillés sont plus élancés et plus fins.

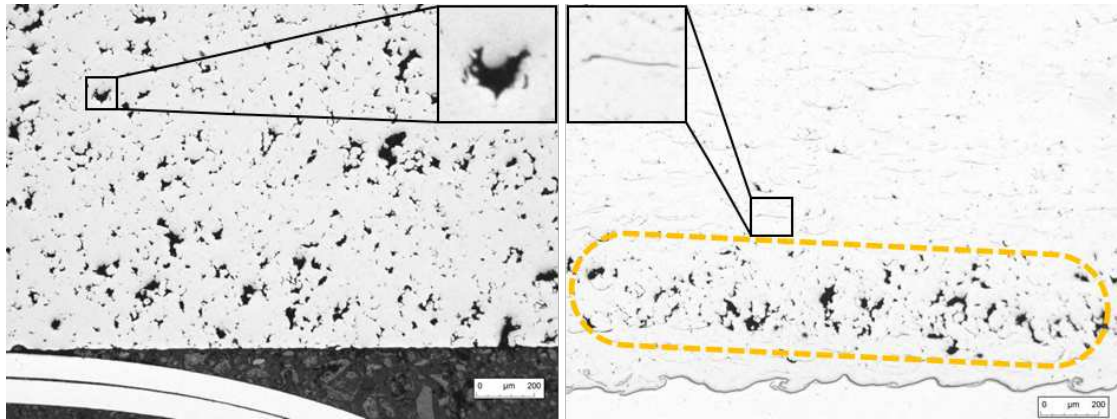


FIGURE 3.29. – Micrographies de sections transverses d'éprouvettes avec (à droite) et sans grenailage *in situ* (à gauche)

3.2.1.2. Tomographie

Quelques échantillons ont été caractérisés par micro-tomographie à rayons X, pour avoir des informations quantitatives sur la porosité en 3D. Le tableau 3.5 référence les caractéristiques obtenues par tomographie et les taux de pores obtenus sur les coupes micrographiques.

Par comparaison des résultats avec ceux obtenus sur les micrographies, les taux de pores évalués par tomographie sont moindres. Cela s'explique déjà par le fait que la résolution des images en tomographie est plus faible. La taille de voxel est de $3 \times 3 \times 3 \mu m^3$, ainsi les pores de petites dimensions ne sont pas détectés et donc non comptabilisés. En outre, le seuillage pour la reconstruction 3D est fait sur l'ensemble des coupes d'un même échantillon, qui n'ont pas exactement le même contraste. Or, pour éviter de comptabiliser des pores inexistants, il a été décidé d'élever le seuil de prise en compte, ce qui tend à abaisser le taux de pores.

Échantillons	CS(Q + V)	G(Q + V)
Volume moyen d'un pore (mm^3)	$1,01 * 10^{-5}$	$1,09 * 10^{-5}$
Nombre de pores	20195	5523
Sphéricité des pores	0,46	0,46
Taux de pores obtenu par tomographie (%)	2,6	0,9
Taux de pores obtenu sur coupes micrographiques (%)	5,6	1,6

TABLE 3.5. – Caractéristiques de la porosité des éprouvettes **CS(Q + V)** et **G(Q + V)** mesurées par tomographie

Les projections avec du grenailage *in situ* montrent une réduction significative du nombre de pores, mais ni de leur volume moyen, ni de leur sphéricité moyenne. Dans cette thèse, la sphéricité est définie comme le rapport du diamètre minimal sur le diamètre maximal du pore. Cela provient du fait que les pores les plus fins ne sont pas comptabilisés par cette méthode d'analyse et que la plupart des pores analysés sont ceux présents dans la bande de pores du dépôt, qui ont une morphologie similaire à ceux des dépôts projetés sans grenailage *in situ*. On peut se rendre compte de cela sur la représentation 3D des pores en figure 3.30, ou bien sur le graphique en figure 3.31 évaluant la position des pores dans l'éprouvette.



FIGURE 3.30. – Représentation 3D des pores dans une zone de $4,75 \times 1,88 \times 0,96 \text{ mm}^3$ au sein de la partie utile de l'éprouvette **G(Q + V)**

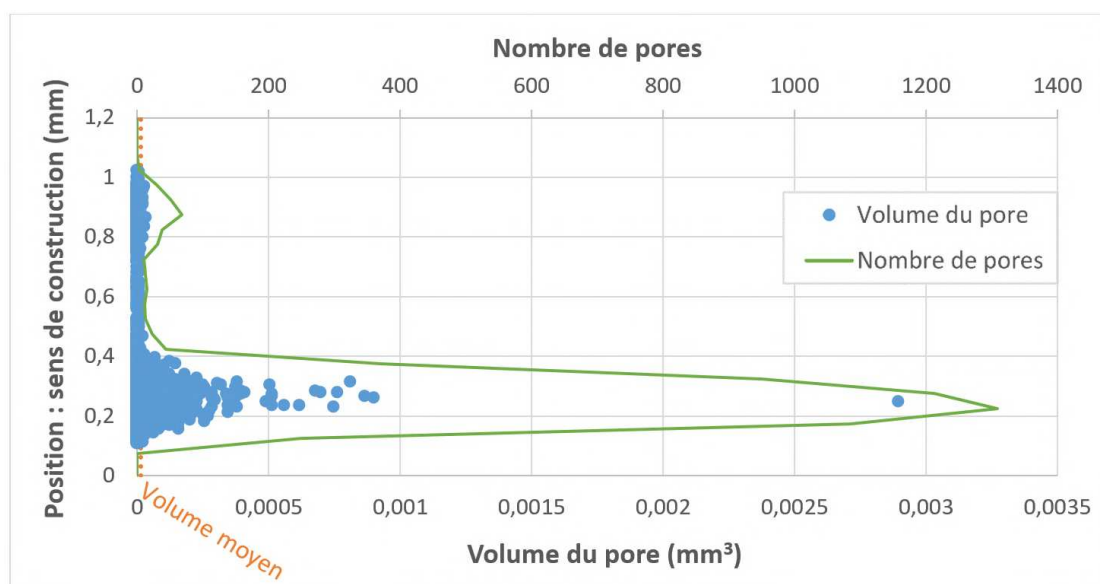


FIGURE 3.31. – Répartition des pores dans le sens de construction de l'éprouvette $G(Q + V)$ en fonction de leur volume et de leur nombre

On observe aussi les bandes de pores au sein des dépôts projetés sans grenailage *in situ* sur la figure 3.32, présentant la répartition des pores dans l'éprouvette, et sur la figure 3.33, les représentant en 3D. Pour rappel, ces bandes observées ne sont pas dues à l'érosion de la tuyère, mais plutôt à l'intervalle de temps élevé entre deux passes.

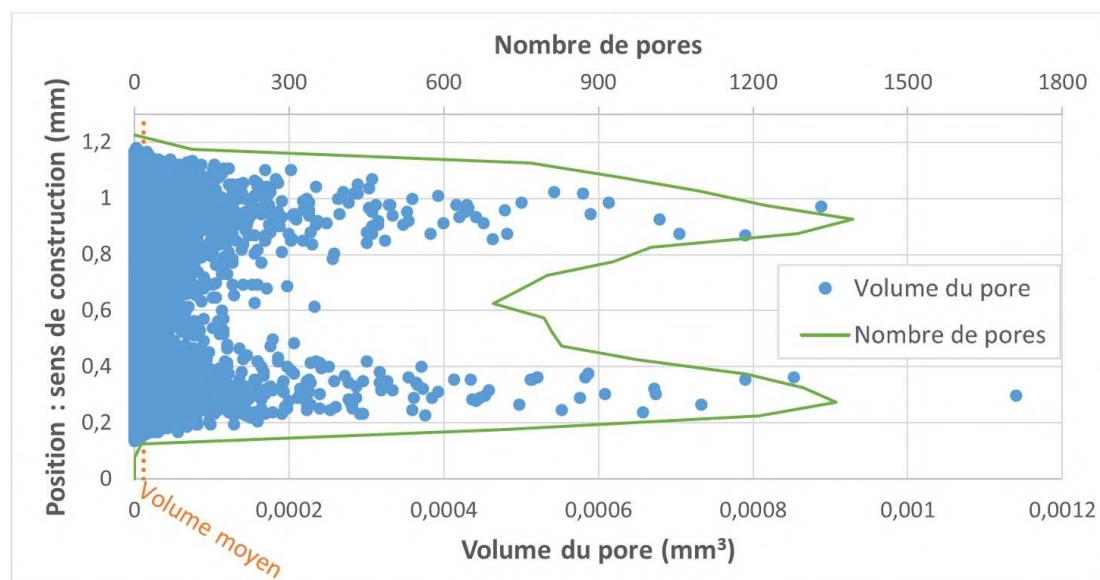


FIGURE 3.32. – Répartition des pores dans le sens de construction de l'éprouvette $CS(Q + V)$ en fonction de leur volume et de leur nombre



FIGURE 3.33. – Représentation 3D des pores dans une zone de $4,75 \times 2,02 \times 1,04 \text{ mm}^3$ au sein de la partie utile de l'éprouvette CS(Q + V)

3.2.2. Identification des phases obtenues par Diffraction des Rayons X

Des premières analyses DRX ont été effectuées sur la poudre et le dépôt, en utilisant du Ti-6Al-4V forgé, contenant les phases α et β , comme référence. Un comparatif des résultats obtenus est illustré en figure 3.34.

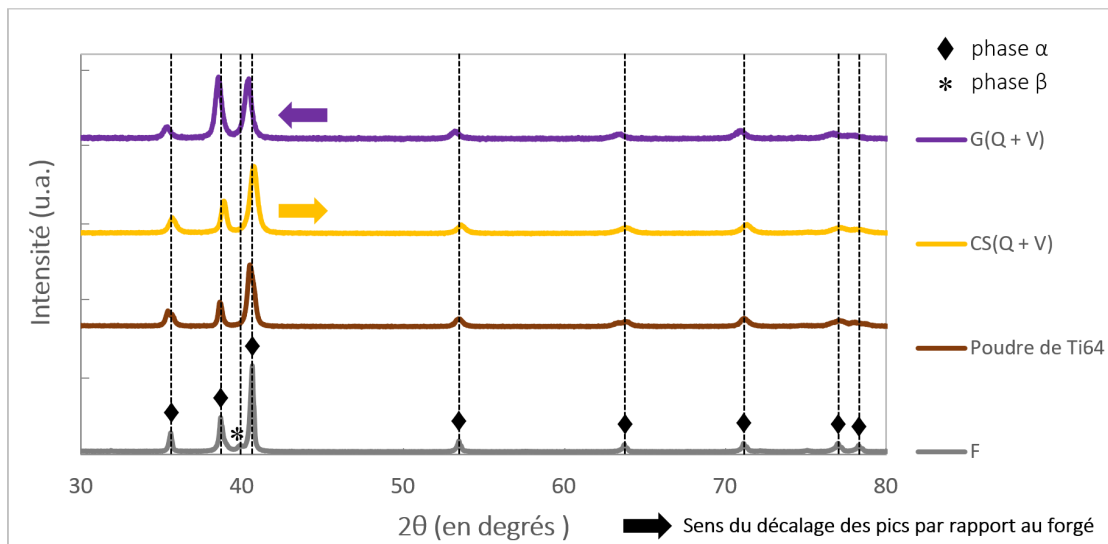


FIGURE 3.34. – Diffractogrammes de la poudre et des éprouvettes CS(Q + V), G(Q + V) et F

On remarque tout d’abord qu’il n’y a pas ou très peu de phase β dans la poudre et dans le dépôt. En outre, les pics de diffraction des éprouvettes $\text{CS}(\text{Q} + \text{V})$ et $\text{G}(\text{Q} + \text{V})$ sont plus larges et décalés par rapport au matériau forgé, ce qui peut être attribué respectivement à la présence de micro et macro déformations et de contraintes résiduelles dans le dépôt. Cependant, à cause de cet élargissement et comme leurs paramètres de maille sont proches, les pics des phases α et α' sont difficiles à distinguer sur les diffractogrammes. Pour la poudre, certains pics semblent dédoublés, ce qui pourrait indiquer la présence de ces deux phases et comme, d’après la littérature, la microstructure est globalement conservée après projection en cold spray [35], on peut supposer la présence de ces deux phases dans la poudre et les éprouvettes $\text{CS}(\text{Q} + \text{V})$ et $\text{G}(\text{Q} + \text{V})$.

Concernant le décalage des pics par rapport à notre référence, l’éprouvette F , on peut remarquer que les pics sont décalés à droite pour l’éprouvette $\text{CS}(\text{Q} + \text{V})$ et à gauche pour l’éprouvette avec grenailage *in situ*. Ces décalages sont probablement dus aux contraintes. Or, les contraintes pour du Ti-6Al-4V projeté sont connues dans la littérature pour être plutôt en tension, alors que le grenailage a tendance à induire des contraintes en compression, qui seront évaluées dans le chapitre 5. Le décalage des pics pouvant aussi être induit par la présence d’éléments interstitiels dans les poudres et les dépôts, nous avons donc cherché à les identifier dans la section suivante.

3.2.3. Analyse de la concentration en éléments interstitiels

Des analyses de la concentration en éléments interstitiels ont été effectuées. Le tableau 3.6 regroupe les résultats obtenus pour les différentes poudres utilisées, en analysant la poudre de grenailage *in situ* après le traitement thermique explicité à la section 2.3.1.

Échantillons	Carbone (ppm)	Hydrogène (ppm)	Oxygène (ppm)	Azote (ppm)
Poudre pour CS	151	32	1072	70
CS	404	145	2373	370
Poudre pour G après Tth	43	16	3000	103
G	209	85	4473	353

TABLE 3.6. – Concentrations en éléments interstitiels dans les poudres et les dépôts

Les éléments interstitiels ayant des effets marqués sur les propriétés mécaniques étant le carbone, l’oxygène, l’azote et l’hydrogène d’après Jaffee *et al.* [78], nos

analyses se sont concentrées sur la concentration de ces quatre éléments. De plus, Ogden *et al.* [126] ont montré que 0,1 % d'azote est équivalent à 0,2 % d'oxygène et à 0,3 % de carbone. Compte tenu des faibles concentrations en carbone, en hydrogène et en azote et de leur faible évolution, on peut négliger leur influence sur les propriétés mécaniques des échantillons. *A contrario*, l'oxygène aura un rôle prédominant sur les propriétés mécaniques des dépôts des différents échantillons testés.

Même si la théorie sur les mécanismes de projection suppose une rupture des couches d'oxyde des poudres et leur rejet à l'impact, on remarque que, pour le Ti-6Al-4V, les dépôts contiennent des taux d'oxygène plus importants que les poudres. Cela a pu être souligné par le passé, notamment par Bray *et al.* avec des projections de titane [29]. Par rapport au matériau forgé, qui, dans cette étude, a un taux d'oxygène d'environ 2000 ppm, des niveaux d'oxygène de l'ordre de 2400 et 4500 ppm entraînent une augmentation de la dureté, de la limite d'élasticité et une réduction de la ductilité d'après Oh *et al.* [127], mais aussi une augmentation de la température du transus β d'après Jaffee *et al.* [79]. Il sera donc nécessaire de prendre ces informations en compte lors des analyses des propriétés mécaniques, pour comprendre les modifications du comportement en traction des éprouvettes selon les conditions de projection.

3.2.4. Analyses micrographiques

3.2.4.1. Microstructure des poudres

La figure 3.35 montre une observation d'une coupe transverse d'une particule de poudre au MEB.

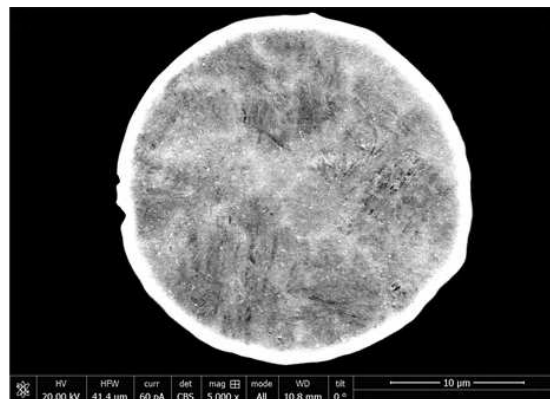


FIGURE 3.35. – Micrographie MEB de la poudre de Ti-6Al-4V -45+15 μm

Sa microstructure est extrêmement fine et est constituée principalement d'aiguilles, ce qui est en accord avec la microstructure généralement obtenue après

atomisation. La microstructure de la poudre de grenailage *in situ*, présentée en figure 3.36, est constituée de lamelles dont l'épaisseur semble supérieure. En effet, on passe d'une épaisseur proche de $0,1 \mu\text{m}$ pour la poudre de projection à $0,75 \mu\text{m}$ pour celle de grenailage.

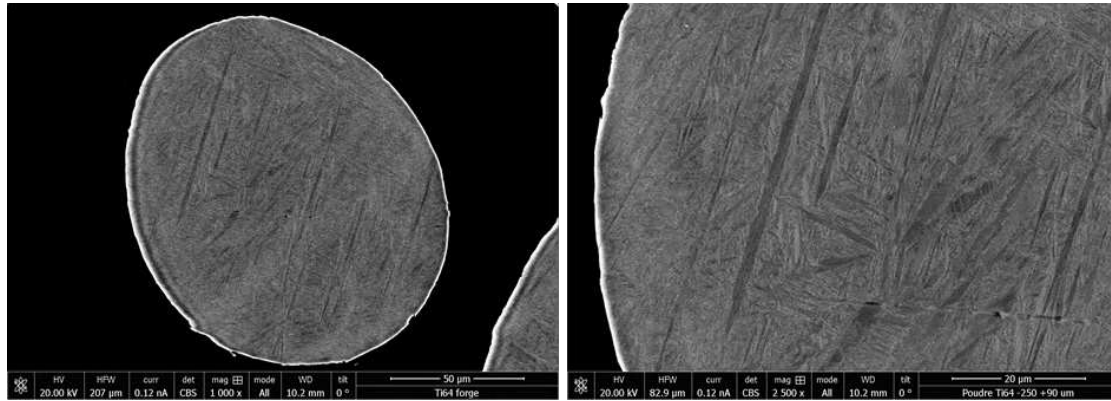


FIGURE 3.36. – Micrographies MEB de la poudre de Ti-6Al-4V -250+90 μm après traitement thermique

3.2.4.2. Microstructure des dépôts

L'observation des différents dépôts au MEB présentés en figure 3.37, montre que leur microstructure est très fine et qu'elle ne semble pas varier significativement en fonction des diverses conditions de projection appliquées sans grenailage *in situ*. On remarque toutefois, dans certaines zones, des particules de poudre peu déformées indiquées par des tirets orange sur la figure 3.37-a. Ces zones se trouvent souvent à proximité des plus gros pores. De plus, on remarque la présence de deux types de microstructures comme rapporté précédemment dans la littérature [22, 91] : des zones où la microstructure héritée de la poudre semble conservée – ce que l'on peut observer sur la figure 3.37-b – et d'autres zones avec une microstructure plus fine. La figure 3.37-c/d présente ces dernières zones, qui pourraient être dues, d'après Lek *et al.* [91] à la division d'aiguilles de martensite en de plus petits grains lors de l'impact, en raison de la déformation plastique sévère des splats.

Pour les projections avec grenailage *in situ*, quelques différences sont notables lors des analyses de la microstructure. En plus de la modification de la fraction surfacique et de la morphologie des pores, on peut noter que l'aplatissement des particules est plus important. En effet, en analysant les splats sur les différentes micrographies obtenues, on passe d'une sphéricité moyenne de 0,81 dans les dépôts sans grenailage à 0,58 lorsque les dépôts sont grenailés. En outre, la microstructure héritée de la poudre n'est plus visible, ce phénomène pouvant être expliqué par un niveau de déformation plastique plus élevé lors de ce type de projection. Cette

microstructure est illustrée par la figure 3.38, qui présente des micrographies du dépôt après grenailage *in situ*.

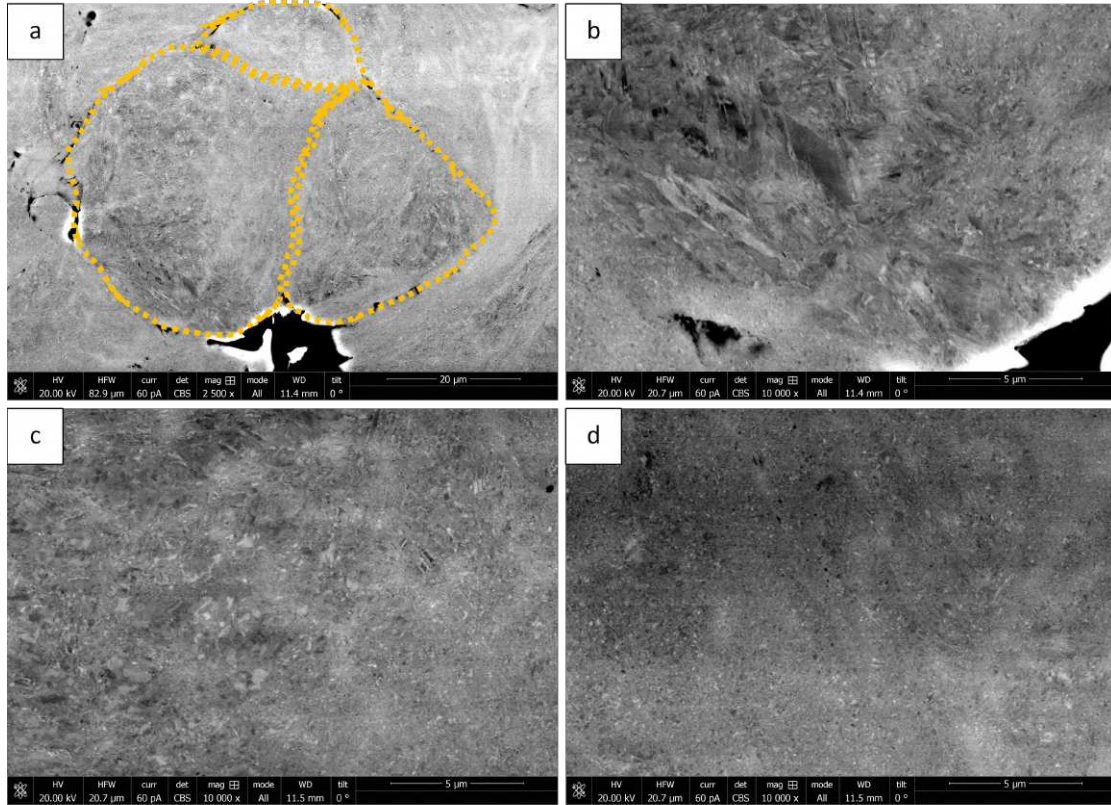


FIGURE 3.37. – Micrographies MEB du dépôt sans grenailage *in situ* (a) présentant des zones avec une microstructure héritée de la poudre (b) et d'autres avec une microstructure très fine due à la déformation plastique sévère (c,d)

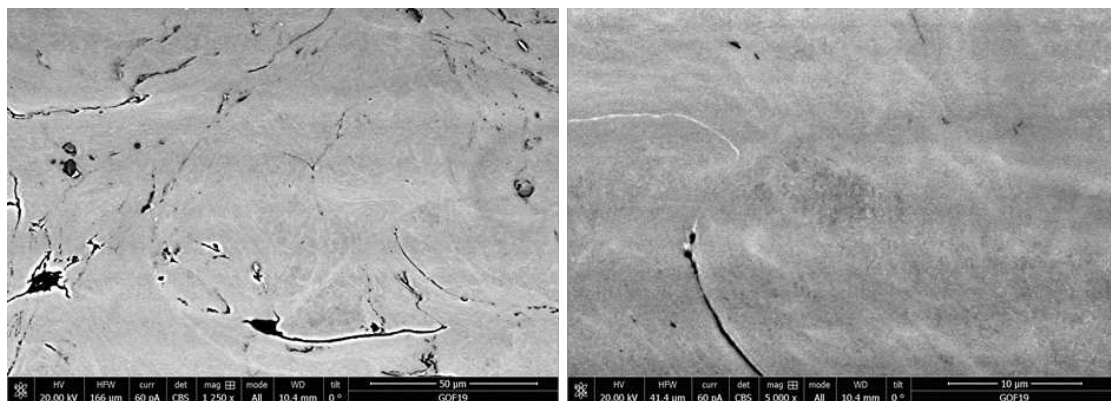


FIGURE 3.38. – Micrographies MEB du dépôt avec grenailage *in situ*

3.3. Caractérisation des propriétés mécaniques

3.3.1. Dureté

Les mesures de dureté post-projection montrent que, quelles que soient les trajectoires de projection, la dureté des échantillons est sensiblement la même. Cependant, elle est bien supérieure à celle du matériau forgé, en étant en moyenne de 410 HV_{0,3} contre 330 HV_{0,3} pour ce dernier. La figure 3.39 rassemble les mesures obtenues pour tous les échantillons étudiés, en les comparant avec le matériau forgé.

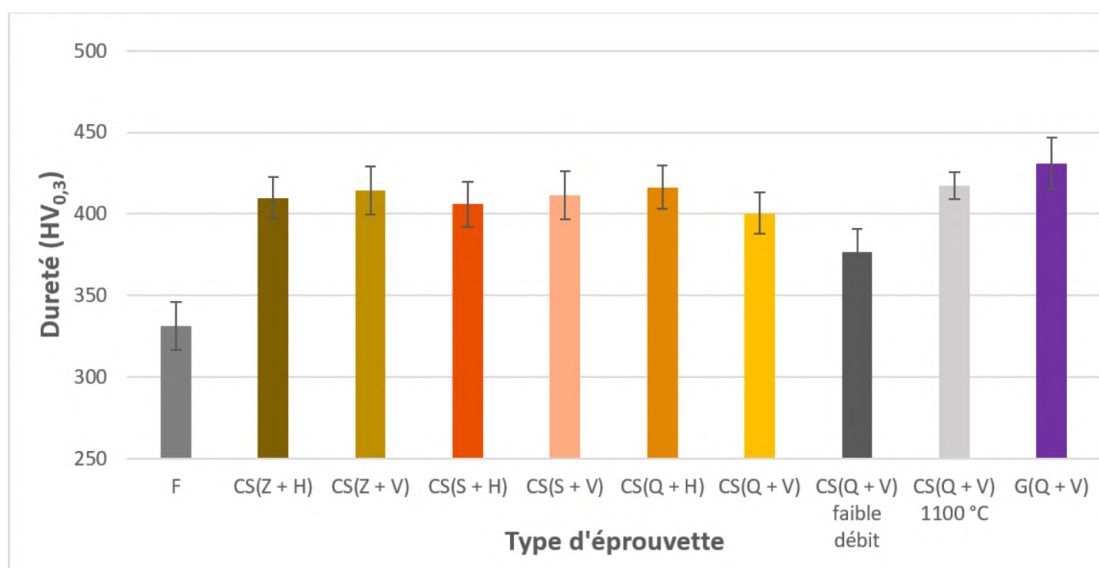


FIGURE 3.39. – Dureté moyenne des dépôts obtenus avec différentes conditions de projection

Cette différence de dureté est liée à la déformation plastique des particules à l'impact, qui va induire un écrouissage du matériau. Lors des projections à 1100 °C et de surcroît avec grenailage *in situ*, la déformation des particules à l'impact est plus élevée, ce qui explique l'augmentation de la dureté notée. Enfin, on peut observer une réduction de la dureté pour les échantillons projetés avec un faible débit. En réduisant le débit, on réduit l'apport de chaleur en cours de projection [165], ce qui va avoir tendance à réduire le niveau de déformation plastique des particules à l'impact et ainsi la dureté des dépôts.

3.3.2. Évaluation du module de Young par DRM

L'analyse du module de Young du Ti-6Al-4V projeté est effectuée par la technique DRM. Comme précisé à la section 2.2.3.2, il est nécessaire de bien connaître la densité des échantillons. Les quatre échantillons étudiés ont une densité de

4,21 ± 0,01. Celle obtenue pour le matériau forgé est de 4,39. En le prenant comme référence, on trouve que le taux de pores au sein de l'échantillon de dimension 30x5x1,5 mm³ est de 4,1 %. À titre de comparaison, il a été évalué à environ 4 % par analyse d'images. On peut noter que ce taux diffère de celui obtenu pour les éprouvettes de traction, car la dimension des échantillons et donc des supports de projection est différente. Or, comme expliqué à la section 3.2.1, cela induit une variation du taux de pores. Les mesures sur les quatre échantillons projetés donnent des valeurs de module de 92,9 / 93,1 / 94,7 / 94,8 GPa à température ambiante. Pour comparer, la valeur de module de Young évaluée par cette même méthode pour le Ti-6Al-4V forgé est de 117,7 GPa. Le modèle de Ramakrishnan [137] donne une relation entre module de Young et taux de pores – pour une densité de pores sphériques répartis d'une façon statistiquement aléatoire en taille et en position – en utilisant le modèle des sphères creuses. La faible différence du module et de la densité entre les quatre échantillons étudiés permet de considérer le matériau projeté comme homogène et d'employer le modèle de Ramakrishnan :

$$E(p) = E(0) \frac{(1 - p)^2}{(1 + p)} \quad (3.1)$$

En attribuant au matériau forgé un taux de pores fictif de 4,1 % et en considérant que celui-ci est nul dans l'échantillon analysé, on remarque que son module devrait être d'environ 104 GPa, ce qui diffère significativement des valeurs obtenues pour le matériau projeté. On peut donc supposer que les mesures du module de Young du matériau projeté sont faussées par la présence de contraintes résiduelles ou bien que notre microstructure particulière affecte le module de Young.

Pour savoir si ces différences peuvent être dues à la microstructure, le module d'un échantillon de Ti-6Al-4V forgé, mis en solution dans le domaine β puis trempé à l'eau pour obtenir une microstructure composée de phase α' a été mesuré au cours d'un traitement thermique. Les essais présentés en figure 3.40 montrent l'évolution du module de cet échantillon comparé à du matériau forgé à microstructure biphasée $\alpha + \beta$. Cette montée en température se déroule à une vitesse de 1,5 K · min⁻¹, comme précisé à la section 2.2.3.2. On observe que les modules des deux échantillons ne sont pas significativement différents. Cela suggère donc que ces différences de microstructure ne font pas varier significativement le module et ainsi, que les différences de modules obtenues précédemment entre l'échantillon projeté et l'échantillon forgé, seraient engendrées, entre autre, par la présence de contraintes résiduelles.

Par la suite, l'évolution du module de Young et de l'amortissement, qui correspond au rapport entre l'énergie dissipée par les défauts structuraux et l'énergie emmagasinée, a été étudié en fonction de la température. Les figures 3.41 et 3.42 illustrent ces évolutions pour des échantillons projetés et forgés.

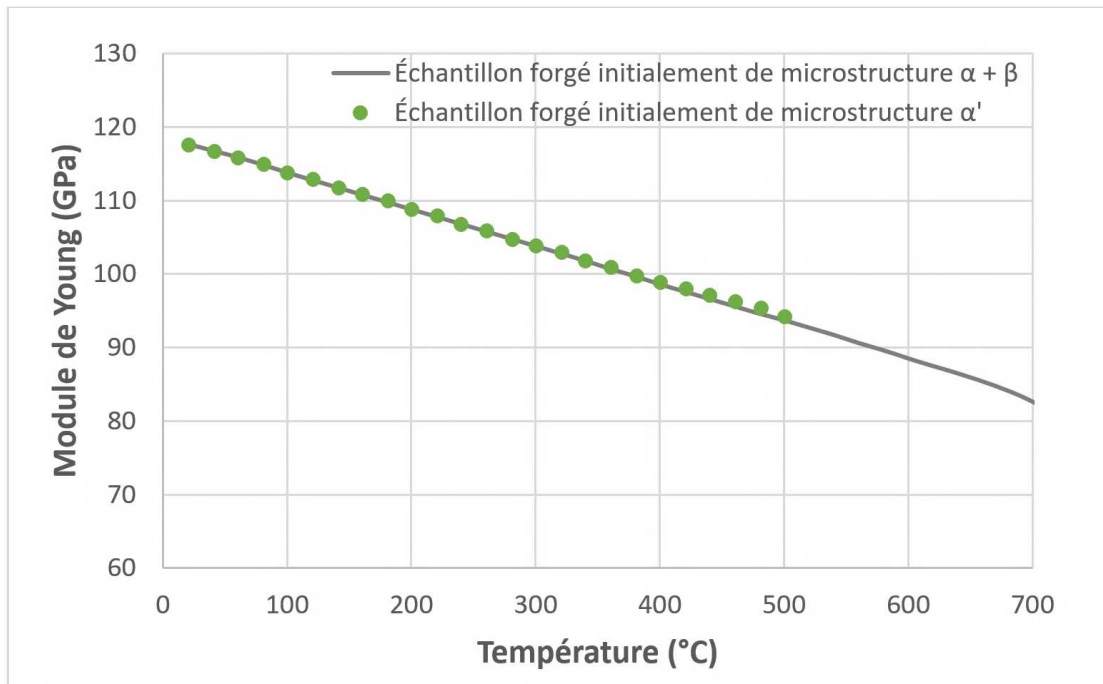


FIGURE 3.40. – Mesures DRM présentant un comparatif de l'évolution en température des modules de Young d'échantillons forgés initialement de phase $\alpha + \beta$ et α'

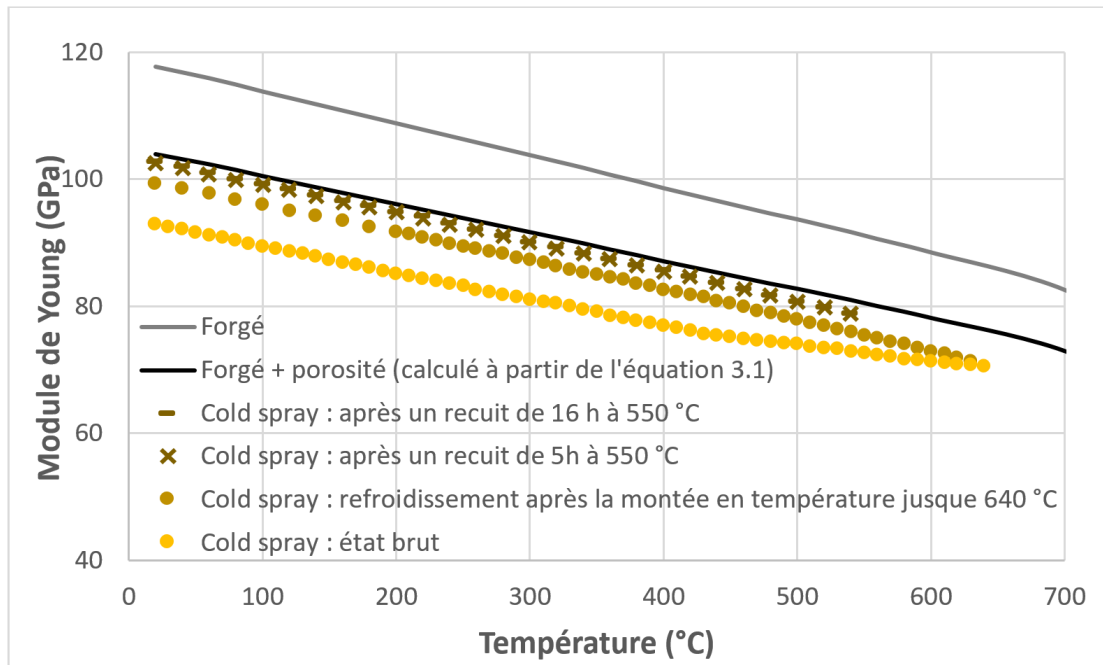


FIGURE 3.41. – Mesures DRM présentant un comparatif de l'évolution en température des modules de Young d'échantillons forgés et projetés

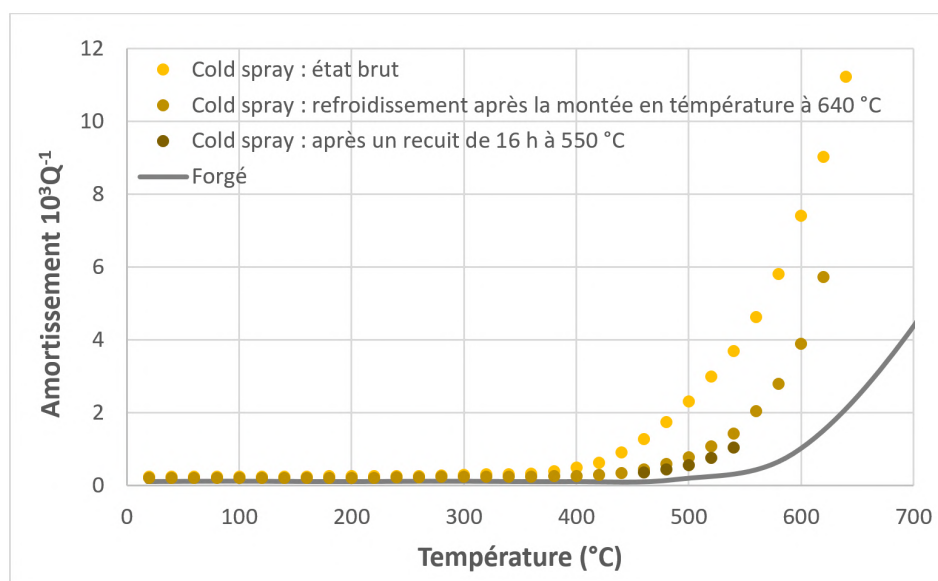


FIGURE 3.42. – Mesures DRM présentant un comparatif de l'évolution en température de l'amortissement d'échantillons forgés et projetés

L'évolution du module de Young en fonction de la température pour l'échantillon projeté montre une inflexion de sa courbe aux environs de 400 °C lors de la montée en température, ce qui suggère un relâchement des contraintes résiduelles. Pour savoir si ces contraintes sont totalement relâchées après la rampe jusqu'à 640 °C deux recuits sont effectués sur l'échantillon projeté pendant 5 h, puis 16 h à 550 °C avant d'évaluer à nouveau son module en fonction de la température (courbes brun foncé sur la figure 3.41). Les deux courbes se superposent, indiquant que les contraintes résiduelles présentes dans le matériau sont relâchées dès 5 h à 550 °C. En outre, après relaxation de ces contraintes, les valeurs de modules sont très proches de celles du matériau forgé avec 4,1 % de pores. Avec les valeurs de modules évaluées à température ambiante avant et après relâchement des contraintes résiduelles, on peut calculer que, post-projection, l'échantillon contenait un niveau de contrainte en tension de 100 MPa. Cependant, ce niveau étant obtenu après l'usinage des échantillons – usinage, qui a pu en relâcher un niveau inconnu – il ne s'agit pas forcément du niveau de contraintes résiduelles des échantillons post-projection.

Pour finir, concernant l'amortissement, il est représentatif du comportement visco-élastique du matériau, mais peut aussi différer selon le niveau de contrainte. Les échantillons évalués présentent une diminution de sa valeur pour une température donnée, ce qui est en relation avec le relâchement des contraintes. Cependant, les valeurs de ce coefficient sont supérieures à celles obtenues pour le matériau forgé. Cela signifie qu'il y a plus de défauts structuraux après projection que pour le matériau forgé, ce qui paraît logique étant donné la présence de pores en sein du matériau projeté.

3.3.3. Étude du comportement en traction

Les matériaux élaborés par cold spray sont généralement peu ductiles à l'état brut [12, 35, 75, 83, 92, 101, 107, 111, 141, 150, 169, 193]. Cette tendance a été confirmée dans la présente étude et est illustrée en figure 3.43, en analysant comparativement le comportement en traction du matériau forgé à celui post-projection.

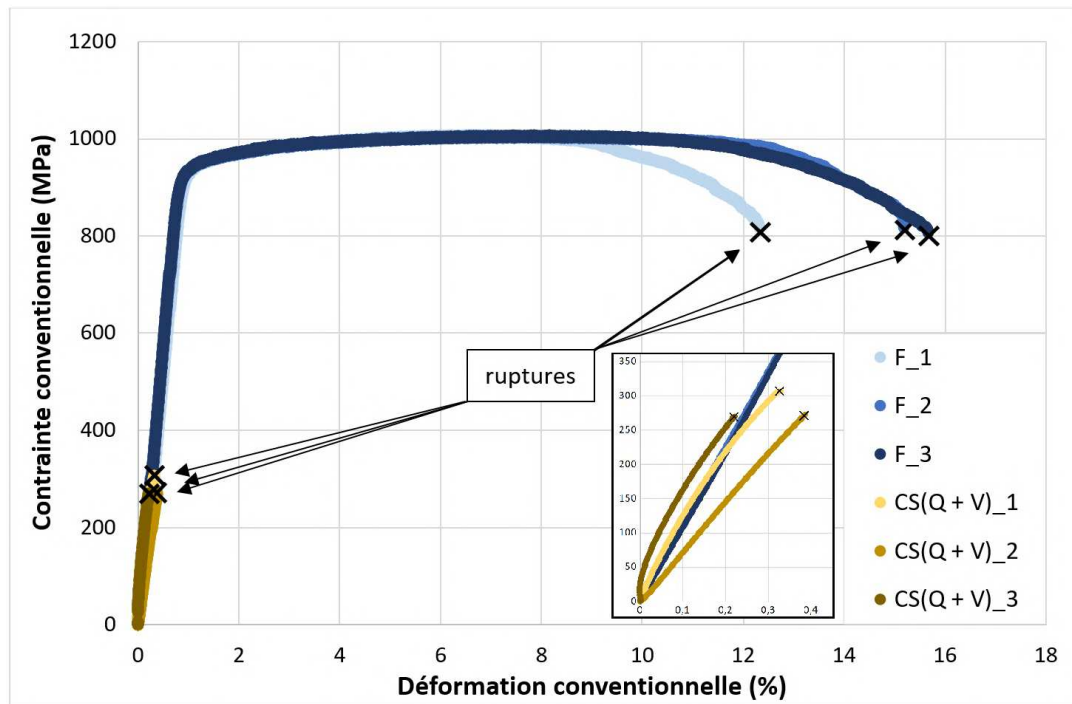


FIGURE 3.43. – Courbes contrainte déformation conventionnelles obtenues en traction pour des échantillons F et CS(Q + V)

En effet, l'allongement à rupture moyen est de 14,4 % pour le matériau forgé contre moins de 0,5 % pour celui élaboré par cold spray. De plus, la résistance à la traction, qui est d'environ 1000 MPa pour le matériau forgé, ne dépasse pas les 300 MPa après projection. Le module de Young des éprouvettes issues de dépôts projetés n'a pas été analysé. En effet, en raison des fortes contraintes induites dans le matériau à l'impact, des contraintes résiduelles subsistent après projection. Ces dernières ont pour effet de courber faiblement les éprouvettes après usinage, et donc de rendre les essais moins reproductibles, mais aussi d'altérer la linéarité de la partie élastique de la courbe de traction. Ainsi, seuls les résultats des mesures de module obtenues par DRM ont été analysés.

Les comportements en traction en fonction des différents paramètres de projection sont résumés par leur résistance mécanique moyenne en figure 3.44 et leur allongement conventionnel moyen en figure 3.45.

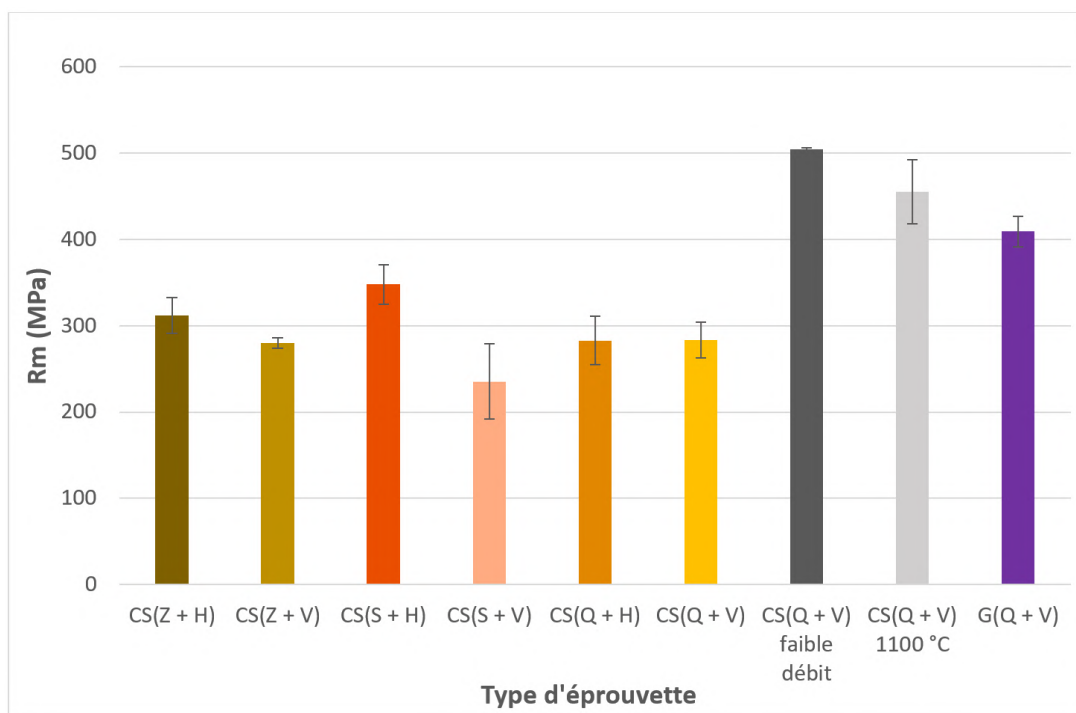


FIGURE 3.44. – Résistance mécanique moyenne des différents dépôts post-projection

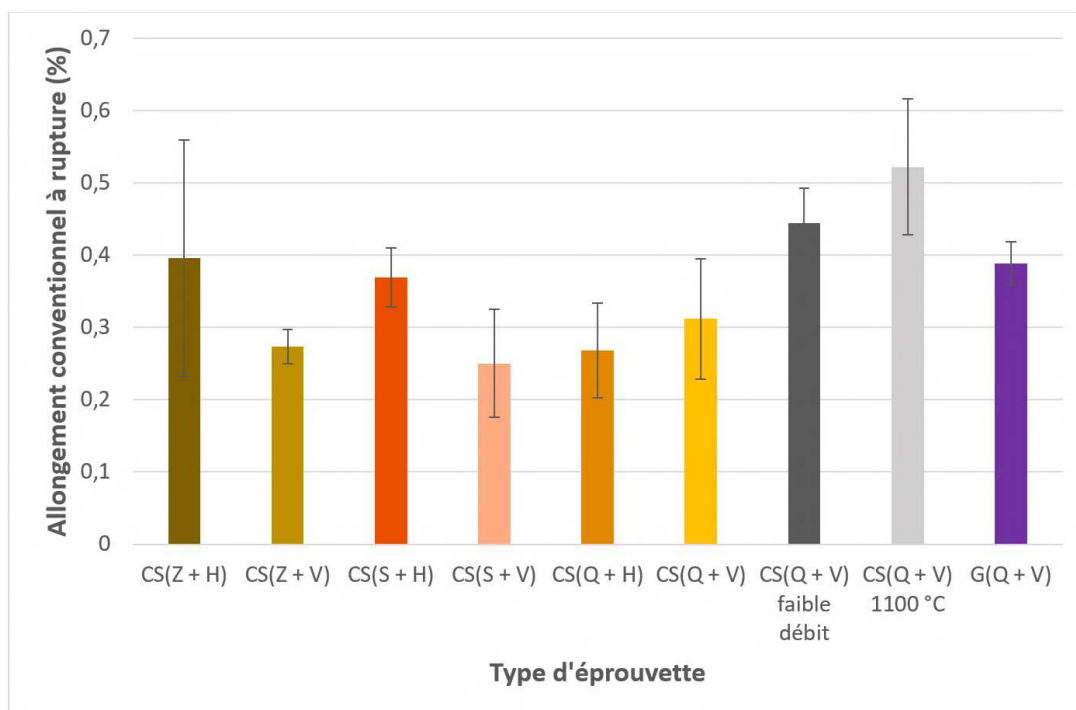


FIGURE 3.45. – Allongement à rupture moyen des différents dépôts post-projection

Ces graphiques montrent que quelles que soient les conditions de projection, les valeurs sont largement en deçà des performances du matériau forgé, ce qui souligne l'importance de réhausser les propriétés en traction du Ti-6Al-4V projeté et plus particulièrement sa ductilité. Des propriétés supérieures sont nécessaires pour donner un intérêt à l'utilisation de ce procédé dans le domaine de la FA. De plus, la grande variabilité des résultats d'une éprouvette à l'autre rend difficile l'analyse des relations entre les paramètres d'élaboration et les propriétés en traction.

Pour compléter les analyses du comportement en traction des matériaux projetés, leur faciès de rupture est analysé après les essais de tractions menés à rupture. Le faciès d'une éprouvette de type CS(Q + V) est présenté en figure 3.46.

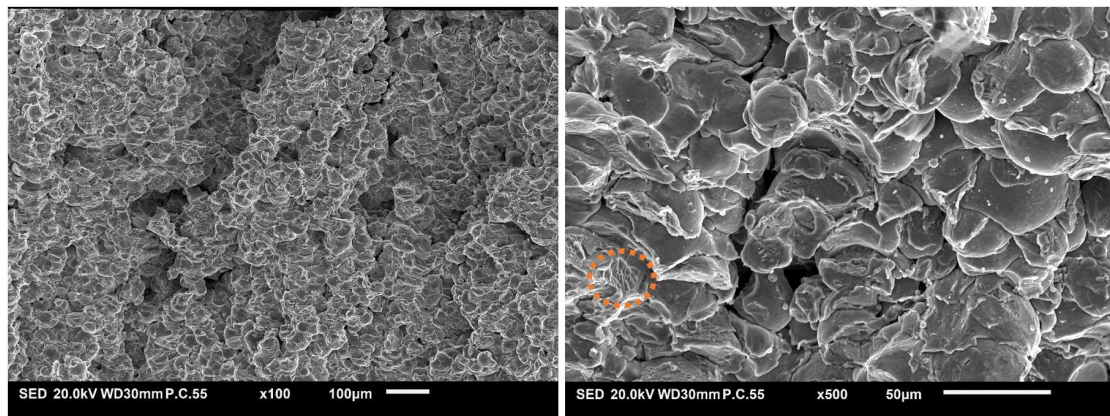


FIGURE 3.46. – Micrographies MEB montrant les faciès de rupture de l'échantillon CS(Q + V)

Ces faciès de rupture – très semblables quels que soient les trajectoires de projection et les sens de prélèvement – montrent une absence de cupules traduisant une certaine fragilité notée sur les courbes de traction. En effet, on peut observer la décohésion entre les splats sur les faciès. Même à l'échelle du splat, peu d'évidences de déformation plastique sont visibles. Seuls certains d'entre eux présentent quelques cupules sur leur surface mises en avant par des pointillés orange sur la figure 3.46. Par comparaison, le faciès de rupture des éprouvettes en Ti-6Al-4V forgées est aussi étudié. Sur les micrographies en figure 3.47, on observe une rupture ductile avec une omniprésence de cupules pour le matériau forgé.

En analysant les faciès des éprouvettes projetées à faible débit (figure 3.48), à 1100 °C (figure 3.49) et avec du grenailage *in situ* (figure 3.50), on remarque que les faciès présentent des caractéristiques similaires. Cependant, on peut aussi noter qu'avec la diminution du taux de pores, l'aplatissement des splats est plus important ; la différence étant extrêmement notable pour les échantillons projetés avec grenailage *in situ*.

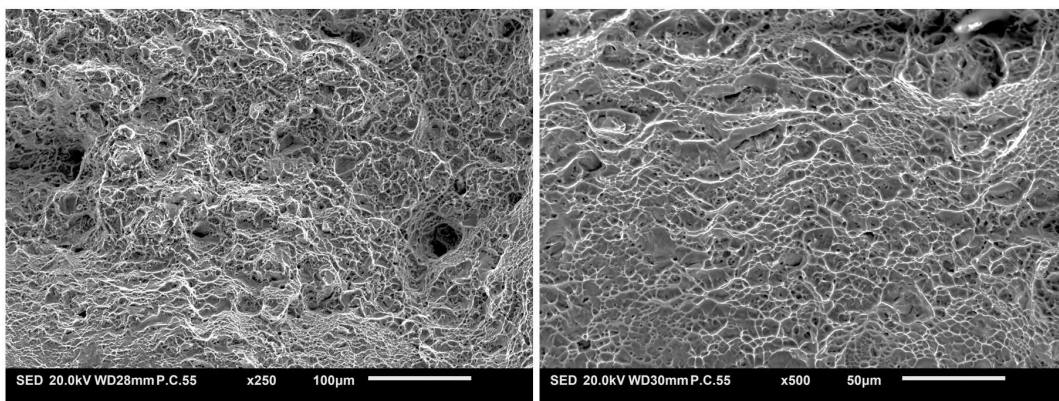


FIGURE 3.47. – Micrographies MEB montrant les faciès de rupture de l'échantillon F

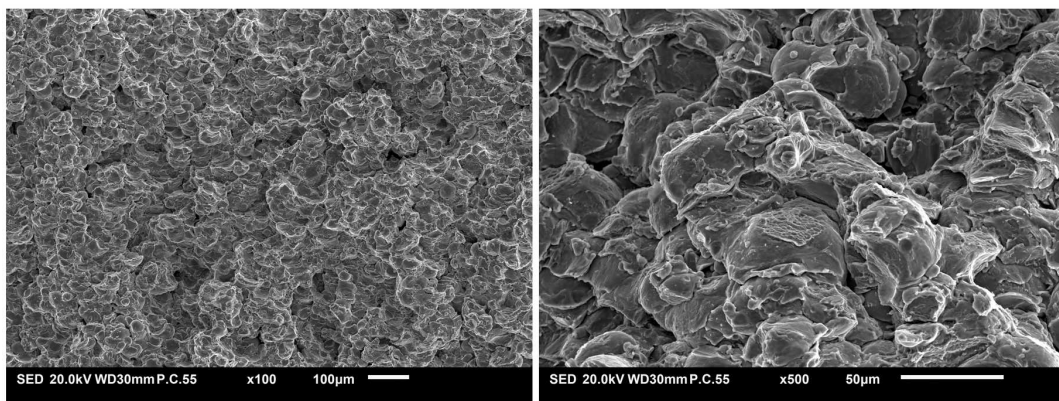


FIGURE 3.48. – Micrographies MEB montrant les faciès de rupture de l'échantillon CS(Q + V) à faible débit

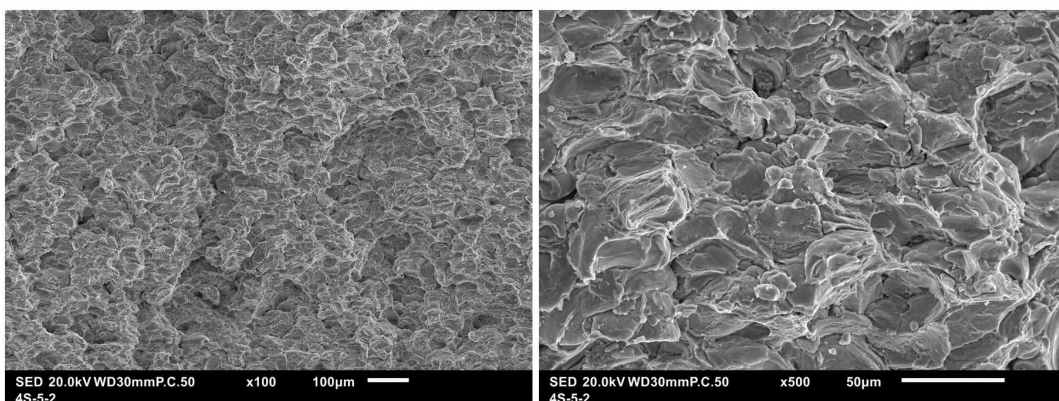


FIGURE 3.49. – Micrographies MEB montrant les faciès de rupture de l'échantillon CS(Q + V) à 1100 °C

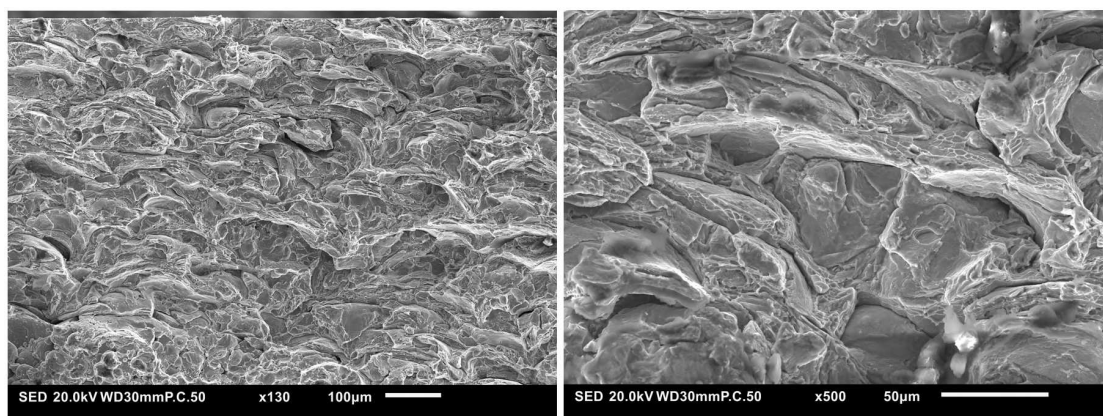


FIGURE 3.50. – Micrographies MEB montrant le faciès de rupture de l'échantillon $G(Q + V)$

Conclusions du chapitre

Au cours de ce chapitre, nous avons pu montrer qu'il était possible de réduire le taux de pores présents au sein des échantillons projetés en modifiant les conditions de projection, et principalement en réduisant l'épaisseur de la couche projetée au cours d'un cycle. De surcroît, l'ajout du grenailage *in situ* a permis de diminuer le taux de pores, déjà inférieur à 3 %, à moins de 1 %.

Les premières analyses de la matière à l'état brut de projection ont montré que la microstructure des dépôts semble en grande partie héritée de la poudre. Cependant, la cohésion entre les [splats](#) est très limitée, ce qui induit un comportement en traction très en deçà des résultats obtenus pour le Ti-6Al-4V forgé. Afin de pouvoir considérer la projection de Ti-6Al-4V en cold spray comme attractive, le comportement en traction du matériau doit être amélioré, ce qui peut passer par la réalisation de traitements post-projection visant à améliorer principalement la ductilité des échantillons.

Toutefois, les résultats obtenus à l'état brut de projection, selon différents sens de prélèvement et trajectoires de projection, permettent d'arriver aux conclusions suivantes :

- ces paramètres n'affectent pas ou peu la dureté, la microstructure, le module de Young, le comportement en traction ou le faciès de rupture des échantillons ;
- les analyses du taux de pores indiquent une plus grande homogénéité de la répartition des pores selon une trajectoire quadrillée et en zig-zag ;

- les essais de traction montrent une meilleure isotropie pour les éprouvettes projetées selon une trajectoire quadrillée ;
- les échantillons produits selon la trajectoire quadrillée sont moins courbés et plus simples à produire en terme encombrement lors des projections.

Pour ces raisons, il a été décidé, dans la suite du manuscrit, d'étudier majoritairement des échantillons produits selon une trajectoire quadrillée et dans un sens de prélèvement vertical.

4. Optimisations de la microstructure et des propriétés mécaniques

Sommaire

4.1	Caractérisations de la microstructure	126
4.1.1	Porosité	126
4.1.1.1	Projections sans grenailage <i>in situ</i>	126
4.1.1.2	Projections avec grenailage <i>in situ</i>	129
4.1.2	Identification des phases obtenues par Diffraction des Rayons X	131
4.1.3	Analyse de la concentration en éléments interstitiels	133
4.1.4	Caractérisation de la microstructure	134
4.1.4.1	Microstructure des dépôts	134
4.1.4.2	Caractérisation des orientations cristallographiques	137
4.1.4.3	Dimensions des différents éléments de microstructure	140
4.2	Caractérisation des propriétés mécaniques	143
4.2.1	Dureté	143
4.2.2	Comportement en traction	145
4.2.3	Comparatifs avec les matériaux forgés, coulés ou élaborés par d'autres méthodes de Fabrication Additive	154
4.2.4	Étude des mécanismes de déformation à proximité des pores	155

Les faibles niveaux de résistance et de ductilité observés dans le chapitre précédant pour les matériaux bruts de projection ont confirmé l'intérêt de modifier les microstructures pour des échantillons réhausser leurs propriétés mécaniques. Pour cela, différents traitements thermiques, explicités à la section 2.3.2, ont été effectués sur les dépôts et sur des échantillons forgés, utilisés comme référence. La microstructure des échantillons a été, tout d'abord, caractérisée, avant d'évaluer les variations des propriétés mécaniques. Afin d'observer l'évolution de la microstructure avec la température, différentes conditions de traitements thermiques ont été appliquées. En particulier, la température maximale a été variée par pas de 100 °C, en démarrant à une température supérieure au solvus de la phase α_2 (575 °C) et jusqu'au dépassement du transus β (1050 °C). En outre, un traitement en deçà du transus β a été réalisé avec une vitesse de refroidissement lente pour obtenir

une microstructure équiaxe, qui présente une ductilité élevée [88], comme vu à la section 1.4.2.2. Une mise en solution à 1050 °C suivie d'une trempe à l'eau a été effectuée pour produire une microstructure martensitique, permettant de réduire la longueur de glissement et la taille des colonies à l'épaisseur des lamelles, avec l'amélioration de la limite d'élasticité du matériau comme conséquence [103].

4.1. Caractérisations de la microstructure

4.1.1. Porosité

4.1.1.1. Projections sans grenailage *in situ*

La porosité a été évaluée au sein des échantillons de type CS(Q + V) pour les différentes conditions de traitement thermique et est présentée en figure 4.1. Globalement, on peut remarquer une diminution du taux de pores avec l'augmentation de la température du traitement thermique pour de même conditions de refroidissement ; le taux de pores était de 5,6 % post-projection et n'est plus que de 2,1 % après le traitement "1050". Ce résultat était attendu, car ces traitements permettent le frittage des dépôts [21, 111]. Cependant, on peut noter une augmentation de la porosité jusqu'à 850 °C. Ce paradoxe, déjà observé par Li *et al.* [93], est expliqué par la non-détection des micropores avant traitement thermique. Cela serait dû à l'analyse du taux de pores sur des micrographies réalisées à un faible grandissement. Ces pores deviennent détectables après coalescence. Ce phénomène, étudié par Huang *et al.* [75], serait dépendant des conditions de projection.

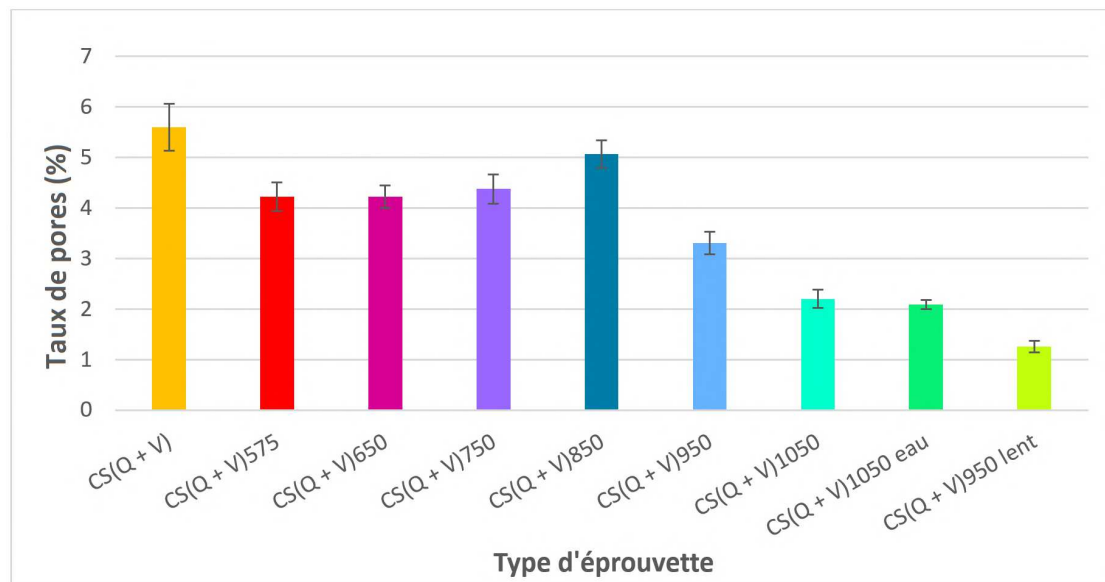


FIGURE 4.1. – Taux de pores des éprouvettes de type CS(Q + V) après traitement thermique

Pour les échantillons traités à 1050 °C, le passage d'un refroidissement à l'air à une trempe à l'eau ne modifie pas significativement le taux de pores, car la température et la durée du traitement thermique étant similaires. Cependant, on remarque aussi que pour le traitement thermique effectué pour obtenir une microstructure équiaxe (traitement "950 lent"), malgré une température plus faible, la fraction surfacique des pores est plus faible. Ce taux de pores de seulement 1,2 % peut s'expliquer par la vitesse de refroidissement très lente employée pour ce traitement ($0,1 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$), qui augmente la durée totale du traitement thermique et donc le temps de frittage. Cette durée est d'autant plus longue que l'échantillon subit un second traitement à 700 °C suivi d'une trempe à l'air, pour éviter la formation de phase α_2 .

La porosité après traitement thermique a aussi été caractérisée en tomographie à rayons X, mais seulement pour l'échantillon présentant la plus haute température de traitement thermique : $\text{CS}(\text{Q} + \text{V})_{1050}$. Les caractéristiques obtenues sont présentées dans le tableau 4.1.

Échantillons	$\text{CS}(\text{Q} + \text{V})$	$\text{CS}(\text{Q} + \text{V})_{1050}$
Volume moyen d'un pore (mm^3)	$1,01 * 10^{-5}$	$7,51 * 10^{-6}$
Nombre de pores	20195	11231
Sphéricité des pores	0,46	0,48
Taux de pores (%)	2,6	0,8
Taux de pores obtenu par analyse d'images (%)	5,6	2,1

TABLE 4.1. – Caractéristiques de la porosité obtenues en tomographie pour les éprouvettes $\text{CS}(\text{Q} + \text{V})$ et $\text{CS}(\text{Q} + \text{V})_{1050}$

Les effets combinés de la coalescence des pores et du frittage du matériau expliquent la forte diminution du volume et du nombre de pores, ce qui se répercute donc sur le taux de pores. En effet, la partie analysée de l'éprouvette de traction brute de projection comportait 20195 pores d'un volume moyen de $1,01 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3$. Après traitement thermique le nombre de pores est quasiment réduit de moitié en passant à 11231 et leur volume moyen n'est plus que de $7,51 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3$. Le tableau 4.1 nous montre aussi que la sphéricité des pores n'a pas évolué de façon significative. En outre, en comparant les taux de porosité évalués par tomographie à ceux obtenus par analyse des micrographies, on peut noter que les taux de pores analysés sur les tomographies sont réduits. Cette réduction s'explique par la faible résolution des images tomographiques et par le seuillage effectué pour la

reconstruction 3D des échantillons.

La figure 4.2 présente une reconstruction 3D des pores dans la partie utile de l'éprouvette $CS(Q + V)_{1050}$ et le graphique de la figure 4.3 illustre la répartition des pores dans le sens de projection au sein de cette même éprouvette. Ce dernier permet d'observer une répartition plus homogène des pores au sein du matériau, comparativement à celles obtenues avant traitement thermique à la section 3.2.1.2. En effet, les bandes de pores créées durant les projections, sont moins visibles après traitement thermique.

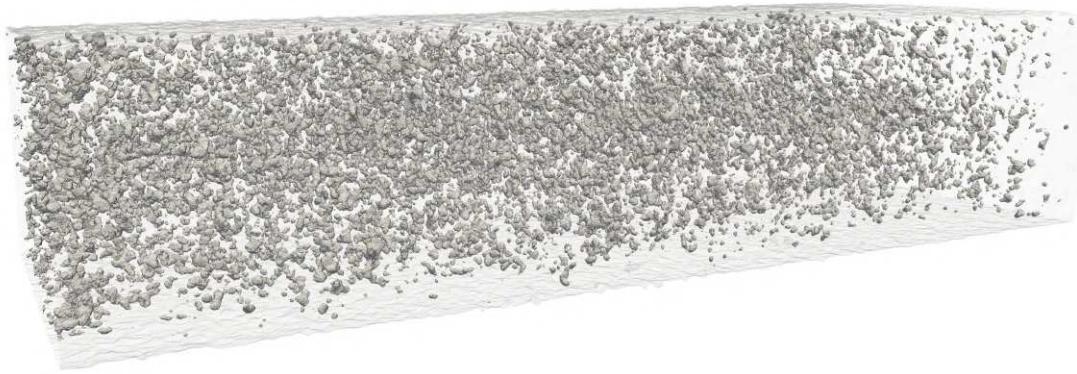


FIGURE 4.2. – Représentation 3D des pores dans une zone de $4,75 \times 2,02 \times 1,07 \text{ mm}^3$ au sein de la partie utile de l'éprouvette $CS(Q + V)_{1050}$

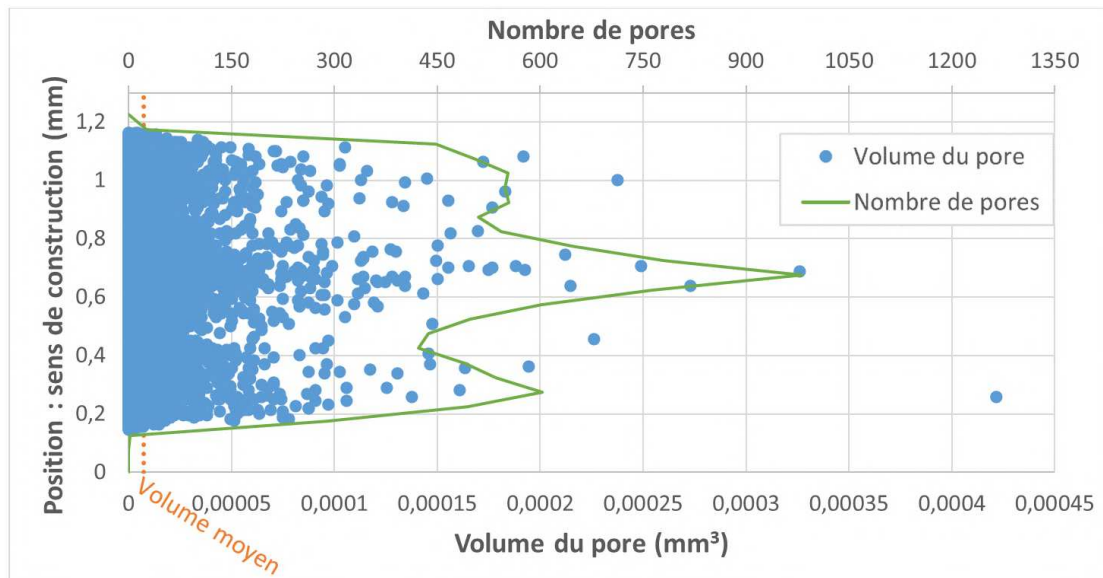


FIGURE 4.3. – Répartition des pores dans le sens de construction de l'éprouvette $CS(Q + V)_{1050}$ en fonction de leur volume et de leur nombre

4.1.1.2. Projections avec grenailage *in situ*

Pour les échantillons obtenus par projection avec grenailage *in situ*, des difficultés – explicitée à la section 3.2.1.1 – ont été rencontrées lors des projections, à cause de l'érosion de la tuyère. Ainsi, seuls les traitements thermiques visant à optimiser la ductilité et la limite d'élasticité du matériau projeté ont été réalisés ; *i.e.* 950 lent et 1050 eau.

Après ces traitements thermiques, le taux de pores, déjà faible auparavant, a diminué de façon drastique en passant de 1,6 % à moins de 0,1 %. Pour ces échantillons, les pores sont petits et la fraction surfacique mesurée est faible, ce qui est illustré sur la micrographie en figure 4.4. Il est donc possible que, pour ce type d'éprouvettes, le taux de pores mesuré soit influencé par la contamination des surfaces lors de la préparation des échantillons, ce qui ne permet pas d'interpréter les faibles différences de porosité mises en avant en figure 4.5 entre les éprouvettes $G(Q + V)_{1050}$ et $G(Q + V)_{950lent}$.

Les analyses tomographiques induisent des conclusions similaires par rapport aux échantillons projetés sans grenailage *in situ*. En analysant les caractéristiques des pores mesurées par tomographie, résumées dans le tableau 4.2, on observe bien une réduction du nombre et du volume des pores et donc du taux de pores après traitement thermique. En effet, le volume analysé au sein de l'éprouvette comptait 5523 pores d'un volume moyen de $1,09 \cdot 10^{-5} \text{ mm}^3$ post-projection. Or, après traitement thermique, seulement 726 pores sont répertoriés, avec un volume moyen qui n'est plus que de $2,34 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3$.

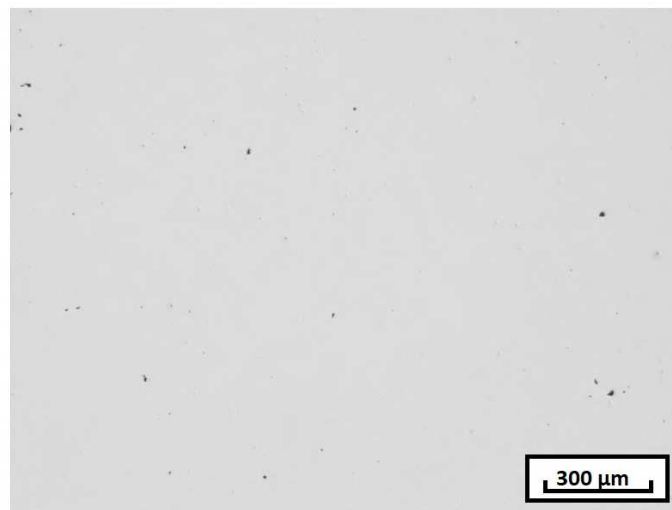


FIGURE 4.4. – Micrographie optique de l'éprouvette $G(Q + V)_{1050}$

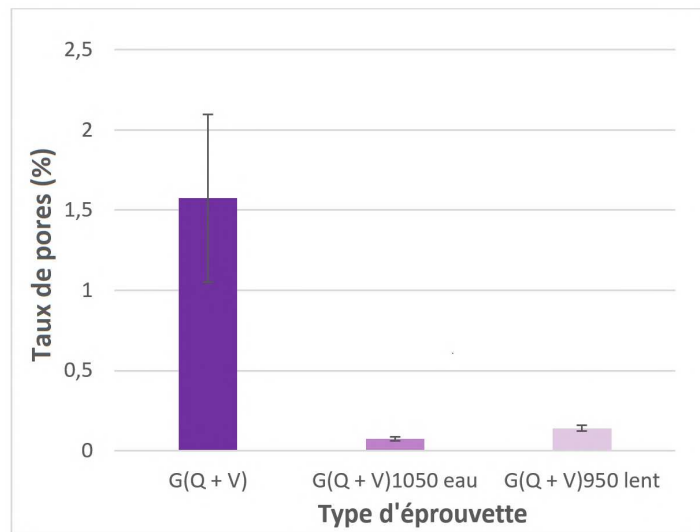


FIGURE 4.5. – Taux de pores des éprouvettes de traction de type $G(Q + V)$ après traitement thermique

Échantillons	$G(Q + V)$	$G(Q + V)_{1050}$
Volume moyen d'un pore (mm^3)	$1,09 * 10^{-5}$	$2,34 * 10^{-6}$
Nombre de pores	5523	726
Sphéricité des pores	0,46	0,48
Taux de pores (%)	0,9	0,02
Taux de pores obtenu par analyse d'images (%)	1,6	0,1

TABLE 4.2. – Caractéristiques de la porosité obtenue en tomographie pour les éprouvettes $G(Q + V)$ et $G(Q + V)_{1050}$

Après traitement thermique, les pores ont une sphéricité légèrement supérieure, identique à celle des échantillons sans grenailage. En outre, l'observation du graphique en figure 4.6 ou même de la représentation 3D de la tomographie en figure 4.7, montrent une répartition plus homogène des pores par comparaison avec les résultats obtenus à la section 3.2.1.2 avant traitement thermique ; ceci malgré la présence de quelques pores supplémentaires dans la zone analysée, dus à la segmentation de l'image lors de la reconstruction 3D.

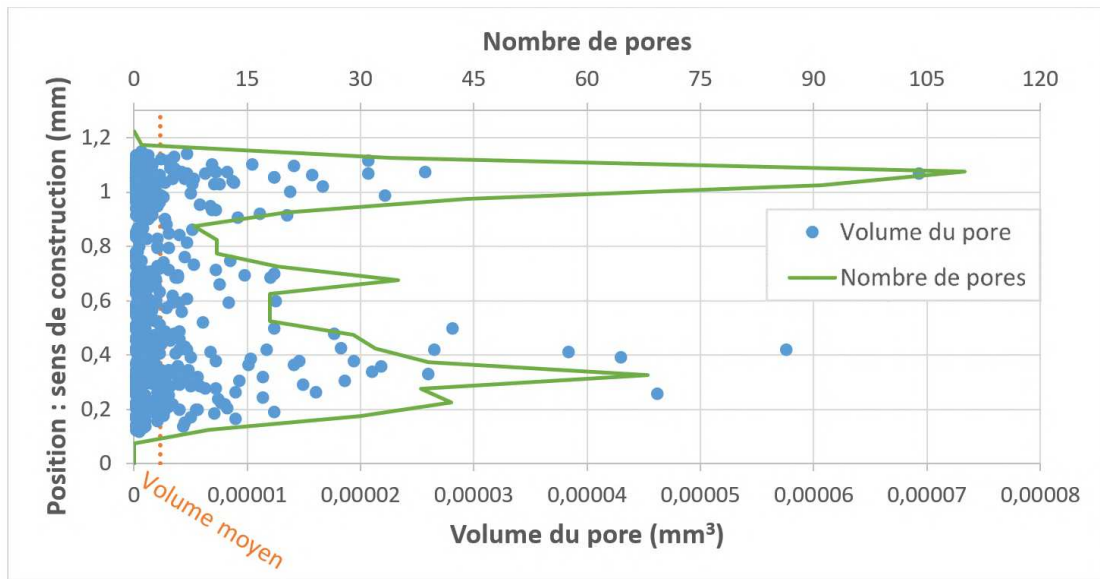


FIGURE 4.6. – Répartition des pores dans le sens de construction de l'éprouvette $G(Q + V)_{1050}$ en fonction de leur volume et de leur nombre

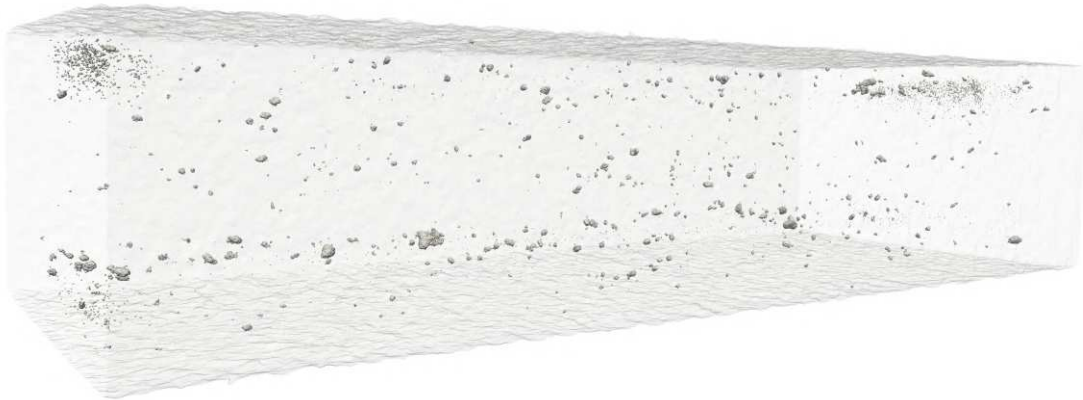


FIGURE 4.7. – Représentation 3D des pores dans une zone de $4,75 \times 2,02 \times 1,1 \text{ mm}^3$ au sein de la partie utile de l'éprouvette $G(Q + V)_{1050}$

4.1.2. Identification des phases obtenues par Diffraction des Rayons X

Pour connaître les phases présentes au sein des dépôts selon les conditions de projection et les traitements thermiques effectués, les échantillons ont été analysés par DRX. Les diffractogrammes obtenus sont présentés en figure 4.8. Ils montrent que tous les pics sont décalés vers la gauche par rapport à notre référence (*i.e.* le matériau forgé). On peut noter, en outre, que les pics sont plus larges et que la

phase β n'est pas présente en proportion suffisante pour être détectée par cette technique, dans tous les dépôts.

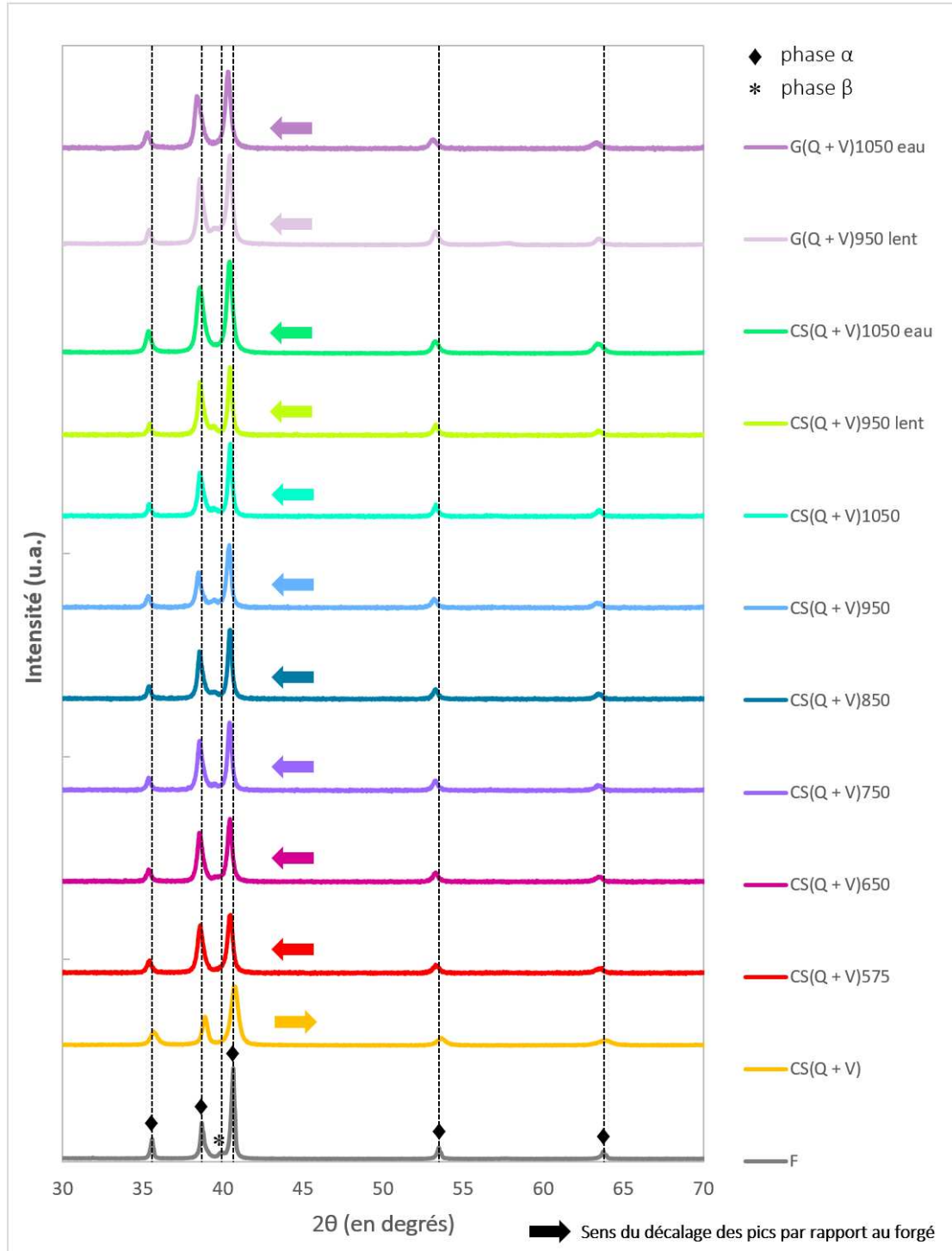


FIGURE 4.8. – Diffractogrammes des échantillons après traitements thermiques

Concernant les phases identifiées, plus la température de traitement thermique est haute, plus l'intensité du pic est élevée et donc plus le taux de phase β est élevé. Cette conclusion est effective pour tous les traitements thermiques, excepté pour le traitement "1050 eau", qui ne contient que de la martensite et donc de la phase α' (effet du refroidissement plus rapide lors de la trempe à l'eau après la mise en solution au delà du transus β , explicité à la section 1.4.2.2). Le décalage des pics après le traitement thermique peut être la conséquence de deux effets : une modification des contraintes résiduelles des échantillons ou une modification de la composition, et en particulier, de la présence d'éléments interstitiels. Concernant, les contraintes, les essais DRM ont mis en évidence que ces températures de traitement thermique et les durées appliquées sont suffisantes pour relaxer les contraintes résiduelles présentes post-projection. Cependant, ces échantillons ne peuvent pas être considérés comme parfaitement relaxés étant donné que les traitements thermiques peuvent induire des contraintes de changement de phase. Pour ce qui est de la présence d'interstitiels, ces évolutions seront étudiées dans la section qui suit.

4.1.3. Analyse de la concentration en éléments interstitiels

Avec la sensibilité du Ti-6Al-4V à l'oxydation à haute température (malgré la montée en température des échantillons dans des fours sous vide poussé) et du fait de la réalisation de trempes à l'eau et à l'air, des analyses de la concentration en éléments C, H, O et N ont été renouvelées sur les dépôts après traitement thermique. Le tableau 4.3 recense l'évolution de leur concentration avant et après ces traitements.

Échantillons	Carbone (ppm)	Hydrogène (ppm)	Oxygène (ppm)	Azote (ppm)
CS	404	145	2373	370
CS ₁₀₅₀	375	101	2654	408
CS _{950lent}	363	81	2251	374

TABLE 4.3. – Concentrations en éléments interstitiels dans les dépôts projetés sans grenailage *in situ* avant et après traitement thermique

Ces analyses ne montrent pas de variations significatives de concentration des quatre éléments analysés dans les dépôts, à part peut-être l'hydrogène, mais qui est présent dans des quantités significativement plus faible que l'oxygène. C'est donc l'oxygène, qui jouera le plus grand rôle sur les propriétés mécaniques des échantillons analysés. Étant donné que cette concentration n'est pas significativement modifiée par les traitements thermiques, elle est évaluée respectivement à 2400 ppm,

4500 ppm et 2000 ppm pour toutes les éprouvettes de type CS, G et F, qui sont les valeurs obtenues avant traitement thermique et présentées à la section 3.2.3. Cette différence de concentration en oxygène entre l'échantillon grenailé et les autres, induit une augmentation du ratio c/a d'environ 0,0005 d'après Ogden *et al.* [126]. De plus, l'absence d'évolution des concentrations avant/après traitement thermique suggère que seule la variation des contraintes résiduelles induit le décalage des pics observé sur le diffractogramme de la section précédente.

4.1.4. Caractérisation de la microstructure

4.1.4.1. Microstructure des dépôts

Après chacun des traitements thermiques, les microstructures des dépôts ont été observées au MEB à commencer par celles des éprouvettes de type CS(Q + V), qui sont présentées en figure 4.9. La croissance des grains du matériau démarre dès 575 °C et elle est localisée à l'interface entre les splats, où la plus forte déformation est attendue en cours de projection. Or, comme précisé à la section 1.5.2, la vitesse de déformation importante à l'impact peut induire la recristallisation dynamique du matériau, qui aurait pour conséquence la formation de grains ultrafins [117]. L'observation des microstructures après les traitements thermiques suggère donc que la recristallisation dynamique du matériau est survenue à l'interface entre les splats.

En augmentant la température du traitement thermique, la croissance des grains se généralise, jusqu'à être omniprésente à partir de 750 °C. On voit aussi le taux de phase β augmenter jusqu'à 950 °C, où la microstructure du matériau est bimodale après refroidissement à l'air. En effet, on passe d'une microstructure dans laquelle on ne distingue pas la phase β après le traitement thermique à 575 °C – qui n'est pas non plus détectée par DRX (voir figure 4.8) – à une valeur proche de 15 % de phase β à 950 °C.

Au-delà de la température de transus β , qui se situe aux alentours de 1000 °C, on obtient des microstructures lamellaires. Selon la vitesse de refroidissement appliquée, deux microstructures distinctes ont été obtenues. La première, par transformation martensitique, permet la formation de lamelles enchevêtrées de phase α' dues au refroidissement rapide de la trempe à l'eau. La seconde, par un mécanisme de Widmanstätten, permet la germination de lamelles α regroupées sous forme de colonies induite par le refroidissement plus lent associé à la trempe à l'air. Dans ce cas, cela conduit aussi à obtenir des lamelles plus grosses. Enfin, les éprouvettes CS(Q + V)_{950lent} ont une microstructure nodulaire grâce à un refroidissement très lent dans le domaine $\alpha + \beta$, ce qui permet de faire croître les lamelles jusqu'à former des nodules.

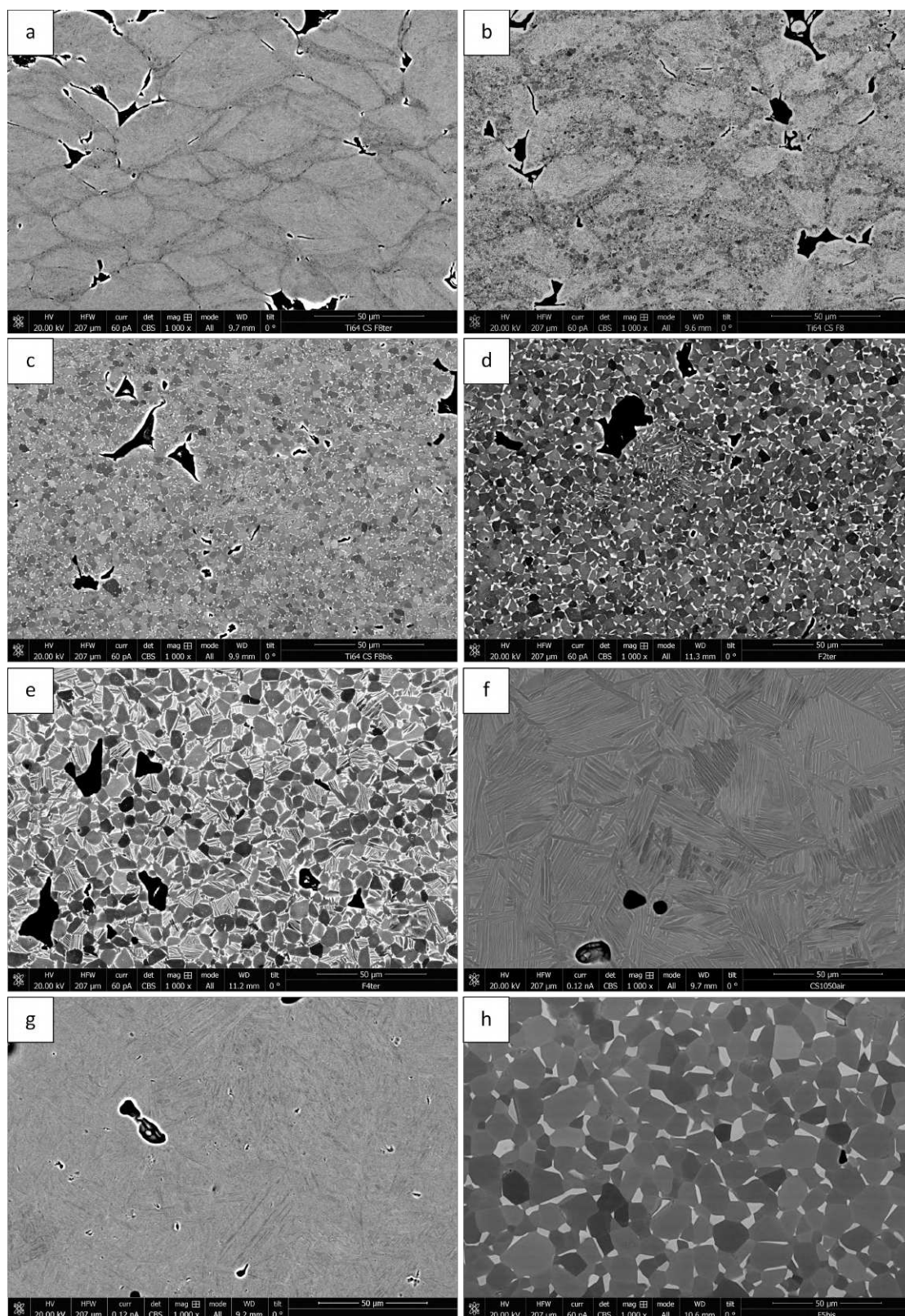


FIGURE 4.9. – Micrographies MEB montrant la microstructure des éprouvettes de type CS(Q + V) après traitement thermique "575" (a), "650" (b), "750" (c), "850" (d), "950" (e), "1050" (f), "1050 eau" (g) et "950 lent" (h)

Pour rappel, pour les éprouvettes de type **G**, seuls les traitements thermiques "1050 eau" et "950 lent" ont été entrepris. La figure 4.10 présente les différentes microstructures obtenues. Malgré une température de 1050 °C et la trempe eau, la microstructure n'est pas totalement lamellaire; des nodules α sont toujours présents, ce qui implique que la température de transus β a été approchée, mais n'a pas été dépassée.

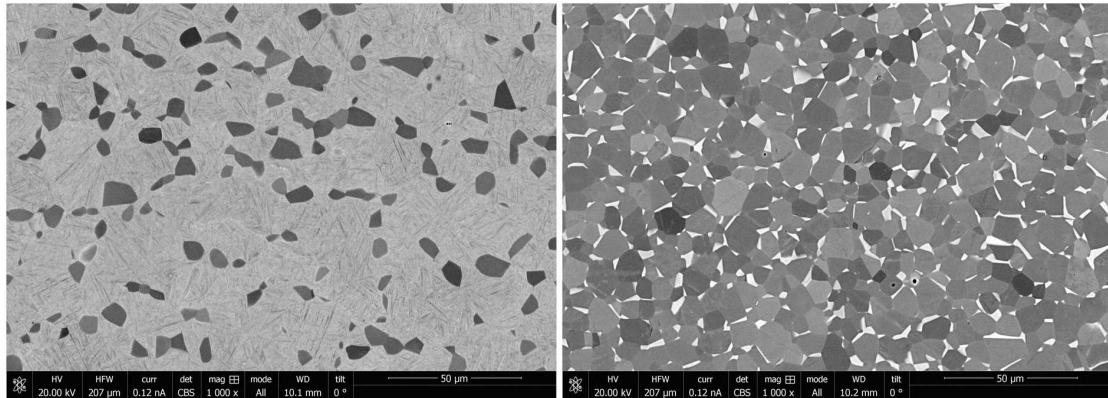


FIGURE 4.10. – Micrographies des éprouvettes **G(Q + V)** après traitements thermiques "1050 eau" (à gauche) et "950 lent" (à droite)

On peut expliquer que la température de transus β n'ait pas été atteinte, par la présence d'oxygène en grande quantité dans ce type d'éprouvette; d'après Jaffee *et al.* [79], une augmentation du niveau d'oxygène de 0,1 à 0,2 % engendre une augmentation du transus β d'environ 24 °C. Dans notre cas, nous passons d'une concentration d'environ 0,2 – 0,24 % pour les éprouvettes **F** et **CS** à 0,45 % avec grenailage. Ceci est cohérent avec une augmentation de la température de transus β à plus de 1050 °C. Il aurait ainsi fallu se placer au moins à 1100 °C pour les éprouvettes **G** pour obtenir une microstructure martensitique. Sur le diffractogramme présenté en figure 4.8, malgré la présence de nodules α , on observe des pics similaires à une microstructure totalement martensitique, car les phases α et α' ont des paramètres de maille proches. Pour le traitement thermique "950 lent", la modification de la température du transus n'a pas significativement affecté la microstructure, car le traitement thermique a bien eu lieu dans le domaine $\alpha + \beta$. Nous avons ainsi pu obtenir une microstructure équiaxe.

Enfin, les microstructures du Ti-6Al-4V forgé ont été également observées avant et après traitement thermique et sont présentées en figure 4.11. Avant traitement thermique, la microstructure est bimodale. Après les différents traitements, nous observons bien les microstructures attendues :

- des colonies de lamelles induites par le refroidissement à l'air après la montée en température à 1050 °C et présentées en figure 4.11-b;

- des lamelles enchevêtrées dues à la trempe à l'eau après la montée en température à 1050 °C et illustrées par la figure 4.11-c ;
- des nodules équiaxes obtenus après le traitement thermique "950 lent" présentés en figure 4.11-d.

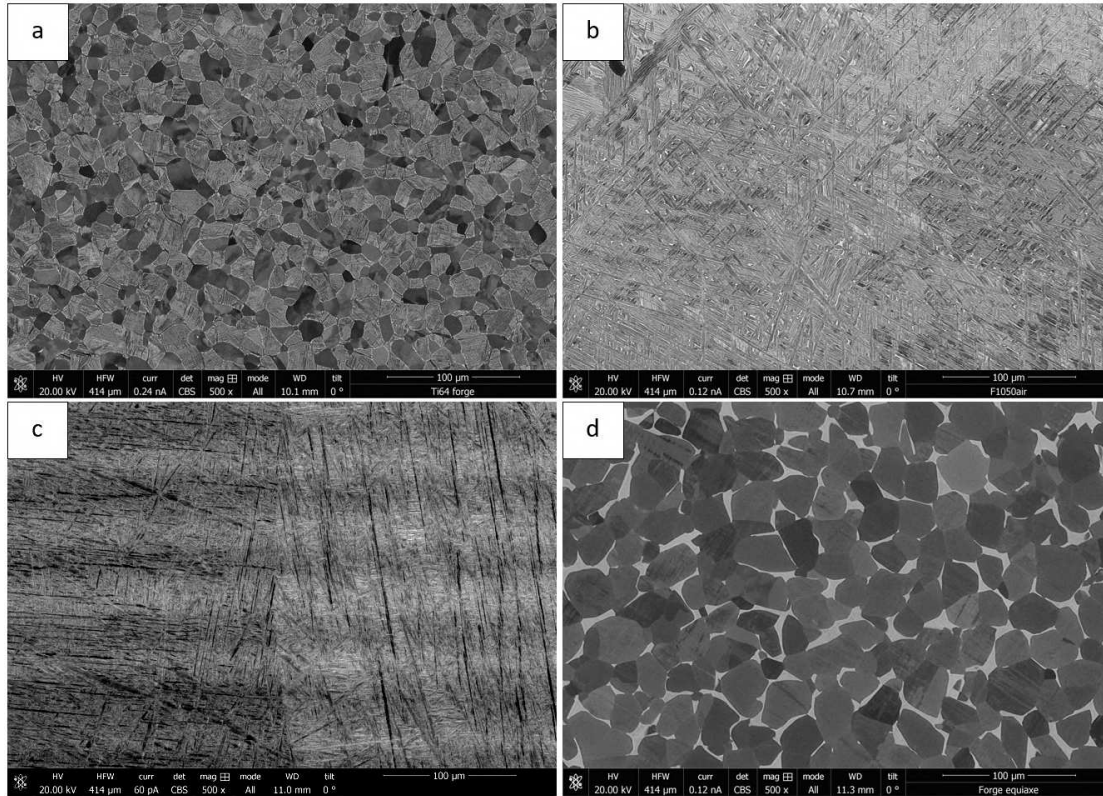


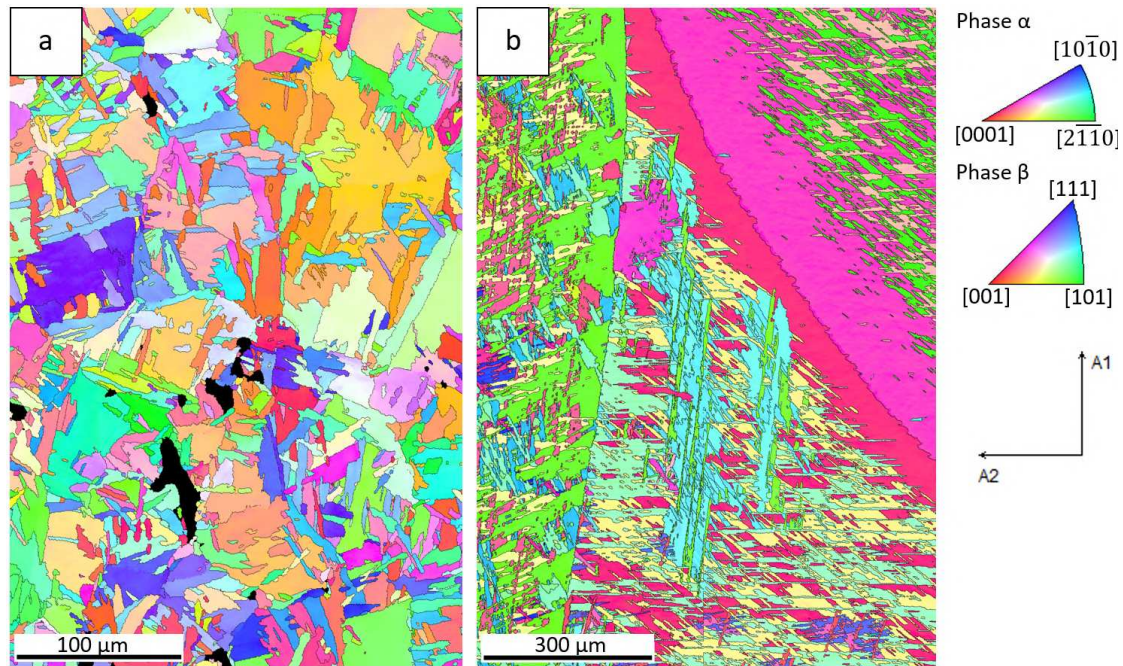
FIGURE 4.11. – Micrographies MEB des éprouvettes F (a), F₁₀₅₀ (b), F_{1050eau} (c) et F_{950lent} (d)

L'intérêt d'obtenir des microstructures similaires pour les échantillons forgés et projetés avec et sans grenailage *in situ*, réside dans le fait de pouvoir faire un lien entre les caractéristiques de ces microstructures et les propriétés mécaniques obtenues. C'est pourquoi, dans les sections suivantes, une attention particulière va être portée sur les éléments caractéristiques de chacune de ces microstructures (orientations cristallographiques, dimensions des éléments) afin d'être en capacité d'analyser et de comparer les propriétés mécaniques des échantillons.

4.1.4.2. Caractérisation des orientations cristallographiques

Des caractérisations par EBSD ont été effectuées pour les microstructures lamellaires et équiaxes afin d'étudier la texture des matériaux et de mesurer les

dimensions caractéristiques des éléments de microstructure. Concernant les échantillons obtenus après le traitement thermique "1050", on observe des différences significatives sur les cartographies EBSD entre le matériau forgé et le matériau projeté (figure 4.12). En effet, la taille des grains β parents semble être significativement différente.



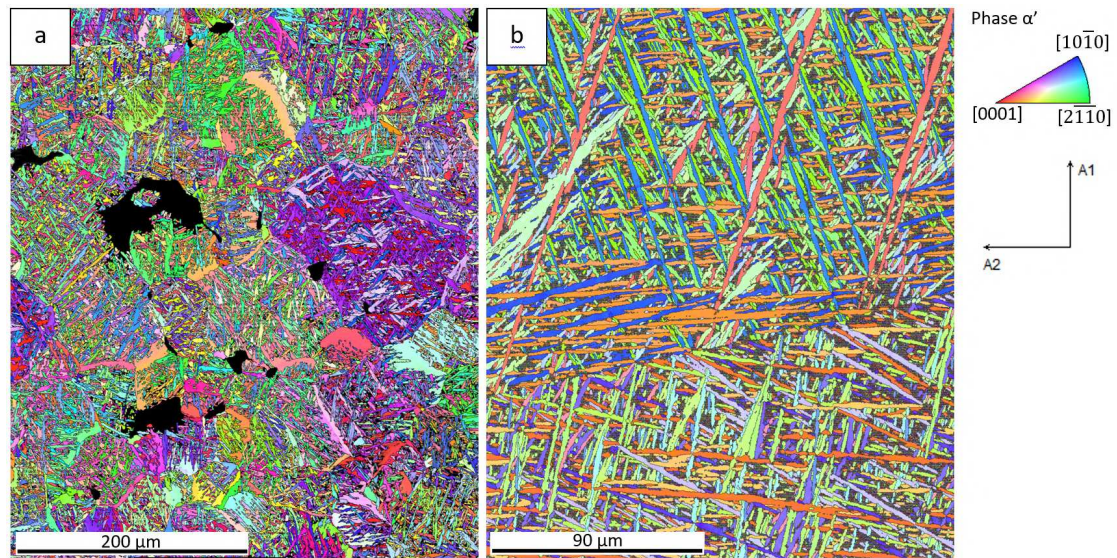
A1 : sens de projection pour le dépôt cold spray

FIGURE 4.12. – Cartographies des orientations cristallographiques codées selon la direction de projection obtenues par EBSD pour des éprouvettes CS_{1050} (a) et F_{1050} (b)

Les microstructures obtenues après le traitement thermique "1050 eau" sont présentées sur la figure 4.13, qui regroupe les cartographies obtenues pour les éprouvettes $CS_{1050eau}$ et $F_{1050eau}$. Malgré la vitesse de refroidissement plus rapide, les observations restent similaires. En effet, les grains β parents du matériau projeté semblent une nouvelle fois plus petits que pour le matériau forgé. C'est pourquoi, l'accent sera mis sur la mesure de la taille de ces anciens grains dans la section suivante. Pour les échantillons de microstructure lamellaire, la taille de grain β de l'ordre du millimètre est incompatible avec des analyses de texture par la technique EBSD. Il a donc été décidé de ne pas l'étudier.

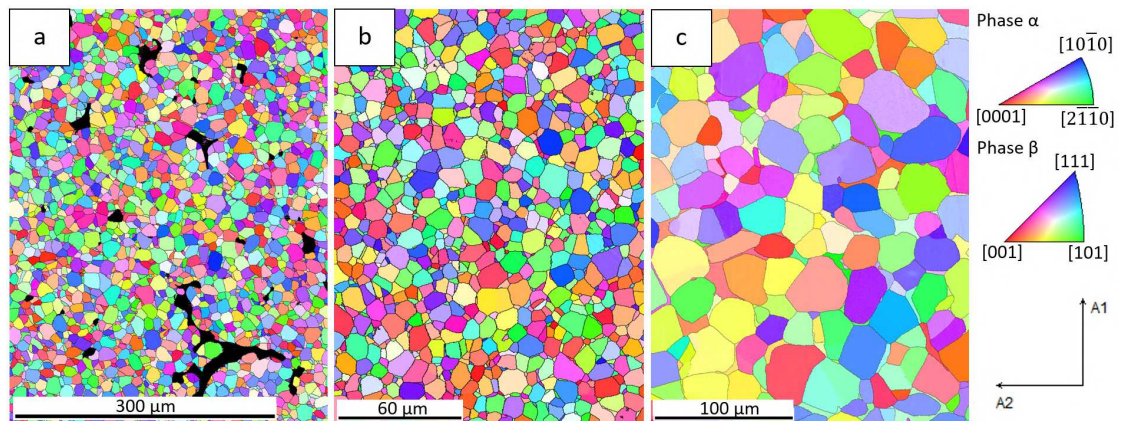
Concernant la microstructure équiaxe, dont les cartographies sont présentées en figure 4.14, on remarque que le diamètre moyen des nodules α semble différent selon l'éprouvette analysée. En outre, que ce soit pour les éprouvettes CS , G ou F , le nombre de nodules analysés semble suffisant pour étudier la texture de manière

représentative. Les figures de pôle présentées en figure 4.15 montrent que le matériau n'est pas particulièrement texturé. La texture légèrement plus marquée des éprouvettes **G** ou **F** s'explique simplement par le nombre de grains analysés sur les cartographies. L'analyse des même échantillons sur des surfaces plus importantes permettrait de réduire l'intensité maximale des figures de pôles.



A1 : sens de projection pour le dépôt cold spray

FIGURE 4.13. – Cartographies des orientations cristallographiques codées selon la direction de projection obtenues par EBSD pour des éprouvettes $CS_{1050eau}$ (a) et $F_{1050eau}$ (b)



A1 : sens de projection pour les dépôts cold spray

FIGURE 4.14. – Cartographies des orientations cristallographiques codées selon la direction de projection obtenues par EBSD pour des éprouvettes $CS_{950lent}$ (a), $G_{950lent}$ (b) et $F_{950lent}$ (c)

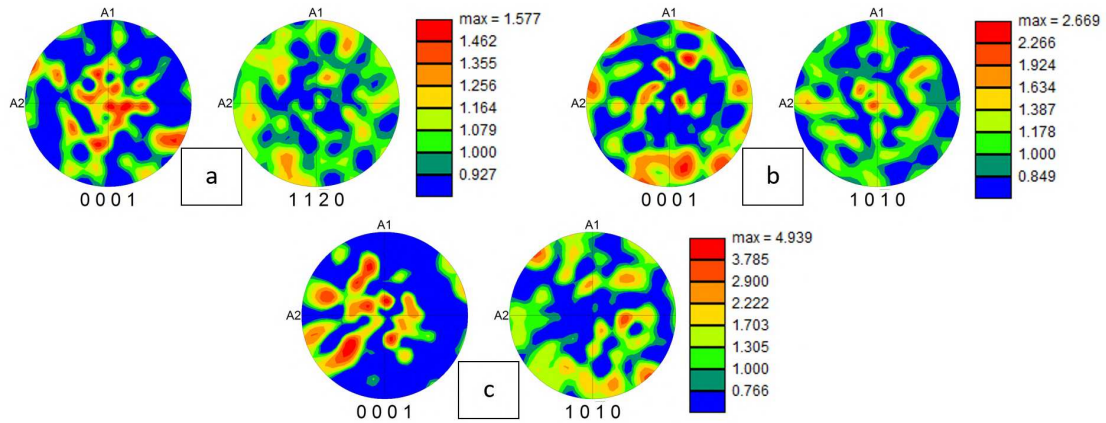


FIGURE 4.15. – Figures de pôles des éprouvettes $CS_{950lent}$ (a), $G_{950lent}$ (b) et $F_{950lent}$ (c)

4.1.4.3. Dimensions des différents éléments de microstructure

Dans un premier temps, les microstructures lamellaires ont été comparées entre elles. Pour cela l'épaisseur des lamelles a été mesurée par analyse d'image à l'aide de ImageJ sur les micrographies obtenues au MEB. La taille des grains β parents a été analysée par deux méthodes, étant donné que leurs dimensions étaient particulièrement différentes suivants les cas :

- Méthode 1 : le réactif de Kroll a été utilisé pour attaquer la phase α des microstructures, ce qui permet de révéler les grains β parents. Pour les éprouvettes forgées, le diamètre moyen de ces grains a ensuite été mesuré à l'aide de ImageJ, sur des images obtenues par microscopie optique.
- Méthode 2 : la fonction MTEX de Matlab, étudiée par Bachmann *et al.* [11], a été employée pour reconstruire les grains parents des éprouvettes projetées. Les relations d'orientation entre les grains enfants et parents permettent cette reconstruction à partir des cartographies EBSD, comme rapporté par Niessen *et al.* [125]. Cette méthode a été employée pour les éprouvettes projetées. Le diamètre moyen des grains a ensuite été mesuré à l'aide de ImageJ, par la même procédure que pour la méthode 1.

Pour vérifier que les deux méthodes donnent des dimensions comparables et pour pouvoir confronter les résultats obtenus sur les matériaux projeté et forgé, la taille des grains β parents (mis en évidence en orange pour la méthode 1 sur la figure 4.16) a été analysée par les deux méthodes pour l'éprouvette CS_{1050} . Ces mesures, moyennées sur 50 grains parents pour chaque éprouvette, ont permis d'identifier un diamètre de $52 \mu m$ en moyenne par la première méthode et de $50 \mu m$ par la seconde. La mesure des diamètres des grains β parents a donc été entreprise

sur les images suivantes présentées en figure 4.17 ; ces données, ainsi que la largeur des lamelles, ont été intégrées dans le tableau 4.4.

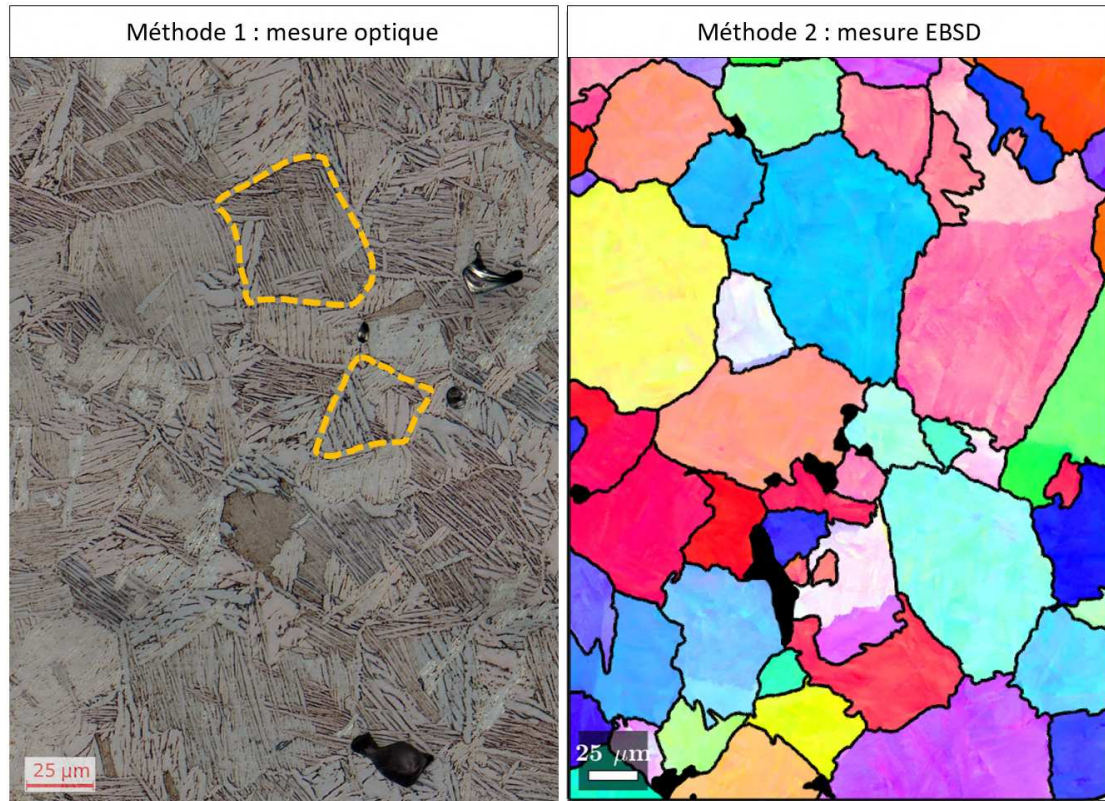


FIGURE 4.16. – Comparatif des deux méthodes d’analyse des grains β parents sur l’éprouvette CS_{1050}

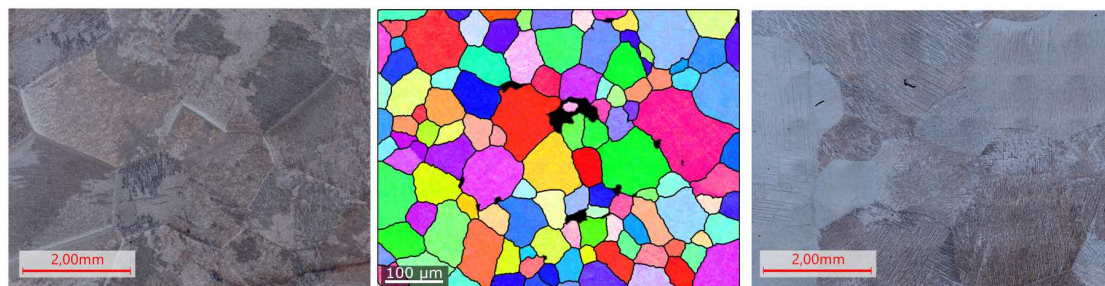


FIGURE 4.17. – Micrographies et cartographie d’orientation utilisées pour mesurer le diamètre moyen des grains β parents sur les éprouvettes F_{1050} (à gauche), $CS_{1050eau}$ (au milieu) et $F_{1050eau}$ (à droite)

L’épaisseur des lamelles est similaire pour des traitements thermiques identiques et ces dernières sont plus larges lors d’un refroidissement à l’air que lors d’une trempe à l’eau. Comme montré par Ahmed *et al.* [1], une trempe à l’eau induit

une largeur de lamelle inférieure à celles pouvant être obtenues par mécanisme de croissance de type Widmanstätten. En revanche, on remarque que le diamètre moyen des grains β parents est totalement différent selon le procédé. Pour le matériau projeté, ce diamètre est d'environ $50 \mu m$ et il est de plus de 3 mm pour le matériau forgé. Or, ces différences ont des conséquences importantes sur les propriétés mécaniques. En effet, plusieurs auteurs ont montré qu'un petit diamètre de grains β parents pouvait améliorer la ductilité du Ti-6Al-4V [34, 45, 164]. De plus, d'après Chong *et al.* [45], la résistance mécanique du matériau pourrait aussi être augmentée, et ces deux phénomènes pourraient être expliqués par la réduction de la taille des micro-fissures pour les matériaux présentant de plus petits diamètres de grains β parents. Cette dimension caractéristique pour le matériau projeté par cold spray pourrait donc représenter un avantage par rapport aux autres procédés conventionnels ou de FA, qui ont tendance à engendrer de grands grains β parents.

Échantillons	Diamètre moyen grain β parent (μm)	Épaisseur moyenne des lamelles (μm)
CS ₁₀₅₀	50	0,76
F ₁₀₅₀	$3,2 \times 10^3$	0,73
CS _{1050eau}	51	0,27
F _{1050eau}	$3,1 \times 10^3$	0,25

TABLE 4.4. – Tableau récapitulatif de la taille des éléments de microstructure pour les éprouvettes lamellaires

Concernant les microstructures équiaxes, les diamètres moyens des nodules α et les proportions de phase β ont été mesurés à partir des données EBSD. Le tableau 4.5 résume les résultats obtenus. Par rapport au matériau forgé, les grains sont plus petits pour les matériaux projetés et d'autant plus avec le grenailage *in situ*. Ces différences de tailles de nodules observées entre l'échantillon forgé et les échantillons projetés s'expliquent par le fait que les microstructures de départ des matériaux projetés sont essentiellement composées de fines lamelles et de grains de tailles inférieures au micron, comparé au matériau forgé qui a une structure bimodale composée de nodules d'un diamètre d'environ $10 \mu m$. Ainsi, comme les traitements thermiques effectués sont similaires et que la vitesse de grossissement des grains l'est aussi, la dimension des nodules des microstructures des éprouvettes projetées est inférieure après traitement thermique.

En prenant en compte l'effet Hall-Petch, cette réduction aura pour conséquence d'augmenter la résistance du matériau au glissement des dislocations et donc d'augmenter la limite d'élasticité comme montré par Chong *et al.* [46]. Le tableau 4.5

montre que la proportion de phase β est différente selon le rajout ou non du grenailage en cours de projection. Cet effet pourrait être dû à la concentration plus élevée d'oxygène dans l'échantillon grenailé. Cette concentration induit une élévation de sa température de transus et donc, comme suggéré par l'étude de Chong *et al.* [44], une réduction de la proportion de phase β pour un traitement thermique similaire.

Échantillons	Diamètres moyen grain (μm)	Proportion phase β (%)
CS _{950lent}	7,9	11,1
G _{950lent}	5,9	8,0
F _{950lent}	16,2	8,6

TABLE 4.5. – Comparatif de la taille des éléments de microstructure pour les éprouvettes équiaxes

Finalement, même s'ils se trouvent être plus petits que ceux du matériau forgé, les nodules α de la microstructure équiaxe ouvrent des perspectives d'amélioration de la ductilité du matériau, car ces derniers pourraient accommoder les concentrations de déformation générées par les pores. Cette présence de pores pourrait aussi être contrebalancée par les microstructures lamellaires, qui se trouvent être plus tenaces et qui résistent mieux à la propagation des fissures [88, 103].

4.2. Caractérisation des propriétés mécaniques

4.2.1. Dureté

La dureté des éprouvettes CS(Q + V) a été mesurée après chaque traitement thermique. Les résultats sont présentés sur la figure 4.18. Les valeurs montrent que le matériau, fortement écroui après projection, a subi un adoucissement lors des traitements thermiques. C'est pour l'éprouvette CS₇₅₀, correspondant au traitement thermique permettant la recristallisation totale du matériau, que la dureté atteint la valeur minimale de 282 HV_{0,3}. Cette dureté, inférieure à celle du matériau forgé, s'explique par la présence de pores, qui tend à l'abaisser comme mis en évidence par Zhou *et al.* [191], mais aussi et surtout par la réduction de la densité de dislocations. Pour les traitements thermiques avec un refroidissement à l'air, en continuant à augmenter la température, la dureté augmente faiblement, ce qui pourrait être expliqué par la diminution de la porosité. Concernant le traitement 1050 eau, ayant subi une trempe à l'eau, il présente ainsi une dureté plus élevée, de par sa microstructure martensitique [103]. La dureté d'éprouvettes ayant subi les même

traitements thermiques et donc ayant des microstructures similaires, mais des voies d'élaboration différentes, a été comparée sur le graphique en figure 4.19.

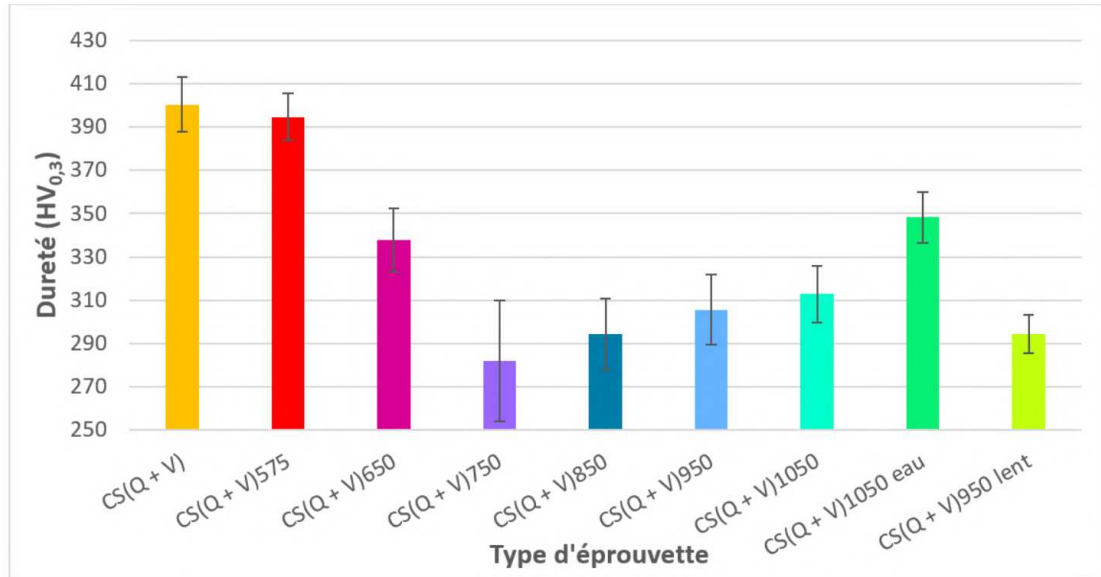


FIGURE 4.18. – Dureté des éprouvettes de type CS après les différents traitements thermiques

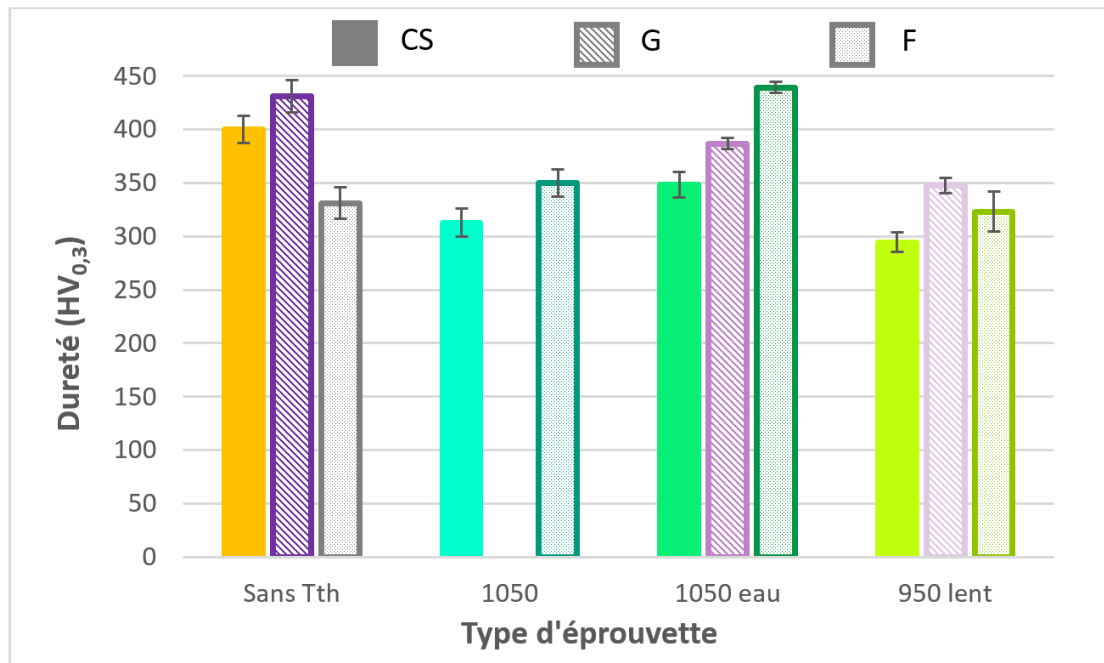


FIGURE 4.19. – Valeurs de dureté des éprouvettes de type CS, G et F après différents traitements thermiques

Contrairement à ce qui avait été vu avant traitement thermique, on observe que les échantillons forgés sont plus durs que ceux projetés sans grenailage. En effet, après projection, c'est à cause de l'écrouissage de la matière à l'impact, que l'éprouvette projetée présente une dureté supérieure. Cependant, comme les traitements thermiques adoucissent le matériau, cette conclusion n'est plus valable *a posteriori*. Pour un même traitement, c'est la fraction surfacique des pores du matériau projeté qui explique la raison de sa dureté plus faible. Malgré la taille de nodules inférieure pour le traitement thermique "950 lent", la dureté de l'échantillon projeté sans grenailage, à cause de son taux de pores, est plus faible que celle du matériau forgé.

Pour les éprouvettes de type **G**, le traitement thermique "1050 eau" n'a pas permis d'obtenir une microstructure totalement martensitique, ce qui rend la comparaison difficile. Cependant, pour le traitement thermique "950 lent", les trois échantillons ont bien une microstructure équiaxe. Or, le matériau grenailé a une dureté plus élevée que les autres échantillons. Dans ce cas, l'éprouvette **G** a un faible taux de pores, une concentration en oxygène élevée (section 4.1.3) et un diamètre moyen des nodules inférieur. C'est la conjonction de ces trois effets, qui a tendance à augmenter la dureté de l'éprouvette grenillée par rapport aux autres échantillons équiaxes.

4.2.2. Comportement en traction

Des essais de traction ont été effectués sur les éprouvettes de type **CS(Q + V)** et sont présentés en figure 4.20. Ces derniers montrent une amélioration de la résistance mécanique et de la ductilité avec la montée en température des traitements thermiques. En effet, on remarque que pour des températures inférieures à 750 °C, la limite d'élasticité du matériau projeté augmente, mais que son comportement reste fragile. À partir de 750 °C, mise à part l'éprouvette **CS(Q + V)_{1050eau}**, sa limite d'élasticité ne varie plus significativement. Cependant, concernant la ductilité, c'est pour des températures strictement supérieures à 850 °C, que le matériau recouvre une ductilité significative. Cela signifie que la cohésion entre les **splats** devient suffisante et que les grains sont assez gros pour accommoder la déformation plastique sans endommagement.

On remarque que le matériau projeté présente la résistance mécanique la plus élevée pour la microstructure martensitique (éprouvette **CS(Q + V)_{1050eau}**) et que c'est pour la microstructure nodulaire (éprouvette **CS(Q + V)_{950lent}**) qu'il est le plus ductile. Le meilleur compromis semble atteint pour l'éprouvette **CS(Q + V)₁₀₅₀**, qui est lamellaire. Pour mieux comprendre les différents résultats des essais de traction, ces derniers ont été rassemblés par conditions de traitements thermiques dans les paragraphes suivants. Pour plus de précision, les résultats de tous les essais de tractions sont aussi résumés dans le tableau .1 en annexe.

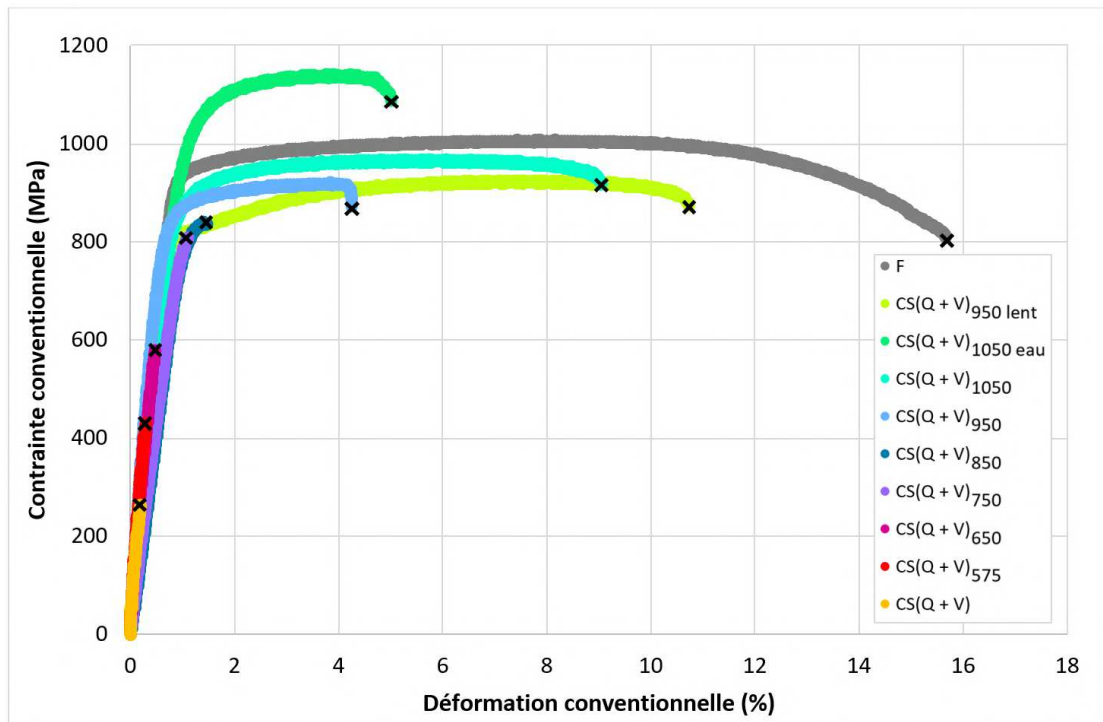


FIGURE 4.20. – Courbes contrainte déformation conventionnelles obtenues en traction pour des échantillons de type CS après les différents traitements thermiques et F

Traitements thermiques "950 lent"

L'éprouvette $CS(Q + V)_{950\text{lent}}$ de microstructure équiaxe montre une résistance à la traction similaire au matériau forgé ayant subi le même traitement thermique, mais une ductilité réduite. On peut observer ces différences sur la figure 4.21. Cette réduction de la ductilité s'explique facilement par la présence de pores au sein du dépôt, car d'après Galarraga *et al.* [60], la présence de pores réduit la résistance mécanique, la limite d'élasticité et la ductilité du matériau. Cependant, il paraît contre-intuitif d'observer une résistance mécanique légèrement supérieure pour les échantillons projetés malgré ces pores et en même temps une limite d'élasticité légèrement inférieure. Pour le matériau projeté, on obtient une résistance mécanique et une limite d'élasticité respectivement de 924 MPa et 795 MPa, alors que pour le matériau forgé, on trouve 914 MPa et 855 MPa. Un des facteurs pouvant expliquer ce phénomène est le diamètre moyen des grains, deux fois plus petits pour le matériau projeté, ce qui tend à faire augmenter la limite d'élasticité et la résistance mécanique de l'échantillon. En se basant sur les coefficients de Hall-Petch calculés par Chong *et al.* [46] pour du Ti-6Al-4V équiaxe, cette variation du diamètre des nodules va avoir tendance à augmenter la limite d'élasticité d'environ 25 MPa. De plus, en se basant sur les résultats de Collins *et al.* [48], la concentration en oxygène supérieure de 400 ppm pour le matériau projeté, devrait augmenter sa

limite d'élasticité d'environ 30 MPa. Cependant, ces deux critères ne semblent pas suffisants pour compenser la baisse de la limite d'élasticité induite par le taux de pores du matériau, d'environ 1,3 %.

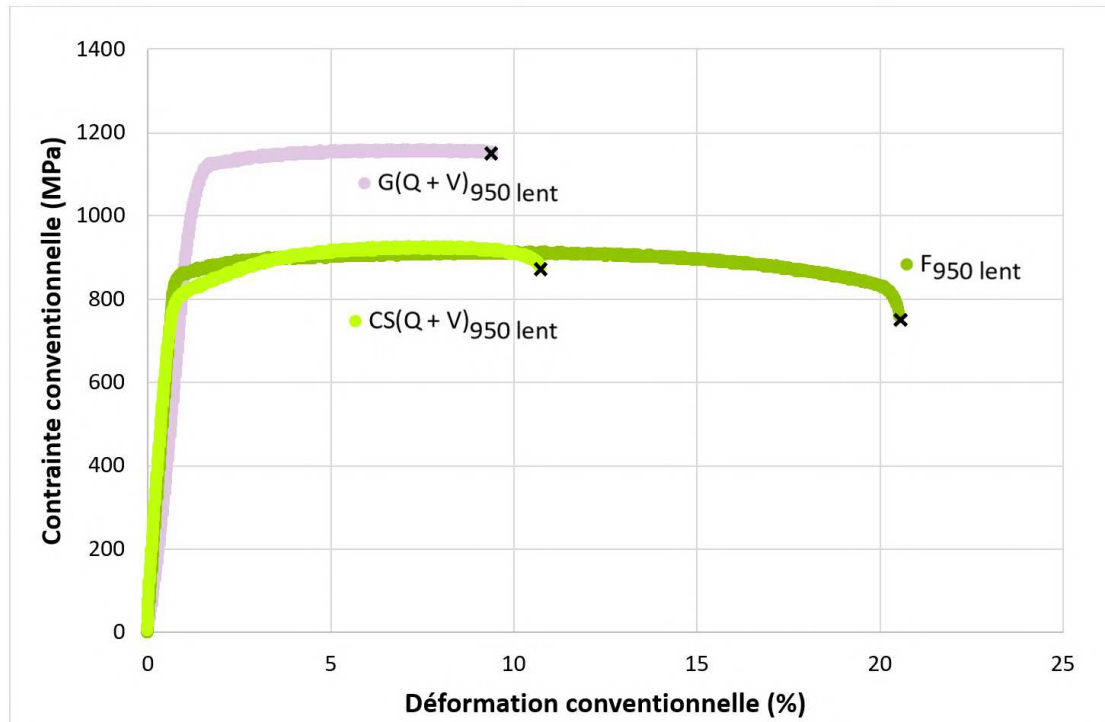


FIGURE 4.21. – Courbes contrainte déformation conventionnelles obtenues en traction après le traitement thermique 950 lent

Pour l'éprouvette grenillée à microstructure équiaxe, on observe une limite d'élasticité et une résistance mécanique bien plus élevées ainsi qu'une ductilité réduite par rapport au matériau forgé à microstructure équiaxe. En effet, on passe d'une limite d'élasticité de 855 MPa et d'une ductilité de 20 % pour le matériau projeté sans grenailage à environ 970 MPa et 6 % pour l'échantillon grenillé. Pour ce dernier, le taux de pores est d'environ 0,1 %. Il est probable que ce taux n'ait donc pas d'influence significative sur les propriétés mécaniques [42, 57]. Par contre, la concentration en oxygène est environ deux fois plus élevée dans cet échantillon et les grains ont un diamètre moyen plus de deux fois plus petit que celui du matériau forgé. Ce taux d'oxygène élevé va non seulement rendre le matériau plus fragile, mais, associé à la diminution de la taille des grains, va aussi induire une augmentation de la limite d'élasticité et de la résistance mécanique, ce qui est en accord avec le comportement en traction observé en figure 4.21. En effet, les travaux de Chong *et al.* [46] sur la taille des nodules associés aux travaux de Collins *et al.* [48] sur la concentration en oxygène montrent que la limite d'élasticité du matériau devrait respectivement augmenter d'environ 35 MPa et 135 MPa.

Traitements thermiques "1050 eau"

Les propriétés des éprouvettes grenillées ayant subi une trempe à l'eau après un traitement thermique à 1050 °C n'ont pas été étudiées en détail, étant donné que la microstructure de cette éprouvette est constituée de nodules α en plus de la phase α' . En effet, cette éprouvette n'est donc pas comparable aux autres échantillons ayant subi un traitement similaire. La figure 4.22 illustre tout de même le comportement en traction de cette éprouvette ainsi que celui des éprouvettes $CS(Q + V)_{1050\text{eau}}$ et $F_{1050\text{eau}}$, qui présentent une microstructure martensitique.

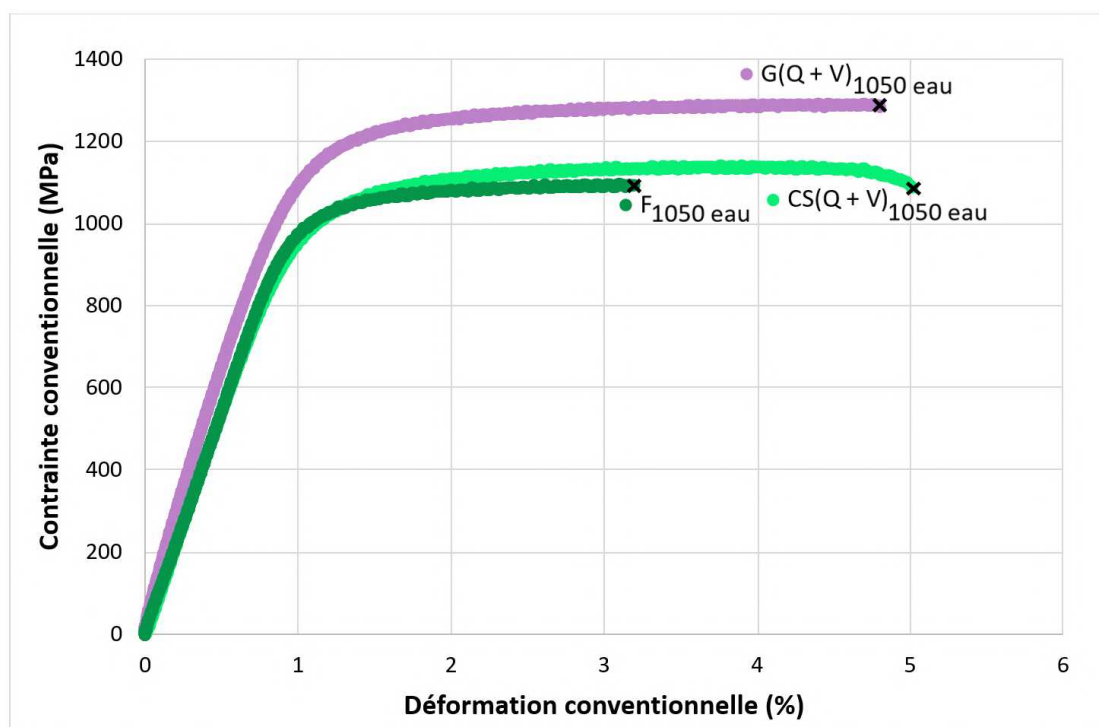


FIGURE 4.22. – Courbes contrainte déformation conventionnelles obtenues en traction après le traitement thermique 1050 eau

Pour l'éprouvette forgée, on obtient un matériau avec une plus grande résistance à la traction, mais bien plus fragile que pour une microstructure équiaxe (voir tableau .1 en annexe). Pour cette microstructure, l'éprouvette projetée possède une résistance mécanique similaire et une ductilité supérieure au matériau forgé, malgré une porosité d'environ 2 %. La différence la plus importante en terme de microstructure entre ces deux échantillons est le diamètre moyen des grains β parents. Il est environ cent fois plus faible pour le matériau forgé. Or, la diminution de ce diamètre permet d'améliorer la ductilité, mais aussi la résistance mécanique et la limite d'élasticité du matériau [34, 45, 164].

Traitements thermiques "1050"

Pour les éprouvettes ayant subi un traitement thermique à 1050 °C suivi d'un refroidissement à l'air, on remarque que la ductilité et la résistance mécanique du matériau projeté sont supérieures à celles du matériau forgé. Le comportement en traction décrit est illustré en figure 4.23.

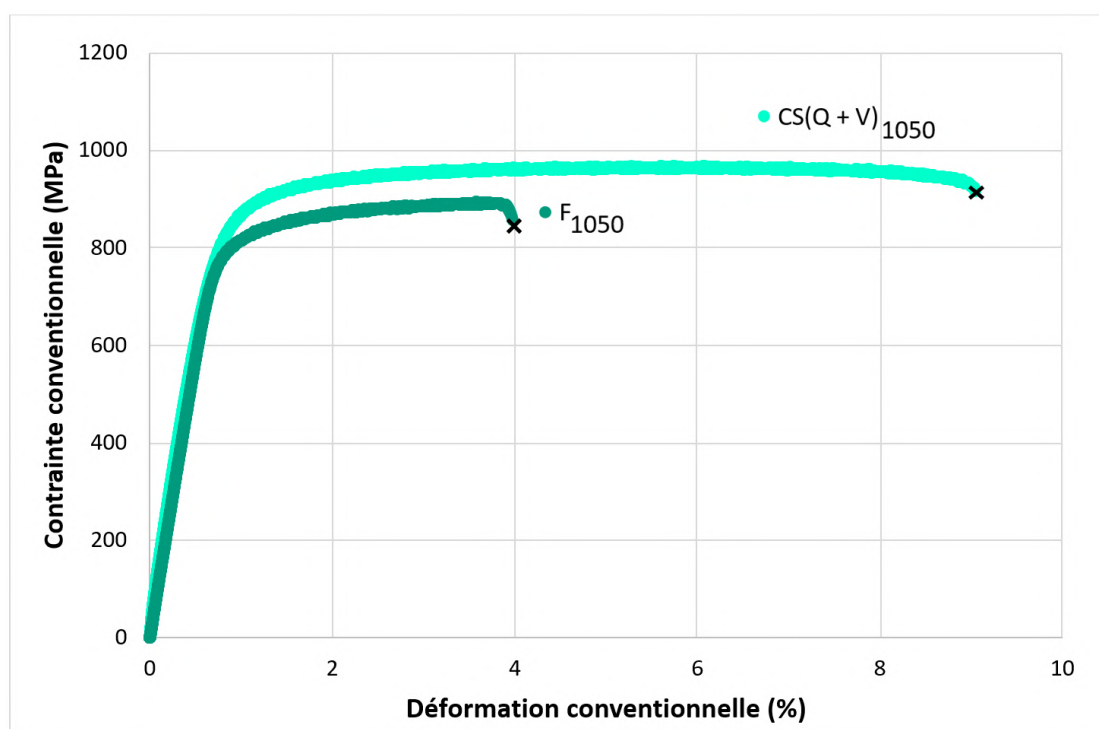


FIGURE 4.23. – Courbes contrainte déformation conventionnelles obtenues en traction pour les éprouvettes $CS(Q + V)_{1050}$ et F_{1050}

C'est grâce au petit diamètre des grains β parents que cette microstructure induit plus de ductilité et une limite d'élasticité plus élevée que le matériau forgé. Pour les éprouvettes projetées de microstructure lamellaire, malgré leur taux de pores d'environ 2 %, la perte de résistance et de ductilité de l'éprouvette sont compensées par le petit diamètre des grains β parents.

Observation des faciès de rupture

La figure 4.24 présente les faciès de rupture des éprouvettes projetées après des traitements thermiques entre 575 et 950 °C. Plus la température de traitement thermique augmente, plus le nombre de cupules visibles sur les faciès est élevé. En effet, on passe d'une fraction surfacique d'environ 5 % à 575 °C à environ 50 % à 950 °C. En se basant sur les essais de traction, malgré ces évidences de déformation plastique, le comportement du matériau reste quasi-fragile pour les températures inférieures à 950 °C. Pour ces températures, la distinction des interfaces entre les

splats sur les faciès suggère que leur cohésion est faible. Cependant, on peut noter qu'à 950 °C, les **cupules** sont présentes sur la quasi-totalité du faciès et que les interfaces entre les **splats** sont difficiles à distinguer. Cela appuie l'hypothèse selon laquelle la meilleure cohésion entre les **splats** est à l'origine de l'apparition d'un comportement plastique pour le matériau projeté. Pour rappel, d'après les courbes de traction, c'est à partir de cette température de 950 °C que les échantillons projetés présentent une ductilité significative.

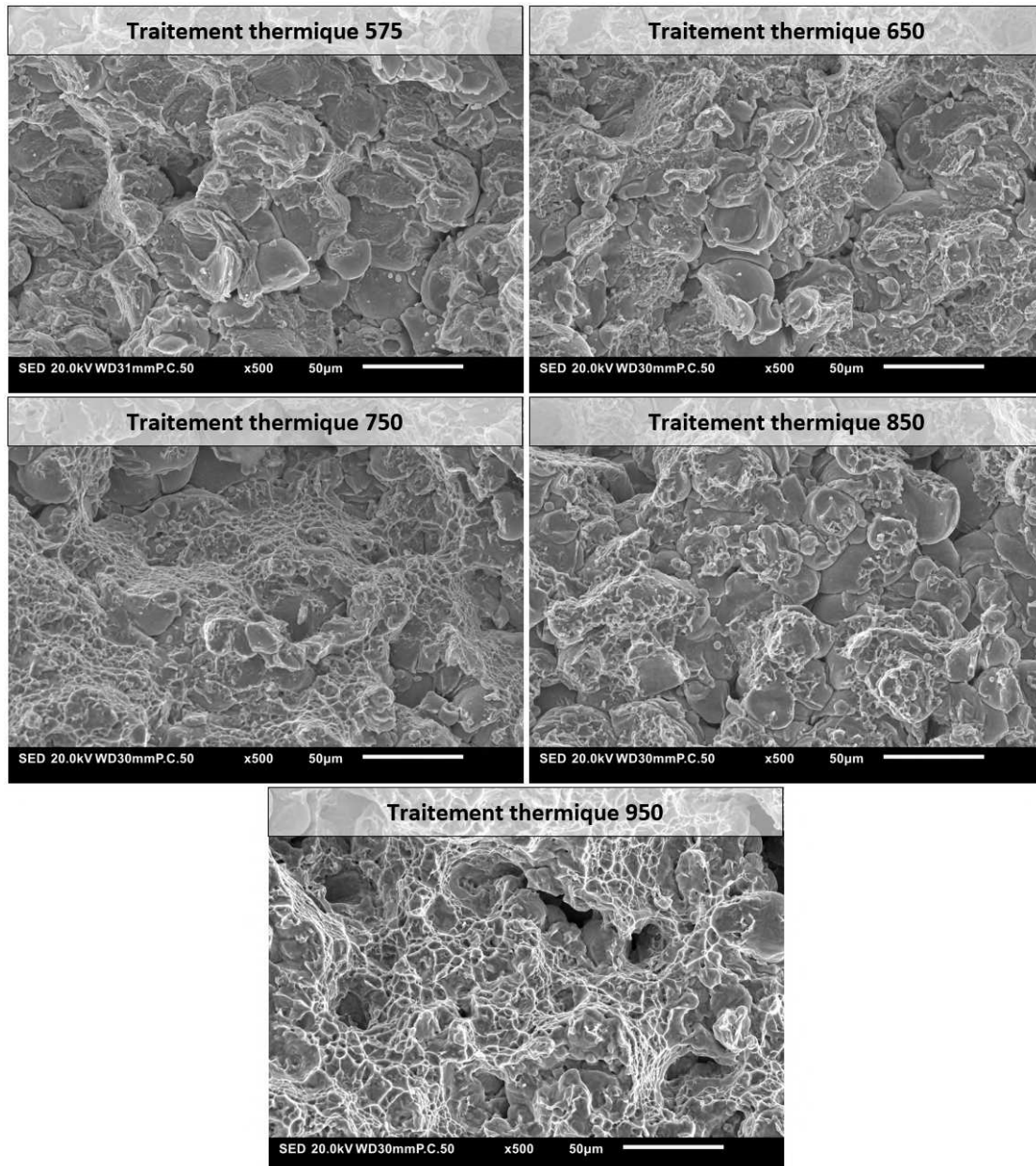


FIGURE 4.24. – Micrographies MEB illustrant les faciès de rupture des éprouvettes de type CS après traitements thermiques

La figure 4.25 regroupe les faciès de rupture des échantillons ayant une microstructure équiaxe. Ces éprouvettes présentent toutes un faciès caractéristique d'une rupture ductile avec néanmoins quelques différences. Des reliefs, indiqués par des pointillés orange, de morphologie et de taille similaires aux nodules sont visibles sur les faciès de rupture des matériaux projetés, ce qui suggère que le diamètre des grains a un effet sur le comportement en traction.

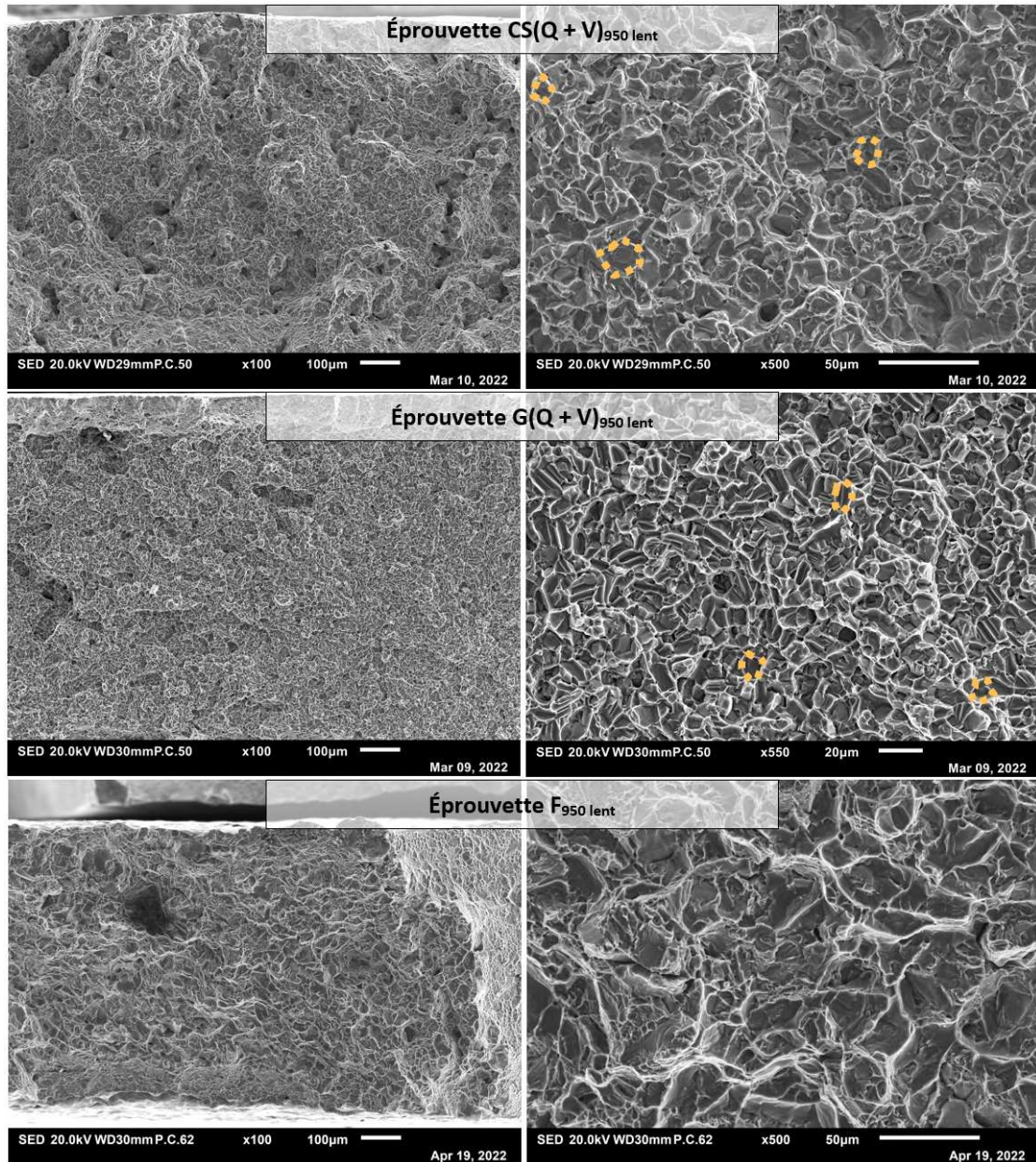


FIGURE 4.25. – Micrographies MEB illustrant les faciès de rupture des éprouvettes de microstructure équiaxe après traitement thermique

On peut noter sur les micrographies à faible grossissement de la figure 4.25, que les faciès de rupture des échantillons projetés semblent plus plans lorsqu'ils sont grenailés. Cela pourrait être induit par leur taux de pores plus faible. En effet, comme montré par Stef *et al.* [153], pour l'échantillon sans grenailage, l'endommagement semble se propager préférentiellement à travers le réseau de pores.

La figure 4.26 regroupe des micrographies des faciès de rupture des éprouvettes à la microstructure martensitique. Concernant l'échantillon forgé, on observe un relief marqué avec des ruptures intergranulaires dues au déchaussement des grains β parents. Ceci n'est pas observé sur l'éprouvette projetée, qui présente de nombreuses cupules sur son faciès de rupture, ce qui est en accord avec le comportement plus ductile observé dans ces conditions pour le matériau projeté.

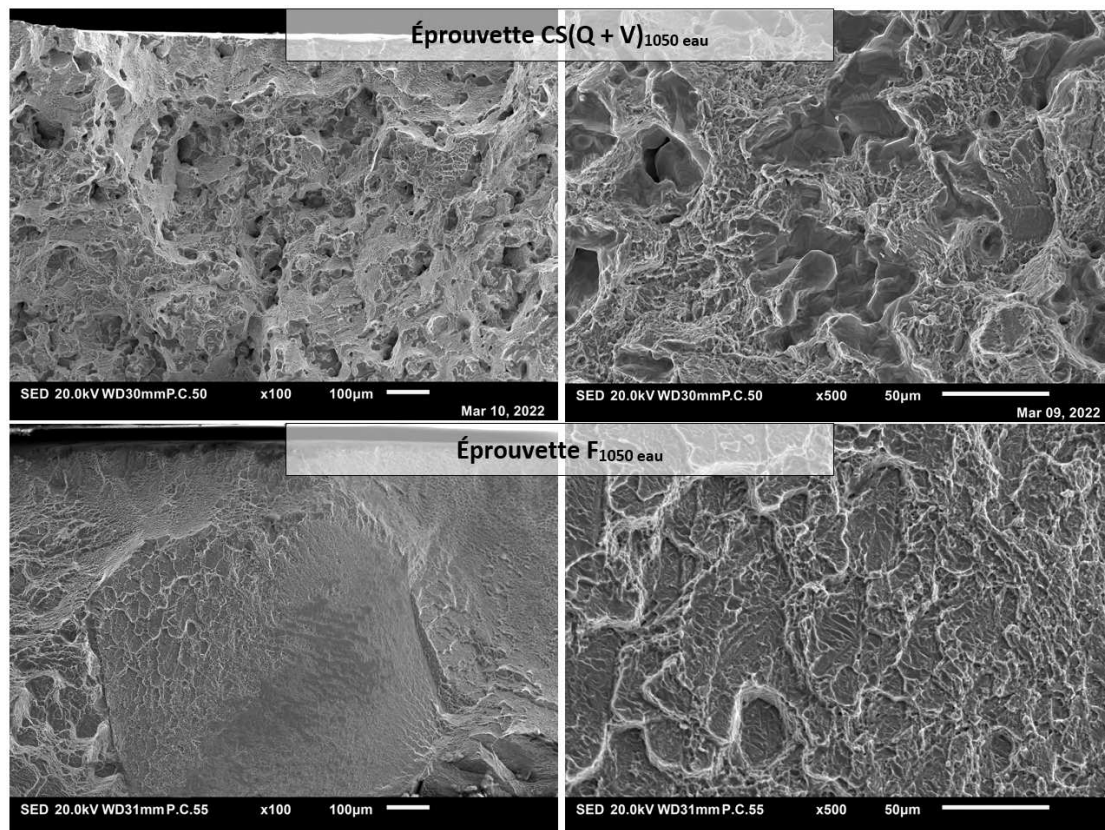


FIGURE 4.26. – Micrographies MEB illustrant les faciès de rupture des éprouvettes de microstructure martensitique après traitement thermique

Pour le traitement thermique "1050", on peut noter une nouvelle fois des ruptures intergranulaires, avec une décohésion entre les lamelles (tirets orange) et une très faible proportion de cupules sur le faciès de rupture du matériau forgé, que l'on peut observer en figure 4.27. Pour le matériau projeté, à l'inverse, de nombreuses

cupules sont réparties sur la quasi totalité du faciès de rupture, ce qui est cohérent avec un comportement plus ductile, mis en évidence par les courbes de contrainte déformation.

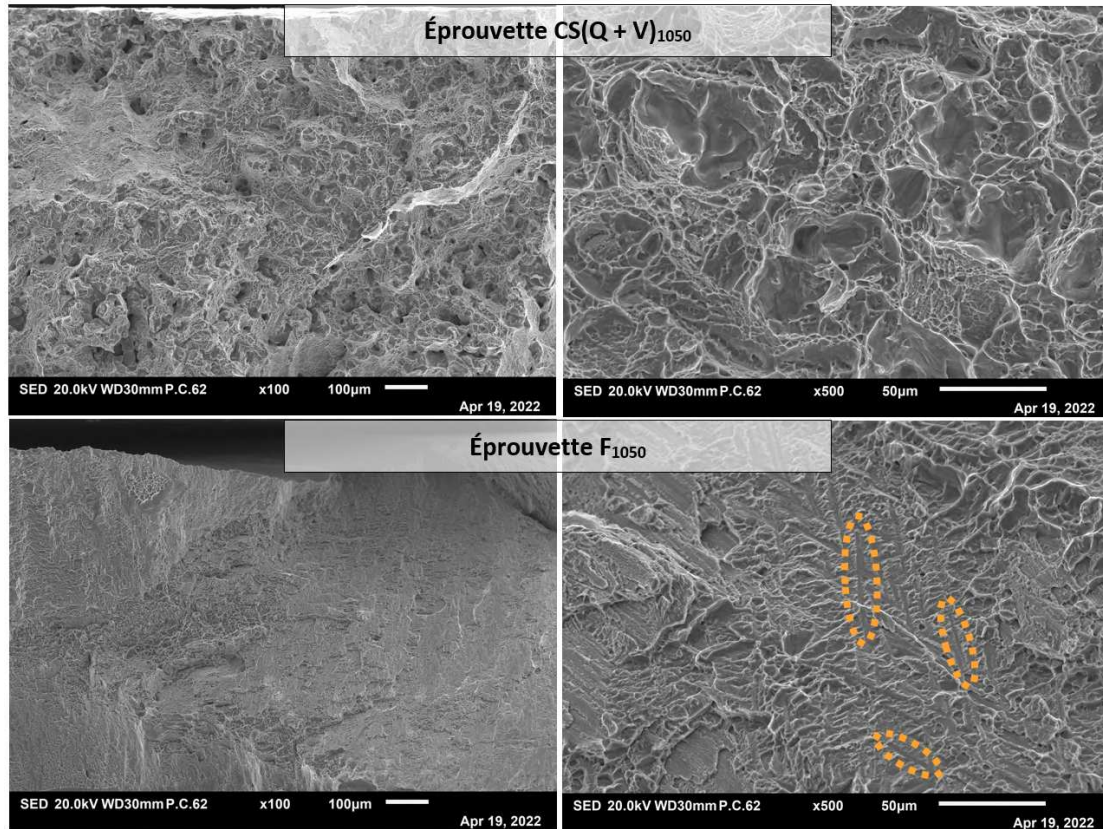


FIGURE 4.27. – Micrographies MEB présentant les faciès de rupture des éprouvettes $CS(Q + V)_{1050}$ et F_{1050}

Pour conclure, les traitements thermiques choisis ont permis d'améliorer significativement le comportement en traction du matériau projeté, qui devient comparable, en terme de ductilité et de résistance à la traction, au comportement du matériau forgé. À partir d'un traitement thermique de 2 heures à une température de 950 °C, la cohésion entre les splats est suffisante et la dimension des grains est assez grande pour obtenir un matériau avec une ductilité significative. Pour les échantillons obtenus sans grenailage *in situ*, le taux de pores abaisse la résistance mécanique et la ductilité, ce qui pourrait potentiellement être encore amélioré par le biais d'une étude future sur la compaction isostatique à chaud des échantillons. Cependant, les microstructures équiaxes et lamellaires obtenues ont respectivement certains avantages, comme la taille réduite des nodules α et des grains β parents. Ce faible diamètre de grain β parents, semble être intrinsèque au procédé de projection cold spray. En effet, la croissance de ces grains semble être limité par les interfaces des

splats lors des traitements thermiques. Or, cette taille réduite des grains β parents, recherchée lors de la conception de pièces avec des procédés conventionnels ou par FA [34, 45, 164], améliore le comportement en traction, et principalement la ductilité des microstructures lamellaires des matériaux projetés. Enfin, concernant les échantillons grenailés, la réduction de la fraction surfacique des pores est un net avantage, mais qui est contrebalancé par la forte concentration en oxygène présente au sein du matériau. Cette concentration, altérant la ductilité du matériau est sûrement due à la couche d'oxyde formée à la surface de la poudre de grenailage en ayant pour objectif de la durcir. En utilisant une poudre de grenailage dans un autre matériau, plus dur que le Ti-6Al-4V, la concentration en oxygène dans les dépôts pourrait être réduite.

4.2.3. Comparatifs avec les matériaux forgés, coulés ou élaborés par d'autres méthodes de Fabrication Additive

Afin de faire le bilan du potentiel intérêt des matériaux projetés par cold spray après traitement thermique, les propriétés obtenues au cours de cette étude et celles regroupées par Liu *et al.* [96] pour du Ti-6Al-4V obtenu par forgeage, par fonderie, mais aussi par FA, ont été comparées sur la figure 4.28.

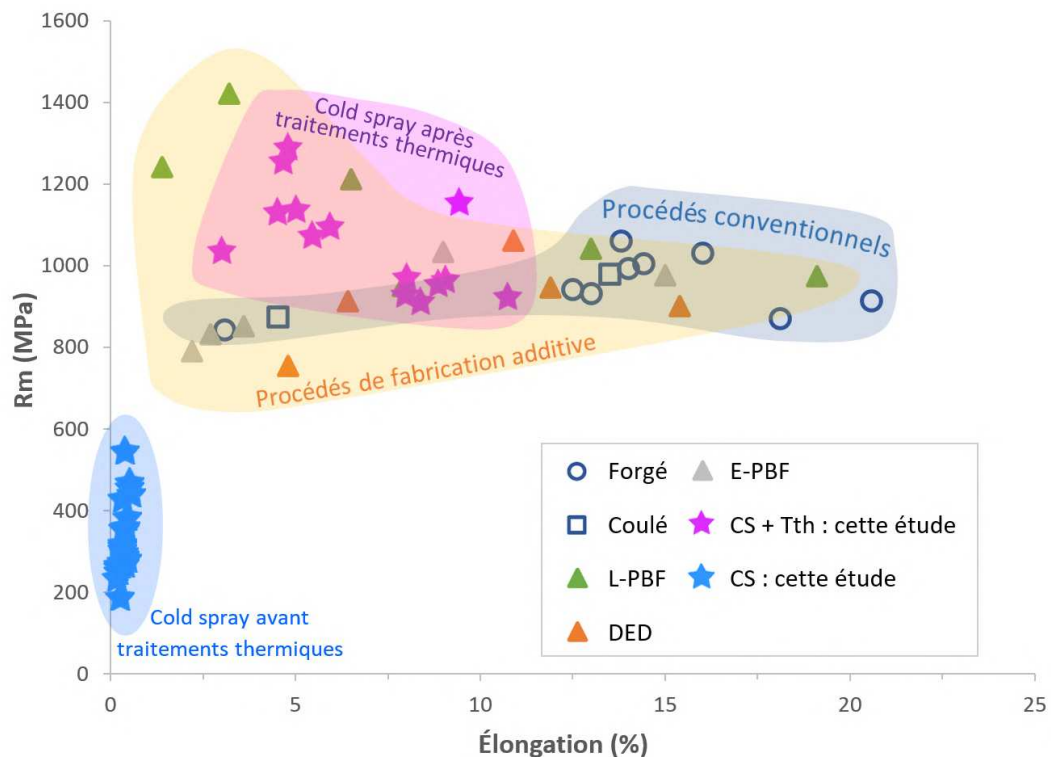


FIGURE 4.28. – Comparatif des propriétés en traction obtenues par cold spray, par d'autres procédés de FA ou par des procédés conventionnels

Que ce soit par rapport au matériau forgé, coulé ou bien par rapport à d'autres méthodes de fabrication additive, les propriétés des matériaux projetés après traitements thermiques, constituent un très bon compromis entre ductilité et résistance à la traction après traitement thermique. Malgré une ductilité qui est moindre, principalement par rapport aux procédés conventionnels, ces propriétés en traction sont suffisantes pour envisager l'utilisation du cold spray en tant que procédé de FA. Il serait néanmoins nécessaire d'étudier le comportement en traction du matériau projeté à relativement haute température, ainsi que ses propriétés en fatigue, qui pourraient être réduites par la présence de contraintes résiduelles en compression, par la forte concentration en oxygène dans les échantillons grenailés ou par le taux de pores plus élevé pour les éprouvettes projetées sans grenailage *in situ*.

4.2.4. Étude des mécanismes de déformation à proximité des pores

Étant donné que les pores jouent un rôle critique sur le comportement du matériau, un essai de traction *in situ* a été entrepris pour étudier les mécanismes de déformation et fournir des pistes d'amélioration de la microstructure des matériaux projetés, afin d'accommoder au mieux la déformation. L'éprouvette CS(Q + V)_{950lent} présentant une microstructure équiaxe complètement nodulaire, permettant une analyse plus aisée des mécanismes de déformation, a été choisie lors de l'essai de traction *in situ*. Cet essai a été effectué avec plusieurs arrêts entre 0 et 710 MPa. La figure 4.29 présente la contrainte déformation de l'éprouvette aux arrêts.

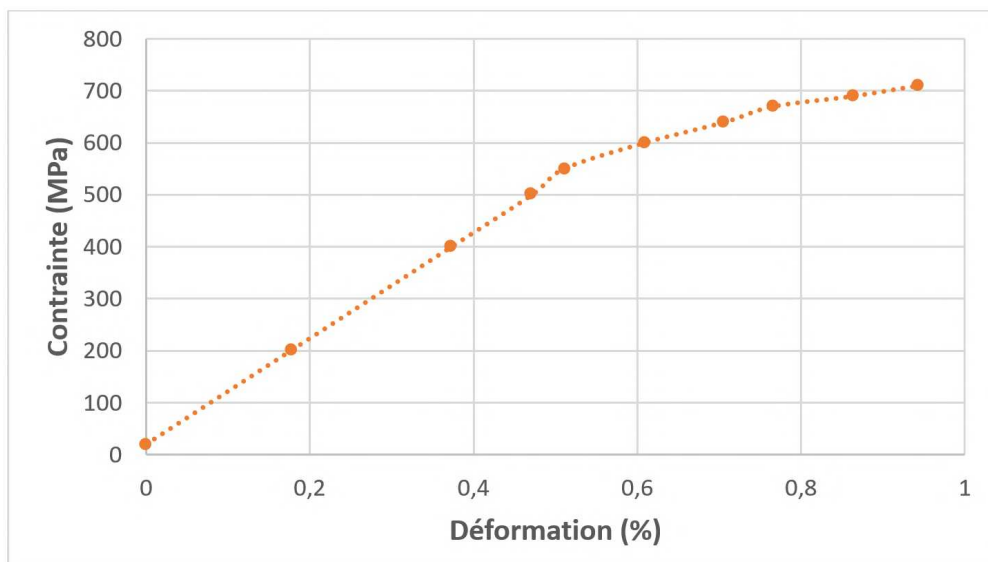


FIGURE 4.29. – Courbe de traction présentant la contrainte déformation aux arrêts

L'analyse a été effectuée dans une zone d'environ $1500 \mu m^2$ proche du centre de l'éprouvette, près d'un pore de grandes dimensions, afin de se placer près d'une configuration critique. En effet, les pores jouent le rôle de concentrateurs de contraintes : plus les pores sont grands, plus la contrainte a tendance à être élevée localement, ce qui va induire une déformation localisée à proximité des pores. Comme on peut l'observer sur la figure 4.30, la contrainte locale à proximité du pore sphérique dans un milieu semi-infini peut être trois fois plus élevée que la contrainte appliquée.

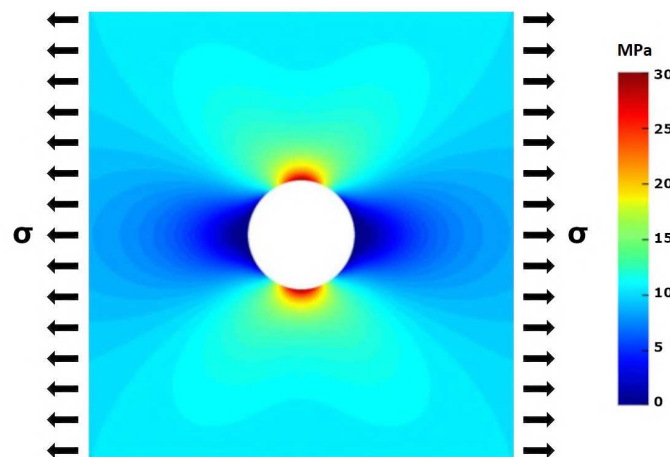


FIGURE 4.30. – Répartition de la contrainte aux alentours d'un pore circulaire dans un milieu élastique isotrope pour une contrainte appliquée de 10 MPa

L'identification des bandes de glissement a été effectuée avec succès pour environ 65 % des bandes de la phase β et 67 % pour la phase α . On peut observer, sur les micrographies de la figure 4.31, des lignes de glissement qui sont apparues à proximité d'un pore au cours de l'essai de traction *in situ*. De par l'anisotropie de la phase α et des résultats issus de la littérature pour des procédés conventionnels, l'étude de cette phase a été plus poussée lors de cet essai. Pour les systèmes de glissement basaux et prismatiques, qui sont habituellement les systèmes préférentiels de la phase α [104], les lignes de glissement sont cohérentes avec un **facteur de Schmid** élevé. En effet, environ 60 % des systèmes de glissement identifiés correspondent à un **facteur de Schmid** supérieur à 0,40. La figure 4.32 présente un histogramme du nombre de systèmes de glissement actifs selon le **facteur de Schmid**. Le système de glissement pyramidal correspond à environ 30 % des systèmes activés – ce qui est élevé contrairement à ce que l'on peut voir dans la littérature – et sa répartition selon le **facteur de Schmid** est fluctuante [89]. Cette variabilité pourrait être due à la présence de pores, ce qui sera donc étudié dans la suite de la section. Étant donné que, pour le système de glissement pyramidal, un même **facteur de Schmid** peut correspondre à différents **angles de déclinaison**, ces derniers sont étudiés sur la figure 4.33 pour compléter la première analyse.

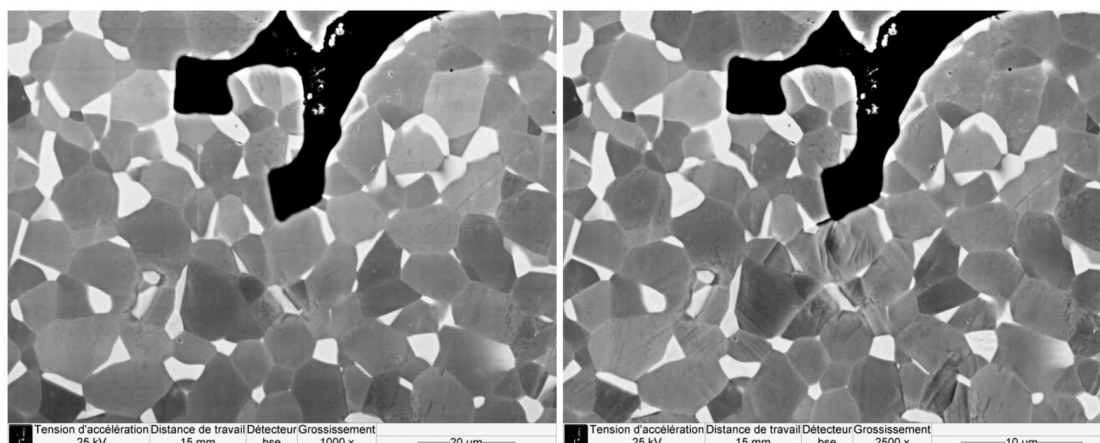


FIGURE 4.31. – Micrographies MEB présentant une zone étudiée au cours de l'essai de traction *in situ* pour contrainte appliquée nulle (à gauche) et de 710 MPa (à droite)

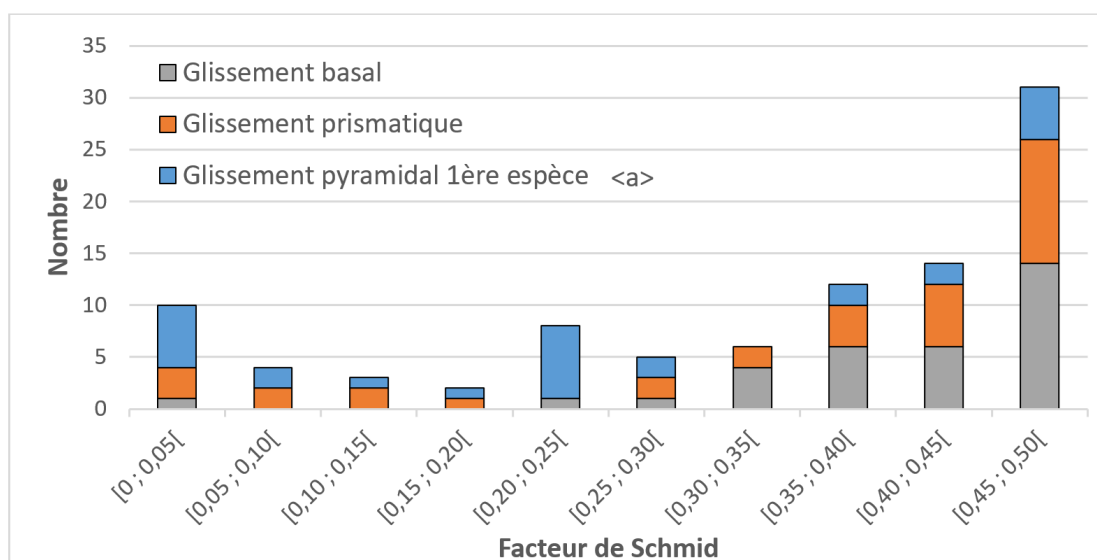


FIGURE 4.32. – Histogramme du nombre de systèmes de glissement actifs en fonction du facteur de Schmid pour une contrainte appliquée de 710 MPa

Comme montré par Bridier *et al.* [32], le glissement basal est actif pour des angles de déclinaison plus faibles que le glissement prismatique. En effet, le glissement basal est actif pour des angles de déclinaison compris entre 20 et 60°. Alors que pour le système prismatique, un angle de déclinaison élevé (supérieur à environ 50°) correspond à un facteur de Schmid élevé, et c'est donc pour les angles de déclinaison compris entre 80 et 90°, que le plus grand nombre de systèmes sont actifs. On peut aussi noter que la répartition des angles de déclinaison des systèmes de glissement pyramidaux actifs reste fluctuante.

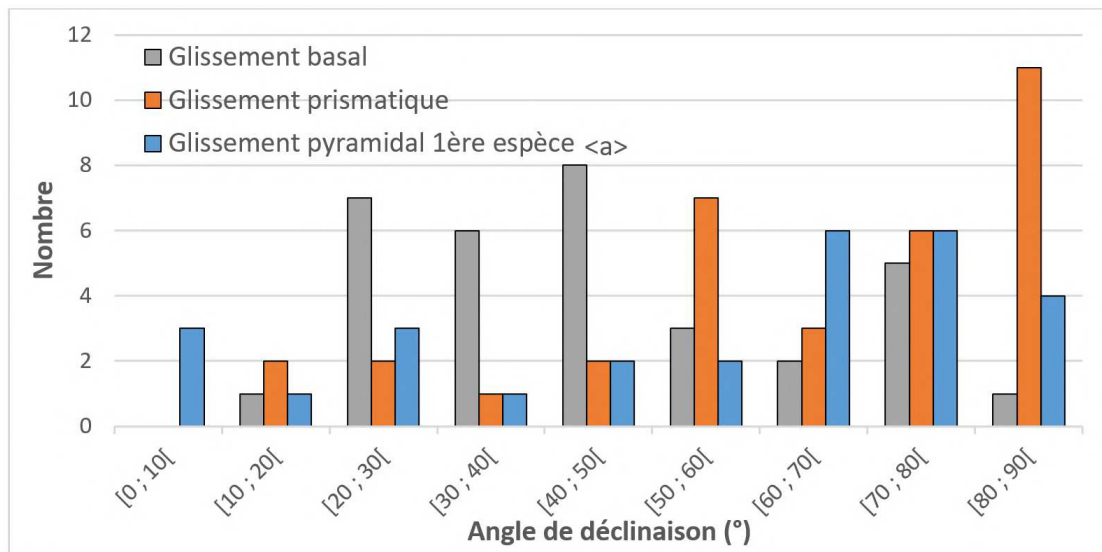


FIGURE 4.33. – Histogramme du nombre de systèmes de glissement actifs en fonction de l'angle de déclinaison pour une contrainte appliquée de 710 MPa

La figure 4.34 présente l'activation des systèmes de glissement en fonction de la contrainte appliquée à chaque arrêt de l'essai de traction *in situ*. On observe que les premières bandes de glissement sont détectées dès 400 MPa pour les phases α et β et que tous les systèmes de glissement de la phase α semblent intervenir de manière homogène malgré des valeurs de cission résolue critique différentes.

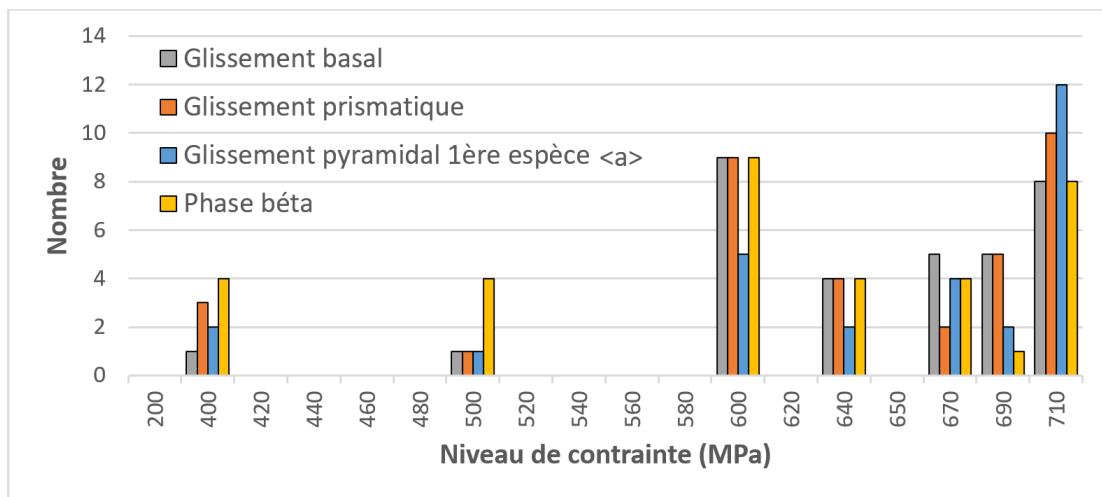


FIGURE 4.34. – Histogramme du nombre d'activations de systèmes de glissement en fonction de la contrainte appliquée pour une limite d'élasticité à 0,2 % de 700 MPa

Ces résultats peuvent être expliqués par la présence de pores, qui jouent le rôle de concentrateurs de contraintes, comme indiqué précédemment sur la figure 4.30. Ainsi, les lignes de glissement pourraient apparaître principalement dans les grains les plus sujets à cette concentration de contrainte. En outre, alors que le pourcentage de phase β est proche de 10 % pour cette éprouvette, on peut noter que, jusqu'à 500 MPa, on a identifié quasiment autant de bandes de glissement dans les deux phases, ce qui semblerait indiquer une activité plastique importante dans la phase β . En observant la relation entre la distance du pore le plus proche et le type de glissement, présentée pour la phase α en figure 4.35, on remarque que 37 % des lignes de glissement observées se situent à moins de $2 \mu\text{m}$ d'un pore et qu'aucun système de glissement n'est privilégié selon la distance. Autrement dit, la probabilité d'activer un système décroît avec l'augmentation de la distance au pore.

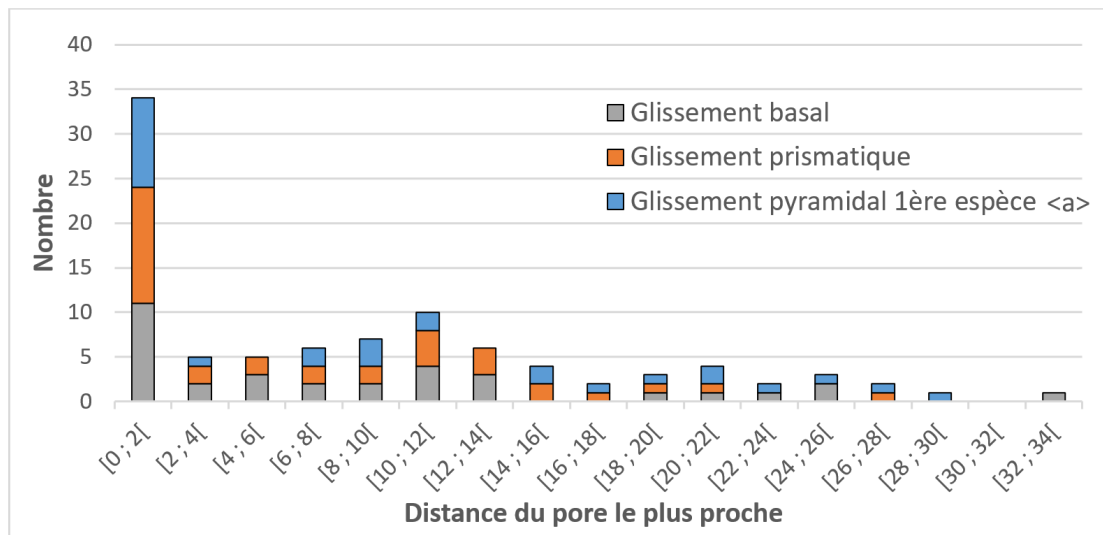


FIGURE 4.35. – Histogramme du nombre de systèmes de glissement actifs en fonction de leur proximité au pore le plus proche pour une contrainte appliquée de 710 MPa

Pour chaque niveau de contrainte, les distances moyenne et maximale du pore le plus proche pour toutes les lignes de glissement observées dans les phases α et β , sont regroupées en figure 4.36. On s'aperçoit effectivement que les mécanismes de déformation apparaissent d'abord à proximité des pores. En outre, plus le niveau de contrainte augmente, plus ces mécanismes sont actifs loin des pores. On observe aussi que les distances moyenne et maximale des pores sont plus élevées pour la phase β , ce qui semble indiquer que la plasticité pourrait débiter dans cette phase.

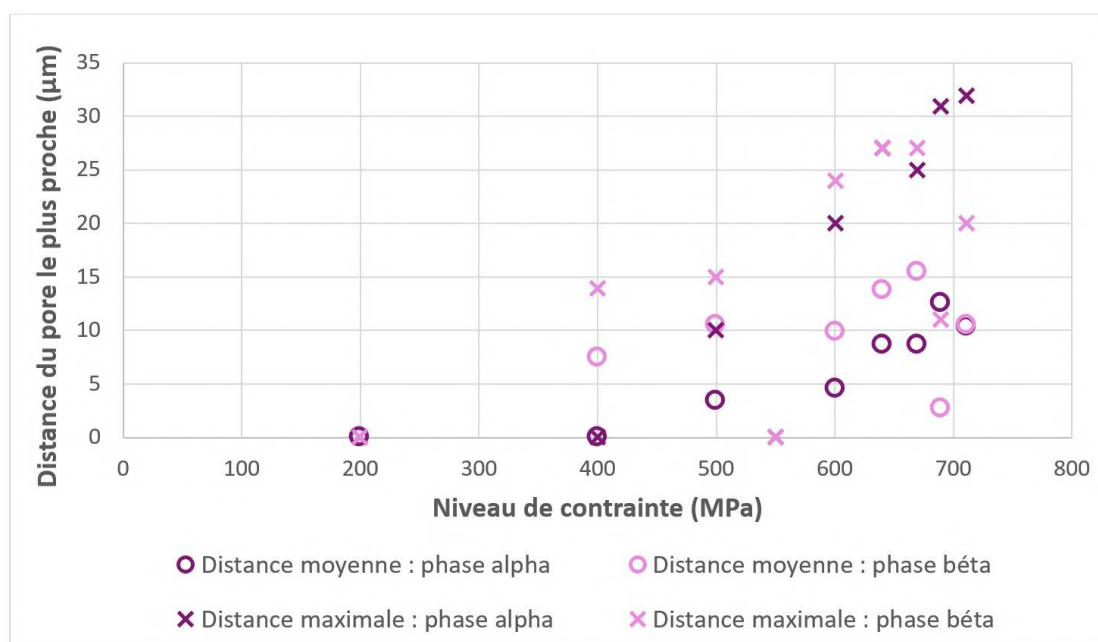
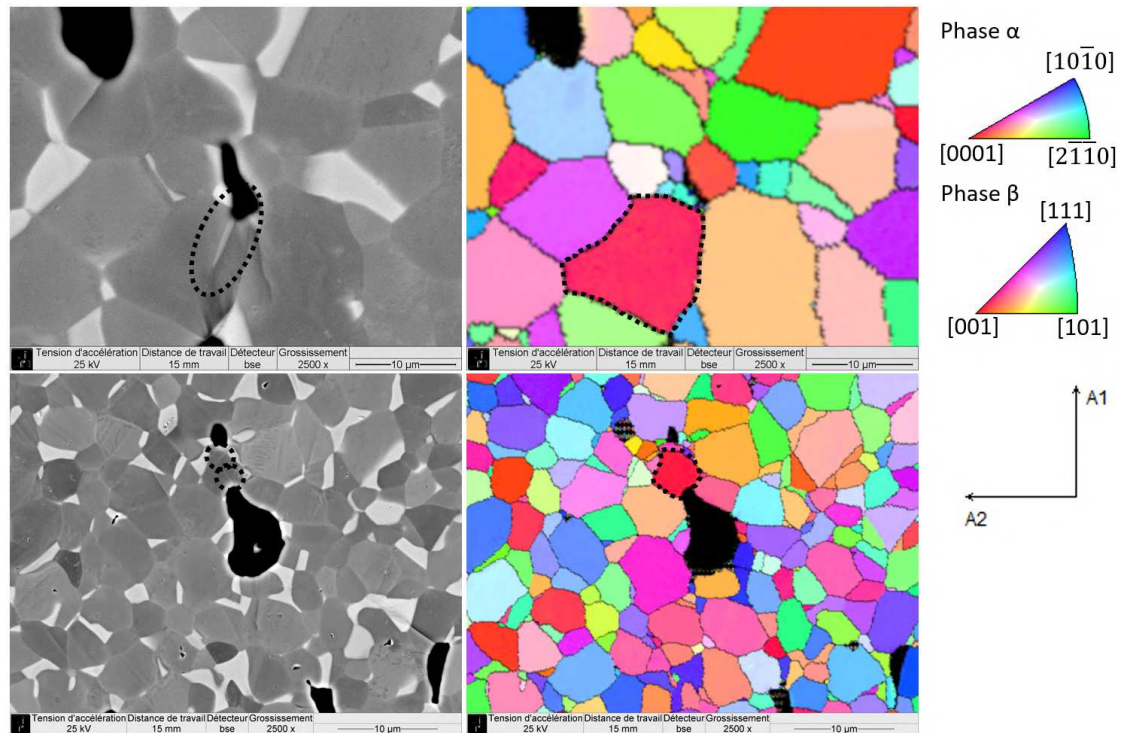


FIGURE 4.36. – Distance du pore le plus proche lors de l’apparition des lignes de glissements dans les phases α et β

Lors de cet essai de traction *in situ*, des macles sont apparues dans plusieurs nodules, et sont présentées sur les micrographies de la figure 4.37. Ces macles ont été observées exclusivement dans des grains avec des angles de déclinaison faibles, situés à proximité des pores et dans des zones de forte concentration de contrainte. Cependant, ces macles ne se situaient pas forcément dans des zones présentant de l’endommagement.

Pour conclure, ces différents résultats semblent montrer que les mécanismes de déformation ont lieu sans séquence d’activation particulière des systèmes de glissement, malgré des cissions résolues critiques différentes. Ainsi, dans ce contexte, l’anisotropie du titane n’est pas un problème : les mécanismes de déformation débutent en priorité à proximité des pores, dans des zones de forte concentration de contrainte, pour ensuite se propager dans le reste du matériau. C’est pourquoi, d’après ces observations, une certaine plasticité est indispensable afin accommoder la déformation concentrée près des pores. Pour les éprouvettes équiaxes, la présence des nodules permet d’améliorer la ductilité du matériau projeté, et donc de retrouver des courbes de contrainte déformation comparables à d’autres procédés de FA ainsi qu’au matériau forgé. Avec des traitements thermiques permettant l’obtention de microstructures lamellaires, la résistance mécanique, ainsi que la limite d’élasticité sont améliorées, sans que ce soit au détriment de la ductilité des échantillons. En effet, les dimensions inférieures des grains β parents améliorent le comportement en traction du matériau projeté. Les propriétés mécaniques obtenues pour les matériaux projetés approchent donc celles du matériau forgé,

mais pourraient potentiellement être améliorées ; la recristallisation, survenant en premier à l'interface entre les *splats* et donc près des pores, induite par une forte densité de dislocations, pourrait servir à la réalisation de matériaux à gradient de microstructure pour fournir de la ductilité dans les zones les plus sollicitées.



A1 : sens de projection pour les dépôts cold spray

FIGURE 4.37. – Micrographies MEB des macles apparues lors de l'essai de traction *in situ*

Conclusions du chapitre

Au cours de ce chapitre, nous avons montré que les traitements thermiques ont eu de nombreux effets sur le matériau projeté. Dans un premier temps, ils ont eu tendance à diminuer le taux de pores par le frittage des dépôts, ce qui a aussi grandement amélioré la cohésion entre les *splats*. En effet, en augmentant la température de traitement thermique, la recristallisation du matériau, qui a débuté à l'interface entre les *splats*, était totale à partir des traitements à 850 °C. C'est pour une température de 950 °C, que la cohésion entre les *splats* était suffisante et la dimension des grains assez grande pour obtenir un matériau avec une ductilité significative. En outre, les microstructures lamellaires et équiaxes recherchées ont pu être obtenues, et ont montré un comportement en traction avantageux avec un allongement conventionnel à rupture pouvant atteindre 10 % et une résistance mécanique parfois supérieure à celle du matériau forgé pour une microstructure similaire.

De surcroît, l'étude des mécanismes de déformation à proximité des pores a montré que les mécanismes de déformation ont lieu sans séquence d'activation particulière des systèmes de glissement, mais qu'il débutent en priorité à proximité des pores, dans des zones de forte concentration de contrainte, pour ensuite se propager dans le reste du matériau. C'est pourquoi, d'après ces observations, une certaine plasticité est indispensable afin d'accommoder la déformation concentrée près des pores.

De tels résultats permettent de se rendre compte de l'intérêt du cold spray face aux autres procédés de fabrication additive, mais aussi face aux procédés conventionnels. Cependant, pour rendre possible la construction de pièces en Ti-6Al-4V, une étude des contraintes résiduelles est réalisée dans le chapitre suivant, afin de préserver l'intégrité structurelle des matériaux projetés.

5. Maîtrise des contraintes résiduelles pour un objectif de Fabrication Additive

Sommaire

5.1	Étude des contraintes résiduelles	164
5.1.1	Projections sans grenailage <i>in situ</i>	165
5.1.1.1	Effet du débit de poudre	165
5.1.1.2	Effet de la distance de projection	166
5.1.1.3	Effet des paramètres robot	168
5.1.2	Projections avec grenailage <i>in situ</i>	173
5.1.2.1	Comparatif avec les projections sans grenailage	173
5.1.2.2	Application des tendances précédemment obtenues	174
5.2	Application à la Fabrication Additive	176
5.2.1	Étude de l'influence des paramètres robots sur la construction du dépôt	176
5.2.1.1	Effet de l'angle d'impact	176
5.2.1.2	Effet de la distance de projection	177
5.2.1.3	Effet des contraintes résiduelles	180
5.2.2	Application pour la fabrication d'un mur droit	180
5.2.2.1	Effet des différentes trajectoires robot	180
5.2.2.2	Répartition de la porosité au sein du mur	185

Ce chapitre traite de l'évaluation des contraintes résiduelles pour un objectif de FA. En effet, grâce à la diminution de la porosité et aux optimisations des propriétés mécaniques par le biais des traitements thermiques et de la microstructure sur des dépôts peu épais, les projections de Ti-6Al-4V par cold spray sont attrayantes. Cependant, il est nécessaire de contrôler les contraintes résiduelles présentes au sein du matériau pour permettre la production de dépôts plus épais ou de pièces de FA tout en gardant une intégrité structurelle. La première partie de ce chapitre porte sur ce sujet, en étudiant l'évolution des contraintes avec et sans grenailage *in situ*. Par la suite, une partie sur la création de pièces de formes simples en suivant l'effet des trajectoires robot sera présentée.

5.1. Étude des contraintes résiduelles

Lors de l'évaluation des contraintes résiduelles avec l'ICP, les courbes typiques obtenues, présentées sur la figure 2.10 de la section 2.2.1.2, peuvent être séparées en trois phases : la première, apparaissant en début de projection, est causée par les contraintes résiduelles présentes au sein du substrat, la seconde, observable lors de l'épaississement du dépôt, est due aux contraintes subies en cours de projection et la dernière, survenant lors du refroidissement, montre l'apparition de contraintes d'origine thermique. Dans cette étude, nous nous concentrons sur la deuxième phase, qui est influencée par les paramètres de projection, car la première phase est due aux contraintes résiduelles du substrat et la troisième aux différences entre les coefficients de dilatation du substrat et du matériau projeté. Ce type d'analyse nécessite d'observer l'évolution de la courbure durant plusieurs cycles.

Pour rappel, le bouclier de protection de l'appareil, présenté à la section 2.2.1.2, est retiré pour certaines expériences à faible distance de projection. Le bouclier est cependant conservé pour la majorité des mesures à plus grande distance de projection pour éviter d'endommager certains composants. Afin d'évaluer la reproductibilité des expériences et de savoir si la présence ou l'absence de bouclier modifie les résultats de manière significative, les essais illustrés en figure 5.1, ont été reproduits deux fois, à deux distances de projection différentes, et avec/sans bouclier de protection.

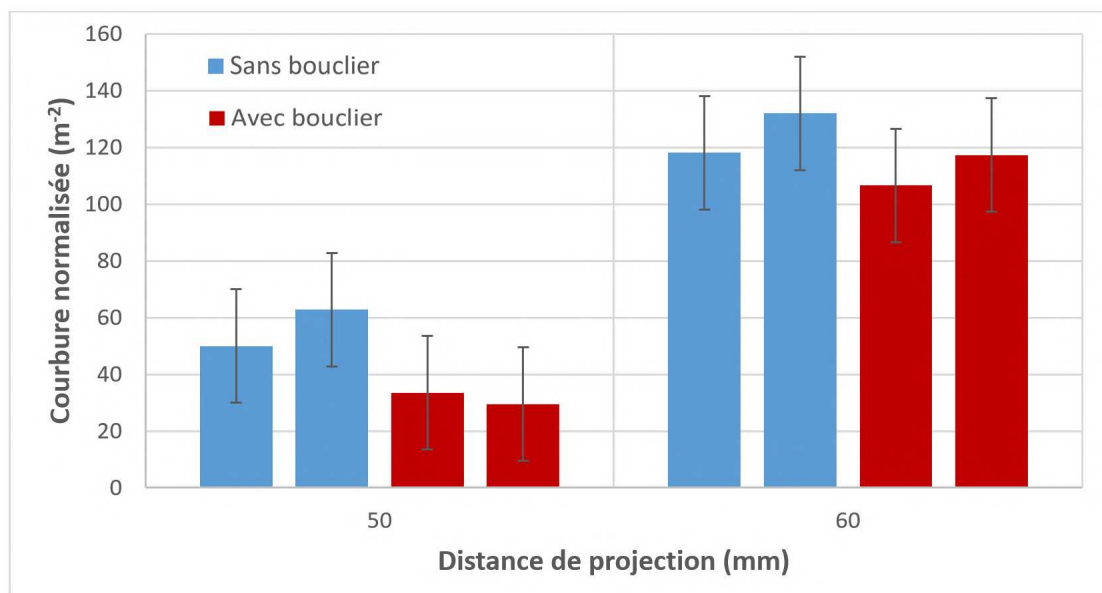


FIGURE 5.1. – Mesures ICP avec et sans bouclier de protection pour vérifier la reproductibilité des essais

En outre, lors de ces essais, l'analyse de la courbure en cours de projection a été effectuée sur dix cycles et la courbure analysée a été normalisée par rapport à l'épaisseur déposée pour permettre un meilleur comparatif des résultats entre eux. Nous parlerons donc de courbure normalisée pour la suite de l'étude.

En évaluant la marge d'erreur induite par la précision de l'appareil, on remarque sur la figure 5.1, que pour une même distance de projection, les courbures normalisées obtenues ne sont pas significativement différentes, d'où les conclusions suivantes :

- Dix cycles de projection sont suffisants pour une mesure fiable de la courbure en cours de projection.
- Compte tenu des barres d'erreur, les valeurs sont similaires avec ou sans bouclier de protection.
- Les contraintes évaluées sont en tension, car la courbure est positive, ce qui confirme les observations issues de la littérature avec des contraintes prédominantes d'origine thermique [21, 23, 105, 156].

Afin de comprendre l'origine des contraintes résiduelles en cold spray et de potentiellement les maîtriser, l'influence des paramètres de projection a été étudiée dans la suite de ce chapitre.

5.1.1. Projections sans grenailage *in situ*

5.1.1.1. Effet du débit de poudre

L'ICP est un appareil permettant de mesurer des courbures dans une plage restreinte : lorsque la courbure est supérieure à $0,6 m^{-1}$ ou inférieure à $-0,6 m^{-1}$, elle a tendance à endommager l'appareil de mesure. En effet, une courbure supérieure à $\pm 0,6 m^{-1}$ déforme plastiquement les ressorts de maintien de l'éprouvette. En outre, le dépôt a tendance à se délaminer avec de tels niveaux de courbure. Ces effets néfastes peuvent facilement être éliminés en diminuant le débit de poudre. Pour savoir si la modification de ce paramètre a un effet significatif sur les valeurs des contraintes, la courbure normalisée a été évaluée à différentes valeurs de débit sur la figure 5.2.

Pour une même quantité de matière projetée, le débit ne fait pas varier significativement la courbure. Ainsi, le niveau de contrainte normalisé par l'épaisseur est similaire quel que soit le débit. Cela est en accord avec l'étude de Vargas-Uscategui *et al.* sur l'évaluation des contraintes résiduelles dans des cylindres en titane projetés par CSAM [165]. Ces derniers rapportent que les contraintes résiduelles sont plus élevées avec l'augmentation du débit de poudre ; cependant, ils montrent aussi que cet effet est faible pour des débits de poudres variant entre 15 et $35 g \cdot min^{-1}$.

L'augmentation des contraintes semble être significative à des débits plus élevés de l'ordre de 70 ou 91 $g \cdot \text{min}^{-1}$.

Par la suite, nous choisissons donc une vitesse de rotation de 0,5, qui est équivalente à un débit d'environ 4,5 $g \cdot \text{min}^{-1}$, pour éviter la délamination et la dégradation de l'appareil de mesure. Les autres paramètres de projection seront ceux indiqués dans le tableau 3.3, sauf mention contraire, c'est-à-dire une pression et température de gaz porteur respectivement de 50 bars et 1000 °C, une tuyère Out 1, une distance de projection de 20 mm, une vitesse d'éclairement de 200 $\text{mm} \cdot \text{s}^{-1}$ et un pas de 0,5 mm.

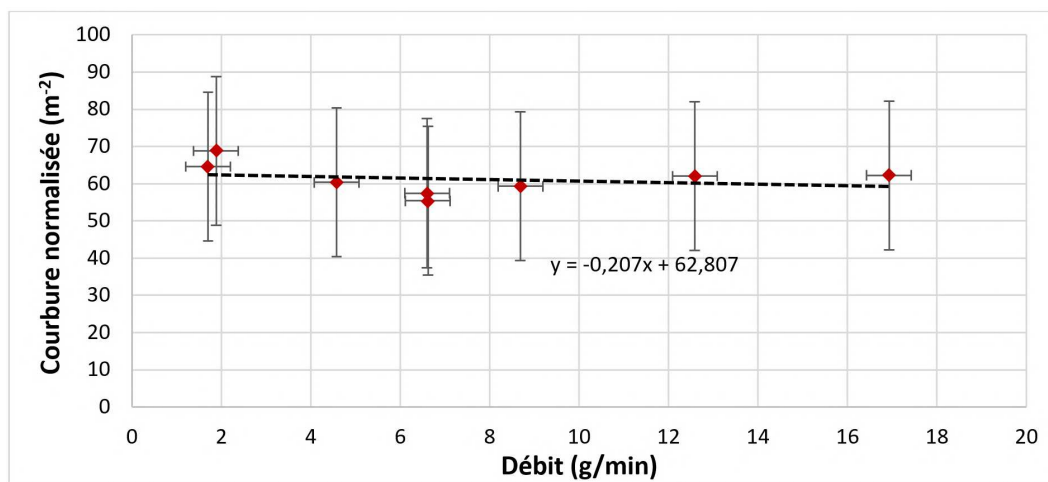


FIGURE 5.2. – Courbure normalisée en fonction du débit de poudre montrant l'absence d'influence significative du débit

5.1.1.2. Effet de la distance de projection

Pour rappel, au cours du chapitre 3, l'effet de la distance de projection sur la porosité a été évalué et montrait que la porosité augmente avec la distance de projection. Pour les contraintes, l'analyse est plus complexe. Le rôle de la distance de projection sur le niveau de contraintes a été examiné et est présenté sur le graphique de la figure 5.3, qui induit plusieurs commentaires. Tout d'abord, entre 20 et 85 mm, le caractère positif de la courbure indique que les contraintes sont en tension. Avec l'augmentation de la distance, on observe une diminution globale des contraintes. Au delà de 85 mm, la courbure de l'échantillon devient négative, ce qui montre que pour une distance supérieure à cette valeur, les contraintes prédominantes en cours de projection sont en compression et sont donc dominées par les contraintes de grenailage.

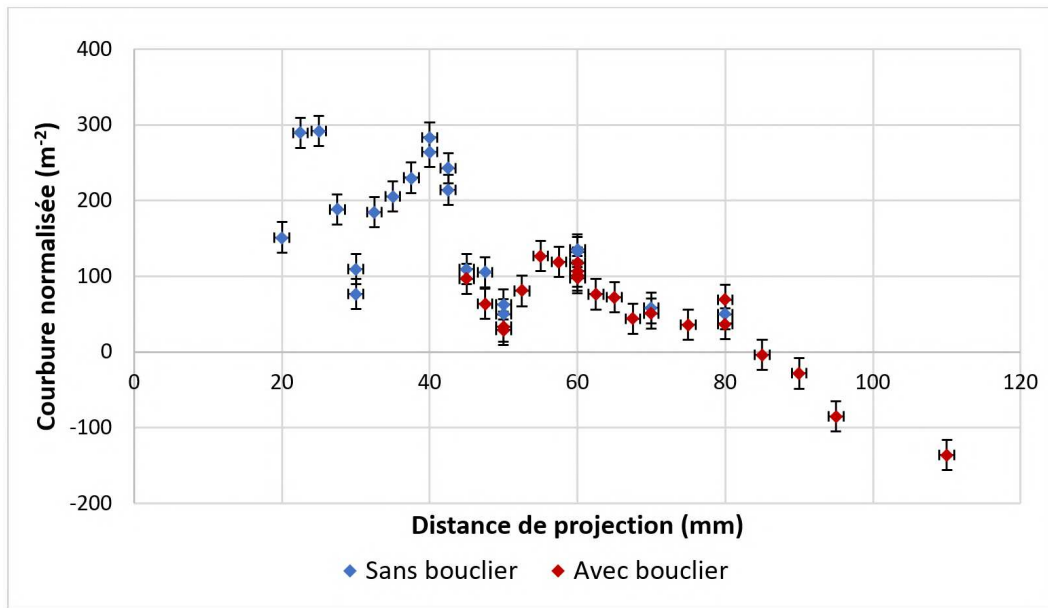


FIGURE 5.3. – Courbure normalisée en fonction la distance de projection

La simulation numérique – effectuée à l’aide du code ARES permettant l’analyse thermo-cinétique des particules dans le flux supersonique au sein et en sortie de tuyère – montre qu’en sortie de tuyère (située à 0,16 m sur la figure 5.4), la température des particules a tendance à baisser, ce qui réduit les contraintes d’origine thermique [113, 163].

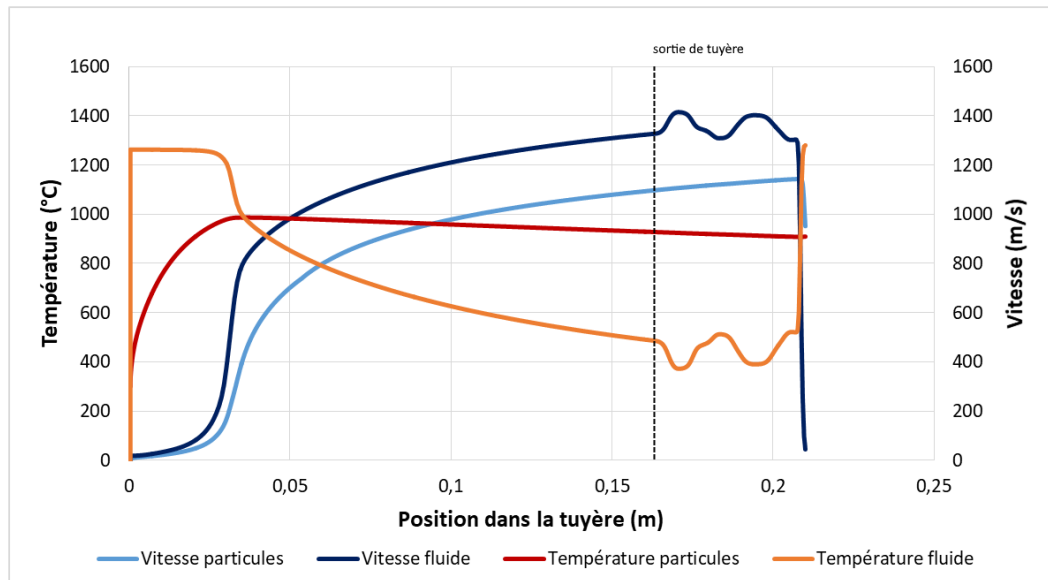


FIGURE 5.4. – Simulation de la vitesse et de la température du fluide et des particules à 50 bars – 1000 °C en fonction de la distance de projection

En outre, leur vitesse continue d'augmenter, ce qui augmente les contraintes de grenailage. Même si l'on observe cette tendance expérimentalement – avec la diminution de la courbure lors de l'augmentation de la distance de projection – elle se fait de façon erratique, ce qui n'est pas cohérent avec la variation linéaire de la vitesse et de la température d'après la simulation. Dans la suite de ce chapitre, nous verrons que cette variation erratique de la courbure a été corroborée lors de la création de pièces par CSAM : en effet, leur montée en épaisseur est impossible à 40 ou à 60 mm, car la structure se délamine avant d'atteindre les 5 cm de hauteur recherchés, mais ne pose pas de problème à 50 mm.

Dans la littérature, la majorité des expériences de mesure de la vitesse des particules se font sans substrat. Or, Moreno-Murguia *et al.* [118] ont montré que l'ajout du substrat modifie la vitesse des particules par la présence de l'onde de choc. Cette influence de l'onde de choc diminue avec l'augmentation de la distance de projection. Ainsi, ces résultats montrent que, dans ces conditions, la vitesse des particules à l'impact n'est pas linéaire en fonction de la distance de projection, mais s'apparente plutôt à une fonction sinusoïdale avec un amortissement. Ces caractéristiques pourraient donc être attribuées à l'effet de l'onde de choc.

5.1.1.3. Effet des paramètres robot

La vitesse d'éclairement

La figure 5.5 présente la variation de la courbure normalisée en fonction de la vitesse d'éclairement et montre que plus cette dernière augmente, plus la valeur de courbure mesurée diminue. Or, comme le débit n'a pas d'influence significative sur le niveau de contraintes, on peut penser que ces résultats ne sont pas dus au nombre de particules incidentes par couche, mais plutôt à la température. En effet, comme l'ont montré Vargas-Uscatgui *et al.* [165], on peut voir sur les courbes de température obtenues avec l'ICP et présentées sur la figure 5.6, que la modification de la vitesse influence la température du substrat et des couches précédemment déposées. La mesure de température par Vargas-Uscatgui *et al.* [165], illustrée en figure 5.7, s'est faite de la même manière que pour les essais de cette étude : localement, en un point du substrat à l'aide d'un thermocouple, ce qui explique les variations de température en cours de cycle. Ainsi, lorsque la vitesse d'éclairement est faible, on peut noter plusieurs effets visibles sur ces courbes :

- Le pic de chaleur est plus élevé au moment du passage du pistolet devant le capteur.
- La température du dépôt est plus basse entre deux passages.
- La température mesurée au cours d'un cycle a une amplitude plus grande.

Ainsi, une réduction de la vitesse d'éclairement accroît significativement la tempé-

rature au niveau du spot de matière projetée, qui a un intervalle de temps plus élevé entre deux passes pour se dissiper. Cela génère donc un gradient thermique plus important lors de l'impact, expliquant l'augmentation des contraintes d'origine thermique et donc les contraintes en tension.

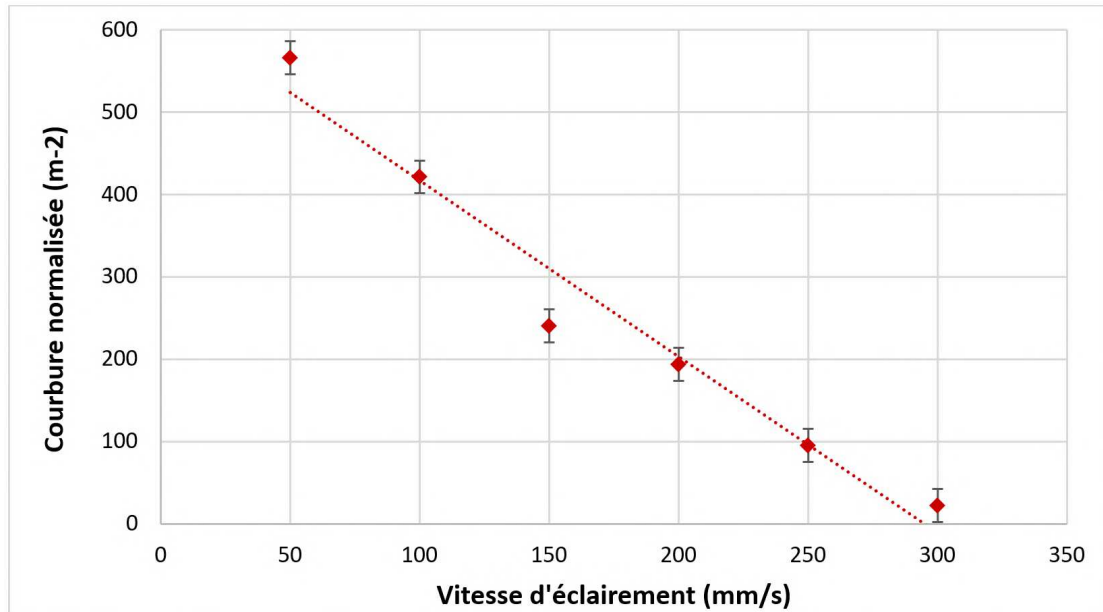


FIGURE 5.5. – Courbure normalisée en fonction de la vitesse d'éclairage

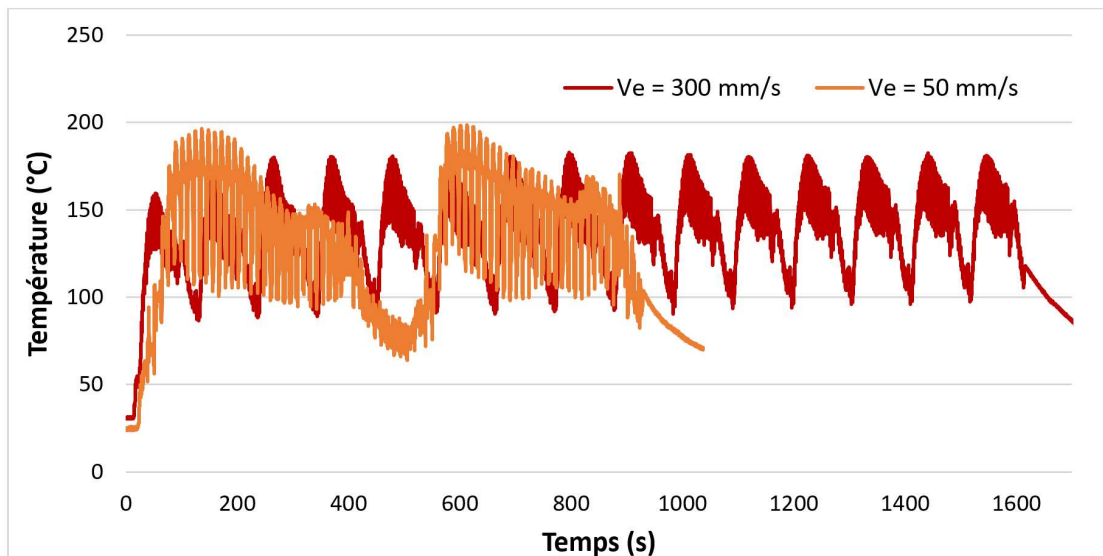


FIGURE 5.6. – Température en fonction de la [vitesse d'éclairage](#) avec l'ICP

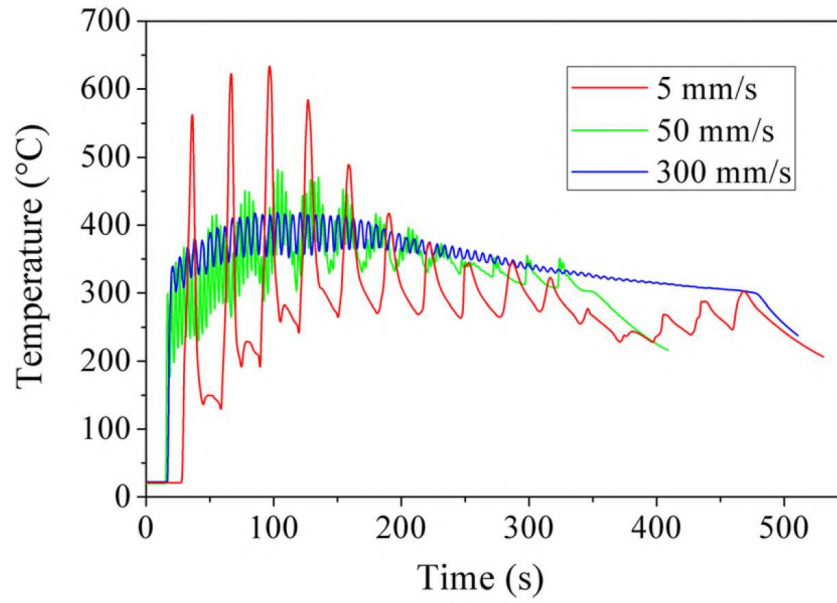


FIGURE 5.7. – Température en fonction de la vitesse d'éclairage [165]

Le pas

L'influence du pas sur la courbure et donc le niveau de contraintes au sein des échantillons en cours de projection a aussi été étudiée et les résultats sont présentés en figure 5.8.

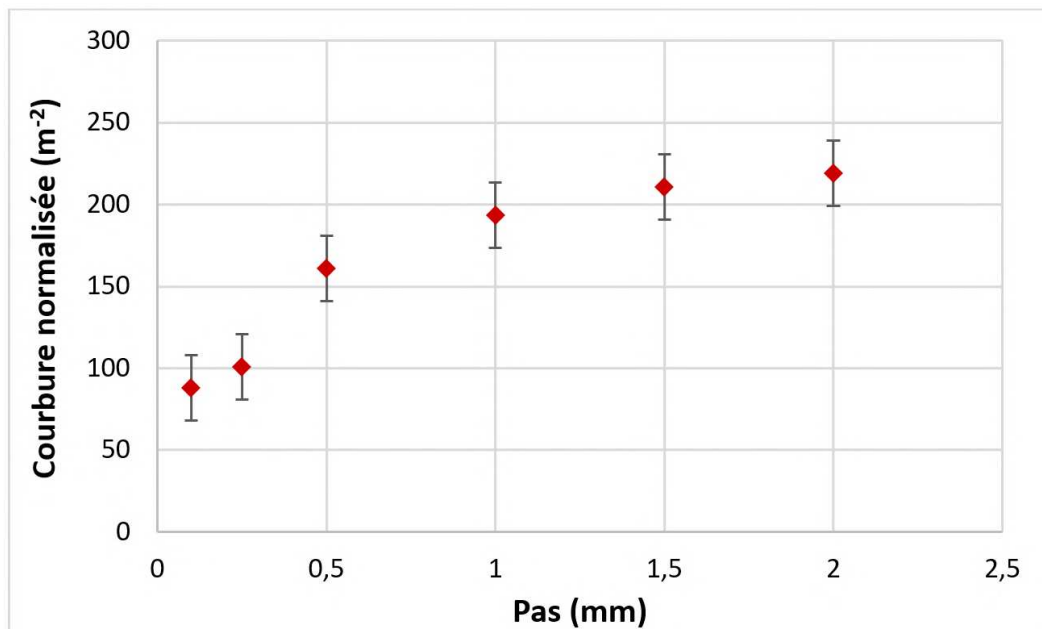


FIGURE 5.8. – Courbure normalisée en fonction du pas de projection

On observe une diminution de la courbure normalisée avec la diminution du pas. Lorsque le pas diminue, le robot effectue des passes plus rapprochées les unes des autres. Le fait de passer en des points plus proches a tendance à augmenter la température dans le dépôt lors du passage du robot, car la dissipation de chaleur est moins efficace. Ainsi, le gradient thermique est moins important à l'impact, ce qui réduit l'effet des contraintes d'origine thermique et conduit à des courbures plus faibles du matériau après projection. Les contraintes résiduelles sont ainsi abaissées.

La trajectoire

La courbure est étudiée ici avec trois trajectoires différentes :

- Une trajectoire horizontale : celle étudiée précédemment et décrite en bas de la figure 5.9.
- Une trajectoire verticale, présentée en haut de la figure 5.9.
- Une alternance à chaque cycle de trajectoires horizontales et verticales

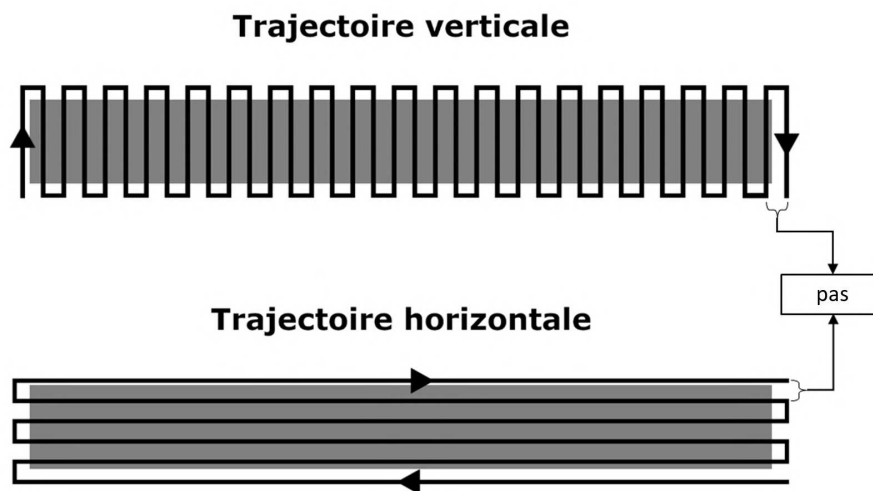


FIGURE 5.9. – Représentation schématique des trajectoires verticale et horizontale

Les mesures ICP ont été effectuées à différentes valeurs de pas pour chaque trajectoire testée et sont illustrées en figure 5.10. L'influence du pas sur la courbure et donc sur les contraintes, est similaire quelle que soit la trajectoire robot étudiée : une valeur de pas réduit induit une diminution de la courbure, ce qui confirme que la dissipation de chaleur est moins efficace avec un pas plus faible. Ce graphique permet aussi de noter que la trajectoire verticale réduit la courbure du dépôt par rapport à la trajectoire horizontale. En alternant, à chaque cycle, entre les deux trajectoires, on obtient une valeur proche de la moyenne des deux.

La grande différence entre un trajet horizontal et un autre vertical réside dans le fait que, pour la trajectoire verticale, la distance parcourue par le robot entre deux passes est bien plus faible. Ainsi, la chaleur a moins le temps de se dissiper. Le gradient thermique – et donc les contraintes résiduelles – est lui aussi moins important, ce qui explique la courbure de l'échantillon plus faible pour le trajet vertical. Tous ces résultats sont en accord avec les essais effectués par Boruah *et al.*, qui ont montré qu'une grande vitesse d'éclairement et l'alternance entre une trajectoire verticale et une trajectoire horizontale réduisaient les contraintes résiduelles [23].

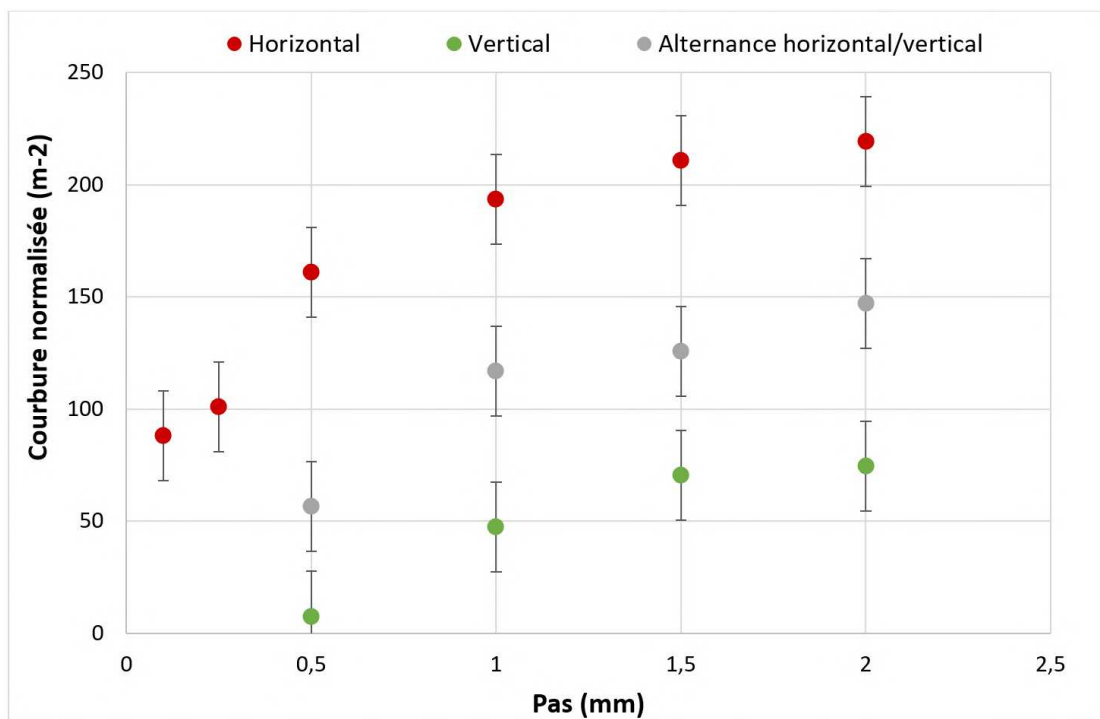


FIGURE 5.10. – Courbure normalisée en fonction du pas de projection et de la trajectoire robot

Finalement, on remarque que les contraintes résiduelles au sein du Ti-6Al-4V en cold spray, sont un équilibre entre contraintes d'origine thermique et contraintes de grenailage, qui sont respectivement en compression et en tension. Les paramètres de projection permettent donc finalement de contrôler le niveau de contraintes résiduelles au sein du matériau lors de projections sans grenailage *in situ*.

5.1.2. Projections avec grenailage *in situ*

5.1.2.1. Comparatif avec les projections sans grenailage

Lors des projections avec grenailage *in situ*, le plus faible taux de pores était obtenu à une température et une pression du gaz porteur plus faibles que sans grenailage. Les paramètres employés sont résumés dans le tableau 3.4 à la section 3.1.9.2. Ainsi, les contraintes ont été évaluées avec ces paramètres et en comparant les résultats avec et sans grenailage. La figure 5.11 présente ces résultats et montre que l'évolution de la courbure se fait de façon négative pour le dépôt grenailé, contrairement au dépôt sans grenailage, pour des conditions de projection similaires. Le graphique de la figure 5.11 illustre l'évolution de la courbure en fonction du temps et non la courbure normalisée, contrairement aux graphiques présentés précédemment. Ainsi, dans un objectif de comparaison des résultats entre eux, les courbures normalisées, calculées à partir de la variation de courbure en cours de projection, sont ajoutées et indiquées sur le graphique de la figure 5.11.

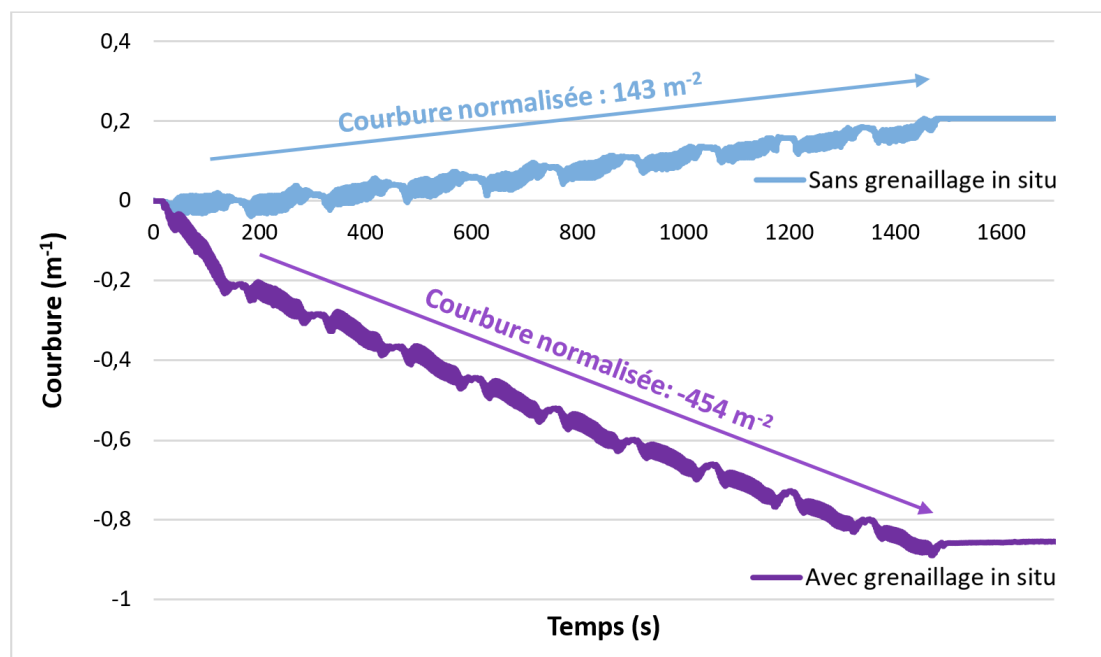


FIGURE 5.11. – Évolution de la courbure à 45 bars – 800 °C avec et sans grenailage *in situ*

La caractéristique positive de la courbure lors de l'essai sans grenailage, implique qu'à ces température et pression de gaz porteur, des contraintes d'origine thermique sont présentes. Cependant, avec le rajout des particules de grenailage dans le flux, ce sont les contraintes de grenailage, qui sont largement prépondérantes, comme le montre le caractère négatif de la courbure du dépôt.

5.1.2.2. Application des tendances précédemment obtenues

Pour tenter d'obtenir un faible niveau de contrainte au sein des dépôts malgré l'utilisation du grenailage, nous avons exploité les enseignements précédemment obtenus. L'objectif est de compenser les contraintes en compression dues au grenailage par des contraintes d'origine thermique, en tension. Pour cela, trois scénarii peuvent prévaloir ou être exploités simultanément :

- Diminuer la vitesse d'éclairement.
- Diminuer la distance de projection.
- Augmenter le pas.

Ces trois paramètres ont été modifiés pour maximiser le niveau de contrainte d'origine thermique, avec une **vitesse d'éclairement** de $50 \text{ mm}\cdot\text{s}^{-1}$, une distance de 25 mm et un pas de 2 mm. La figure 5.12 illustre l'évolution de courbure obtenue en cours de projection et montre qu'il est possible d'obtenir une évolution positive de la courbure, même lors de projection avec grenailage, avec des contraintes d'origine thermiques prédominantes.

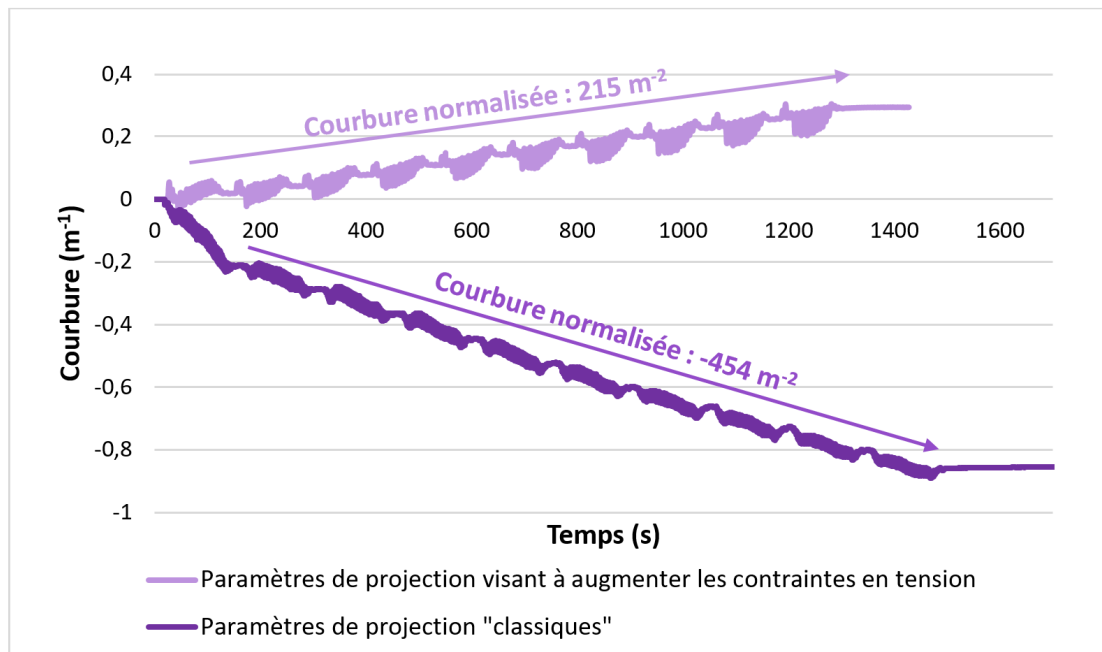


FIGURE 5.12. – Évolution de la courbure à 45 bars – 800 °C avec grenailage *in situ* avant et après maximalisation des contraintes d'origine thermique

Ce résultat confirme les tendances observées lors de projections sans grenailage. En effet, alors que les projections sont effectuées à d'autres valeurs de pression et

de température du gaz porteur, et avec l'ajout du grenailage *in situ*, les paramètres tels que le pas, la distance de projection ou la [vitesse d'éclairement](#) jouent un rôle similaire sur les niveaux de contraintes. En modifiant ces trois paramètres de manière plus fine, il est possible d'obtenir un équilibre macroscopique entre contraintes de grenailage et contraintes d'origine thermique.

Le tableau 5.1 résume les différentes courbures pouvant être obtenues en cours de projection en modifiant seulement le pas, la distance, la vitesse d'éclairement ou la trajectoire robot, pour des projections avec et sans grenailage *in situ*. Pour donner un caractère quantitatif à ces résultats, la contrainte normalisée, supposée homogène dans le volume, est aussi calculée, en se basant sur le modèle de Benabdi (équation 1.11).

Paramètres de projection		Courbure normalisée (m^{-2})	Contrainte normalisée ($MPa \cdot mm^{-1}$)
Sans grenailage <i>in situ</i>	Paramètres optimisés (voir chapitre 3)	151	126
	Maximisation des contraintes de grenailage (distance = 110 mm)	-136	-113
	Minimisation des contraintes résiduelles (distance = 85 mm)	-4	-3
Avec grenailage <i>in situ</i>	Paramètres optimisés (voir chapitre 3)	-454	-270
	Maximisation des contraintes d'origine thermique ($50 \text{ mm} \cdot s^{-1}$, 25 mm et 2 mm)	215	133
	Minimisation des contraintes résiduelles ($84 \text{ mm} \cdot s^{-1}$, 25 mm et 1,5 mm)	59	38

TABLE 5.1. – Valeurs de la courbure et des contraintes résiduelles avec les paramètres de projection selon le niveau de contrainte recherché

Ces résultats permettent d'imaginer un modèle phénoménologique qui permettrait de choisir le niveau de contrainte voulu lors de la projection de Ti-6Al-4V en ajustant les paramètres de projection. Ceci aurait un fort intérêt pour les applications industrielles ; cela permettrait de modifier le niveau de contrainte résiduelle au sein du matériau selon l'application et les exigences associées recherchées.

5.2. Application à la Fabrication Additive

À partir de l'ensemble des résultats des chapitres précédents, l'applicabilité du procédé de projection cold spray au domaine de la FA est évaluée par la création d'un mur de dimensions 50x50x10 mm³. Ceci nécessite quelques études préliminaires de l'influence des paramètres de projection et des trajectoires robot sur la morphologie des dépôts.

5.2.1. Étude de l'influence des paramètres robots sur la construction du dépôt

5.2.1.1. Effet de l'angle d'impact

Afin de faciliter l'étude de l'effet de l'angle de projection sur la morphologie du dépôt, un support de projection a été produit à l'image de celui utilisé par Bunel *et al.* [33] (à gauche sur la figure 5.13). Ces projections sont effectuées à un angle de projection α et à une distance de projection d_p précisés selon les cas. Ces dimensions sont illustrées sur le schéma explicatif à droite sur la figure 5.13. Les autres paramètres de projection sont les paramètres optimisés du tableau 3.3 de la section 3.1.6.

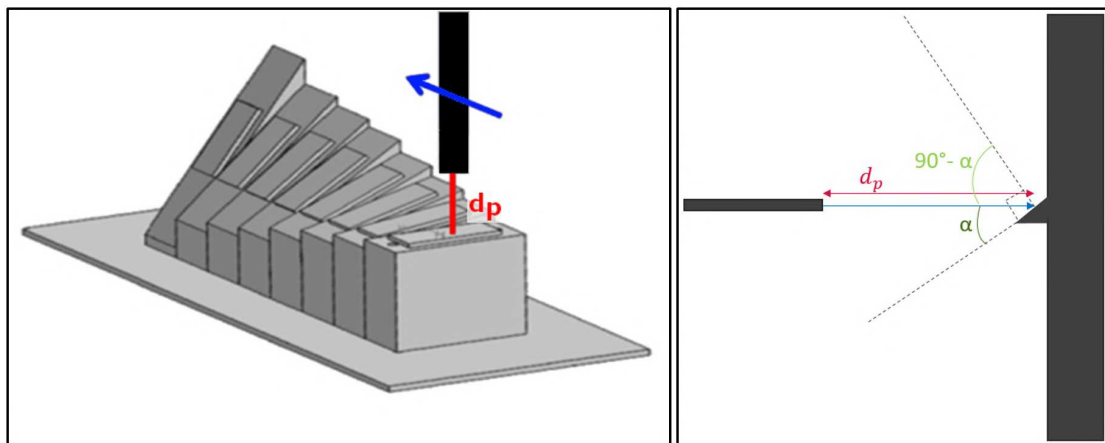


FIGURE 5.13. – Représentations schématiques des projections et du support permettant la projection de dépôts selon 8 angles différents (90°, 80°, 70°, 60°, 50°, 45°, 40° et 30°)

Ce support permet de tester 8 angles α différents au cours d'une seule projection. Pour une analyse fiable de la morphologie des dépôts, 50 cycles sont effectués au cours d'une projection. Chaque cycle consiste en un passage robot suivant une trajectoire linéaire passant au centre de chaque plaquette. L'analyse de la morphologie des dépôts est ensuite effectuée par profilométrie.

Les premiers essais ont été effectués à une distance de projection de 30 mm, car – à cause de l'encombrement du pistolet et de la structure particulière du support – il n'était pas envisageable de se placer à une distance inférieure. La figure 5.14 présente les profils obtenus selon l'angle de projection.

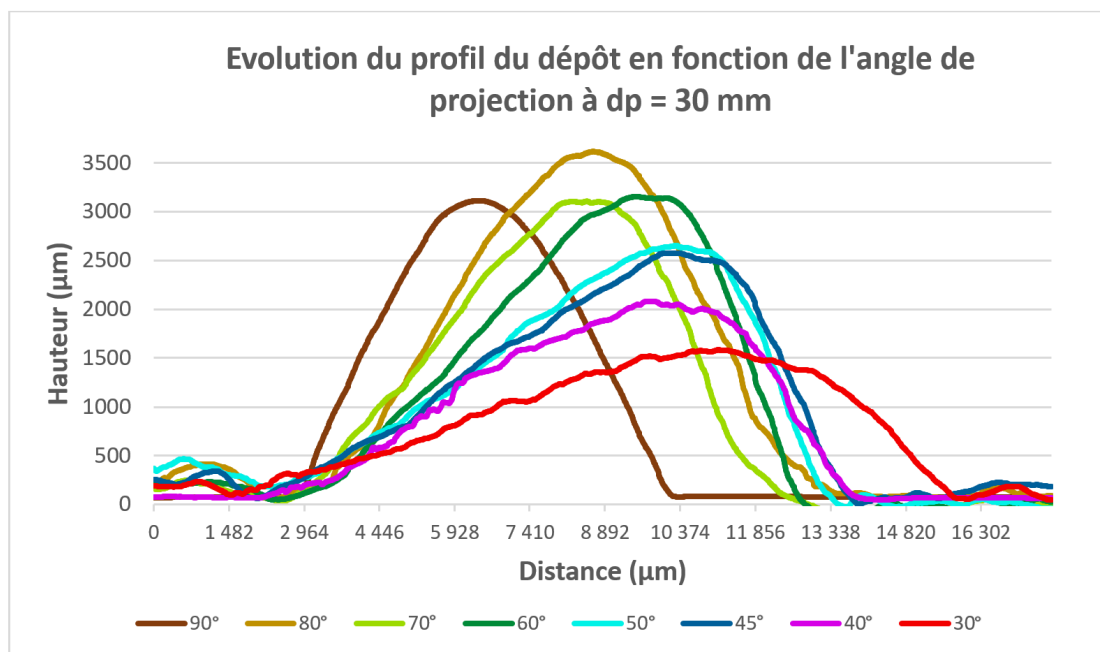


FIGURE 5.14. – Profil de la hauteur du dépôt en fonction de l'angle de projection α

On peut noter que l'on obtient un profil de dépôt de forme gaussienne en projetant la matière perpendiculairement au substrat avec un diamètre de spot proche de 7 mm. En outre, plus l'angle de projection se rapproche de 0° , plus le profil est aplati et moins il est symétrique. Ces profils moins symétriques et avec une pente plus abrupte peuvent être intéressants pour la construction d'un mur droit. En effet, la littérature rapporte que ce type de profil permet de se rapprocher de la morphologie d'un mur avec des angles droits [180, 181].

5.2.1.2. Effet de la distance de projection

Pour évaluer l'influence de la distance de projection sur le profil des dépôts, cette variable est étudiée pour des valeurs comprises entre 30 et 90 mm sur la figure 5.15.

À partir de ces résultats, la hauteur et la largeur des dépôts ont été évaluées et sont illustrées en figure 5.16.

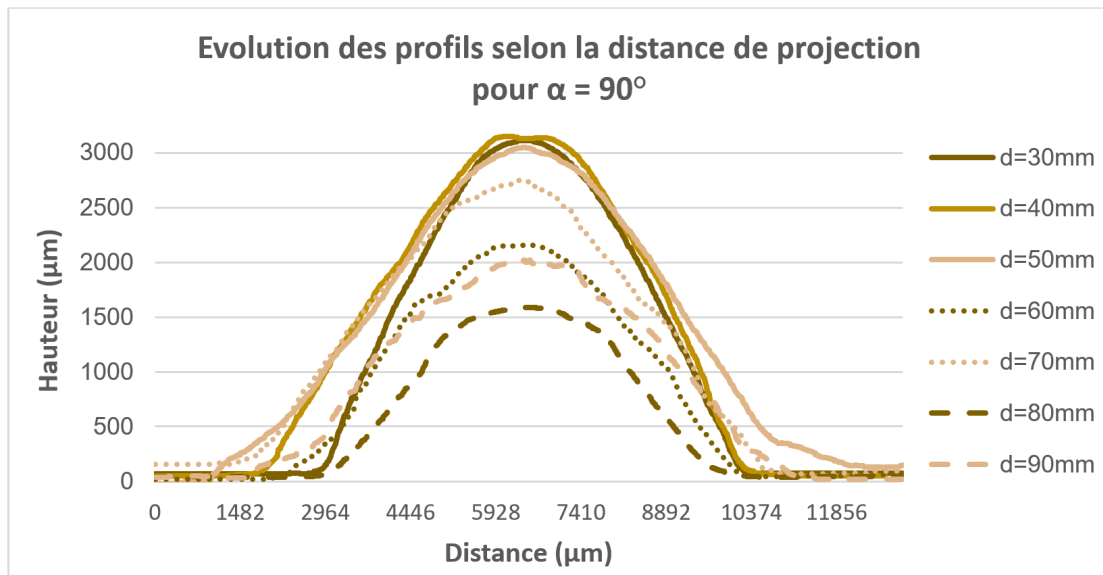


FIGURE 5.15. – Profils de la hauteur en fonction de la distance de projection pour $\alpha = 90^\circ$

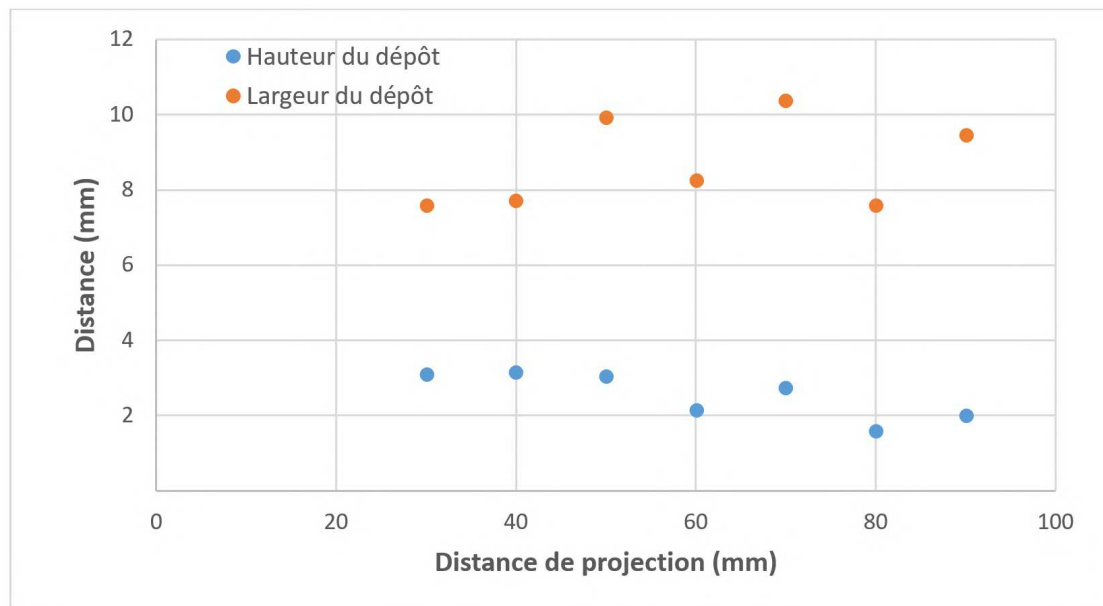


FIGURE 5.16. – Hauteur et largeur des profils en fonction de la distance de projection pour $\alpha = 90^\circ$

À 90° , pour une distance de projection comprise entre 30 et 50 mm, les profils des dépôts sont d'une hauteur similaire, mais de largeur plus grande. Pour des distances

plus grandes, les profils sont globalement, moins hauts et plus larges. Le taux de matière déposée diminue. Cela s'explique par une augmentation de la taille de spot et une diminution du rendement pour de plus grandes distances de projection. On observe aussi une variabilité élevée de la hauteur moyenne des dépôts principalement pour les distances de projection les plus élevées. Cela pourrait s'expliquer par l'influence de cette distance sur le taux de pores au sein des dépôts étudiés section 3.1.3.

Les tendances observées se confirment en étudiant la hauteur maximale des dépôts pour tous les essais effectués aux différents angles et distances de projection, qui sont regroupés sur la figure 5.17. Globalement, plus la direction de projection est inclinée et plus la distance de projection est grande, moins le dépôt est haut. Or, mises à part les distances de 30, 40 et 50 mm, pour un même angle de projection, l'augmentation de la largeur du profil s'accompagne d'une diminution de hauteur comme présenté à 90°, avec un dépôt de matière moins important, dû à un rendement plus faible. Par la suite, seules ces trois distances sont étudiées pour conserver un rendement important et une faible taille de spot, ce qui permet d'obtenir une plus grande précision spatiale lors de la construction et un assez grand rendement pour envisager ce procédé comme viable en FA.

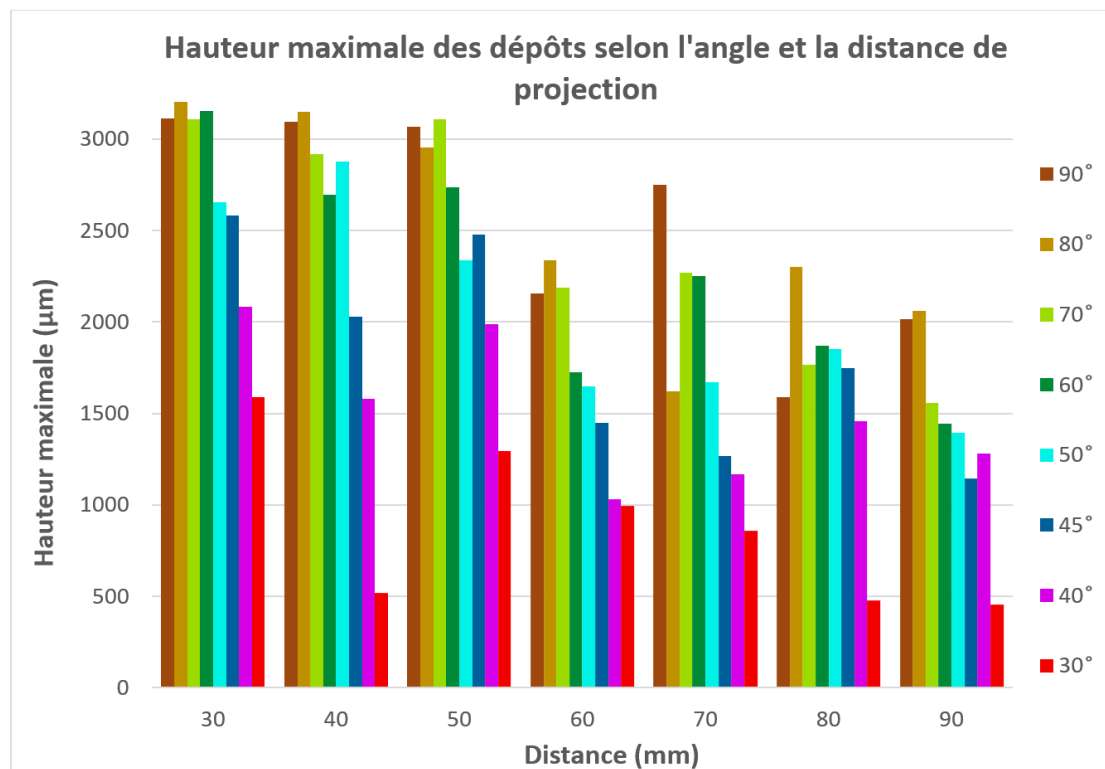


FIGURE 5.17. – Hauteur maximale des profils en fonction de l'angle et la distance de projection

5.2.1.3. Effet des contraintes résiduelles

Comme explicité dans la section 5.1.1.2, les contraintes résiduelles varient fortement en fonction de la distance de projection. Or, à 30, 40 ou même 60 mm, les contraintes sont plus élevées qu'à 50 mm, comme présenté auparavant sur la figure 5.3. Cet effet a été confirmé lors des premiers essais de construction du mur. En effet, les dépôts se délaminent ou se fissurent à 30, 40 ou 60 mm, et non à 50 mm. On peut observer cet effet sur les photographies de la figure 5.18. C'est le faible niveau de contrainte à 50 mm, qui a ainsi déterminé le choix de cette distance de projection pour le reste de l'étude.

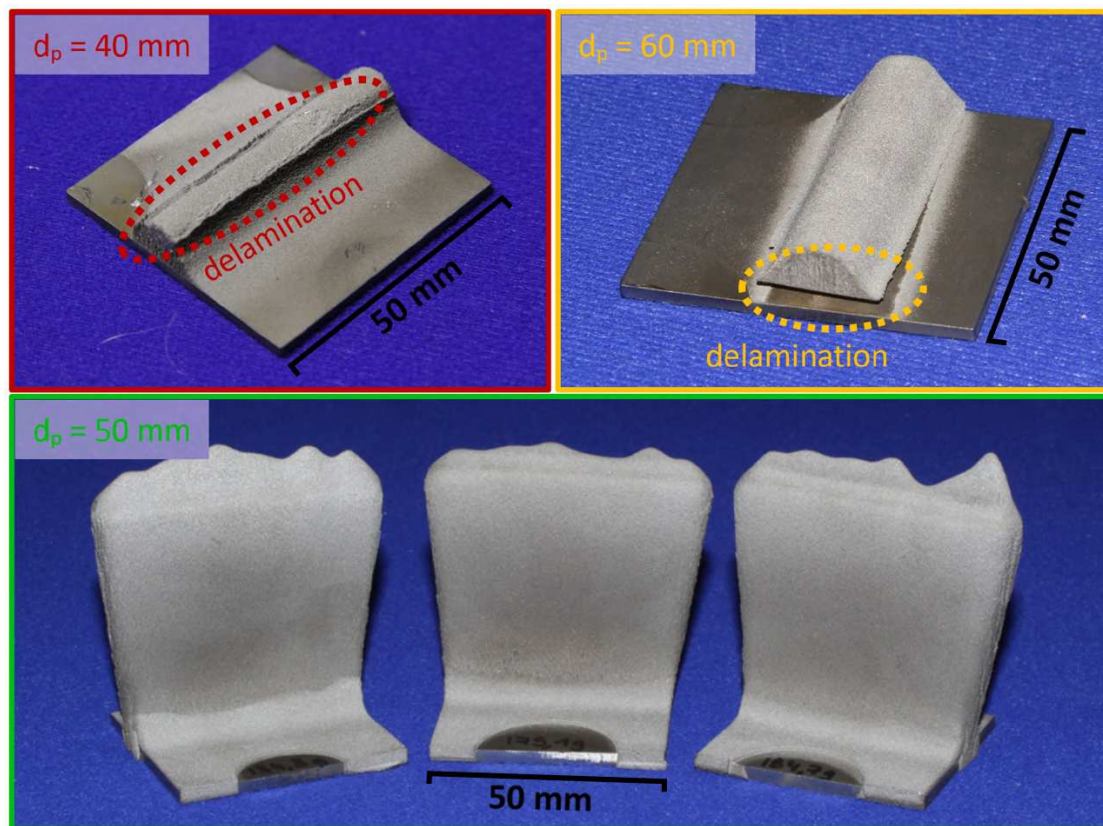


FIGURE 5.18. – Photographies de dépôts présentant des délaminations survenues aux distances de 40 et 60 mm et de murs projetés à 50 mm présentant une bonne intégrité structurelle

5.2.2. Application pour la fabrication d'un mur droit

5.2.2.1. Effet des différentes trajectoires robot

Dans un premier temps, une projection a été effectuée avec pour objectif la fabrication du mur pour une distance de projection perpendiculaire au substrat

tout au long de la projection. Ces essais, comme tous ceux visibles dans cette partie sont effectués en incrémentant la distance de projection tout au long des essais pour conserver une distance stable. Le matériau a donc été projeté sur 1 cm de large et 5 cm de long avec les conditions de projection optimisées, exceptée la distance, choisie de 50 mm, pour préserver l'intégrité structurelle du mur présenté en figure 5.19.

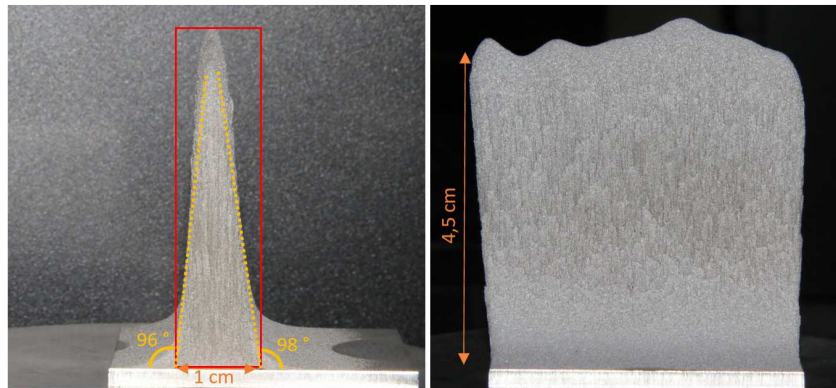


FIGURE 5.19. – Photographies du mur pour une direction de projection perpendiculaire au substrat

Le profil obtenu, n'étant pas perpendiculaire, il n'est pas adapté à la construction du mur. Pour obtenir un mur avec des pans perpendiculaires au substrat, un angle de projection α différent de 90° est donc nécessaire. À une distance de projection de 50 mm, le dépôt avec le profil le moins symétrique et se rapprochant le plus d'un triangle rectangle, a été obtenu pour un angle de projection de 45° . Les profils obtenus sont regroupés sur la figure 5.20.

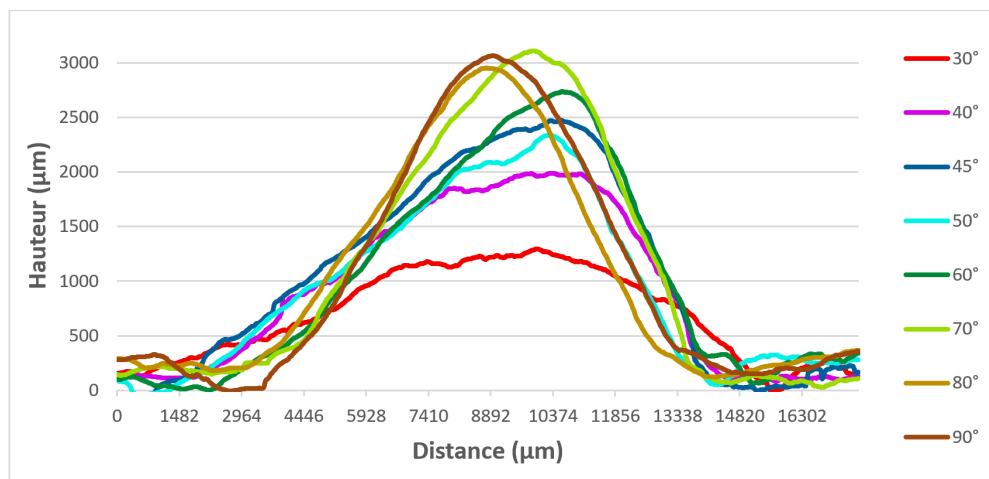


FIGURE 5.20. – Profil de la hauteur du dépôt à une distance de projection de 50 mm selon l'angle de projection α

Différentes trajectoires robots ont aussi été employées avec un angle de projection de 45° d'un côté et de 135° de l'autre pour obtenir une structure symétrique. Ces programmes ont été réalisés en suivant toujours une trajectoire linéaire passant par les même points à chaque passage robot :

- Chaque cycle du premier programme est constitué d'un passage où le pistolet est incliné d'un angle de 45° par rapport au substrat et d'un autre à 135° .
- Dans le second programme, les cycles sont composés de trois passes du pistolet : une à 90° par rapport au substrat, une inclinée d'un angle 45° et une dernière d'un angle de 135° .
- Le troisième programme comprend différents cycles consistant en cinq passages du pistolet : un à 90° par rapport au substrat, deux à 45° et deux à 135° .

Un cycle du premier, second et troisième programme est schématisé respectivement à gauche, au milieu et à droite de la figure 5.21. La succession des cycles induisant une augmentation de la hauteur du dépôt, un déplacement du pistolet par rapport au substrat a été implémenté à chaque cycle pour chaque programme afin de conserver une distance de projection constante.

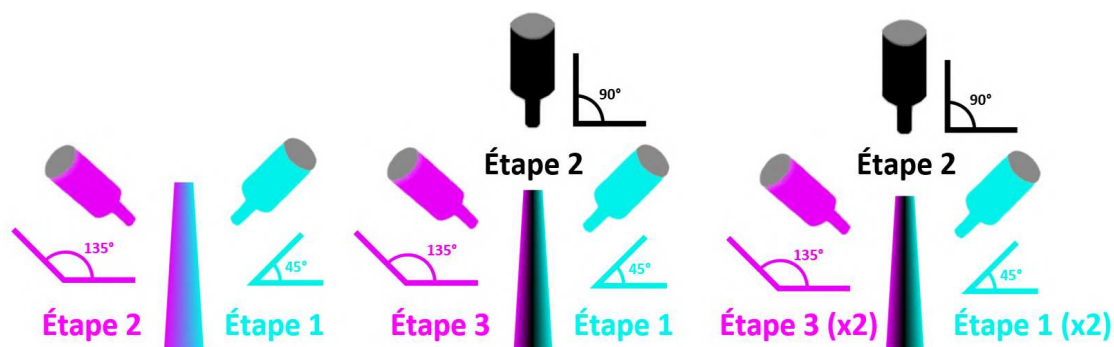


FIGURE 5.21. – Schémas représentant les différentes trajectoires robots envisagées pour la création d'un profil droit

Les profils issus des différents programmes sont tracés sur la figure 5.22. On observe que le premier – n'incluant pas de passe à 90° – ne permet pas d'envisager la construction du mur. En effet, le profil obtenu est très large, a une faible hauteur et des pans qui ne sont pas perpendiculaires. Les deux autres programmes donnent des profils plus intéressants, qui commencent à s'apparenter au profil d'un mur. Cependant, en répétant ce profil sur un plus grand nombre de cycles, on se rend compte que le profil est plus symétrique en augmentant le nombre de passages avec le pistolet incliné.

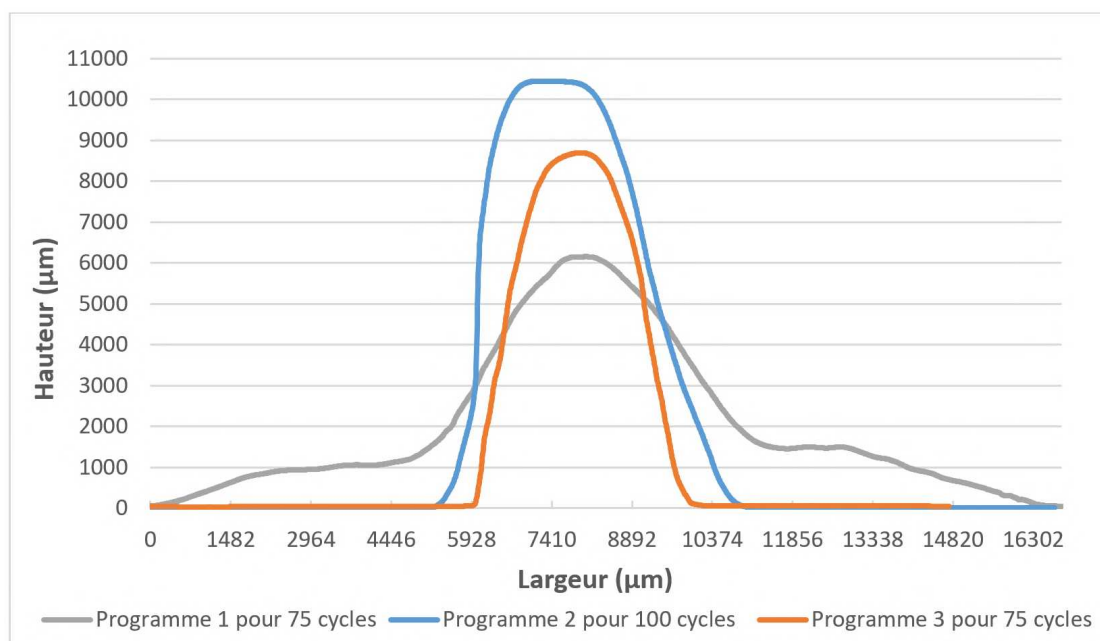


FIGURE 5.22. – Profil de la hauteur du dépôt en fonction du programme robot exploité

Après cette étude des profils, nous avons cherché à produire un mur. Pour cela, la largeur du profil doit être plus élevée, ce qui est possible en effectuant des passes à 90° séparées d'un pas de projection. Pour obtenir un profil droit, il est nécessaire d'ajouter à cela des passes à 45° et 135° de chaque côté. Un schéma illustrant un cycle de ce programme est proposé en figure 5.23. C'est en effectuant 6 passes inclinées à 45° et à 135° , que la structure, visible en figure 5.24, est la plus symétrique.

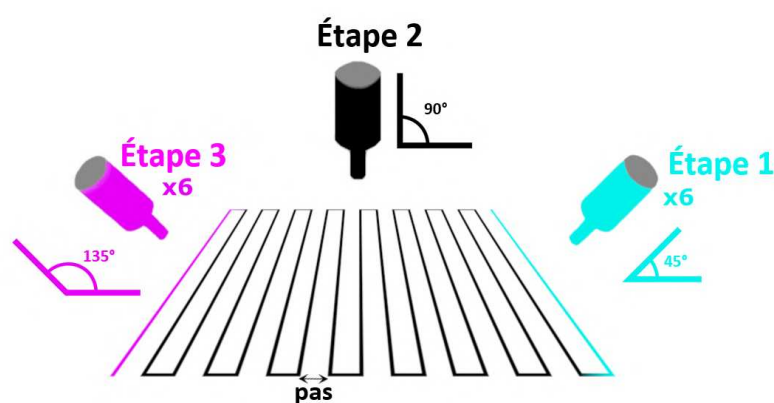


FIGURE 5.23. – Schéma représentant la trajectoire robot choisie pour la production d'un mur droit

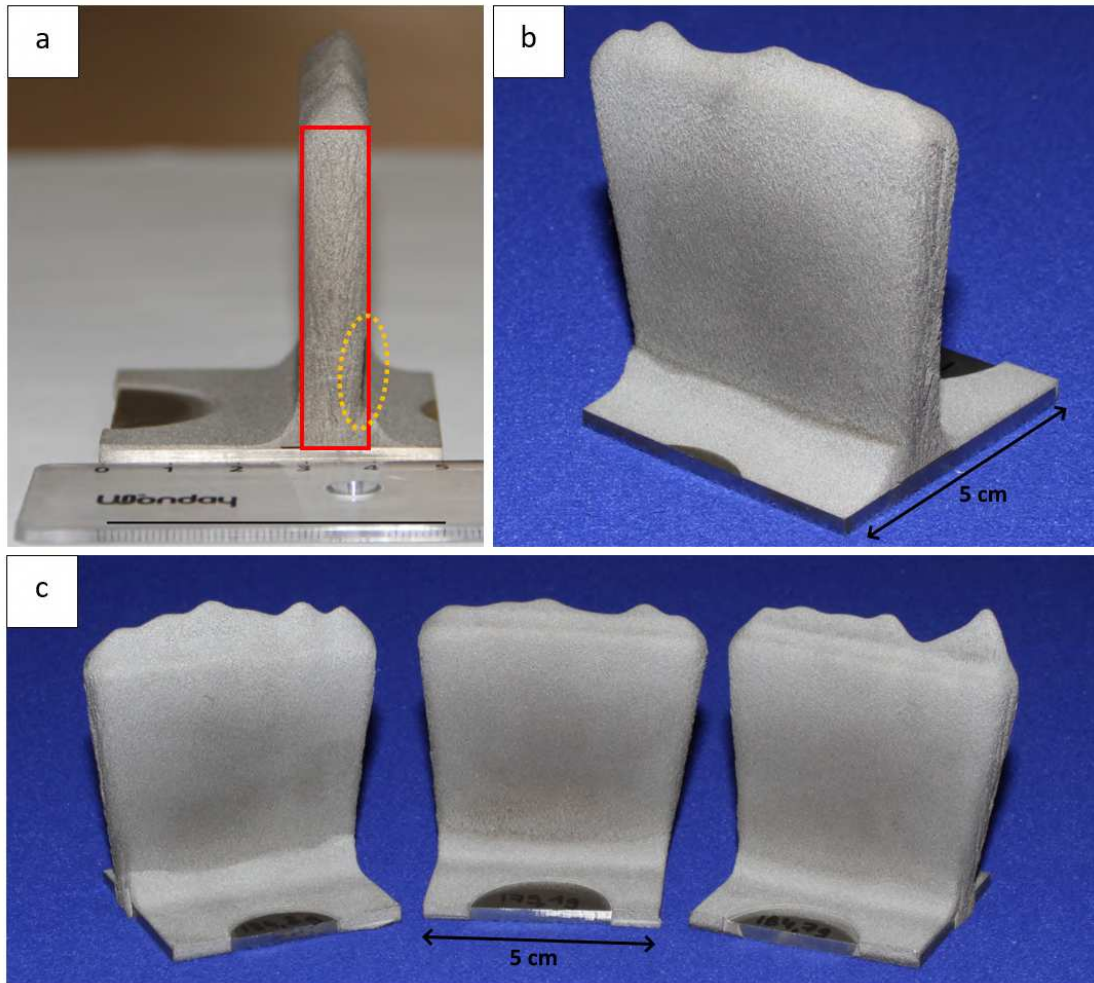


FIGURE 5.24. – Photographies des murs obtenus avec la trajectoire choisie pour les murs épais

Avec ce programme de projection, le mur respecte les dimensions voulues ($50 \times 50 \times 10 \text{ mm}^3$). De plus, les bords du mur sont tous perpendiculaires au support à moins de 2° près. On peut cependant remarquer, en pointillés orange sur la figure 5.24-a, un manque de matière sur un des pans du mur. Enfin, cette structure est reproductible, comme illustré sur la figure 5.24-c, en négligeant les variabilités du profil sur la partie supérieure du mur, au delà des 50 mm. Le succès de la réalisation d'un mur avec des pans perpendiculaires au support, permet d'envisager la construction de nouvelles pièces de forme telles que des cylindres, par exemple, en adaptant le programme précédemment proposé. Ces premiers essais de constructions par FA démontrent donc la faisabilité de pièces en Ti-6Al-4V par CSAM, après optimisation des contraintes présentes au sein du matériau.

5.2.2.2. Répartition de la porosité au sein du mur

Une fois le mur réalisé, des coupes ont été effectuées afin d'observer la répartition des pores au sein du matériau. En effet, la trajectoire robot est différente de celle utilisée dans les chapitres précédents, avec notamment un angle de projection différent. En observant la coupe de la partie inférieure d'un des murs projetés, on observe une répartition hétérogène des pores, illustrée en figure 5.25. Comme au sein de certaines éprouvettes de traction étudiées dans les chapitre 3 et 4, on note la présence des bandes de pores entre chaque cycle. Cependant on s'aperçoit surtout que le taux de pores est bien plus élevé à proximité des pans du mur, c'est-à-dire lorsque les particules sont projetées à 45 ou 135°. Ces taux de pores, pouvant atteindre les 25 % localement, engendrent des points de fragilité au sein du matériau à partir desquels des fissures pourraient se propager.

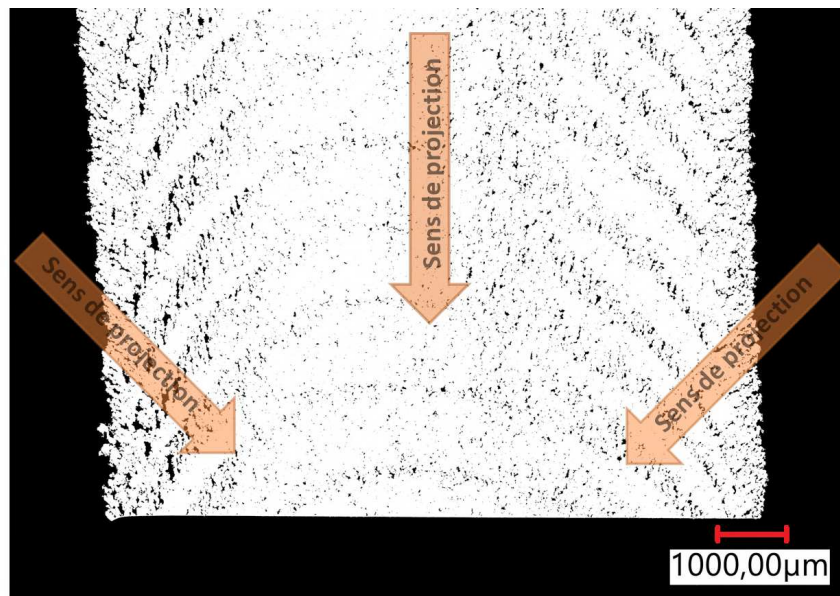


FIGURE 5.25. – Micrographie d'une coupe du mur seillée pour mettre en avant la porosité présente dans le dépôt (en noir)

Même si les traitements thermiques auraient tendance à réduire le taux de pores au sein de tels échantillons, il serait intéressant d'essayer de créer un nouveau mur, en ajoutant du grenailage *in situ*, pour observer si la réduction du taux de pores est aussi efficace lorsque le pistolet de projection est incliné, que lors des observations rapportées à la section 3.2.1 .

Conclusions du chapitre

Au cours de ce chapitre, nous avons montré que les contraintes résiduelles en cold spray ont deux origines prédominantes : des contraintes d'origine thermique, en tension et des contraintes de grenailage, en compression. Or, en modifiant les

paramètres de projection, que ce soit avec ou sans grenailage *in situ*, il est possible de contrôler le niveau de contraintes résiduelles. Ceci aurait un fort intérêt pour des applications industrielles, car cela permettrait de modifier le niveau de contrainte résiduelle au sein du matériau selon l'application et les exigences associées recherchées.

En outre, en se plaçant à des paramètres de projection permettant d'obtenir un équilibre macroscopique entre contraintes de grenailage et contraintes d'origine thermique, nous avons pu préserver l'intégrité structurelle du matériau et réaliser un mur de dimension 50x50x10 mm³. Ces résultats permettent finalement de mettre en avant l'intérêt et l'applicabilité du cold spray comme procédé de fabrication additive.

Conclusion

L'étude présentée dans ce manuscrit a été conçue pour démontrer la faisabilité, et mettre en évidence les domaines d'utilisation possibles, de pièces en Ti-6Al-4V élaborées par construction additive en cold spray. La fabrication additive est étudiée intensément de nos jours, car elle présente certains avantages, que l'on ne retrouve pas lors de fabrications par des procédés conventionnels. En effet, que ce soit par la possibilité de fabrication de pièces de formes complexes, le rechargement de surface de pièces endommagées, le gain de temps, mais aussi l'économie de matière première, ce domaine est en plein essor industriel.

Dans ce contexte, le procédé de projection cold spray reste fortement valorisable, en étant un des seuls procédés de la fabrication additive proposant une mise en forme des matériaux métalliques à l'état solide. Ces projections à des températures relativement faibles sont d'autant plus avantageuses lors de l'étude d'un matériau tel que le Ti-6Al-4V, qui présente une forte sensibilité à l'oxygène à haute température. C'est donc du Ti-6Al-4V, sous la forme d'une poudre obtenue par atomisation, qui est le matériau de base de cette étude. Cette poudre est à l'origine de chacun des échantillons analysés dans ce manuscrit et a permis l'obtention de faibles taux de pores malgré l'utilisation de l'azote en tant que gaz porteur. En optimisant les paramètres robots, la température et la pression du gaz porteur, des taux proches de 2,5 % de pores ont été atteints. Globalement, il a été observé que ce taux a tendance à baisser en diminuant l'épaisseur de la couche projetée au cours d'un cycle. Ces paramètres robots, mais aussi la dimension des pièces créées et les trajectoires robot choisies sont décisifs, car ils peuvent aussi influencer la présence ou non de bandes de pores dans l'épaisseur du matériau.

Le grenailage *in situ* a été étudié avec l'ajout d'une seconde poudre dans le flux. Après différents essais non concluants, des particules de Ti-6Al-4V ont été sélectionnées. Ces dernières sont de granulométrie supérieure et sont traitées thermiquement pour les oxyder, ce qui permet leur durcissement. Ces particules, plus grosses et plus dures, vont marteler les particules précédemment déposées sans se retrouver incluses dans les dépôts, grâce à leur vitesse plus faible. Ce nouveau paramètre de projection permet d'obtenir des dépôts quasiment denses, mais augmente aussi le taux d'oxygène dans les échantillons obtenus. Ce résultat, sûrement dû à la contamination des poudres de grenailage, a tendance à abaisser les propriétés mécaniques.

Les observations microscopiques des dépôts ont mis en exergue une conservation globale de la microstructure de la poudre projetée, ce qui appuie une nouvelle fois l'importance de son choix. Cependant, malgré la réduction du taux de pores obtenu dans l'étude d'optimisation, les propriétés en traction post-projection sont en deçà de celles du matériau élaboré par des procédés conventionnels. Seule la dureté, due à l'écaillage du matériau en cours de projection, est supérieure. Ces propriétés mécaniques réduites ont rendu indispensable l'optimisation de la microstructure par des post-traitements.

Les traitements thermiques appliqués ont eu tendance à réduire le taux de pores, à relaxer certaines contraintes résiduelles, à faire recristalliser le matériau et surtout à améliorer grandement la cohésion entre les [splats](#). En définitif, les microstructures lamellaires et équiaxes obtenues ont résulté en une évolution significative des propriétés en traction : le matériau est passé d'un comportement fragile à une ductilité pouvant atteindre 10 % d'allongement à rupture et une résistance à la traction parfois supérieure à celle du matériau forgé. Les analyses microstructurales ont mis en évidence certains éléments intrinsèques à la projection cold spray, permettant d'améliorer ses propriétés. En effet, cette étude a montré que, pour les microstructures lamellaires, le diamètre moyen des grains β parents est d'environ 50 μm , ce qui est très réduit par rapport au matériau forgé, qui présente un diamètre moyen d'environ 3 mm. Ces résultats mettent en relief l'intérêt du cold spray face aux autres procédés de fabrication additive, mais aussi face aux procédés conventionnels.

Ces premiers résultats permettent tout de même de mettre en évidence des propriétés mécaniques avantageuses après traitement thermique. Cependant, le cold spray génère de fortes contraintes en cours de projection, ce qui peut éprouver l'intégrité structurelle du matériau. En effet, sans une maîtrise des contraintes, des délaminations ou des fissures peuvent apparaître en cours de projection. Une étude de ces contraintes a été entreprise afin de permettre la création de pièces épaisses en Ti-6Al-4V et ainsi pouvoir entrer dans le cadre de la fabrication additive par cold spray. L'influence des différents paramètres de projection a été étudiée, ce qui a mis en exergue la compétition entre contraintes d'origine thermique et contraintes de grenailage, qui sont respectivement en tension et en compression. C'est cette compétition, alliée aux influences de chacun des paramètres sur ces deux "types" de contraintes, qui permet d'ajuster leurs caractéristiques. Par exemple, on pourrait faire en sorte d'obtenir des contraintes résiduelles en tension, en compression ou proches de zéro au sein d'une pièce mise en forme par cold spray. Ce résultat obtenu, tant pour les projections sans ou avec grenailage *in situ*, permet d'envisager la création de pièces avec un niveau de contraintes résiduelles choisi selon l'application voulue. Par la suite, la création d'un modèle phénoménologique pourrait être envisagée afin de déterminer les paramètres de projection nécessaires à l'obtention du niveau de contrainte recherché.

Ces analyses de contraintes ont abouti à la création de dépôts très épais avec l'étude des trajectoires pour la création d'un mur de dimension $50 \times 50 \times 10 \text{ mm}^3$. Cependant, les projections selon des angles différents de 90° révèlent une forte augmentation du taux de pores dans les pièces créées, ainsi qu'une répartition moins homogène des pores. Ces résultats prouvent l'importance de la trajectoire robot dans la création des pièces. Une perspective intéressante pourrait être d'employer du grenailage *in situ* au cours de telles projections, ce qui permettrait d'envisager la création de pièces par fabrication additive plus homogènes et moins poreuses.

Enfin, ce type de réalisation permettrait de réaliser l'usinage d'éprouvettes obtenues dans des conditions plus proches de la réalité de la fabrication additive de pièces par cold spray et ainsi de comparer les propriétés du matériau dans le sens de projection avec celles obtenues précédemment. Cette étude a tout de même permis de montrer la potentielle réalisation de pièces en Ti-6Al-4V par voie additive en cold spray, avec des propriétés avantageuses. Industriellement, le cold spray pourrait donc exister en tant que procédé de fabrication additive, et même proposer de nouvelles applications pour les alliages de titane.

En plus de ces résultats, ces travaux ouvrent des perspectives d'études intéressantes. Tout d'abord, l'amélioration de la ductilité des échantillons projetés sans grenailage *in situ* pourrait passer par une meilleure réduction du taux de pores. Tout d'abord, nous avons montré que les projections à $1100 \text{ }^\circ\text{C}$ permettaient d'abaisser ce taux au sein des échantillons projetés, ainsi le simple fait d'augmenter la température de projection devrait améliorer la ductilité des échantillons après traitement thermique. De plus, certaines études rapportées dans la littérature permettent de se rendre compte que la modification de la poudre de départ et principalement de sa morphologie permettrait d'envisager une telle diminution. En effet, il a été rapporté que des poudres de morphologies "corail" ou même irrégulière permettent d'obtenir des taux de pores inférieurs par rapport à des poudres sphériques pour des conditions de projection similaires [108, 119]. En outre, la compaction isostatique à chaud a permis de réduire la porosité en cold spray avec du Ti-6Al-4V ou d'autres matériaux [13, 41] et pourrait permettre, en outre, d'améliorer la cohésion entre les **splats**. Concernant les essais de projection avec grenailage *in situ*, une amélioration possible serait de choisir un matériau de grenailage différent, permettant l'obtention de résultats similaires sans augmenter la concentration en oxygène au sein des dépôts. En effet, le fait d'employer une poudre de grenailage oxydée doit jouer un rôle dans l'augmentation de la concentration en oxygène. Il paraît aussi nécessaire de choisir un matériau plus résistant pour la réalisation des tuyères afin d'éviter de les éroder trop rapidement. Enfin, il serait utile de poursuivre ce travail en analysant les propriétés en température ou en fatigue, pour évaluer plus précisément les domaines d'utilisation possibles de pièces en Ti-6Al-4V élaborées par construction additive en cold spray. En effet, la grande dimension des pores, par exemple, pourrait influencer significativement les propriétés du matériau en

fatigue. Enfin, de nouveaux traitements thermiques pourraient être mis en place pour obtenir un matériau à gradient de microstructures permettant de fournir une meilleure ductilité à proximité des pores.

Bibliographie

- [1] T. AHMED et H. RACK. « Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys ». In : *Materials Science and Engineering : A* 243.1-2 (mar. 1998), p. 206–211 (cf. p. [39](#), [40](#), [141](#)).
- [2] J. AJAJA, D. GOLDBAUM et R. R. CHROMIK. « Characterization of Ti cold spray coatings by indentation methods ». In : *Acta Astronautica* 69.11-12 (déc. 2011), p. 923–928 (cf. p. [49](#)).
- [3] L. AJDELSZTAJN, J. M. SCHOENUNG, B. JODOIN et G. E. KIM. « Cold spray deposition of nanocrystalline aluminum alloys ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 36.3 (mar. 2005), p. 657–666 (cf. p. [21](#)).
- [4] A. ALKHIMOV, A. POPYRIN, V. KOSAREV et N. NESTEROVICH. « Method for application of metal-powder coatings ». European patent. Jan. 1995 (cf. p. [11](#)).
- [5] A. ALKHIMOV, A. POPYRIN, V. KOSAREV, N. NESTEROVICH et al. « Gas-dynamic spraying method for applying a coating ». American patent. Déc. 1994 (cf. p. [11](#)).
- [6] A. S. M. ANG, N. SANPO, M. L. SESSO, S. Y. KIM et al. « Thermal spray maps : Material genomics of processing technologies ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 22.7 (oct. 2013), p. 1170–1183 (cf. p. [13](#)).
- [7] H. ASSADI, H. KREYE, F. GÄRTNER et T. KLASSEN. « Cold spraying – A materials perspective ». In : *Acta Materialia* 116 (sept. 2016), p. 382–407 (cf. p. [13](#), [17](#), [52](#)).
- [8] M. ATAPOUR, A. PILCHAK, G. S. FRANKEL, J. C. WILLIAMS et al. « Corrosion behavior of Ti-6Al-4V with different thermomechanical treatments and microstructures ». In : *CORROSION* 66.6 (juin 2010), p. 065004–065004–9 (cf. p. [42](#)).
- [9] A. ATTANASIO, M. GELFI, A. POLA, E. CERETTI et al. « Influence of material microstructures in micromilling of Ti6Al4V alloy ». In : *Materials* 6.9 (sept. 2013), p. 4268–4283 (cf. p. [43](#)).
- [10] A. AZARNIYA, X. G. COLERA, M. J. MIRZAALI, S. SOVIZI et al. « Additive manufacturing of Ti-6Al-4V parts through laser metal deposition (LMD) : Process, microstructure, and mechanical properties ». In : *Journal of Alloys and Compounds* 804 (oct. 2019), p. 163–191 (cf. p. [10](#), [57](#)).

- [11] F. BACHMANN, R. HIELSCHER et H. SCHAEBEN. « Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox ». In : *Solid State Phenomena* 160 (fév. 2010), p. 63–68 (cf. p. 140).
- [12] S. BAGHERIFARD et M. GUAGLIANO. « Fatigue performance of cold spray deposits : Coating, repair and additive manufacturing cases ». In : *International Journal of Fatigue* 139 (oct. 2020), p. 105744 (cf. p. 118).
- [13] A. BALACHANDRAMURTHI, J. MOVERARE, S. MAHADE et R. PEDERSON. « Additive manufacturing of alloy 718 via electron beam melting : Effect of post-treatment on the microstructure and the mechanical properties ». In : *Materials* 12.1 (déc. 2018), p. 68 (cf. p. 8, 189).
- [14] N. BARADEL. « Étude de la génération des contraintes résiduelles au sein de revêtements de zircone yttrée réalisés par projection plasma sur substrats métalliques ». French. Thèse de doct. École Nationale Des Mines de Paris, 1999 (cf. p. 26, 27).
- [15] C. BARLIER et A. BERNARD. *Fabrication additive : du prototypage rapide à l'impression 3D*. French. Paris : Dunod, 2016 (cf. p. 7, 10).
- [16] B. BAUFELD, E. BRANDL et O. van der BIEST. « Wire based additive layer manufacturing : Comparison of microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V components fabricated by laser-beam deposition and shaped metal deposition ». In : *Journal of Materials Processing Technology* 211.6 (juin 2011), p. 1146–1158 (cf. p. 10).
- [17] M. BENABDI et A. ROCHE. « Mechanical properties of thin and thick coatings applied to various substrates. Part I. An elastic analysis of residual stresses within coating materials ». In : *Journal of Adhesion Science and Technology* 11.2 (jan. 1997), p. 281–299 (cf. p. 29, 30).
- [18] S. S. AL-BERMANI, M. L. BLACKMORE, W. ZHANG et I. TODD. « The origin of microstructural diversity, texture, and mechanical properties in electron beam melted Ti-6Al-4V ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 41.13 (déc. 2010), p. 3422–3434 (cf. p. 10).
- [19] M. BERVEILLER et F. D. FISCHER. *Mechanics of solids with phase changes*. Vienna : Springer Vienna, 1997 (cf. p. 30).
- [20] V. S. BHATTIPROLU, K. W. JOHNSON, O. C. OZDEMIR et G. A. CRAWFORD. « Influence of feedstock powder and cold spray processing parameters on microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V cold spray depositions ». In : *Surface and Coatings Technology* 335 (fév. 2018), p. 1–12 (cf. p. 14, 49).
- [21] A. BHOWMIK, A. WEI-YEE TAN, W. SUN, Z. WEI et al. « On the heat-treatment induced evolution of residual stress and remarkable enhancement of adhesion strength of cold sprayed Ti-6Al-4V coatings ». In : *Results in Materials* 7 (sept. 2020), p. 100119 (cf. p. 126, 165).

- [22] A. M. BIRT, V. K. CHAMPAGNE, R. D. SISSON et D. APELIAN. « Microstructural analysis of cold-sprayed Ti-6Al-4V at the micro- and nano-scale ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 24.7 (oct. 2015), p. 1277–1288 (cf. p. [49](#), [112](#)).
- [23] D. BORUAH, B. AHMAD, T. L. LEE, S. KABRA et al. « Evaluation of residual stresses induced by cold spraying of Ti-6Al-4V on Ti-6Al-4V substrates ». In : *Surface and Coatings Technology* 374 (sept. 2019), p. 591–602 (cf. p. [31](#), [49](#), [165](#), [172](#)).
- [24] D. BORUAH, X. ZHANG et M. DORÉ. « Theoretical prediction of residual stresses induced by cold spray with experimental validation ». In : *Multidiscipline Modeling in Materials and Structures* 15.3 (mai 2019), p. 599–616 (cf. p. [31](#), [32](#)).
- [25] A. BOUZID et M. DUVAL. *fabrication additive*. French. Centre d’expertise et d’innovation sur l’aluminium. Nov. 2017 (cf. p. [8](#)).
- [26] W. G. BRAMMER et C. G. RHODES. « Determination of omega phase morphology in Ti-35% Nb by transmission electron microscopy ». In : *Philosophical Magazine* 16.141 (sept. 1967), p. 477–486 (cf. p. [38](#)).
- [27] E. BRANDL et D. GREITEMEIER. « Microstructure of additive layer manufactured Ti-6Al-4V after exceptional post heat treatments ». In : *Materials Letters* 81 (août 2012), p. 84–87 (cf. p. [58](#)).
- [28] E. BRANDL, V. MICHAILOV, B. VIEHWEGER et C. LEYENS. « Deposition of Ti-6Al-4V using laser and wire, part II : Hardness and dimensions of single beads ». In : *Surface and Coatings Technology* 206.6 (déc. 2011), p. 1130–1141 (cf. p. [58](#)).
- [29] M. BRAY, A. COCKBURN et W. O’NEIL. « The laser-assisted cold spray process and deposit characterisation ». In : *Surface and Coatings Technology* 203.19 (juin 2009), p. 2851–2857 (cf. p. [111](#)).
- [30] A. BRENNER et S. SENDEROFF. « Calculation of stress in electrodeposits from the curvature of a plated strip ». In : *Journal of Research of the National Bureau of Standards* 42.RP1954 (fév. 1949), p. 105–123 (cf. p. [29](#)).
- [31] D. A. BRICE, R. M. RAHIMI et D. F. BAHR. « Hardening particulate Ti media through controlled oxidation ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 50.9 (sept. 2019), p. 3980–3984 (cf. p. [80](#)).
- [32] F. BRIDIER, P. VILLECHAISE et J. MENDEZ. « Analysis of the different slip systems activated by tension in a α/β titanium alloy in relation with local crystallographic orientation ». In : *Acta Materialia* 53.3 (fév. 2005), p. 555–567 (cf. p. [80](#), [157](#)).

- [33] M. BUNEL. « Influence du traitement thermique des poudres sur le dépôt par projection dynamique par gaz froid (“ cold spray ”) d’alliage d’aluminium 2024 pour la fabrication additive. » French. Thèse de doct. Mines Paris Tech, 2020 (cf. p. 176).
- [34] J. BUSTILLOS, J. KIM et A. MORIDI. « Exploiting lack of fusion defects for microstructural engineering in additive manufacturing ». In : *Additive Manufacturing* 48 (déc. 2021), p. 102399 (cf. p. 142, 148, 154).
- [35] P. CAVALIERE. *Cold-Spray Coatings*. Cham : Springer International Publishing, 2018 (cf. p. 15, 20, 25, 54, 110, 118).
- [36] P. CAVALIERE, A. PERRONE et A. SILVELLO. « Fatigue behaviour of Inconel 625 cold spray coatings ». In : *Surface Engineering* 34.5 (mai 2018), p. 380–391 (cf. p. 23).
- [37] V. CHAMPAGNE et D. HELFRITCH. « The unique abilities of cold spray deposition ». In : *International Materials Reviews* 61.7 (oct. 2016), p. 437–455 (cf. p. 25).
- [38] V. K. CHAMPAGNE, D. HELFRITCH, P. LEYMAN, S. GREND AHL et al. « Interface material mixing formed by the deposition of copper on aluminum by means of the cold spray process ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 14.3 (sept. 2005), p. 330–334 (cf. p. 21).
- [39] N. M. CHAVAN, B. KIRAN, A. JYOTHIRMAYI, P. S. PHANI et al. « The corrosion behavior of cold sprayed Zinc coatings on mild steel substrate ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 22.4 (avr. 2013), p. 463–470 (cf. p. 55).
- [40] C. CHEN, Y. XIE, C. VERDY, R. HUANG et al. « Numerical investigation of transient coating build-up and heat transfer in cold spray ». In : *Surface and Coatings Technology* 326 (oct. 2017), p. 355–365 (cf. p. 24).
- [41] C. CHEN, Y. XIE, X. YAN, S. YIN et al. « Effect of hot isostatic pressing (HIP) on microstructure and mechanical properties of Ti6Al4V alloy fabricated by cold spray additive manufacturing ». In : *Additive Manufacturing* 27 (mai 2019), p. 595–605 (cf. p. 189).
- [42] A. H. CHERN, P. NANDWANA, R. MCDANIELS, R. R. DEHOFF et al. « Build orientation, surface roughness, and scan path influence on the microstructure, mechanical properties, and flexural fatigue behavior of Ti–6Al–4V fabricated by electron beam melting ». In : *Materials Science and Engineering : A* 772 (jan. 2020), p. 138740 (cf. p. 57, 147).
- [43] W. CHOI, L. LI, V. LUZIN, R. NEISER et al. « Integrated characterization of cold sprayed aluminum coatings ». In : *Acta Materialia* 55.3 (fév. 2007), p. 857–866 (cf. p. 31).

- [44] Y. CHONG, T. BHATTACHARJEE, M.-H. PARK, A. SHIBATA et al. « Factors determining room temperature mechanical properties of bimodal microstructures in Ti-6Al-4V alloy ». In : *Materials Science and Engineering : A* 730 (juil. 2018), p. 217–222 (cf. p. 143).
- [45] Y. CHONG, T. BHATTACHARJEE, J. YI, A. SHIBATA et al. « Mechanical properties of fully martensite microstructure in Ti-6Al-4V alloy transformed from refined beta grains obtained by rapid heat treatment (RHT) ». In : *Scripta Materialia* 138 (sept. 2017), p. 66–70 (cf. p. 142, 148, 154).
- [46] Y. CHONG, G. DENG, S. GAO, J. YI et al. « Yielding nature and Hall-Petch relationships in Ti-6Al-4V alloy with fully equiaxed and bimodal microstructures ». In : *Scripta Materialia* 172 (nov. 2019), p. 77–82 (cf. p. 142, 146, 147).
- [47] T. W. CLYNE et S. C. GILL. « Residual stresses in thermal spray coatings and their effect on interfacial adhesion : A review of recent work ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 5.4 (déc. 1996), p. 401–418 (cf. p. 30).
- [48] P. C. COLLINS, S. KODURI, B. WELK, J. TILEY et al. « Neural Networks Relating Alloy Composition, Microstructure, and Tensile Properties of α/β -Processed TIMETAL 6-4 ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 44.3 (mar. 2013), p. 1441–1453 (cf. p. 146, 147).
- [49] J. R. DAVIS. *Heat-resistant materials*. Sous la dir. d'ASM INTERNATIONAL. 2. print. ASM specialty handbook. Materials Park, Ohio : ASM Internat, 1999 (cf. p. 36).
- [50] B. DERBY. « Dynamic recrystallisation : The steady state grain size ». In : *Scripta Metallurgica et Materialia* 27.11 (déc. 1992), p. 1581–1585 (cf. p. 52).
- [51] M. J. DONACHIE. *Titanium : a technical guide*. 2. print. Metals Park, Ohio : ASM International, 1989 (cf. p. 1, 33, 40).
- [52] T. DUERIG, J. ALBRECHT, D. RICHTER et P. FISCHER. « Formation and reversion of stress induced martensite in Ti-10V-2Fe-3Al ». In : *Acta Metallurgica* 30.12 (déc. 1982), p. 2161–2172 (cf. p. 48).
- [53] J. ELMER, T. PALMER, S. BABU et E. SPECHT. « In situ observations of lattice expansion and transformation rates of α and β phases in Ti-6Al-4V ». In : *Materials Science and Engineering : A* 391.1-2 (jan. 2005), p. 104–113 (cf. p. 37).
- [54] Z. FAN. « The $\beta \rightarrow \omega$ transformation during room temperature aging in rapidly solidified Ti-6Al-4V alloy ». In : *Scripta Metallurgica et Materialia* 31.11 (déc. 1994), p. 1519–1524 (cf. p. 38).
- [55] P. L. FAUCHAIS, J. V. HEBERLEIN et M. I. BOULOS. *Thermal spray fundamentals*. Boston, MA : Springer US, 2014 (cf. p. 26–29).

- [56] R. FERNÁNDEZ, D. MACDONALD, A. NASTIĆ, B. JODOIN et al. « Enhancement and prediction of adhesion strength of copper cold spray coatings on steel substrates for nuclear fuel repository ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 25.8 (déc. 2016), p. 1577–1587 (cf. p. 21).
- [57] F. FROES. « Powder metallurgy of titanium alloys ». In : *Advances in Powder Metallurgy*. Elsevier, 2013, p. 202–240 (cf. p. 57, 58, 147).
- [58] H. FUKANUMA. « Simulation of cold spray nozzle accompanying a water-cooling adjustment ». In : *Plasma Giken Co.* (2011), p. 7 (cf. p. 20, 68).
- [59] P. GADAUD. « Elastic properties characterization by means of dynamic resonant technique ». In : *Materials Characterization : Modern Methods and Applications*. Jenny Stanford Publishing. Jan. 2016, p. 326–338 (cf. p. 75).
- [60] H. GALARRAGA, D. A. LADOS, R. R. DEHOFF, M. M. KIRKA et al. « Effects of the microstructure and porosity on properties of Ti-6Al-4V ELI alloy fabricated by electron beam melting (EBM) ». In : *Additive Manufacturing* 10 (avr. 2016), p. 47–57 (cf. p. 57, 146).
- [61] M. GALATI et L. IULIANO. « A literature review of powder-based electron beam melting focusing on numerical simulations ». In : *Additive Manufacturing* 19 (jan. 2018), p. 1–20 (cf. p. 9).
- [62] B. d. GÉLAS, M. ARMAND, L. SÉRAPHIN et R. TRICOT. « Titane et alliages de titane ». French. In : *Techniques de l'ingénieur* (juil. 1976), p. 17 (cf. p. 33).
- [63] D. GOLDBAUM, J. M. SHOCKLEY, R. R. CHROMIK, A. REZAEIAN et al. « The effect of deposition conditions on adhesion strength of Ti and Ti6Al4V cold spray splats ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 21.2 (mar. 2012), p. 288–303 (cf. p. 49, 50).
- [64] M. GRUJICIC, J. SAYLOR, D. BEASLEY, W. DEROSSET et al. « Computational analysis of the interfacial bonding between feed-powder particles and the substrate in the cold-gas dynamic-spray process ». In : *Applied Surface Science* 219.3-4 (déc. 2003), p. 211–227 (cf. p. 20, 21).
- [65] M. GRUJICIC, C. ZHAO, W. DEROSSET et D. HELFRITCH. « Adiabatic shear instability based mechanism for particles/substrate bonding in the cold-gas dynamic-spray process ». In : *Materials & Design* 25.8 (déc. 2004), p. 681–688 (cf. p. 18, 19).
- [66] D. D. GU, W. MEINERS, K. WISSENBACH et R. POPRAWA. « Laser additive manufacturing of metallic components : materials, processes and mechanisms ». In : *International Materials Reviews* 57.3 (mai 2012), p. 133–164 (cf. p. 9).
- [67] S. GUETTA, M. H. BERGER, F. BORIT, V. GUIPONT et al. « Influence of particle velocity on adhesion of cold-sprayed splats ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 18.3 (sept. 2009), p. 331–342 (cf. p. 54).

- [68] S. HANADA et O. IZUMI. « Transmission electron microscopic observations of mechanical twinning in metastable beta titanium alloys ». In : *Metallurgical Transactions A* 17.8 (août 1986), p. 1409–1420 (cf. p. 48).
- [69] S. HANADA, T. YOSHIO et O. IZUMI. « Effect of plastic deformation modes on tensile properties of beta titanium alloys ». In : *Transactions of the Japan Institute of Metals* 27.7 (1986), p. 496–503 (cf. p. 48).
- [70] S. HÉMERY, A. NAIT-ALI et P. VILLECHAISE. « Combination of in-situ SEM tensile test and FFT-based crystal elasticity simulations of Ti-6Al-4V for an improved description of the onset of plastic slip ». In : *Mechanics of Materials* 109 (juin 2017), p. 1–10 (cf. p. 45).
- [71] S. HÉMERY, P. VILLECHAISE et D. BANERJEE. « Microplasticity at room temperature in α/β titanium alloys ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 51.10 (oct. 2020), p. 4931–4969 (cf. p. 48).
- [72] B. HOLMBERG, M. YHLAND, R. DAHLBOM, J. SJÖVALL et al. « Disorder and order in solid solutions of oxygen in alpha-titanium. » In : *Acta Chemica Scandinavica* 16 (1962), p. 1245–1250 (cf. p. 36).
- [73] C. H. HSUEH et A. G. EVANS. « Residual stresses in metal/ceramic bonded strips ». In : *Journal of the American Ceramic Society* 68.5 (mai 1985), p. 241–248 (cf. p. 28).
- [74] C. HUANG, H. WU, Y. XIE, W. LI et al. « Advanced brass-based composites via cold-spray additive-manufacturing and its potential in component repairing ». In : *Surface and Coatings Technology* 371 (août 2019), p. 211–223 (cf. p. 24).
- [75] R. HUANG, M. SONE, W. MA et H. FUKANUMA. « The effects of heat treatment on the mechanical properties of cold-sprayed coatings ». In : *Surface and Coatings Technology* 261 (jan. 2015), p. 278–288 (cf. p. 2, 49, 56, 118, 126).
- [76] T. HUSSAIN, D. G. MCCARTNEY, P. H. SHIPWAY et D. ZHANG. « Bonding mechanisms in cold spraying : The contributions of metallurgical and mechanical components ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 18.3 (sept. 2009), p. 364–379 (cf. p. 20, 21, 23).
- [77] O. M. IVASISHIN et R. V. TELIOVICH. « Potential of rapid heat treatment of titanium alloys and steels ». In : *Materials Science and Engineering : A* 263.2 (mai 1999), p. 142–154 (cf. p. 37).
- [78] R. JAFFEE. « The physical metallurgy of titanium alloys ». In : *Progress in Metal Physics* 7 (jan. 1958), p. 65–163 (cf. p. 37, 110).
- [79] R. I. JAFFEE et N. E. PROMISEL. *The science, technology, and application of titanium : proceedings*. 1st ed. Oxford New York : Pergamon Press, 1970 (cf. p. 111, 136).

- [80] X. JI, I. GUTIERREZ-URRUTIA, S. EMURA, T. LIU et al. « Twinning behavior of orthorhombic- α ” martensite in a Ti-7.5Mo alloy ». In : *Science and Technology of Advanced Materials* 20.1 (déc. 2019), p. 401–411 (cf. p. 38).
- [81] T. JOHNSON. *Metal coated particles and defense applications*. Worcester, USA, juin 2013 (cf. p. 25).
- [82] S. KATAYAMA. *Handbook of laser welding technologies*. Woodhead Publishing series in electronic and optical materials 41. Cambridge : Woodhead Publishing Limited, 2013 (cf. p. 10, 11).
- [83] C. M. KAY et J. KARTHIKEYAN. *High pressure cold spray : principles and applications*. Materials Park, Ohio : ASM International, 2016 (cf. p. 26, 118).
- [84] K. KEMPEN, B. VRANCKEN, S. BULS, L. THIJS et al. « Selective laser melting of crack-free high density M2 high speed steel parts by baseplate preheating ». In : *Journal of Manufacturing Science and Engineering* 136.6 (déc. 2014), p. 061026 (cf. p. 8, 57).
- [85] N. KHUN, A. TAN, K. BI et E. LIU. « Effects of working gas on wear and corrosion resistances of cold sprayed Ti-6Al-4V coatings ». In : *Surface and Coatings Technology* 302 (sept. 2016), p. 1–12 (cf. p. 2, 50).
- [86] K. KIM, M. WATANABE, J. KAWAKITA et S. KURODA. « Grain refinement in a single titanium powder particle impacted at high velocity ». In : *Scripta Materialia* 59.7 (oct. 2008), p. 768–771 (cf. p. 49).
- [87] P. C. KING, C. BUSCH, T. KITTEL-SHERRI, M. JAHEDI et al. « Interface melding in cold spray titanium particle impact ». In : *Surface and Coatings Technology* 239 (jan. 2014), p. 191–199 (cf. p. 49).
- [88] S. LAMPMAN. « Wrought titanium and titanium alloys ». In : *Properties and Selection : Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials*. ASM International, 1990, p. 592–633 (cf. p. 41, 42, 126, 143).
- [89] C. LAVOGIEZ. « Etude de l’effet “ dwell ” dans le Ti-6Al-4V : mécanismes de déformation et d’amorçage de fissures en relation avec l’orientation cristallographique locale de la phase α p ». French. Thèse de doct. Poitiers : ISAE-ENSMA, mar. 2020 (cf. p. 46, 156).
- [90] Y. LEE et G. WELSCH. « Young’s modulus and damping of Ti-6Al-4V alloy as a function of heat treatment and oxygen concentration ». In : *Materials Science and Engineering : A* 128.1 (août 1990), p. 77–89 (cf. p. 38).
- [91] J. Y. LEK, A. BHOWMIK, A. W.-Y. TAN, W. SUN et al. « Understanding the microstructural evolution of cold sprayed Ti-6Al-4V coatings on Ti-6Al-4V substrates ». In : *Applied Surface Science* 459 (nov. 2018), p. 492–504 (cf. p. 49, 112).
- [92] W. LI, K. YANG, S. YIN, X. YANG et al. « Solid-state additive manufacturing and repairing by cold spraying : A review ». In : *Journal of Materials Science & Technology* 34.3 (mar. 2018), p. 440–457 (cf. p. 1, 118).

- [93] W.-Y. LI, C. ZHANG, X. GUO, J. XU et al. « Ti and Ti-6Al-4V coatings by cold spraying and microstructure modification by heat treatment ». In : *Advanced Engineering Materials* 9.5 (mai 2007), p. 418–423 (cf. p. [49](#), [50](#), [126](#)).
- [94] W.-Y. LI, C. ZHANG, H.-T. WANG, X. GUO et al. « Significant influences of metal reactivity and oxide films at particle surfaces on coating microstructure in cold spraying ». In : *Applied Surface Science* 253.7 (jan. 2007), p. 3557–3562 (cf. p. [1](#), [49](#), [51](#)).
- [95] H. LIAO, P. VASLIN, Y. YANG et C. CODDET. « Determination of residual stress distribution from in situ curvature measurements for thermally sprayed WC/Co coatings ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 6.2 (juin 1997), p. 235–241 (cf. p. [26](#)).
- [96] S. LIU et Y. C. SHIN. « Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy : A review ». In : *Materials & Design* 164 (fév. 2019), p. 107552 (cf. p. [59](#), [61](#), [154](#)).
- [97] T. LIU, J. D. LEAZER, H. BANNISTER, W. A. STORY et al. « Influence of alloy additions on the microstructure, texture, and hardness of low-pressure cold-sprayed Al-Cu alloys ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 28.5 (juin 2019), p. 904–916 (cf. p. [55](#)).
- [98] Z. LIU et G. WELSCH. « Effects of oxygen and heat treatment on the mechanical properties of alpha and beta titanium alloys ». In : *Metallurgical Transactions A* 19.3 (mar. 1988), p. 527–542 (cf. p. [36](#)).
- [99] X.-T. LUO, Y.-K. WEI, Y. WANG et C.-J. LI. « Microstructure and mechanical property of Ti and Ti6Al4V prepared by an in-situ shot peening assisted cold spraying ». In : *Materials & Design* 85 (nov. 2015), p. 527–533 (cf. p. [49–52](#), [94](#), [99](#), [101](#)).
- [100] X.-T. LUO, E.-J. YANG, F.-L. SHANG, G.-J. YANG et al. « Microstructure, mechanical properties, and two-body abrasive wear behavior of cold-sprayed 20 vol.% cubic BN-NiCrAl nanocomposite coating ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 23.7 (oct. 2014), p. 1181–1190 (cf. p. [55](#)).
- [101] X.-T. LUO, M.-L. YAO, N. MA, M. TAKAHASHI et al. « Deposition behavior, microstructure and mechanical properties of an in-situ micro-forging assisted cold spray enabled additively manufactured Inconel 718 alloy ». In : *Materials & Design* 155 (oct. 2018), p. 384–395 (cf. p. [2](#), [56](#), [118](#)).
- [102] G. LÜTJERING, J. C. WILLIAMS et A. GYSLER. « Microstructure and mechanical properties of titanium alloys ». In : *Microstructure and Properties of Materials*. T. 2. World Scientific, oct. 2000, p. 1–77 (cf. p. [1](#), [36](#), [41](#), [42](#)).
- [103] G. LÜTJERING et J. C. WILLIAMS. *Titanium*. Sous la dir. de B. DERBY. Engineering Materials and Processes. Berlin : Springer, 2003 (cf. p. [33](#), [34](#), [39–44](#), [126](#), [143](#)).

- [104] G. LÜTJERING et J. C. WILLIAMS. *Titanium : with 51 tables*. 2. ed. Engineering materials and processes. Berlin : Springer, 2007 (cf. p. 33, 156).
- [105] V. LUZIN, O. KIRSTEIN, S. H. ZAHIRI et D. FRASER. « Residual stress buildup in Ti components produced by Cold Spray Additive Manufacturing (CSAM) ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* (mai 2020) (cf. p. 165).
- [106] V. LUZIN, K. SPENCER et M.-X. ZHANG. « Residual stress and thermo-mechanical properties of cold spray metal coatings ». In : *Acta Materialia* 59.3 (fév. 2011), p. 1259–1270 (cf. p. 31).
- [107] W. MA, Y. XIE, C. CHEN, H. FUKANUMA et al. « Microstructural and mechanical properties of high-performance Inconel 718 alloy by cold spraying ». In : *Journal of Alloys and Compounds* 792 (juil. 2019), p. 456–467 (cf. p. 118).
- [108] D. MACDONALD, R. FERNÁNDEZ, F. DELLORO et B. JODOIN. « Cold spraying of armstrong process titanium powder for additive manufacturing ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 26.4 (avr. 2017), p. 598–609 (cf. p. 49, 50, 189).
- [109] R. G. MAEV et V. LESHCHYNSKY. *Cold gas dynamic spray*. Boca Raton : CRC Press, 2016 (cf. p. 20).
- [110] S. MALINOV, W. SHA, Z. GUO, C. TANG et al. « Synchrotron X-ray diffraction study of the phase transformations in titanium alloys ». In : *Materials Characterization* 48.4 (juin 2002), p. 279–295 (cf. p. 37).
- [111] B. AL-MANGOUR, P. VO, R. MONGRAIN, E. IRISSOU et al. « Effect of heat treatment on the microstructure and mechanical properties of stainless steel 316L : Coatings produced by cold spray for biomedical applications ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 23.4 (avr. 2014), p. 641–652 (cf. p. 2, 56, 118, 126).
- [112] T. MARROCCO, D. MCCARTNEY, P. SHIPWAY et A. STURGEON. « Production of titanium deposits by cold-gas dynamic spray : Numerical modeling and experimental characterization ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 15.2 (juin 2006), p. 263–272 (cf. p. 2, 49, 50).
- [113] B. MARZBANRAD, E. TOYSERKANI et H. JAHED. « Customization of residual stress induced in cold spray printing ». In : *Journal of Materials Processing Technology* 289 (mar. 2021), p. 116928 (cf. p. 167).
- [114] J. MATEJICEK et S. SAMPATH. « In situ measurement of residual stresses and elastic moduli in thermal sprayed coatings ». In : *Acta Materialia* 51.3 (fév. 2003), p. 863–872 (cf. p. 23, 26).
- [115] C. MAY, S. MARX et A. PAUL. *Selected R&D results and industrial applications*. Worcester, USA, juin 2013 (cf. p. 24).
- [116] M. MELLALI, P. FAUCHAIS et A. GRIMAUD. « Influence of substrate roughness and temperature on the adhesion/cohesion of alumina coatings ». In : *Surface and Coatings Technology* 81.2-3 (juin 1996), p. 275–286 (cf. p. 26).

- [117] M. MEYERS, Y. XU, Q. XUE, M. PÉREZ-PRADO et al. « Microstructural evolution in adiabatic shear localization in stainless steel ». In : *Acta Materialia* 51.5 (mar. 2003), p. 1307–1325 (cf. p. 52, 53, 134).
- [118] B. MORENO-MURGUÍA, A. MORA-GARCÍA, H. CANALES-SILLER, A. GIRALDO-BETANCUR et al. « Influence of stand-off distance and pressure in copper coatings deposition efficiency and particle velocity ». In : *Surface and Coatings Technology* 430 (jan. 2022), p. 127986 (cf. p. 168).
- [119] V. N. V. MUNAGALA, V. AKINYI, P. VO et R. R. CHROMIK. « Influence of powder morphology and microstructure on the cold spray and mechanical properties of Ti6Al4V coatings ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 27.5 (juin 2018), p. 827–842 (cf. p. 49, 189).
- [120] M. MUTTER, G. MAUER, R. MÜCKE, O. GUILLON et al. « Correlation of splat morphologies with porosity and residual stress in plasma-sprayed YSZ coatings ». In : *Surface and Coatings Technology* 318 (mai 2017), p. 157–169 (cf. p. 70).
- [121] M. MUTTER, G. MAUER, R. MÜCKE, R. VASSEN et al. « Investigations on the Initial Stress Evolution During Atmospheric Plasma Spraying of YSZ by In Situ Curvature Measurement ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 25.4 (avr. 2016), p. 672–683 (cf. p. 29, 69).
- [122] S. NAKA. « Étude des mécanismes de déformation plastique à basse température de monocristaux de titane alpha ». French. Thèse de doct. Paris : Université Paris-Sud, 1983 (cf. p. 35).
- [123] V. NESTERENKO, M. MEYERS, J. LASALVIA, M. BONDAR et al. « Shear localization and recrystallization in high-strain, high-strain-rate deformation of tantalum ». In : *Materials Science and Engineering : A* 229.1-2 (juin 1997), p. 23–41 (cf. p. 53).
- [124] G. NICOLETTO, S. MAISANO, M. ANTOLOTTI et F. DALL’AGLIO. « Influence of post fabrication heat treatments on the fatigue behavior of Ti-6Al-4V produced by selective laser melting ». In : *Procedia Structural Integrity* 7 (2017), p. 133–140 (cf. p. 8).
- [125] F. NIESSEN, T. NYSSÖNEN, A. A. GAZDER et R. HIELSCHER. « Parent grain reconstruction from partially or fully transformed microstructures in MTEX ». In : *Journal of Applied Crystallography* 55.1 (fév. 2022), p. 180–194 (cf. p. 140).
- [126] H. R. OGDEN et R. I. JAFFEE. *The Effects of carbon, oxygen, and nitrogen on the mechanical properties of titanium and titanium alloys*. Technical Report TML-20. United States : Battelle Memorial Inst. Titanium Metallurgical Lab., Columbus, Ohio, oct. 1955 (cf. p. 111, 134).

- [127] J. M. OH, B. G. LEE, S. W. CHO, S. W. LEE et al. « Oxygen effects on the mechanical properties and lattice strain of Ti and Ti-6Al-4V ». In : *Metals and Materials International* 17.5 (oct. 2011), p. 733–736 (cf. p. 111).
- [128] Y. OHMORI, K. NAKAI, H. OHTSUBO et M. TSUNOFURI. « Formation of widmanstätten alpha structure in a Ti-6Al-4V alloy ». In : *Materials Transactions* 35.4 (1994), p. 238–246 (cf. p. 40).
- [129] A. PAPYRIN, V. KOSAREV, S. KLINKOV, A. ALKHIMOV et al. *Cold spray technology*. Elsevier, 2007 (cf. p. 1, 11, 14–17).
- [130] L. PARRY, I. ASHCROFT et R. WILDMAN. « Understanding the effect of laser scan strategy on residual stress in selective laser melting through thermo-mechanical simulation ». In : *Additive Manufacturing* 12 (oct. 2016), p. 1–15 (cf. p. 8, 57).
- [131] T. PASANG, B. TAVLOVICH, O. YANNAY, B. JACKSON et al. « Directionally-dependent mechanical properties of Ti6Al4V manufactured by Electron Beam Melting (EBM) and Selective Laser Melting (SLM) ». In : *Materials* 14.13 (juin 2021), p. 3603 (cf. p. 10, 59).
- [132] M. PETERS. *Titan und titanlegierungen*. German. Weinheim : Wiley-VCH, 2007 (cf. p. 33, 35, 36).
- [133] M.-P. PLANCHE, R. BOLOT, O. LANDEMARRE et C. CODDET. « Comparison between experimental and numerical results obtained on in-flight particles characteristics ». In : *Proceedings of the 15th International Thermal Spray Conference*. T. 15. Nice, France, mai 1998, p. 355–360 (cf. p. 68).
- [134] D. L. PRAKASH, R. DING, R. MOAT, I. JONES et al. « Deformation twinning in Ti-6Al-4V during low strain rate deformation to moderate strains at room temperature ». In : *Materials Science and Engineering : A* 527.21-22 (août 2010), p. 5734–5744 (cf. p. 48).
- [135] T. S. PRICE, P. H. SHIPWAY, D. G. MCCARTNEY, E. CALLA et al. « A method for characterizing the degree of inter-particle bond formation in cold sprayed coatings ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 16.4 (déc. 2007), p. 566–570 (cf. p. 23).
- [136] F. RALETZ. « Contribution au développement d’un procédé de projection dynamique à froid (P.D.F.) pour la réalisation de dépôts nickel ». French. Thèse. Faculté de Sciences et Techniques : Université de Limoges, oct. 2005 (cf. p. 12, 14).
- [137] N. RAMAKRISHNAN et V. S. ARUNACHALAM. « Effective elastic moduli of porous solids ». In : *Journal of Materials Science* 25.9 (sept. 1990), p. 3930–3937 (cf. p. 115).

- [138] S. RECH, A. TRENTIN, S. VEZZÙ, J.-G. LEGOUX et al. « Influence of pre-heated Al 6061 substrate temperature on the residual stresses of multipass Al coatings deposited by cold spray ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 20.1-2 (jan. 2011), p. 243–251 (cf. p. [23](#), [26](#), [31](#)).
- [139] Y. REN, P. KING, Y. YANG, T. XIAO et al. « Characterization of heat treatment-induced pore structure changes in cold-sprayed titanium ». In : *Materials Characterization* 132 (oct. 2017), p. 69–75 (cf. p. [49](#), [57](#), [59](#), [60](#)).
- [140] I. ROBERTS, C. WANG, R. ESTERLEIN, M. STANFORD et al. « A three-dimensional finite element analysis of the temperature field during laser melting of metal powders in additive layer manufacturing ». In : *International Journal of Machine Tools and Manufacture* 49.12-13 (oct. 2009), p. 916–923 (cf. p. [58](#)).
- [141] M. R. ROKNI, S. R. NUTT, C. A. WIDENER, V. K. CHAMPAGNE et al. « Review of relationship between particle deformation, coating microstructure, and properties in high-pressure cold spray ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 26.6 (août 2017), p. 1308–1355 (cf. p. [87](#), [118](#)).
- [142] M. ROKNI, C. WIDENER, A. NARDI et V. CHAMPAGNE. « Nano crystalline high energy milled 5083 Al powder deposited using cold spray ». In : *Applied Surface Science* 305 (juin 2014), p. 797–804 (cf. p. [53](#)).
- [143] Y. ROLLOT, S. RÉGNIER et J.-C. GUINOT. « Simulation of micro-manipulations : Adhesion forces and specific dynamic models ». In : *International Journal of Adhesion and Adhesives* 19.1 (fév. 1999), p. 35–48 (cf. p. [23](#)).
- [144] T. SAKAI et M. FINE. « Failure of Schmid’s law in Ti-Al alloys for prismatic slip ». In : *Scripta Metallurgica* 8.5 (mai 1974), p. 541–544 (cf. p. [35](#), [45](#)).
- [145] E. SCHMID et W. BOAS. « Kristallelastizität ». German. In : *Kristallplastizität*. Berlin, Heidelberg : Springer Berlin Heidelberg, 1935, p. 15–24 (cf. p. [45](#)).
- [146] T. SCHMIDT, H. ASSADI, F. GÄRTNER, H. RICHTER et al. « From particle acceleration to impact and bonding in cold spraying ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 18.5-6 (déc. 2009), p. 794–808 (cf. p. [14](#), [16](#), [20](#), [49](#), [68](#)).
- [147] T. SCHMIDT, F. GÄRTNER, H. ASSADI et H. KREYE. « Development of a generalized parameter window for cold spray deposition ». In : *Acta Materialia* 54.3 (fév. 2006), p. 729–742 (cf. p. [17](#), [19](#)).
- [148] J. SILCOCK. « An X-ray examination of the α phase in TiV, TiMo and TiCr alloys ». In : *Acta Metallurgica* 6.7 (juil. 1958), p. 481–493 (cf. p. [38](#)).
- [149] A. K. SINGH, C. RAMACHANDRA, M. TAVAFOGHI et V. SINGH. « Structure of martensite in titanium alloy Ti-6Al-1.6Zr-3.3Mo-0.3Si ». In : *Journal of Materials Science Letters* 12.10 (1993), p. 697–699 (cf. p. [37](#)).

- [150] S. SINGH, H. SINGH, S. CHAUDHARY et R. K. BUDDU. « Effect of substrate surface roughness on properties of cold-sprayed copper coatings on SS316L steel ». In : *Surface and Coatings Technology* 389 (mai 2020), p. 125619 (cf. p. 118).
- [151] K. SPENCER, V. LUZIN, N. MATTHEWS et M.-X. ZHANG. « Residual stresses in cold spray Al coatings : The effect of alloying and of process parameters ». In : *Surface and Coatings Technology* 206.19-20 (mai 2012), p. 4249–4255 (cf. p. 31).
- [152] D. SRINIVASAN, V. CHANDRASEKHAR, R. AMUTHAN, Y. C. LAU et al. « Characterization of cold-sprayed IN625 and NiCr coatings ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 25.4 (avr. 2016), p. 725–744 (cf. p. 55, 56).
- [153] J. STEF, A. POULON-QUINTIN, A. REDJAIMIA, J. GHANBAJA et al. « Mechanism of porosity formation and influence on mechanical properties in selective laser melting of Ti-6Al-4V parts ». In : *Materials & Design* 156 (oct. 2018), p. 480–493 (cf. p. 152).
- [154] J. STOKES et L. LOONEY. « Predicting quenching and cooling stresses within HVOF deposits ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 17.5-6 (déc. 2008), p. 908–914 (cf. p. 27).
- [155] G. G. STONEY. « The tension of metallic films deposited by electrolysis ». In : *Proceedings of the Royal Society A : Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 82.553 (mai 1909), p. 172–175 (cf. p. 29).
- [156] T. SUHONEN, T. VARIS, S. DOSTA, M. TORRELL et al. « Residual stress development in cold sprayed Al, Cu and Ti coatings ». In : *Acta Materialia* 61.17 (oct. 2013), p. 6329–6337 (cf. p. 23, 26, 31, 32, 49, 70, 165).
- [157] J. SUN, Y. HAN et K. CUI. « Innovative fabrication of porous titanium coating on titanium by cold spraying and vacuum sintering ». In : *Materials Letters* 62.21-22 (août 2008), p. 3623–3625 (cf. p. 54).
- [158] S. SURI, G. VISWANATHAN, T. NEERAJ, D.-H. HOU et al. « Room temperature deformation and mechanisms of slip transmission in oriented single-colony crystals of an α/β titanium alloy ». In : *Acta Materialia* 47.3 (fév. 1999), p. 1019–1034 (cf. p. 80).
- [159] A. W.-Y. TAN, W. SUN, A. BHOWMIK, J. Y. LEK et al. « Effect of coating thickness on microstructure, mechanical properties and fracture behaviour of cold sprayed Ti6Al4V coatings on Ti6Al4V substrates ». In : *Surface and Coatings Technology* 349 (sept. 2018), p. 303–317 (cf. p. 49, 50).
- [160] A. W.-Y. TAN, W. SUN, Y. P. PHANG, M. DAI et al. « Effects of traverse scanning speed of spray nozzle on the microstructure and mechanical properties of cold-sprayed Ti6Al4V coatings ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 26.7 (oct. 2017), p. 1484–1497 (cf. p. 50).

- [161] V. TEIXEIRA. « Mechanical integrity in PVD coatings due to the presence of residual stresses ». In : *Thin Solid Films* 392.2 (juil. 2001), p. 276–281 (cf. p. 28).
- [162] L. THIJS, F. VERHAEGHE, T. CRAEGHS, J. V. HUMBEECK et al. « A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V ». In : *Acta Materialia* 58.9 (mai 2010), p. 3303–3312 (cf. p. 59).
- [163] H. TIAN, C. WANG, M. GUO, Z. TANG et al. « A residual stresses numerical simulation and the relevant thermal-mechanical mapping relationship of Fe-based coatings ». In : *Results in Physics* 13 (juin 2019), p. 102195 (cf. p. 30, 167).
- [164] C. J. TODARO, M. A. EASTON, D. QIU, D. ZHANG et al. « Grain structure control during metal 3D printing by high-intensity ultrasound ». In : *Nature Communications* 11.1 (déc. 2020), p. 142 (cf. p. 142, 148, 154).
- [165] A. VARGAS-USCATEGUI, P. C. KING, M. J. STYLES, M. SALEH et al. « Residual stresses in cold spray additively manufactured hollow titanium cylinders ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 29.6 (août 2020), p. 1508–1524 (cf. p. 27, 114, 165, 168, 170).
- [166] M. V. VIDALLER, A. LIST, F. GAERTNER, T. KLASSEN et al. « Single impact bonding of cold sprayed Ti-6Al-4V powders on different substrates ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 24.4 (avr. 2015), p. 644–658 (cf. p. 49).
- [167] T. VILARO, C. COLIN et J. D. BARTOUT. « As-fabricated and heat-treated microstructures of the Ti-6Al-4V alloy processed by selective laser melting ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 42.10 (oct. 2011), p. 3190–3199 (cf. p. 57).
- [168] J. VLCEK, L. GIMENO, H. HUBER et E. LUGSCHEIDER. « A systematic approach to material eligibility for the cold-spray process ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 14.1 (mar. 2005), p. 125–133 (cf. p. 15).
- [169] P. VO, E. IRISSOU, J.-G. LEGOUX et S. YUE. « Mechanical and microstructural characterization of cold-sprayed Ti-6Al-4V after heat treatment ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 22.6 (août 2013), p. 954–964 (cf. p. 49, 55, 56, 118).
- [170] B. VRANCKEN, L. THIJS, J.-P. KRUTH et J. VAN HUMBEECK. « Heat treatment of Ti6Al4V produced by selective laser melting : Microstructure and mechanical properties ». In : *Journal of Alloys and Compounds* 541 (nov. 2012), p. 177–185 (cf. p. 59).
- [171] Q. WANG, D. QIU, Y. XIONG, N. BIRBILIS et al. « High resolution microstructure characterization of the interface between cold sprayed Al coating and Mg alloy substrate ». In : *Applied Surface Science* 289 (jan. 2014), p. 366–369 (cf. p. 54).

- [172] J. WILLIAMS. « A comparison of phase transformations in three commercial titanium alloys ». In : *ASM Transactions Quarterly*. T. 60. American Society for Metals., 1967 (cf. p. 35, 38).
- [173] W. WONG, E. IRISSOU, P. VO, M. SONE et al. « Cold spray forming of Inconel 718 ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 22.2-3 (mar. 2013), p. 413–421 (cf. p. 2, 56).
- [174] W. WONG, P. VO, E. IRISSOU, A. N. RYABININ et al. « Effect of particle morphology and size distribution on cold-sprayed pure titanium coatings ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 22.7 (oct. 2013), p. 1140–1153 (cf. p. 55).
- [175] W. WONG, E. IRISSOU, J. G. LEGOUX, P. VO et al. « Powder processing and coating heat treatment on cold sprayed Ti-6Al-4V alloy ». In : *Materials Science Forum* 706-709 (jan. 2012), p. 258–263 (cf. p. 49).
- [176] W. WONG, E. IRISSOU, A. N. RYABININ, J.-G. LEGOUX et al. « Influence of helium and nitrogen gases on the properties of cold gas dynamic sprayed pure titanium coatings ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 20.1-2 (jan. 2011), p. 213–226 (cf. p. 2, 50).
- [177] T. WRIGHT. « Shear band susceptibility : Work hardening materials ». In : *International Journal of Plasticity* 8.5 (jan. 1992), p. 583–602 (cf. p. 18).
- [178] T. WRIGHT. « Toward a defect invariant basis for susceptibility to adiabatic shear bands ». In : *Mechanics of Materials* 17.2-3 (mar. 1994), p. 215–222 (cf. p. 18).
- [179] H. WU, C. HUANG, X. XIE, S. LIU et al. « Influence of spray trajectories on characteristics of cold-sprayed copper deposits ». In : *Surface and Coatings Technology* 405 (jan. 2021), p. 126703 (cf. p. 67).
- [180] H. WU, X. XIE, M. LIU, C. CHEN et al. « A new approach to simulate coating thickness in cold spray ». In : *Surface and Coatings Technology* 382 (jan. 2020), p. 125151 (cf. p. 177).
- [181] H. WU, X. XIE, M. LIU, C. VERDY et al. « Stable layer-building strategy to enhance cold-spray-based additive manufacturing ». In : *Additive Manufacturing* 35 (oct. 2020), p. 101356 (cf. p. 177).
- [182] Y. XIONG, K. KANG, G. BAE, S. YOON et al. « Dynamic amorphization and recrystallization of metals in kinetic spray process ». In : *Applied Physics Letters* 92.19 (mai 2008), p. 194101 (cf. p. 54).
- [183] Y. XIONG, X. XIONG, S. YOON, G. BAE et al. « Dependence of bonding mechanisms of cold sprayed coatings on strain-rate-induced non-equilibrium phase transformation ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 20.4 (juin 2011), p. 860–865 (cf. p. 54).

- [184] S. XU, L. S. TOTH, C. SCHUMAN, J.-S. LECOMTE et al. « Dislocation mediated variant selection for secondary twinning in compression of pure titanium ». In : *Acta Materialia* 124 (fév. 2017), p. 59–70 (cf. p. 47).
- [185] M. YAN et P. YU. « An overview of densification, microstructure and mechanical property of additively manufactured Ti-6Al-4V — comparison among selective laser melting, electron beam melting, laser metal deposition and selective laser sintering, and with conventional powder ». In : *Sintering Techniques of Materials*. Sous la dir. d'A. LAKSHMANAN. InTech, avr. 2015 (cf. p. 57, 60).
- [186] M. YU. « Elaboration de composites à matrice métallique d'alliages d'aluminium par projection à froid ». French. Thèse de doct. Belfort : Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2013 (cf. p. 21, 22).
- [187] S. ZAEFFERER. « A study of active deformation systems in titanium alloys : dependence on alloy composition and correlation with deformation texture ». In : *Materials Science and Engineering : A* 344.1-2 (mar. 2003), p. 20–30 (cf. p. 45, 46).
- [188] M. F. ZAEH et G. BRANNER. « Investigations on residual stresses and deformations in selective laser melting ». In : *Production Engineering* 4.1 (fév. 2010), p. 35–45 (cf. p. 8).
- [189] S. H. ZAHIRI, D. FRASER et M. JAHEDI. « Recrystallization of cold spray-fabricated CP titanium structures ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 18.1 (mar. 2009), p. 16–22 (cf. p. 49).
- [190] A. ZHECHEVA, W. SHA, S. MALINOV et A. LONG. « Enhancing the microstructure and properties of titanium alloys through nitriding and other surface engineering methods ». In : *Surface and Coatings Technology* 200.7 (déc. 2005), p. 2192–2207 (cf. p. 34).
- [191] H. ZHOU. « Microstructure control and properties of cold-sprayed titanium and its alloy coatings ». In : *Materials Science and Technology* 37.2 (jan. 2021), p. 121–143 (cf. p. 143).
- [192] H. ZHOU, C. LI, G. JI, S. FU et al. « Local microstructure inhomogeneity and gas temperature effect in in-situ shot-peening assisted cold-sprayed Ti-6Al-4V coating ». In : *Journal of Alloys and Compounds* 766 (oct. 2018), p. 694–704 (cf. p. 49, 99).
- [193] H. ZHOU, C. LI, X. LUO, G. YANG et al. « Microstructure of cross-linked high densification network and strengthening mechanism in cold-sprayed Ti-6Al-4V coating after heat treatment ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 29.5 (juin 2020), p. 1054–1069 (cf. p. 99, 118).
- [194] H. ZHOU, C. LI, H. YANG, X. LUO et al. « Pores structure change induced by heat treatment in cold-sprayed Ti6Al4V coating ». In : *Journal of Thermal Spray Technology* 28.6 (août 2019), p. 1199–1211 (cf. p. 99).

- [195] Y. ZOU, W. QIN, E. IRISSOU, J.-G. LEGOUX et al. « Dynamic recrystallization in the particle/particle interfacial region of cold-sprayed nickel coating : Electron backscatter diffraction characterization ». In : *Scripta Materialia* 61.9 (nov. 2009), p. 899–902 (cf. p. [52](#)).

ANNEXES

A. Tableau récapitulatif des essais de traction de la thèse

Noms échantillons	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A (%)	E (GPa)
F n° 1	937	1006	15,1	112
F n° 2	934	1007	15,7	116
F n° 3	925	1007	12,3	106
F _{950lent}	855	914	20,6	118
F ₁₀₅₀ n° 1	743	776	3,0	115
F ₁₀₅₀ n° 2	802	894	4,0	114
F ₁₀₅₀ n° 3	809	857	2,2	120
F _{1050eau} n° 1	993	1080	2,6	108
F _{1050eau} n° 2	1140	1184	1,5	117
F _{1050eau} n° 3	1017	1097	3,2	108
CS(S + H) n° 1	∅	359	0,4	∅
CS(S + H) n° 2	∅	322	0,3	∅
CS(S + H) n° 3	∅	362	0,4	∅
CS(S + V) n° 1	∅	237	0,2	∅
CS(S + V) n° 2	∅	191	0,3	∅
CS(S + V) n° 3	∅	278	0,3	∅
CS(Z + H) n° 1	∅	253	0,2	∅
CS(Z + H) n° 2	∅	283	0,5	∅

Noms échantillons	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A (%)	E (GPa)
CS(Z + V) n° 1	∅	299	0,4	∅
CS(Z + V) n° 2	∅	291	0,4	∅
CS(Z + V) n° 3	∅	287	0,4	∅
CS(Q + H) n° 1	∅	315	0,3	∅
CS(Q + H) n° 2	∅	270	0,3	∅
CS(Q + H) n° 3	∅	263	0,2	∅
CS(Q + V) n° 1	∅	273	0,4	∅
CS(Q + V) n° 2	∅	270	0,2	∅
CS(Q + V) n° 3	∅	307	0,3	∅
CS(Q + V) faible débit n° 1	∅	358	0,4	∅
CS(Q + V) faible débit n° 2	∅	360	0,3	∅
CS(Q + V) 1100 °C n° 1	∅	387	0,5	∅
CS(Q + V) 1100 °C n° 2	∅	432	0,3	∅
CS(Q + V) 1100 °C n° 3	∅	460	0,5	∅
CS ₅₇₅ n° 1	∅	415	0,5	∅
CS ₅₇₅ n° 2	∅	422	0,3	∅
CS ₅₇₅ n° 3	∅	431	0,3	∅
CS ₆₅₀ n° 1	∅	579	0,5	∅
CS ₆₅₀ n° 2	∅	581	0,4	∅
CS ₆₅₀ n° 3	∅	525	0,4	∅
CS ₇₅₀ n° 1	∅	807	1,1	∅
CS ₇₅₀ n° 2	∅	850	1,2	∅

Noms échantillons	R _{p0,2} (MPa)	R _m (MPa)	A (%)	E (GPa)
CS ₈₅₀ n° 1	∅	808	1,2	∅
CS ₈₅₀ n° 2	∅	840	1,5	∅
CS ₈₅₀ n° 3	∅	855	1,4	∅
CS ₉₅₀ n° 1	855	921	4,3	128
CS ₉₅₀ n° 2	799	899	4,7	87
CS ₉₅₀ n° 3	751	887	4,6	87
CS _{950lent} n° 1	787	914	8,4	115
CS _{950lent} n° 2	806	926	10,8	116
CS _{950lent} n° 3	793	934	8,0	97
CS ₁₀₅₀ n° 1	860	968	9,1	113
CS ₁₀₅₀ n° 2	838	958	8,9	107
CS ₁₀₅₀ n° 3	852	973	8,0	106
CS _{1050eau} n° 1	925	1040	3,0	108
CS _{1050eau} n° 2	1010	1136	4,5	101
CS _{1050eau} n° 3	1012	1141	5,0	105
G(Q + V) n° 1	∅	549	0,4	∅
G(Q + V) n° 2	∅	445	0,6	∅
G(Q + V) n° 3	∅	470	0,5	∅
G _{950lent} n° 1	974	1078	5,4	105
G _{950lent} n° 2	1012	1158	9,4	98
G _{950lent} n° 3	925	1099	6,0	99
G _{1050eau} n° 1	1147	1259	4,7	120
G _{1050eau} n° 2	1167	1292	4,8	116

TABLE .1. – Limite d'élasticité (R_{p0,2}), résistance mécanique (R_m), allongement conventionnel à rupture (A) et module de Young (E) de toutes les éprouvettes de tractions testée dans cette étude

PROJECTION DE Ti-6Al-4V PAR COLD SPRAY POUR UN OBJECTIF DE FABRICATION ADDITIVE

En tant que nouveau membre de la famille de la Fabrication Additive (FA), le procédé cold spray présente de nombreux avantages tels que l'oxydation limitée des matériaux, grâce à leur projection à l'état solide. Les alliages de titane, étant des matériaux sensibles à l'oxydation, pourraient profiter d'une telle particularité. Cependant, la grande résistance de ces alliages induit un taux de pores élevé dans les dépôts. Deux chemins ont été suivis pour densifier le matériau : les paramètres d'influence ont été recherchés et optimisés ; le grenaillage *in situ* a été examiné et a conduit à une densification quasi totale du matériau.

Dans cette étude, les propriétés mécaniques et la microstructure de dépôts en Ti-6Al-4V ont été analysées afin de connaître le potentiel de la fabrication additive par cold spray (CSAM). Des analyses microstructurales ont été effectuées pour comprendre les propriétés mécaniques observées, avant d'être ensuite comparées à des échantillons issus de procédés conventionnels ou de fabrication additive. L'étude des traitements thermiques s'est révélée nécessaire pour générer des propriétés mécaniques compatibles avec des applications de structure.

Habituellement, les contraintes résiduelles issues du cold spray sont en compression. Elles sont dues à l'effet de grenaillage des particules à l'impact. Cependant, pour le Ti-6Al-4V, on observe des contraintes en tension pouvant être délétères à l'intégrité structurelle. Ainsi, une meilleure compréhension de ce phénomène pourrait permettre une plus grande maîtrise des contraintes, ce qui est crucial si l'on veut pouvoir considérer le cold spray comme un procédé viable de la famille de la FA. L'*In situ Coating Properties* (ICP) a permis d'évaluer les paramètres de projection influant la présence de contraintes dans les échantillons. Grâce à leur maîtrise, une première pièce a été créée – après une étude de l'effet des paramètres robot sur la morphologie des dépôts – afin de montrer la faisabilité de pièces en Ti-6Al-4V par CSAM.

Le but de cette étude a été de proposer des stratégies permettant la réduction du taux de pores, la réhabilitation des propriétés mécaniques et une maîtrise des contraintes résiduelles dans l'objectif de créer des pièces denses conjuguant intégrité structurelle et fiabilité mécanique.

Mots clés : Ti-6Al-4V, Cold spray, Fabrication Additive, Porosité, Contraintes résiduelles, Microstructure (physique), Titane–Alliages–Propriétés mécaniques

COLD SPRAY DEPOSITION OF Ti-6Al-4V FOR ADDITIVE MANUFACTURING

As a new member of the additive manufacturing family, cold spray provides various benefits such as a limited oxidation during deposition. Titanium alloys, being oxidation-sensitive materials, could thus benefit from such a processing route. However, the high strength of these alloys implies that dense deposition is complex to achieve. Two pathways were explored to reduce porosity. The sensitivity to the different deposition parameters was first investigated. Further improvements were then obtained using *in situ* shot peening.

In this study, Ti-6Al-4V cold sprayed deposits are examined regarding mechanical and microstructural properties to investigate their potential as materials for Cold Spray Additive Manufacturing (CSAM). Microstructural analyses were made to understand its behavior during mechanical tests, which were clarified by comparison with forged and fusion-based manufacturing samples. Heat treatments were evaluated to restore attractive mechanical properties for structural applications.

Usually, cold spray induces compressive residual stresses in the resulting deposits because of the shot peening effect of the solid-state particles. However, the prevailing stresses are in tension in cold sprayed Ti-6Al-4V, which could be detrimental to structural integrity. So, an improved understanding of this feature would provide insights into a reduction of residual stress, which is crucial to consider cold spray as a viable additive manufacturing process. The *In situ Coating Properties* (ICP) device allowed to measure the evolution of the residual stresses during and after deposition and to identify most influent operating parameters. The influence of robot trajectory on deposits morphology was engaged and – thanks to this control of residual stresses – a first 3D object was created in order to show the feasibility of additive manufacturing by cold spray with Ti-6Al-4V.

The purpose of this study is to provide guidelines, reduce porosity, restore attractive mechanical properties, and control residual stresses to produce dense and thick Ti-6Al-4V pieces with good structural integrity and mechanical reliability.

Keywords : Ti-6Al-4V, Cold spray, Additive Manufacturing, Porosity, Residual stresses, Microstructure, Titanium alloys–Mechanical properties