



HAL
open science

Etude des caractéristiques des poudres à base d'aluminium pour leur adaptation à la projection dynamique à froid “ Cold Spray ”

Hugo Durand

► **To cite this version:**

Hugo Durand. Etude des caractéristiques des poudres à base d'aluminium pour leur adaptation à la projection dynamique à froid “ Cold Spray ”. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2023. Français. NNT : 2023UPSLM089 . tel-04694311

HAL Id: tel-04694311

<https://pastel.hal.science/tel-04694311>

Submitted on 11 Sep 2024

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

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



THÈSE DE DOCTORAT
DE L'UNIVERSITÉ PSL

Préparée à Mines Paris - PSL

**Étude des caractéristiques des poudres à base
d'aluminium pour leur adaptation à la projection
dynamique à froid « Cold Spray »**

Soutenue par

Hugo Durand

Le 29 novembre 2023

Dirigée par

Michel JEANDIN et Alain THOREL

Co-dirigée par

Francesco DELLORO

École doctorale n° 621

**Ingénierie des Systèmes,
Matériaux, Mécanique,
Énergétique**

Spécialité

**Sciences et génie des
matériaux**

Composition du jury :

Benoit, PANICAUD Professeur, UTT	<i>Président</i>
Cécile, LANGLADE Professeur, UTBM	<i>Rapporteur</i>
Bertrand, JODOIN Professeur, Université d'Ottawa	<i>Rapporteur</i>
Chrystelle, BERNARD Assistante professeur, Ogawa Ichikawa lab.	<i>Examineur</i>
Xavier, BOULNAT Maîtres de conférence, MATEIS, INSA Lyon	<i>Examineur</i>
Francesco, DELLORO Enseignant-Chercheur, Mines Paris PSL	<i>Examineur</i>
Alain, THOREL Professeur, Mines Paris PSL	<i>Directeur de thèse</i>

TABLE DES MATIÈRES

TABLE DES MATIÈRES	3
INTRODUCTION GÉNÉRALE	7
CHAPITRE 1 : ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE	9
1. <u>Introduction</u>	9
2. <u>Projection Cold Spray</u>	10
2.1. La projection thermique et le <i>Cold Spray</i>	10
2.2. Principes du procédé <i>Cold Spray</i>	10
2.3. Mécanismes d'adhésion	13
2.4. Applications	16
3. <u>Poudres métalliques et Cold Spray</u>	17
3.1. Atomisation des poudres	18
3.2. Solidification rapide et microstructure	20
4. <u>Étude du comportement mécanique des poudres</u>	23
4.1. Comportement statique	24
4.2. Comportement dynamique	29
5. <u>Caractérisation métallurgique des poudres</u>	36
5.1. Diffractions des électrons rétrodiffusés	36
5.2. Diffractions aux rayons X	40
5.3. Nanoindentation	42
6. <u>Conclusion</u>	43
7. <u>Références bibliographiques</u>	44
CHAPITRE 2 : MATÉRIAUX ET MÉTHODES DE CARACTÉRISATION	49
1. <u>Introduction</u>	49
2. <u>Poudres</u>	50
2.1. Généralités des poudres atomisées	50
2.2. Poudres d'aluminium pur	51
2.3. Poudres d'alliages d'aluminium	53
3. <u>Essai de micro-compression</u>	54
3.1. Installation de micro-compression	55
3.2. Préparation des échantillons	56
4. <u>Choc laser : Banc LASHPOL</u>	58
4.1. Installation de choc laser	58
4.2. Banc LASHPOL	59
4.3. Préparation des échantillons	66
5. <u>Caractérisation métallurgique</u>	72
5.1. Diffractions des électrons rétrodiffusés	72

5.2. Diffractions aux rayons X	75
5.3. Nano-indentation	76
6. <u>Références bibliographiques</u> :	78
CHAPITRE 3 : ÉTUDE QUASI-STATIQUE PAR ESSAIS DE MICROCOMPRESSION.....	81
1. <u>Introduction</u>	81
2. <u>Étude expérimentale</u>	83
2.1. Réalisation des essais	84
2.2. Résultat	88
3. <u>Étude numérique</u>	93
3.1. Présentation de la simulation de microcompression	93
3.2. Approche par méthode de Krigeage	101
3.3. Compilation des résultats de l'optimisation	110
4. <u>Analyse des résultats</u>	113
4.1. Lien entre la taille de particules et les paramètres matériaux	113
4.2. Erreur de mesures de diamètre et limites de la méthode	116
4.3. Grandes déformations	117
5. <u>Conclusion et perspectives</u>	118
6. <u>Références bibliographiques</u>	122
CHAPITRE 4 : ÉTUDE DYNAMIQUE PAR CHOC LASER	125
1. <u>Introduction</u>	125
2. <u>Étude expérimentale : Banc LASHPOL</u>	127
2.1. Paramètres d'essais	127
2.2. Résultats expérimentaux	133
3. <u>Étude numérique</u>	136
3.1. Modèle par éléments finis	136
3.2. Modèle de Krigeage	141
3.3. Caractérisation du modèle matériau	145
3.4. Limites de la méthode	154
4. <u>Analyse des résultats</u>	155
4.1. Poudres d'aluminium pur	155
4.2. Poudre d'alliage d'aluminium	158
5. <u>Conclusion et perspectives</u>	159
6. <u>Références bibliographiques</u>	161
CHAPITRE 5 : ÉTUDE DES CARACTÉRISTIQUES INTRINSEQUES DES POUDRES D'ALUMINIUM	125
1. <u>Introduction</u>	164
2. <u>Poudres d'aluminium pur</u>	165
2.1. Diffractions des électrons rétrodiffusés	165
2.2. Diffractions aux rayons X	172
2.3. Nano-indentation	177
2.4. Conclusion aluminium pur	196

3. <u>Poudres d'alliages d'aluminium</u>	196
3.1. Diffractions des électrons rétrodiffusés	196
3.2. Diffractions aux rayons X	200
3.3. Nano-indentation	204
3.4. Essais à l'échelle fine	215
3.5. Conclusion des poudres d'alliages	220
4. <u>Conclusion et perspectives</u>	221
4.1. Conclusion	221
4.2. Perspectives	222
5. <u>Références bibliographiques</u>	223
CONCLUSION GÉNÉRALE	226

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le procédé *Cold spray* a connu un fort développement au cours des vingt dernières années et a pénétré le marché des revêtements de surface, élargissant ainsi les domaines d'application de la projection thermique tout en étant plus compétitif que d'autres procédés à chaud. En 2022, le marché global atteint environ 1 milliard d'euros selon une enquête de *Grand View Research*¹, avec des projections économiques indiquant une croissance annuelle nette d'environ 7%. La maturité du procédé a considérablement progressé au cours de la dernière décennie, le rendant adapté à la fabrication ou à la réparation de pièces critiques dans des secteurs tels que l'aéronautique ou l'énergie. Cela a été réalisé grâce au développement d'installations de projection plus performantes, ainsi qu'à l'établissement de processus internes chez les fournisseurs et les utilisateurs, ce qui a permis d'améliorer la qualité dans un contexte industriel. Comme pour tous les autres procédés ayant atteint cette maturité industrielle, le principal levier d'évolution réside dans le développement de matériaux spécifiques à ce procédé, comme le moulage d'aluminium ou le procédé FDM (*Fused Deposition Modeling*) pour lesquels de nombreuses nuances spécifiques ont été développés. Jusqu'à présent, le procédé *Cold Spray* a principalement utilisé des poudres conçues pour d'autres méthodes de projection à chaud ou pour la fabrication additive par fusion. Pourtant, le *Cold Spray* repose sur des principes physiques distincts, où la température joue un rôle beaucoup moins important par rapport aux procédés pour lesquels ces poudres ont été initialement développées. Dans le *Cold Spray*, l'accent est mis sur la déformation considérable des particules dans un environnement caractérisé par une dynamique rapide. Cela signifie que les propriétés mécaniques des poudres jouent un rôle crucial dans la qualité et les performances de la projection, contrairement aux procédés à chaud, où la fusion et la re-solidification de la matière sont prédominantes.

Les propriétés mécaniques d'un matériau métallique dépendent de sa composition chimique ainsi que de sa microstructure. Cette microstructure est directement héritée du procédé de fabrication, qui est le plus souvent l'atomisation dans le cas du *Cold Spray*. L'atomisation a la particularité de produire des poudres métalliques dans un état métallurgique hors d'équilibre, accompagné d'une distribution granulométrique spécifique. Les poudres atomisées se comportent différemment de leurs équivalents massifs à l'équilibre, tels que des lingots ou des tôles, par exemple. De plus, étant donné que les

¹ <https://www.grandviewresearch.com/industry-analysis/cold-spray-technology-market-report>, Report ID: GVR-4-68040-035-5, visité le 05.08.2023.

particules de poudre sont généralement de taille inférieure à 100 μm , les méthodes d'essai mécaniques classiques ne sont pas adaptées à leur caractérisation.

Le développement de poudres spécifiquement adaptées au *Cold Spray* nécessite l'établissement de critères mesurables permettant de définir ce qu'est une bonne poudre dans ce contexte particulier. À l'heure actuelle, il n'existe pas de méthode standardisée pour caractériser ces poudres. Par conséquent, il est impératif de mettre en place des méthodologies de caractérisation spécifiques, adaptées aux conditions propres au procédé *Cold Spray*. C'est précisément l'objectif central de cette thèse. Le manuscrit est structuré de la manière suivante :

- Le premier chapitre effectue une revue de l'état de l'art sur les poudres atomisées avec un focus sur les poudres d'aluminium pour le *Cold Spray* et notamment sur les méthodes actuelles de caractérisation mécanique et métallurgique des poudres.
- Le deuxième chapitre présente les matériaux étudiés ainsi que les méthodes de caractérisation utilisées.
- Le troisième chapitre se penche sur l'étude du comportement statique des poudres par microcompression, en détaillant la mise en place d'un protocole expérimental et l'élaboration d'une méthodologie novatrice de caractérisation du modèle matériaux via l'apprentissage de résultat de simulation numérique.
- Le quatrième chapitre est dédié à l'étude du comportement dynamique, avec la mise en œuvre d'essais instrumentés d'impact par choc laser et le développement d'outils numériques pour la simulation de l'essai, nécessaires pour l'ajustement des paramètres d'une loi de comportement.
- Enfin, le cinquième chapitre exploite les méthodes de caractérisation microstructurales des poudres à une échelle fine, afin d'établir des premières pistes de compréhension du lien entre le comportement mécanique des poudres, leur caractéristiques microstructurales et leur procédé de fabrication.

CHAPITRE 1. ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Table des matières

1. Introduction.....	9
2. Projection Cold Spray.....	10
2.1. La projection thermique et le <i>Cold Spray</i>	10
2.2. Principes du procédé <i>Cold Spray</i>	10
2.3. Mécanismes d'adhésion.....	13
2.4. Applications.....	16
3. Poudres métalliques et <i>Cold Spray</i>.....	17
3.1. Atomisation des poudres.....	18
3.2. Solidification rapide et microstructure.....	20
4. Étude du comportement mécanique des poudres.....	23
4.1. Comportement statique.....	24
4.2. Comportement dynamique.....	29
5. Caractérisation métallurgique des poudres.....	36
5.1. EBSD.....	36
5.2. DRX.....	40
5.3. Nanoindentation.....	42
6. Conclusion.....	43
7. Références bibliographiques.....	44

1. Introduction

Cette étude bibliographique a pour but d'introduire le procédé de projection dynamique par gaz froid, couramment appelé *Cold Spray*, et de dresser un état de l'art sur la caractérisation des poudres. Pour commencer, le fonctionnement du procédé et les mécanismes d'adhésion sont décrits, puis les applications actuelles du *Cold Spray*. Ensuite sont décrits les grands principes de l'atomisation et de la solidification rapide des poudres. Enfin sont présentées les méthodes de caractérisation des poudres utilisées en *Cold Spray*, du comportement mécanique aux études de microstructures des poudres d'aluminium.

2. Projection Cold Spray

2.1. La projection thermique et le *Cold Spray*

La projection thermique utilise toujours un gaz, dont la vitesse détermine la vitesse de projection. Chaque procédé est caractérisé par une combinaison de la température atteinte par le gaz et de la vitesse des particules, qui lui sont propres [1]. Le schéma de la Figure 1 permet de situer un certain nombre de procédés de projection thermique par rapport à ces deux paramètres. Les procédés *Flamme-Poudre*, *Flamme-Fil*, *Arc-Fil*, *HVOF* et *Plasma* sont dits à chaud car les particules projetées sont partiellement ou totalement fondues avant l'impact sur le substrat, contrairement au *Cold Spray*. Ce dernier à la température d'utilisation la plus basse et les vitesses de particules les plus élevées ce qui lui vaut le nom projection dynamique à froid en français.

Le procédé *Cold Spray* a été découvert par sérendipité lors d'essais en soufflerie supersonique en Russie par Anatoli Papyrin, dans le milieu des années 80. Lors de ces essais, on a constaté que les particules, utilisées comme traceurs d'écoulement, avaient adhéré à la surface des maquettes étudiées. C'est ainsi que l'idée de créer des revêtements par ce procédé est née.

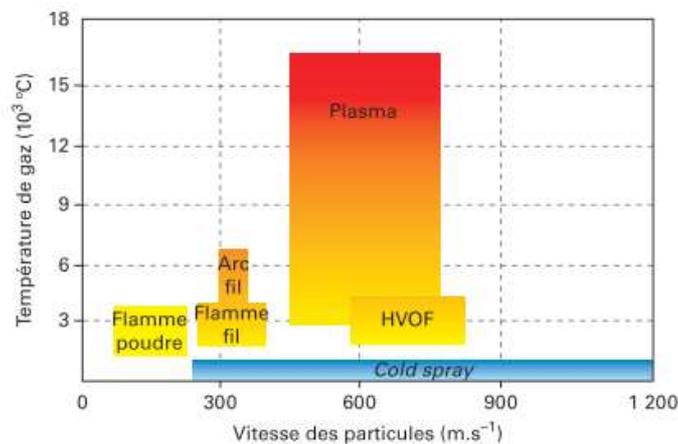


Figure 1 : Procédé *Cold Spray* comparé aux autres procédés de projection thermique, d'après [1]

2.2. Principes du procédé *Cold Spray*

Le principe du *Cold Spray* consiste à projeter des particules de poudre à très haute vitesse sur un substrat. A l'impact, les particules se déforment sévèrement et peuvent adhérer au substrat. L'empilement successif des particules déformées, aussi appelées « splats », permet de réaliser un revêtement. Il est possible d'estimer par un simple calcul que, dans des conditions typiques d'utilisation, des centaines de milliers de particules sont projetées par seconde.

Les systèmes *Cold Spray*, schématisés dans la Figure 2, sont capables de projeter la poudre avec une vitesse comprise entre 300 et 1200 m.s⁻¹ selon les installations et les paramètres choisis. L'accélération des particules est réalisée à l'aide d'un gaz, le plus souvent de l'azote, ou bien de l'hélium pour les applications de pointe, et de l'air comprimé pour les cas les plus simples. Les installations sont souvent classifiées en fonction de la pression du gaz dans le pistolet. Les installations dites haute pression peuvent fonctionner entre 1 MPa et 6 MPa et, dans ce cas, la température de fonctionnement est comprise entre 300 et 1200 °C. Pour les systèmes à basse pression, la pression du gaz n'excède pas 2 MPa et sa température 600 °C. Il est à noter que ces valeurs sont mesurées en amont de la buse. La classification des installations n'est pas absolue ; selon les fabricants les dénominations diffèrent aussi en fonction de l'année de production. Ainsi, les installations haute pression d'hier sont les systèmes moyenne — voire basse — pression d'aujourd'hui.

L'écoulement dans une buse de Laval utilisée pour le *Cold Spray* est un processus complexe qui vise à accélérer un gaz à des vitesses supersoniques pour propulser des particules de matériau à haute vitesse. Cette buse de Laval, également appelée convergente-divergente, est conçue pour accélérer un gaz à de telles vitesses. Elle comporte une section convergente (rétrécissante) suivie d'une section divergente (élargissante). La transition entre ces sections se fait à travers une gorge. La pression statique à l'entrée de la buse est un paramètre crucial : elle détermine la nature de l'écoulement. Pour atteindre un écoulement supersonique à la sortie de la buse, la pression statique d'entrée doit être suffisamment élevée pour que l'écoulement atteigne Mach = 1 à la gorge, ce qui caractérise l'état "*choked*" ou étouffé en français. Le contrôle précis de cette pression est essentiel pour optimiser la performance de la buse. Dans la section convergente, l'écoulement subsonique subit une accélération, diminuant la pression et la température. À la gorge, il atteint Mach = 1, étant complètement subsonique en amont et supersonique en aval. La pression diminue brusquement à la sortie de la gorge. En aval de cette dernière, le gaz continue son expansion et accélération. Lorsque la pression de décharge est inférieure à la pression de sortie de buse, des ondes de choc obliques peuvent se former. Ces chocs permettent à l'écoulement de s'adapter à la pression de sortie, mais ils peuvent entraîner des pertes d'efficacité. La conception de la buse doit être soigneusement optimisée pour assurer un écoulement supersonique à la sortie sans générer de chocs indésirables. L'objectif est de maximiser la vitesse de sortie pour propulser efficacement les particules de poudre, tout en minimisant les pertes d'énergie et les phénomènes de choc.

L'augmentation de la pression statique d'entrée conduit à une augmentation de la densité du gaz et donc à une augmentation de la force de trainée, ce qui augmente la vitesse des particules

de poudre. Cependant, le gain en lié à l'augmentation de la pression n'est pas linéaire et finit par ne plus avoir d'effet sur la vitesse des particules et est très dépendante de la conception de la buse. Et surtout le débit continue quant à lui de croître linéairement avec la pression d'entrée, on consomme donc plus de gaz pour une augmentation marginale de la vitesse de particule. Pour augmenter au-delà la vitesse des particules, la méthode choisie est d'augmenter la température du gaz statique en entrée. L'augmentation de la température permet d'augmenter localement la vitesse du son, et la vitesse locale du gaz étant le produit du nombre de Mach (égal à 1 ici car en conditions « *choked* ») et de la vitesse locale du son, la vitesse du flux est augmentée. Cela permet également d'augmenter la densité en aval, et ainsi d'augmenter la force de trainé, ce qui conduit à une augmentation de la vitesse des particules.

L'augmentation de la température du gaz permet d'éviter qu'il descende à des températures négatives après le col de la buse. Cela peut aussi réchauffer la poudre lors de son vol si le gaz est fortement chauffé ($>300^{\circ}\text{C}$). En effet selon P.King et al. dans le chapitre 2 : « *The Physics of Cold Spray* » du livre de J.Villafuerte [2], la température peut chuter de plusieurs centaines de degrés entre l'injection du gaz dans la buse et sa sortie.

L'alimentation du système en poudre est assurée par le distributeur de poudre, qui permet d'en régler le débit massique. L'injection de la poudre dans le flux gazeux se fait par le biais du gaz dit porteur, qui passe dans le distributeur pour se charger en poudre et, ensuite, rejoint le pistolet de projection. Ce gaz est à une pression légèrement supérieure à celle du pistolet, pour éviter les remontées de gaz chaud dans le distributeur, et affiche un débit plus faible que le gaz principal. Les technologies de distributeur de poudres sont nombreuses, mais le principe reste le même : injecter de manière régulière une faible quantité de poudre, de préférence de manière continue, dans un tuyau rejoignant la buse.

L'injection dans la buse peut se faire en amont ou en aval du col de la buse, selon les systèmes *Cold Spray*. Les installations haute pression utilisent une injection en amont, ce qui permet une répartition homogène des particules dans le flux ainsi que d'augmenter la température de celles-ci. En effet, l'injection de la poudre se fait dans une zone où le gaz est encore chaud, et le temps d'interaction gaz-particules est suffisant pour que la chaleur puisse diffuser vers celles-ci dont la température augmente en conséquence, de façon toutefois limitée. De plus, l'injection en amont permet un temps d'accélération des particules plus long par rapport à l'injection en aval. La contrepartie d'un tel système est que le distributeur de poudre doit être conçu pour opérer à des pressions élevées, ce qui contribue à son prix élevé et, surtout, les buses peuvent s'éroder au niveau du col à cause des impacts des particules. Avec l'injection en aval, le convergent ne

voit que du gaz, inhibant ainsi le risque d'érosion. Les distributeurs de poudres n'ont pas besoin d'être pressurisés, car l'effet Venturi au point d'injection suffit à créer un phénomène d'aspiration pouvant transporter les poudres. En contrepartie, les poudres ont moins de temps d'interaction avec le gaz, et donc la vitesse et la température atteignables sont plus faibles.

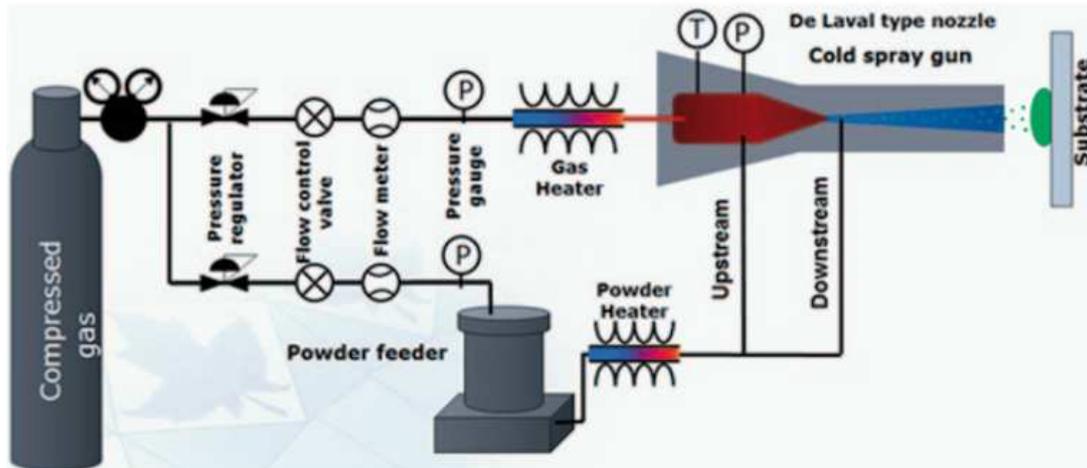


Figure 2 : Schéma d'illustration du procédé *Cold Spray*, d'après P. King [2]

2.3. Mécanismes d'adhésion

Lors de l'impact des particules sur le substrat, la grande énergie cinétique de celles-ci est convertie en déformation plastique, qui se traduit par un échauffement local dans les zones les plus déformées de la particule et du substrat. Les mécanismes d'adhésion n'ont pas encore été parfaitement compris par la communauté scientifique ; certains phénomènes et facteurs d'influence ont cependant été clairement identifiés.

L'ancrage mécanique :

Le mécanisme d'ancrage mécanique est bien connu en projection thermique et le *Cold Spray* n'y fait pas exception. On distingue deux situations, selon le niveau relatif de la dureté du substrat et de la particule. Quand la dureté du substrat est équivalente ou supérieure à celle de la particule, cette dernière se déforme davantage et épouse la topographie du substrat, pour s'ancrer sur ou autour des irrégularités de sa surface ; dans ce cas, une préparation de la surface du substrat avant projection est capitale pour assurer la tenue du dépôt. C'est pourquoi de nombreuses études se sont portées sur les techniques de traitement de surface, comme le sablage [3], la texturation laser [4], le jet d'eau [5] ou encore plus récemment par azote supercritique [6] afin de maximiser l'adhérence des dépôts. Lorsque le rapport de dureté est inversé, la particule déforme le substrat et vient ainsi créer la forme nécessaire à son ancrage [3] ; le préchauffage du substrat favorise ce mécanisme par l'adoucissement thermique de ce dernier

Le cisaillement adiabatique :

Lors de l'impact, la particule subit principalement des efforts en cisaillement, ce qui permet à la matière de s'écouler et d'évacuer les oxydes vers l'extérieur. L'article de Y. Ichikawa [7] démontre que, avec des analyses spectroscopiques par électron Auger sur des échantillons de l'aluminium revêtu de cuivre, le cisaillement a lieu en périphérie de la zone d'impact. Après un essai de traction à rupture, il observe que du cuivre reste sur l'aluminium uniquement en périphérie des impacts. Au centre, on trouve les oxydes qui n'ont pas été expulsés ; le lien entre les oxydes et l'adhésion est discuté dans la prochaine partie.

Lors de l'impact, l'énergie libérée est convertie en déformation plastique, ce qui s'accompagne d'une élévation de température. Vu la courte durée de ce processus, qui dure généralement moins de 100 ns, la chaleur créée n'a pas le temps de diffuser dans le matériau (substrat ou particule) et l'élévation de la température est fortement localisée à la proximité de l'interface. Ceci va contribuer à abaisser la limite élastique et le module de Young localement par adoucissement thermique et ainsi augmenter les déformations dans cette zone. Ce principe prend sa source dans un article d'Assadi [8] avec une analyse par éléments finis, dans lequel il montre la forte localisation de la déformation et de l'élévation de la température. Il montre également que plus la taille des éléments utilisés dans le calcul est petite, plus la température maximale modélisée est importante, jusqu'à dépasser la température de fusion. Le choix de la taille de maillage doit être choisi avec soin car en condition proche adiabatique, la chaleur ne peut pas s'évacuer rapidement d'une maille à l'autre. Il y est également expliqué que ce phénomène va provoquer l'expulsion de la matière à l'extérieur de la splat. Ce phénomène, appelé « jetting », est illustré à la Figure 3. Il est généralement associé à l'adhésion de la splat au substrat : lorsqu'il y a jetting, il y a adhésion.

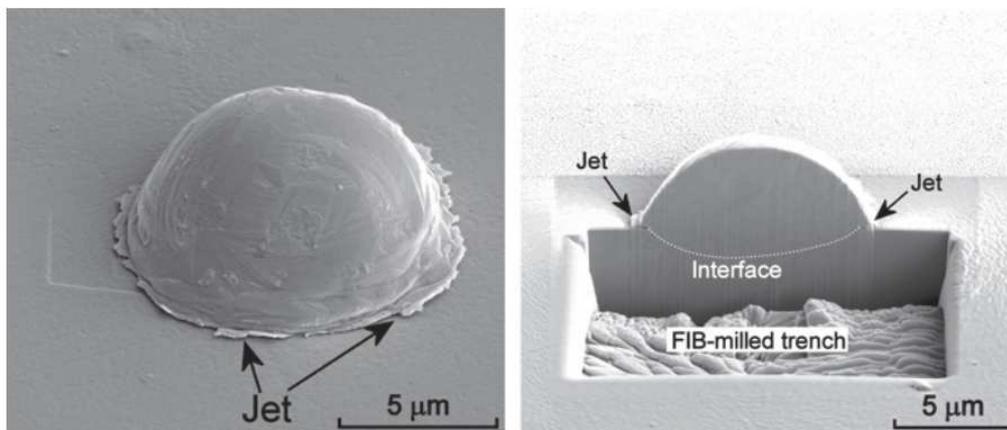


Figure 3 : Image au MEB avec un détecteur d'électrons secondaires d'une particule de titane pur adhérant à un substrat en titane pur ; à gauche une vue inclinée de la splat ; à droite une coupe FIB de la même splat , d'après [2].

Le jetting a longtemps été considéré exclusivement comme étant causé par le cisaillement adiabatique, comme affirmé dans de nombreux articles [8]–[10]. Plus récemment, un article de Hassani et al. [11] réfute le fait que le jetting soit causé par le cisaillement adiabatique. Cette thèse est appuyée par les résultats des simulations réalisées avec le même modèle que Assadi [8], mais en désactivant le terme d'adoucissement thermique dans la loi de comportement. Hassani montre que le jetting est présent indépendamment des effets d'adoucissement thermique et, donc, que le cisaillement adiabatique n'est pas une condition nécessaire pour l'adhésion. Selon lui, l'origine du jetting réside dans la réflexion des ondes de choc sur la surface libre de la splat en cours de déformation. Ceci produirait donc un délaminage de la matière, sans que l'augmentation de la température intervienne. Cette vision ne fait pas consensus dans la communauté, notamment avec la réponse de Assadi et Gartner [12] à l'article de Hassani [8] dans laquelle ils émettent des limites aux arguments de Hassani, comme le fait que l'argumentaire ne s'applique pas à tous les métaux de son étude.

La surface et les oxydes

La plupart des matériaux utilisés en *Cold Spray* présentent une couche d'oxyde superficielle, que ce soit les poudres ou les substrats. Dans le cas de l'aluminium, cette couche de grande stabilité se forme rapidement au contact de l'air et présente une épaisseur de quelques nanomètres. Il est largement accepté que la couche d'oxyde se fragmente à l'impact, et que cela permet aux surfaces métalliques fraîches des particules et du substrat de rentrer en contact. En présence des fortes pressions et des températures élevées induites par l'impact, le substrat et la particule peuvent former des liaisons métalliques. L'adhésion entre la particule et le substrat est alors forte.

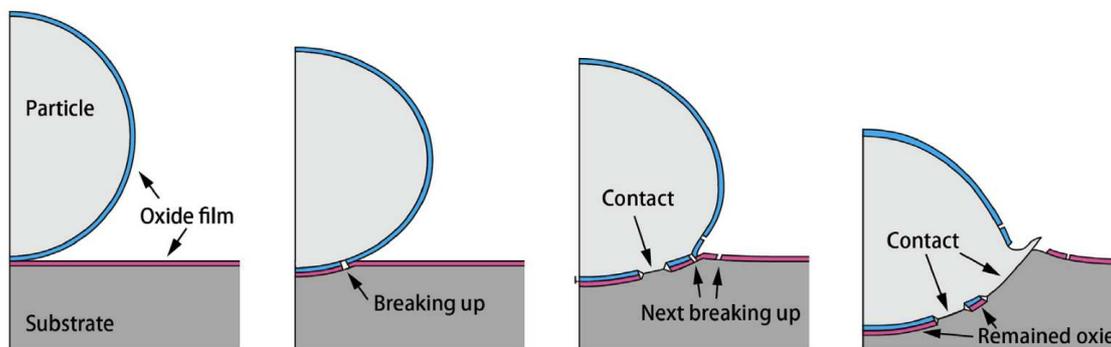


Figure 4 : Schéma de la déformation de la particule et du substrat pendant l'impact, avec l'évolution des couches d'oxyde, d'après [7]

Y. Ichikawa et al. montrent [7] que des oxydes restent piégés à l'interface, surtout au centre de l'impact et le schématise avec la Figure 4. Pour montrer cela, des essais de traction sous vide

ont été réalisés sur des éprouvettes usinées dans un dépôt de cuivre sur aluminium, pour séparer les deux matériaux. Sans faire entrer les échantillons en contact avec l'air, des images MEB de l'interface dépôt/substrat et une analyse de composition par spectroscopie Auger ont montré la présence d'une concentration d'oxygène au « pôle sud » des splats. De plus, du cuivre et de l'aluminium sont détectés respectivement sur le substrat et le dépôt. Les auteurs concluent que la couche d'oxyde au pôle sud est une limite à l'adhésion en *Cold Spray*, et que, pour améliorer l'adhésion, il est nécessaire de s'en débarrasser.

2.4. Applications

Les applications du *Cold Spray* sont larges et variées, du fait des nombreux avantages qu'il présente. Il est en effet possible de déposer plusieurs centimètres de matière dense et bien adhérente, sans zone affecté thermiquement. La gamme de matériaux projetés va des métaux ductiles jusqu'aux céramiques, en passant par des super alliages et des polymères. Les céramiques doivent être faites à façon (structure spécifique) ou être utilisées en mélanges avec des métaux et/ou des polymères. On peut distinguer trois catégories d'utilisations du *Cold Spray* : la réparation, la fonctionnalisation de surface et la fabrication additive.

Réparation :

Le *Cold Spray* est un procédé idéal pour la réparation de pièces mécaniques car, contrairement aux technologies de rechargement par arc-électrique ou refusion, il n'y a aucune zone thermiquement affectée. Aux États-Unis, la réparation est qualifiée pour l'aviation militaire. D'après [13], les performances mécaniques sont satisfaisantes ($Re > 200$ MPa) après réparation dans le cas d'une vanne d'actionneur en Al -6061.

Fonctionnalisation de surface :

Réaliser une liste exhaustive des fonctionnalisations de surface par *Cold Spray* est illusoire, de par le vaste nombre de combinaisons substrat/dépôt possibles et l'étendue des secteurs d'activités dans lequel ce procédé a pu être utilisé. Le principe est d'apporter, à la surface d'un substrat, un matériau avec des propriétés physico-chimiques particulières, ce qui permet d'ajouter des fonctions spécifiques au substrat pour un coût plus faible qu'avec un seul matériau, généralement un alliage complexe, qui remplirait le cahier des charges. Par exemple, *Impact Innovation* réalise des chambres de combustion pour l'aérospatiale avec du cuivre pour ses excellentes propriétés thermiques et un super alliage base nickel pour sa tenue mécanique à haute température. Dans le domaine de la tribologie, des revêtements obtenus par *Cold Spray*

sont développés pour résister à l'usure dans des domaines de lubrification complexes tout en diminuant les frottements [14].

La fabrication additive :

L'essor de ce type de fabrication lors des dernières décennies a vu naître de nombreux procédés. Pour ne citer que les plus connus, comme le LPBF (*Laser Powder Bed Fusion*), le DED (*Direct Energy Deposition*) ou encore le WAAM (*Wire Arc Additive Manufacturing*), chacun offre des caractéristiques spécifiques. Les deux premiers sont caractérisés par une excellente précision, mais souffrent cependant d'un taux de déposition très faible, de l'ordre de 100 à 200 g/h. Certains procédés DED (à baguette) peuvent atteindre 18 kg/h, au détriment de la précision. Le *Cold Spray*, quant à lui, atteint des apports massiques situés entre quelques kg/h pour les matériaux durs, comme les super alliages, et jusqu'à 60 kg/h pour les aluminiums [15]. La précision atteinte oscille entre le millimètre et le centimètre selon les cas. La société speed 3D est connue pour utiliser le *Cold Spray* pour fabriquer des pièces métalliques en un temps record, grâce à un logiciel avancé qui permet de passer du fichier CAO à la trajectoire de buse optimisée, et cela rapidement et automatiquement, par exemple pour la fabrication d'une hélice de bateau en bronze-aluminium de 1,4 kg en 16 min [16].

3. Poudres métalliques et *Cold Spray*

Les poudres métalliques sont souvent classées en fonction de leur taille, de leur forme et de leurs caractéristiques de surface. Par exemple, de nombreuses formes de particules peuvent être produites, comme illustré sur la Figure 5. Cette variété de formes génère un vaste domaine d'utilisation des poudres métalliques pures, alliées ou oxydées. Cela va des colorants alimentaires (oxyde de titane), pigments, peintures spéciales, catalyseur chimiques, thermites et, ce qui nous intéresse ici, les procédés de fabrications additifs. La taille des particules peut également varier selon le procédé de fabrication et selon l'application visée. Pour les procédés de fabrication additive, taille des particules doit être inférieure à 100 μm .

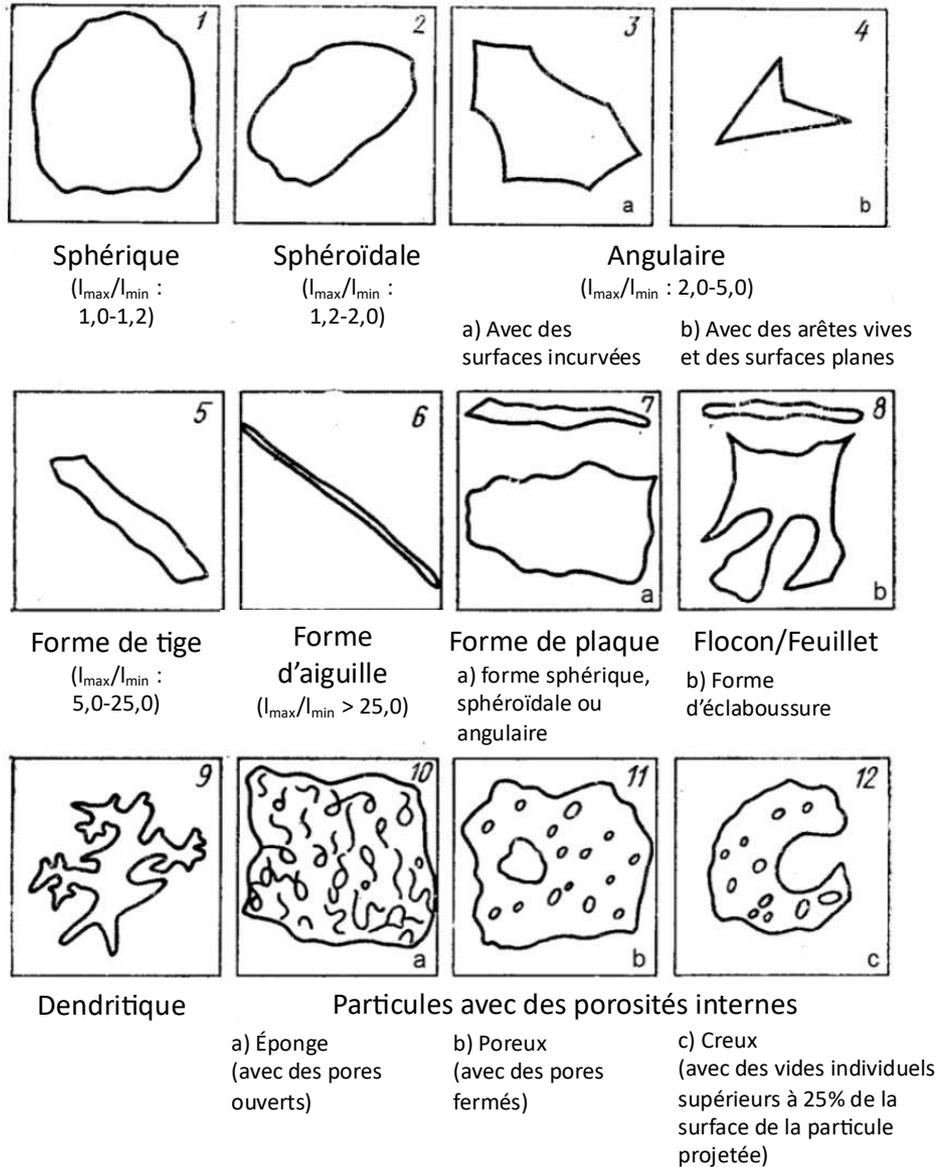


Figure 5 : Schéma des différentes morphologies de poudre, d'après [17]

3.1. Atomisation des poudres

Il existe de nombreuses méthodes différentes pour produire des poudres métalliques, notamment l'atomisation, la réduction chimique et le broyage mécanique. L'atomisation est la plus répandue pour les procédés additifs. Cela consiste à pulvériser un métal liquide, puis à refroidir rapidement les gouttelettes à l'aide d'un fluide, pour produire de petites particules. Selon la nature du fluide utilisé, l'atomisation peut se faire au gaz (air, azote ou argon principalement) ou à l'eau. De manière générale, le principe est le même : le métal est fondu, puis il est conduit jusqu'à une buse qui permet sa pulvérisation par un fluide à haute pression. L'atomisation à l'eau est un procédé économique mais il ne permet pas réaliser des poudres très sphériques. De plus, il peut engendrer une certaine oxydation de la matière et induire de la

porosité. L'atomisation au gaz permet d'obtenir un bon débit massique, ainsi que la possibilité de produire des poudres sphériques et de haute pureté. La consommation de gaz est importante et représente un coût conséquent. De plus, la majeure partie de la poudre produite présente une taille comprise entre 10 et 100 μm . Cette large gamme de tailles requiert un tri post-production afin d'obtenir plusieurs coupes granulométriques, utilisables chacune pour une application spécifique. Pour cela, les atomiseurs sont couplés à des cyclones qui permettent le tri des poudres par effet centrifuge.

L'installation de Toyal Europe (Accous, France) est utilisée comme exemple sur la Figure 6. En haut à gauche on montre un système à double four pour la fusion du métal ; en haut à droite, la tour d'atomisation, qui a la particularité d'être verticale et d'atomiser les poudres vers le haut. En bas de la figure, le synoptique d'installation dans sa globalité.

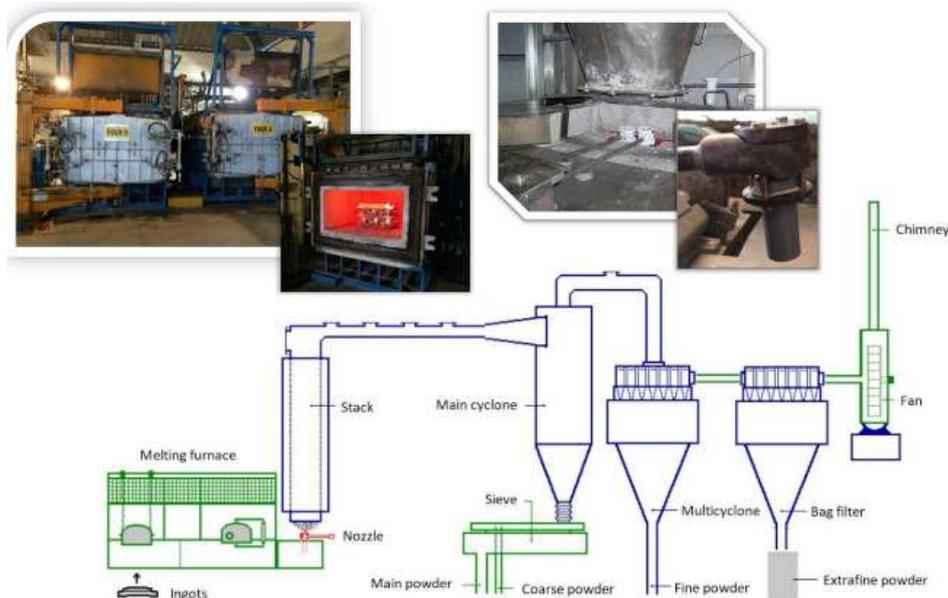


Figure 6 : Schéma du système d'atomisation et de classification chez Toyal Europe.

L'atomisation est un procédé qui présente deux phases : d'une part la pulvérisation du bain liquide en microgouttelettes, et d'autre part leur solidification. La pulvérisation consiste à rompre le métal liquide avec l'énergie cinétique apportée par le gaz d'atomisation, circulant à des vitesses de l'ordre des 300 m.s^{-1} pour les atomiseurs à buse annulaire et de 600 m.s^{-1} pour les buses de type De Laval [18]. Le résultat d'un calcul CFD des vitesses de gaz et particules est visible dans la Figure 7. Les gouttelettes prennent une forme plutôt sphérique, par l'action de la tension de surface, et subissent une solidification rapide. Le mécanisme de pulvérisation est similaire à celui qui est associé au cas des métaux liquides ou à ceux relevant d'autres fluides visqueux. Mais il est encore mal compris, et il est probable que le jet de métal liquide soit rompu par les instabilités dynamiques du gaz. La thèse de O. Khatim [19] décrit que, pour chaque

installation d'atomisation et les conditions opératoires afférentes, les résultats diffèrent fortement. Cependant, l'influence de la buse d'atomisation semble prépondérante pour la granulométrie des poudres.

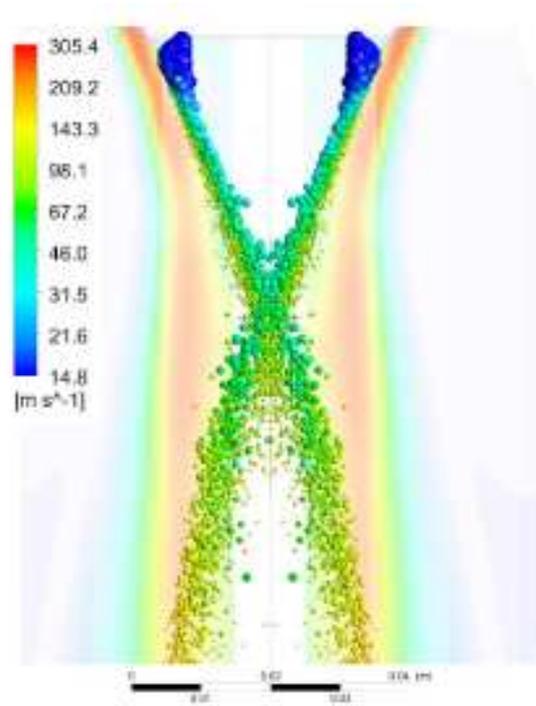


Figure 7 : Simulation CFD 3D d'atomisation avec une vue de la vitesse d'écoulement du gaz et des particules de poudre, d'après [20]

3.2. Solidification rapide et microstructure

La solidification est un point clé de l'atomisation, en particulier pour l'utilisation des poudres en *Cold Spray*. En effet, dans ce procédé la poudre n'est pas refondue lors de la projection. La microstructure des poudres en sortie d'atomisation est donc déterminante pour les performances en projection et, a fortiori, pour les caractéristiques du dépôt. L'atomisation conduit à des vitesses de solidification très importantes, qui sont à l'origine de microstructures particulières. Les vitesses de refroidissement sont comprises entre 10^5 et 10^6 K.s⁻¹ lors de l'atomisation au gaz. Ces vitesses sont fonction de la taille des gouttelettes/particules qui se solidifient, comme on le montre à la Figure 8 [21]. Plus la particule est petite et moins elle possède d'inertie thermique, et plus le rapport volume/surface est faible, ce qui se traduit par des vitesses de refroidissement élevées. La température du métal fondu et du gaz va également avoir un effet sur la cinétique de refroidissement, tout comme les propriétés thermiques du métal lui-même.

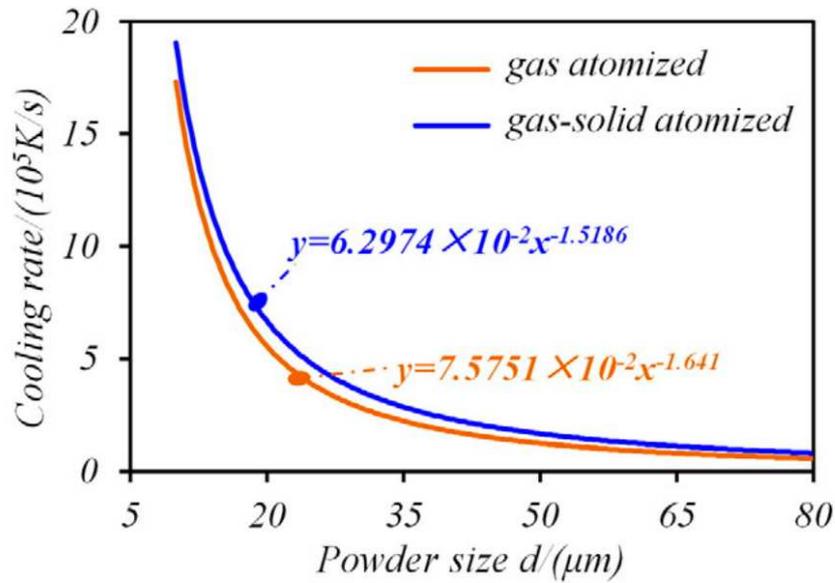


Figure 8 : Relation entre la vitesse de refroidissement calculée et la taille de particule, d'après [21]

Les gouttelettes de métal fondu se solidifient de l'extérieur vers l'intérieur. Lorsque la gouttelette est suffisamment refroidie, la solidification démarre autour d'un point de nucléation. Plus la particule est grosse, plus le nombre de points de nucléation est susceptible d'être élevé. La solidification progresse ensuite par l'avancée d'un front solide-liquide. La forme de ce front affecte la morphologie de la microstructure qui en résulte. Les formes possibles du front de solidification sont présentées sur la Figure 9 :

- Planaire, Figure 9 a) ;
- Cellulaire, Figure 9 b) ;
- Cellulaire dendritique, Figure 9 c) ;
- Colonnaire dendritique, Figure 9 d) ;
- Équiaxe dendritique, Figure 9 e).

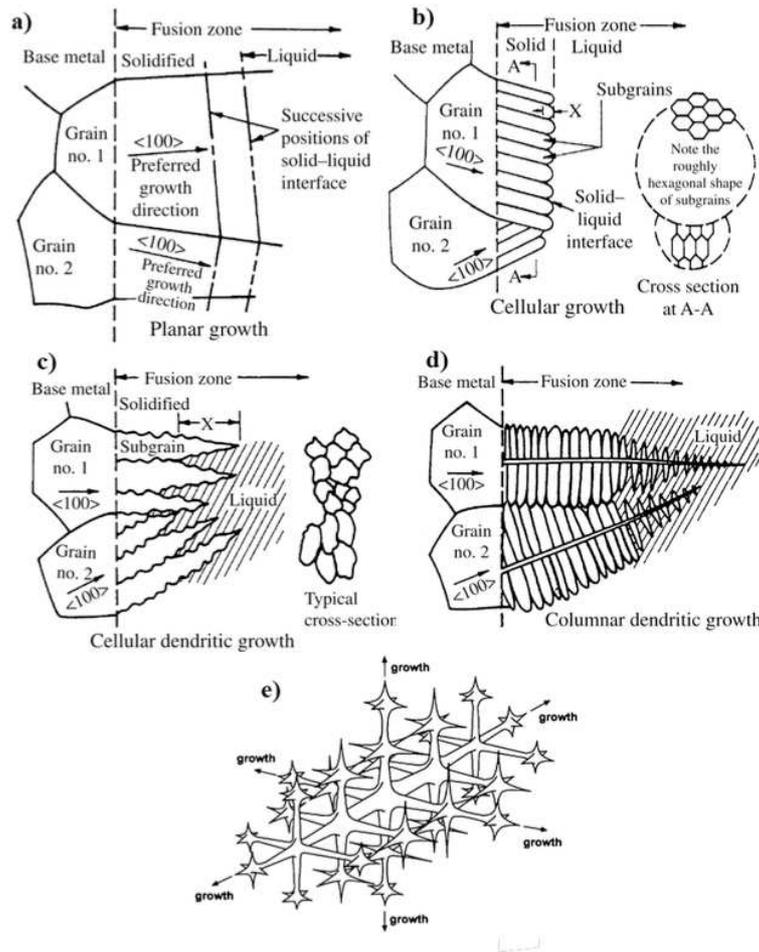


Figure 9 : Représentation schématique des différentes morphologies de solidification, d'après [22]

Les trois variables principales qui influencent la morphologie du front de solidification, et donc sa stabilité, sont le gradient thermique, la vitesse de solidification et la concentration en éléments d'alliage. Le diagramme de la Figure 10 montre le lien entre la vitesse de solidification, le gradient thermique et la microstructure obtenue pour un alliage. À partir de ce graphe, il est possible de prédire la microstructure finale du matériau, à condition de connaître le gradient thermique, la vitesse de solidification et les limites des domaines morphologiques. Dans le cas des poudres alliées atomisées, le fort gradient thermique et la vitesse de solidification élevée conduisent généralement à des microstructures de type cellulaire et cellulaire-dendritique. Selon Stefanescu [23], la principale cause de l'instabilité du front est la concentration en éléments d'alliage. Lors de la solidification d'alliages métalliques, un rejet de solutés est observé en pointe de dendrite : les éléments d'alliage diffusent dans le liquide devant l'interface. Dans le cas de la solidification rapide, l'avancée du front de solidification est plus rapide que celle du front de diffusion des éléments d'alliage. Ce gradient d'éléments chimiques en amont de l'interface conduit à un phénomène de surfusion qui correspond à la différence entre la température du liquidus à l'équilibre et la température de l'interface solide-liquide.

Dans le cas d'un métal pur, les limites des domaines morphologiques sont abaissées et il peut y avoir de la solidification planaire, ce qui n'est pas observé dans le cas d'alliages.

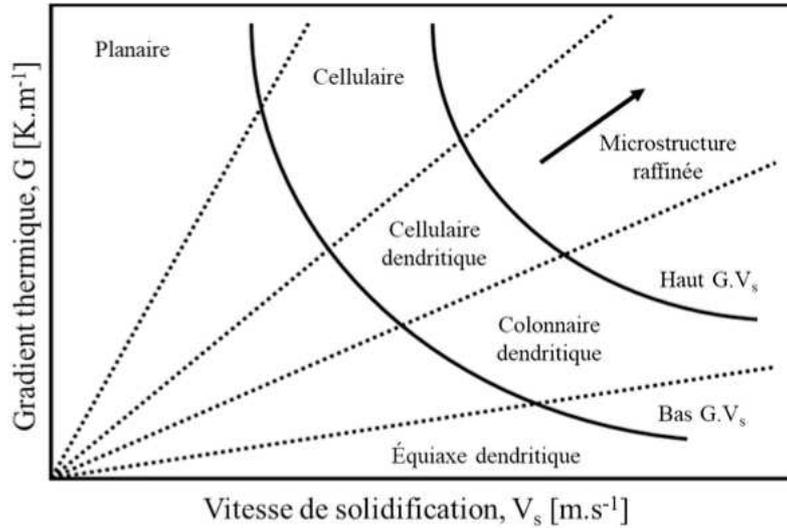


Figure 10 : Diagramme de solidification G -Vs, d'après [24]

4. Étude du comportement mécanique des poudres

La caractérisation des poudres en vue de leur utilisation en *Cold Spray* est relativement récente. En effet, pour augmenter les performances des dépôts, le *Cold Spray* ne fait pas exception à la règle : en premier lieu, le procédé est optimisé, puis c'est au tour des matériaux. On pourrait citer, par exemple, le cas des briques ou des parpaings, qui sont une optimisation des matériaux pour une construction plus traditionnelle, comme le torchis ou la paille, utilisés jusqu'au début du siècle dernier. Ceci a permis une accélération de la construction, une diminution des coûts et une augmentation des performances thermiques et mécaniques. Les briques, qui étaient au début en terre, sont progressivement remplacées par des matériaux à base d'argile, de plus en plus performants. Les briques du *Cold Spray* sont bien sûr les poudres : elles sont la partie élémentaire d'un dépôt. La connaissance de toutes leurs caractéristiques est critique pour l'augmentation des performances des dépôts *Cold Spray* car, comme le nom du procédé l'indique, les propriétés des poudres ne présentent pratiquement pas de modifications par effet thermique. Cette sous-partie du chapitre est consacrée à la discussion sur les caractérisations mécaniques et microstructurales réalisées sur les poudres pour le *Cold Spray*.

L'étude du comportement des poudres sous une sollicitation mécanique est relativement récente dans la bibliographie. On peut distinguer deux régimes, dynamique et statique. Dans le cadre du *Cold Spray*, c'est le comportement mécanique, de la poudre et du substrat, qui a le plus

grand effet sur la qualité du dépôt et sur le rendement. Au vu de l'échelle spatio-temporelle des impacts en *Cold Spray* (dizaine de micromètres et dizaine de nanosecondes), l'observation directe des impacts n'est pas aisée. Pour cela, la simulation numérique reste toujours une méthode prisée dans les études. Son utilisation sera approfondie dans la partie suivante. Différentes études du comportement mécanique des poudres ont été réalisées à l'échelle de la particule et à différents régimes de sollicitation. Nous allons traiter d'abord le régime statique, puis le régime dynamique.

4.1. Comportement statique

L'étude du comportement statique des particules de poudres a été initiée par Assadi et al. [25] en 2015. Dans cet article, des essais de micro-compression monotone sont présentés, réalisés sur 38 particules de cuivre isolées, de différentes tailles représentatives du lot de poudre. L'essai de micro-compression est réalisé avec un nano-indenteur équipé d'une pointe tronquée, avec un plat de 200 μm en diamant. Un schéma issu de l'article est montré sur la Figure 11.

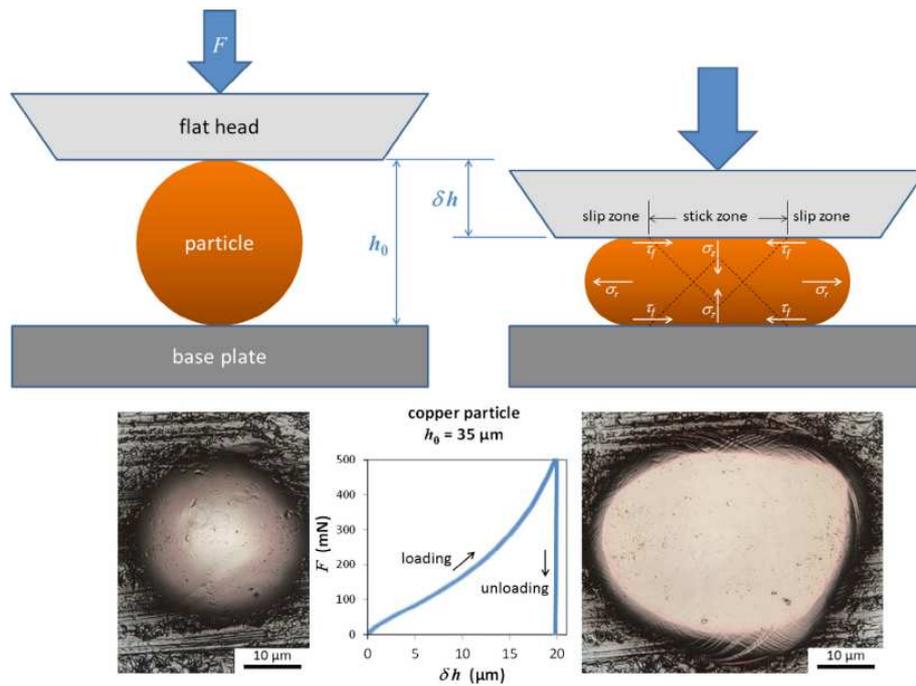


Figure 11 : Schéma de l'essai de microcompression d'une particule individuelle, d'après [25]

L'essai de micro-compression permet d'obtenir des courbes force-déplacement, qui caractérisent la réponse des particules à une sollicitation par compression. Dans le cadre de l'étude d'Assadi et de son dispositif expérimental, la force maximale est limitée à 0,5 N. Ainsi, les particules de cuivre étudiées ont pu être déformées au minimum à 50%, c'est-à-dire que la hauteur finale est égale à la moitié de la hauteur initiale. Ceci correspond au même ordre de grandeur que celui des déformations subies par les particules en *Cold Spray*, comme P-E Léger

l'a montré dans sa thèse [26]. Il s'agit uniquement d'une valeur moyenne, car certaines zones atteignent plusieurs centaines de pourcents de déformation.

La partie numérique dans l'étude d'Assadi consistait à simuler par la méthode des éléments finis (EF) l'essai de compression d'une particule individuelle. Des conditions aux limites ont été appliquées pour représenter l'essai en contraignant l'indenteur et la particule, en tirant partie des symétries présentes comme le montre la Figure 12.

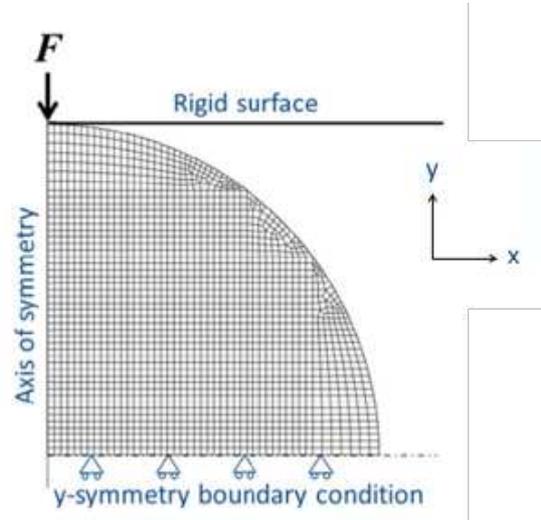


Figure 12 : Schéma de la modélisation par éléments finis de la compression de particule, d'après [25]

La loi de comportement choisie était celle de Johnson-Cook, la plus utilisée dans le domaine du *Cold Spray*. Le modèle viscoplastique intègre les effets de l'écroutissage, de la vitesse de déformation et de l'adoucissement thermique, ce qui le rend apte à simuler la réponse mécanique complexe des particules dans les conditions dynamiques du *Cold Spray*. Le modèle exprime la limite d'élasticité σ comme dans l'Eq. 1 :

Équation 1 : Modèle de Johnson-Cook

$$\sigma = \left(A + B \varepsilon_p^n \right) \left(1 + C \log \left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right) \left(1 - \left(\frac{T - T_{\text{ref}}}{T_{\text{melt}} - T_{\text{ref}}} \right)^m \right)$$

où B est le coefficient d'écroutissage, n l'exposant d'écroutissage, C le coefficient de sensibilité à la viscoplasticité, m l'exposant de sensibilité à l'adoucissement thermique, ε_p la déformation plastique équivalente, $\dot{\varepsilon}_p$ la vitesse de déformation plastique équivalente, $\dot{\varepsilon}_0$ la vitesse de déformation de référence, T la température, T_{ref} la température de référence et T_{melt} la température de fusion.

Ce modèle est dit phénoménologique, c'est-à-dire qu'il est capable de reproduire des comportements mais n'est pas basé sur les équations de la thermodynamique, comme peuvent l'être d'autres modèles. Il doit être caractérisé pour chaque matériau afin de bien représenter le

comportement observé expérimentalement, et il se généralise moins bien que les modèles physiques. Ce type de modèle, bien que non physique, a l'avantage d'utiliser un nombre réduit de paramètres et d'offrir une bonne représentation du réel dans une plage de vitesses et de températures utilisée lors des expériences de caractérisation du modèle. Le modèle de Johnson-Cook présente un autre avantage : il est composé de trois facteurs. Assadi tire parti de ce fait dans son article : les contributions de la sensibilité à la vitesse de déformation et de l'adoucissement thermique sont retirées du modèle en fixant ($C = m = 0$). En effet, l'essai est réalisé à faible vitesse et à température ambiante. Pour déterminer avec précision les coefficients de la partie statique du modèle de Johnson-Cook, la simulation numérique a été étalonnée par rapport aux résultats des essais expérimentaux de micro-compression. Par comparaison des courbes force-déplacement simulées avec les données expérimentales, Assadi et ses collègues ont ajusté les paramètres statiques (A , B et n) du modèle de Johnson-Cook. Pour cela, les auteurs ont d'abord choisi de transformer les données force-déplacement en contrainte-déformation pour s'affranchir des effets de la taille de particule, et ainsi simplifier la comparaison entre essais. L'approche choisie est le calcul de la courbe contrainte et déformation nominales à partir des courbes force-déplacement. L'équation 2 permet cette transformation.

Équation 2 : Formules approchées de la contrainte et de la déformation nominales

$$\sigma_{nom} = \frac{4F}{\pi d_0^2} \frac{h_0 - \delta}{h_0}, \varepsilon_{nom} = -\ln \left(1 - \frac{\delta}{h_0} \right)$$

avec F la force de compression, d_0 le diamètre moyen de la particule, h_0 la hauteur initiale de la particule, qui est égale à d_0 lorsque la particule est parfaitement sphérique, et δ l'enfoncement de l'indenteur. Cette conversion s'appuie sur la formulation Hertzienne de la mécanique du contact, et permet de calculer la contrainte maximale. Elle comporte une hypothèse forte : la déformation est purement élastique, ce que l'on sait être faux lors de la compression des particules. De plus, si la formule permet de calculer la contrainte maximale, elle ne donne cependant pas le champ de contrainte. On calcule donc des variables locales (la contrainte/déformation) car, contrairement aux essais de compression classiques (contact plan/plan) où le champ de contrainte est globalement uniforme, l'essai sur poudre induit un champ de contrainte en forme (haricot de Hertz) alors que les informations initiales sont des variables globales (force/déplacement) mesurées sur l'ensemble de la particule.

Une fonction liant le coefficient B à A et n est également créée pour réduire le nombre de variables à ajuster.

L'ajustement des paramètres est ensuite réalisé par itérations successives. Le point de départ de l'optimisation des paramètres de Johnson-Cook se fait avec ceux du cuivre massif ($A = 90$ MPa, $B = 292$ MPa et $n = 0.31$). Pour prendre en compte l'effet du niveau des variations de contrainte-déformation, les auteurs ont introduit un facteur d'échelle α dans l'Équation 3. Ce facteur est utilisé lors de la comparaison simulation et expérience en calculant le paramètre A à l'échelle comme suit $A : A/\alpha$.

Équation 3 : Formule du facteur d'échelle des coefficients

$$\alpha = \frac{A + B(0.5)^n}{\sigma_{0.5}}$$

Les auteurs utilisent une expression mathématique, l'Équation 4, pour comparer facilement les résultats numériques aux résultats expérimentaux.

Équation 4 : équation pour l'interpolation entre la contrainte et déformation

$$\sigma_{nom} = a\varepsilon_{nom} + b \ln(1 + c\varepsilon_{nom})$$

où les paramètres a , b et c sont des paramètres d'ajustement. Ils sont calculés et reliés aux paramètres de Johnson-Cook par le polynôme suivant :

$$\begin{aligned} a &= -4.03 + 13.5n + 546n^2 - 0.125A + 1.09nA - 3.08n^2A \\ &\quad + 0.000224A^2 - 0.00341nA^2 + 0.00446n^2A^2 \\ b &= 43.2 + 271n - 444n^2 + 0.103A - 1.91nA + 2.71n^2A \\ &\quad - 0.000185A^2 + 0.00336nA^2 - 0.00427n^2A^2 \\ c &= 45.6 - 186n + 144n^2 + 0.263A - 0.7nA + 1.54n^2A \\ &\quad - 0.000517A^2 + 0.0039nA^2 - 0.00603n^2A^2 \end{aligned}$$

Il est à noter que le polynôme n'est donné valide que dans la plage $n = 0.1-0.7$ et A (à l'échelle) = 100-300 MPa. Les auteurs calculent avec l'Équation 4 la contrainte nominale, puis ils modifient A , B , et ensuite ils recommencent depuis l'équation 3. La variation des paramètres est pilotée par la méthode des moindres carrés entre le résultat expérimental et le résultat modélisé. Cette routine est facilement calculable analytiquement ; cependant, la méthode ne prend pas en compte les problématiques liées au point d'initialisation de la routine. C'est un problème récurrent en optimisation : la dépendance au point d'initialisation. Selon le point de départ, on peut trouver des solutions différentes qui correspondent à des minima locaux de la fonction coût (ici la différence calcul-expérimental). De plus, cette méthode simple n'est pas généralisable du fait qu'un polynôme doit être recalculé pour chaque matériau ou chaque plage de coefficients à explorer. Enfin, en calculant les contraintes-déformations avec l'Équation 2, la modélisation simplifiée ne garantit pas que le résultat d'optimisation soit le bon, car la

contrainte est calculée par rapport au diamètre. Or, la contrainte maximale se déplace de la sous-couche de la particule vers le centre au cours de l'essai, et cela n'est pas pris en compte dans la méthode.

Les paramètres ajustés par cette méthode donnent cependant une bonne corrélation entre le calcul numérique et l'expérience. Les chercheurs ont ensuite extrapolé ces résultats à un calcul d'impact d'une particule de cuivre avec les paramètres de la bibliographie et ceux obtenues via la micro-compression. Les champs de température sont présentés sur la Figure 13. Les nouveaux paramètres donnent des températures maximales beaucoup plus importantes. La température locale à l'impact étant une valeur impossible à obtenir expérimentalement, mais déterminante pour les mécanismes d'adhésion, notamment pour le cisaillement adiabatique, une meilleure estimation de la température à l'interface permettra une meilleure compréhension des mécanismes d'adhésion.

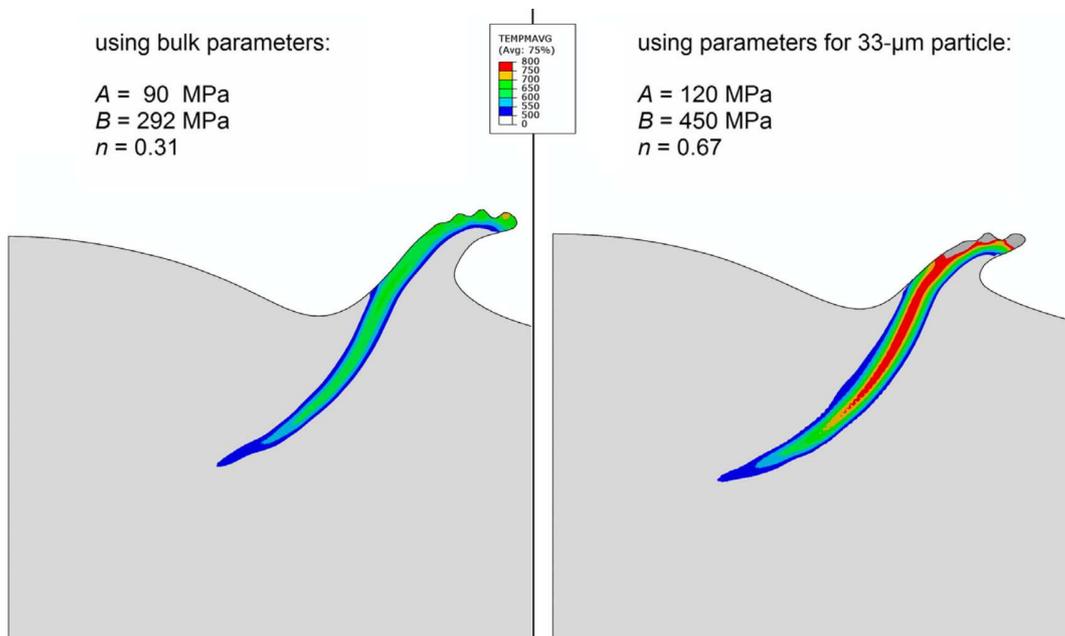


Figure 13 : Distributions des températures à l'interface, obtenues par simulation d'impact à 500 m/s d'une particule de cuivre sur aluminium avec, à gauche, un jeu de paramètres Johnson-Cook du cuivre massif et, à droite, un jeu optimisé sur les essais de micro-compression de particules individuelles, d'après [25]

Cette étude numérique a non seulement fourni des informations précieuses sur le comportement statique des particules de cuivre, mais elle a également démontré l'efficacité du modèle de Johnson-Cook pour décrire la réponse du matériau sous différentes conditions de chargement et utiliser sa décomposition pour permettre une modélisation plus fine du comportement. Il reste cependant à modifier la méthode de caractérisation du modèle car, en l'état, les hypothèses présentes et le choix de la méthode ne garantissent pas que les résultats soient les bons. L'essai ne peut fournir que des courbes force-déplacement ; il faut donc réaliser l'optimisation sur ces

grandeurs, et cela sans calculer de courbe approchée de la contrainte-déformation que l'on sait être fausse.

4.2. Comportement dynamique

L'étude du comportement dynamique des particules de poudres est essentielle pour une bonne compréhension des phénomènes à la base du *Cold Spray*, qui impliquent des impacts à haute vitesse et de très grandes vitesses de déformation. Dans les dernières années, le nombre d'études sur le comportement dynamique de différentes poudres métalliques utilisées en *Cold Spray* s'est multiplié. Dans cette sous-partie, différentes méthodes de caractérisation expérimentales et numériques seront présentées.

L'essai aux barres de Hopkinson, connu sous le nom anglais de *Split Hopkinson Pressure Bar* (SHPB), est une technique expérimentale pour l'étude du comportement des matériaux à grandes vitesses de déformation. Cette technique permet de déformer les échantillons généralement entre 10^2 et 10^4 s⁻¹ [27]. L'essai consiste en l'utilisation de deux longues barres cylindriques : l'une, dite d'entrée, est le percuteur et la seconde, dite de sortie, sert à la transmission de l'onde choc pour la mesure d'énergie absorbée. Elles sont séparées par l'échantillon à déformer. Une troisième barre percute la barre d'entrée, générant une onde de compression qui se propage à travers la barre d'entrée, traverse et déforme l'échantillon et se propage ensuite à travers la barre de sortie. L'analyse des ondes mécaniques dans les barres d'entrée et de sortie (parfois directement dans l'échantillon [28] quand c'est possible) permet d'étudier le comportement de l'échantillon. Bien que cette méthode soit éprouvée pour la caractérisation des matériaux en dynamique rapide, elle présente plusieurs limites qui la rendent peu adaptée à l'étude du comportement des poudres dans les conditions du *Cold Spray*. Ces limites sont discutées dans la liste suivante dans le cas où l'on appliquerait cet essai à une particule de poudre.

- Géométrie de l'échantillon : l'essai SHPB demande des échantillons de géométrie précise, de quelques millimètres et de forme cylindrique ou prismatique, avec des faces parfaitement parallèles. Cette contrainte rend difficile l'application de l'essai aux particules de poudre individuelles qui sont micrométriques et qui ont des formes et des tailles irrégulières.
- Vitesse de déformation : les vitesses de déformation atteignables avec l'essai SHPB (10^2 à 10^4 s⁻¹) sont inférieures de plusieurs ordres de grandeur à celles subies par les particules en *Cold Spray*, qui peuvent atteindre localement 10^8 à 10^9 s⁻¹. À cette grande

différence de vitesse de déformation est associé un risque d'obtenir de mauvais résultats dans le cas d'une extrapolation à une étude d'impact en *Cold Spray*.

- Contact entre les particules et les barres : dans l'essai SHPB, l'échantillon est soumis à une compression directe par le contact entre les deux barres. Cette condition de chargement est différente d'un impact à grande vitesse subi par la poudre en *Cold Spray*, où les particules sont soumises à des déformations localisées et non linéaires en raison de l'impact avec le substrat.

On trouve dans la littérature de nouvelles méthodes pour impacter une particule dans des régimes de sollicitation propres au *Cold Spray*, et notamment autour du choc laser et du procédé du *Cold Spray* lui-même.

Le choc laser utilise la technologie de laser pulsé à haute énergie et faible durée de pulsation. Le choc laser est notamment connu pour son utilisation en grenailage photonique, maîtrisable. Dans l'article de S. Barradas et al. [29], une utilisation détournée du choc laser est proposée pour accélérer des feuillards métalliques à des vitesses maîtrisées et pour reproduire ainsi expérimentalement les conditions d'impact entre deux matériaux, typiques du *Cold Spray*. L'essai est schématisé dans la Figure 14 sous la forme de sa configuration de calibration ; en configuration d'essai, le PMMA est remplacé par un receveur sous forme de plaque d'aluminium. La technique consiste à ablater une fine couche sacrificielle du feuillard à l'aide d'une impulsion laser (20 J et 20 ns), créant ainsi un plasma à haute densité d'énergie qui, dans son expansion, accélère le feuillard vers la cible. De l'eau est ajoutée sur la surface illuminée par le laser, pour servir de milieu de confinement du plasma, ce qui augmente la pression mécanique exercée par son expansion, et donc la vitesse du feuillard. Les vitesses sont mesurées par VISAR (*Velocity Interferometer System for Any Reflector*), un interféromètre laser qui permet de mesurer la vitesse d'un objet réfléchissant, lors d'une phase de calibration. Pour ce faire, on utilise un substrat de réception en PMMA, qui est transparent pour le laser du VISAR. Cette étape permet d'associer une vitesse moyenne du feuillard à une énergie de laser donnée, qui peut être réglée.

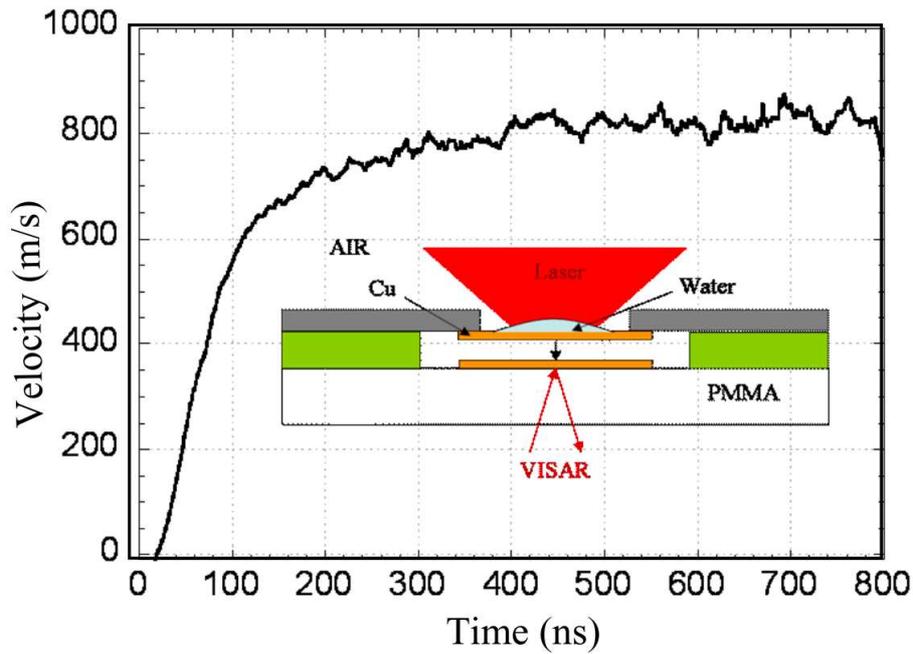


Figure 14 : Schéma de l'essai d'envol de feuillard dans sa configuration de calibration de vitesse. La vitesse du feuillard en fonction du temps est donnée par la courbe, d'après [29]

L'article est complété par une analyse de l'interface de feuillard projeté sur de l'aluminium par choc laser, et celle-ci est comparée à l'analyse de l'interface d'une particule de cuivre projetée par *Cold Spray* sur de l'aluminium. Les profils de diffraction X réalisés aux interfaces montrent la présence de phases intermétalliques similaires, confirmant que les mêmes phénomènes ont lieu dans les deux cas. La liaison métallique est donc produite par l'impact à grande vitesse, qui active des mécanismes de réaction-diffusion sur des courtes distances en proximité de l'interface.

On retrouve l'utilisation du choc laser dans un article de Hassani et al. de 2018 [30]. On y présente un banc expérimental permettant l'impact d'une particule individuelle à grande vitesse par choc laser. Le banc est nommé LIPIT (*Laser Induced Projectile Impact Test*) et il est utilisé pour comprendre l'adhésion en *Cold Spray*. Le LIPIT permet tout d'abord la projection d'une particule, mais surtout de visualiser l'impact avec une bonne résolution spatio-temporelle (10 ns et quelques micromètres) à l'aide d'une caméra équipée de 16 capteurs CCD dont chacun prend une image successivement. Le schéma du banc est présenté dans la Figure 15. La particule est préalablement déposée sur un substrat multicouche qui permet de transformer l'énergie du laser en impulsion mécanique. Le substrat est constitué par la succession des couches suivantes, à partir de la face illuminée par le laser :

- verre de 210 μm d'épaisseur, qui est le milieu de confinement pour le plasma permettant de concentrer la dilation du plasma vers le lanceur,

- film d'or de 60 nm d'épaisseur (couche d'ablation permettant la génération du plasma),
- film polyuréthane de 30 μm d'épaisseur, qui se déforme sans se rompre et accélère la particule.

La fabrication de ce type de lanceur demande l'accès à des procédés complexes (*Spin Coating* et dépôt phase vapeur) qui doivent être parfaitement maîtrisés pour obtenir un bon niveau de répétabilité entre essais.

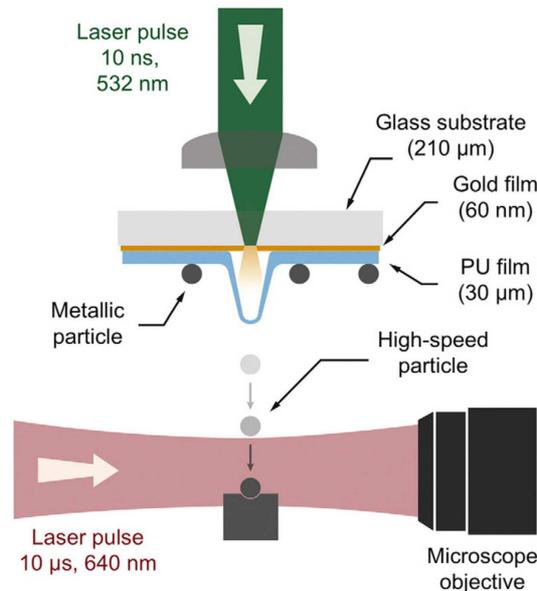


Figure 15 : Schéma du banc LIPIT, d'après [30]

Le banc est capable d'accélérer une particule à des vitesses comprises entre 100 et 1200 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ et de réaliser des images de l'impact. Il a été utilisé pour faire des essais avec des poudres d'aluminium (pur, 2024, 6061 et 7075), nickel, titane, tungstène, or, argent, cuivre, étain et zinc[31].

Les auteurs se sont concentrés sur l'étude de la vitesse critique. Ce concept correspond à la valeur seuil de la vitesse à partir de laquelle une particule adhère au substrat. L'école allemande du *Cold Spray*, avec Assadi [10], a beaucoup développé ce concept et l'a associé aux propriétés mécaniques des particules, comme la limite élastique avec l'équation :

Équation 5 : Formule de calcul de la vitesse critique

$$v_{crit} = 667 - 0.014\rho + 0.08(T_m - T_R) + 10^{-7}\sigma_u - 0.4(T_i - T_R)$$

Avec v_{crit} la vitesse critique, ρ la densité, T_m la température de fusion, T_R celle de référence (293 K), T_i celle de l'impact et σ_u la limite élastique. Les unités sont celles du système international.

Le banc LIPIT permet de déterminer la vitesse critique dans les conditions particulières de l'étude (température ambiante et avec de petites particules). Ceci est représenté sur la Figure 16, qui montre le coefficient de restitution (le rapport vitesse de rebond sur la vitesse initiale de la particule) en fonction de la vitesse initiale, pour plusieurs types de particules. Quand ce coefficient est égal à zéro, la particule adhère au substrat.

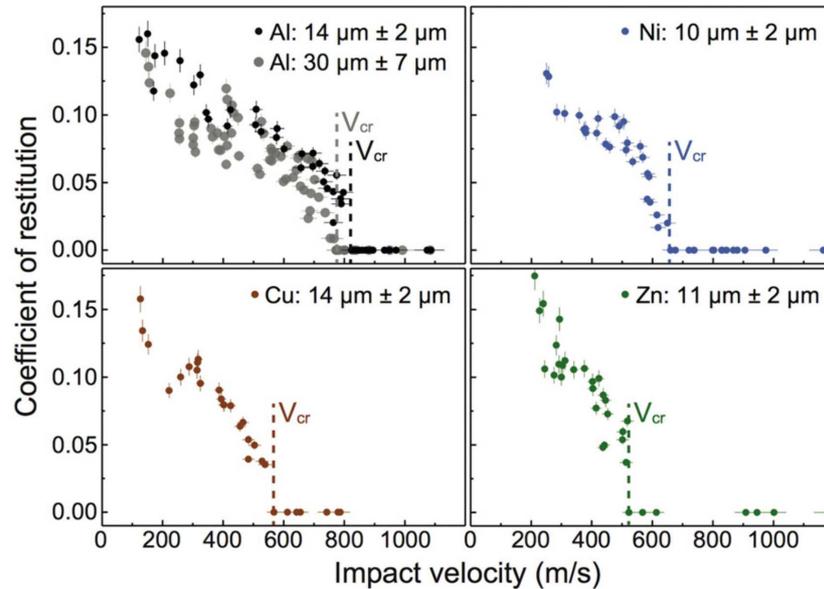


Figure 16 : Coefficients de restitution pour des poudres d'Al, Ni, Cu et Zn en fonction de la vitesse d'impact, d'après [30]

Le concept de vitesse critique donne une information intéressante pour les fabricants de systèmes *Cold Spray*, avec un critère de vitesse à atteindre. Toutefois, l'associer directement à la condition d'adhésion en *Cold Spray* n'est pas évident, car bien qu'il soit séduisant d'avoir un seul nombre à atteindre, ce concept cache en réalité une myriade d'effets possibles. Si l'on regarde les conditions d'impact sur la Figure 16, on observe déjà que selon la taille de particule, la vitesse critique est différente ($810 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ pour les particules de $14 \text{ }\mu\text{m}$ et $770 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ pour celle de $30 \text{ }\mu\text{m}$), ce qui est en accord avec le fait que plus une particule est grosse et plus la vitesse critique est faible. De plus, lors de projections *Cold Spray*, la vitesse des particules est variable d'une particule à l'autre selon la position de celle-ci dans le flux gazeux, les interactions entre particules, mais surtout selon l'installation. La connaissance précise des vitesses et température n'est que très difficilement mesurable. Si l'on regarde maintenant d'un point de vue matériaux, il y a également beaucoup d'effets qui vont jouer sur la vitesse à laquelle la particule va adhérer : l'épaisseur de la couche d'oxyde (particule et substrat), la topologie de surface mais surtout la microstructure des particules. Cette dernière est variable d'une particule à l'autre, et les différences s'accroissent si l'on change de fabricant. Chacun a une recette de fabrication qui

va influencer sur les conditions de solidification, et donc sur la microstructure de la poudre. La bien connue loi de Hall-Petch nous confirme que la limite élastique du matériau augmente lorsque la taille de grains diminue.

Le développement du LIPIT constitue une avancée forte pour la compréhension de l'adhésion en *Cold Spray*. Il permet de réaliser une simulation expérimentale des impacts de particules de poudres avec la maîtrise et la mesure des conditions. Ainsi, il est possible de réaliser des études de microstructure post-mortem des splats, mais également de fournir des conditions d'impact précises. Les tirs réalisés avec ce banc ont permis d'initier d'autres études et d'ouvrir des perspectives de caractérisation des poudres en régime propre au *Cold Spray*. Pour la simulation d'impacts, c'est un grand pas avant car il est maintenant possible de tester et valider les modèles avec des données fiables. C'est l'un des besoins les plus récurrents de la recherche en *Cold Spray*.

Précédemment, pour simuler un impact unitaire de particule, il était possible, pour la plupart des matériaux, de trouver dans la littérature un ou plusieurs jeux de paramètres permettant d'identifier une loi de comportement adaptée aux conditions dynamiques du *Cold Spray*. Cependant, beaucoup de ces jeux de paramètres sont issus de résultats d'essais SHPB. On peut trouver beaucoup d'articles de simulation d'impact d'une particule, ou d'un amas de particules, disponibles, et cela avec différentes approches de modélisation, telles que Lagrangienne, Eulérienne, couplées Eulerien-Lagrangienne, SPH (*Smoothed particles Hydrodynamics*), ou encore moléculaires. Il y a aussi différents modèles relevant des matériaux, comme les approches Johnson-Cook, Preston-Tonks-Wallace (PTW), à seuil de contraintes mécaniques (*MTS Mechanical Threshold Stress*), ou d'autres qui sont adaptées et/ou modifiées. Beaucoup de configurations ont été essayées pour représenter au mieux les déformations d'une particule à une vitesse supersonique ; cependant, les conditions d'impact ne sont pas connues précisément.

Un article de Wang et al. [32] illustre bien la nécessité de données fiables pour la modélisation du *Cold Spray*. Les auteurs mettent en place la caractérisation d'une poudre de cuivre, au travers d'un développement d'un modèle matériaux complexe (Johnson-Cook enrichi). La calibration du modèle est faite à partir de projections *Cold Spray* de type « single splat », c'est-à-dire réalisées avec une grande vitesse transverse (buse-substrat) et un faible débit de poudre, ce qui permet d'avoir des splats isolés. Une coupe FIB d'une splat est réalisée pour visualiser la section de la région d'un impact. Les auteurs comparent la forme de la section de splat à la simulation, en prenant comme hypothèse que la particule était une sphère parfaite avant

déformation avec un diamètre de 36 μm (la taille moyenne de la poudre), une température initiale de 200 $^{\circ}\text{C}$ et une vitesse d'impact de 500 m.s^{-1} . Ces hypothèses sont cohérentes par rapport aux conditions de projection, mais cela reste cependant une estimation. Selon la vitesse initiale de la particule, la dispersion statistique lors de la projection *Cold Spray* (vitesse, température, angle), ou même la mesure du diamètre, le résultat de la simulation peut accuser de larges disparités.

L'article présente une corrélation parfaite entre les morphologies des sections de splat numérique et de splat expérimental, mais les données utilisées pour réaliser la corrélation sont discutables car les estimations de la vitesse, température et diamètre sont approximative. Ce genre d'approche est encourageant car valide la capacité de modèles matériaux avancés à décrire correctement la cinétique d'impact en *Cold Spray*. L'utilisation de données plus précises permettrait une amélioration de la caractérisation, ce qui ouvrirait alors la possibilité de généraliser les modèles d'un impact unitaire à tout un lot de poudres présentant différentes tailles de particules, affichant des propriétés mécaniques qui leur sont propres, et ainsi de prédire les déformations dans diverses conditions expérimentales.

Les systèmes de type LIPIT sont relativement récents et de plus peu diffusés dans les laboratoires. Ainsi, peu d'études ont pu bénéficier des résultats en découlant. Une étude de Arash Alizadeh, dans son mémoire de master [33], porte sur l'ajustement des paramètres du modèle de JC de poudre d'aluminium Al-6061 à partir de résultats issus du banc LIPIT. Le modèle de JC est modifié, et une variation du coefficient de sensibilité viscoplastique C en fonction de la vitesse de déformation est introduite, comme suit :

$$C = \begin{cases} C_1 & \dot{\epsilon}_p < \dot{\epsilon}_c \\ C_2 & \dot{\epsilon}_p \geq \dot{\epsilon}_c \end{cases}$$

avec $\dot{\epsilon}_c$ une vitesse de déformation critique, C_1 et C_2 les coefficients de sensibilité viscoplastique. Le point de départ de l'optimisation correspond aux valeurs de paramètres (γ compris $\dot{\epsilon}_c$) obtenues par des essais SHPB [34]. L'ajustement des paramètres a été réalisé par comparaison de la morphologie de sections de splats, et uniquement sur les coefficients n , C_1 , C_2 et m . Sans rentrer dans les détails de la méthode d'optimisation, à chaque pas de calcul le coefficient avec la plus grande influence sur les résultats est modifié, jusqu'à ce que l'écart entre la simulation et l'expérience soit minimisé. Des paramètres de JC ont donc pu être ajustés, pour des particules d'environ 20 microns, projetées entre 175 m.s^{-1} et 700 m.s^{-1} . Les auteurs suggèrent que la méthode pourrait être étendue à une plus large gamme de conditions d'essais (diamètre, matériaux, vitesse et température) et une façon d'automatiser l'optimisation devrait être trouvée. Il est pertinent d'ajouter que l'optimisation de paramètres de modèles de

comportement dynamique est difficile, notamment en raison de la non-linéarité et de l'interdépendance des coefficients.

5. Caractérisation métallurgique des poudres

La caractérisation de la poudre est importante pour établir le lien entre les propriétés du matériau de départ, le rendement et les performances finales du revêtement résultant. Cette section décrit diverses techniques de caractérisation de la métallurgie des poudres utilisées dans la projection à froid, et en souligne les aspects importants ainsi que les applications spécifiques à chaque technique.

Le développement de poudres spécifiques pour le *Cold Spray* implique en amont que l'on étudie et contrôle différents paramètres tels que la taille et la distribution des particules, la morphologie, la composition chimique, la structure cristalline, les propriétés mécaniques et les défauts internes [35]. Ces paramètres influencent directement la possibilité d'obtenir un dépôt et les propriétés du matériau projeté, notamment l'adhérence, la résistance mécanique et la densité. Les aspects liés à la morphologie des particules sont largement étudiés dans la littérature. En revanche, l'étude des caractéristiques métallurgiques de la poudre est beaucoup plus marginale, d'autant plus dans le cas du *Cold Spray*. Les techniques modernes de caractérisation de la métallurgie des poudres fournissent des informations détaillées, qui constituent une base solide pour le développement de poudres pour le *Cold Spray*. Les techniques présentes dans la littérature sont l'EBS (diffraction d'électrons rétrodiffusés), l'EDS (spectroscopie à dispersion d'énergie), la DRX (diffraction des rayons X) et la nanoindentation. Chacune de ces techniques présente des avantages et des inconvénients, et leur utilisation dépend des objectifs spécifiques de la recherche.

5.1. EBS

L'EBS, pour l'anglais *Electron BackScattered Diffraction*, est une technique de caractérisation microstructurale des matériaux cristallins. Elle repose sur l'interaction entre le faisceau d'électrons du MEB et l'échantillon, incliné à 70° par rapport au faisceau. Cela résulte en la diffraction des électrons rétrodiffusés qui, à l'aide d'un capteur spécifique, conduit à la formation d'images avec des motifs de diffraction, appelés diagrammes de Kikuchi. L'analyse de ces derniers avec des logiciels spécifiques permettent de déterminer l'orientation cristalline locale. L'EBS permet d'obtenir d'autres informations précieuses pour la caractérisation métallurgique des poudres, comme les tailles de grains, la texture (c'est-à-dire l'orientation privilégiée des grains au sein du matériau), la densité de dislocations ou les défauts internes. La

taille des grains peut être obtenue avec des algorithmes d'indentification des joints de grains en fonction de l'orientation cristalline. La texture peut être analysée graphiquement à partir de :

- la figure de Pole (PF de l'anglais *Pole Figure*), qui montre la distribution des orientations pour une direction cristallographique donnée. Des coefficients ou facteurs de texture peuvent être calculés à partir des données pour comparer différents matériaux ou microstructures ;
- la figure de pole inverse (IPF de l'anglais *Inverse Figure Pole*), qui permet de visualiser l'orientation de chaque grain par rapport à un système de coordonnées fixes. Elle a l'avantage d'être facilement compréhensible et de pouvoir être visualisée en superposition avec un cliché MEB de la microstructure pour identifier d'éventuels effets liés à la position dans le matériau.

Les caractéristiques accessibles avec cette technique apportent de précieuses informations pour la compréhension du *Cold Spray* et pour l'optimisation des poudres pour ce procédé. Dans l'article de A. Sabard et T. Hussain [36], les auteurs ont tiré parti de cette technique pour comprendre l'effet d'un traitement thermique des poudres d'aluminium Al-6061 sur les performances en projection. Bien qu'à première vue l'étude d'un paramètre locale et intime de la poudre tels que la taille de grains ou la densité de dislocation pour améliorer le rendement de projection semble lointain, ils arrivent cependant à tirer des tendances générales intéressantes. Dans cet article, le traitement thermique de la poudre a été réalisé dans un tube en quartz chauffé à 530 °C pendant 4h, suivi par une trempe à l'eau pendant 2 min. Deux particules de poudre sont étudiées, comme il est montré à la Figure 17, l'une brute d'atomisation et l'une traitée thermiquement. L'analyse des clichés MEB avec un détecteur d'électrons rétrodiffusés réalisée par les auteurs indique que :

- la poudre brute présente une microstructure dendritique, bien qu'elle ressemble à une microstructure cellulaire. Des zones claires sont présentes entre les cellules/dendrites, ce qui indique une ségrégation des éléments d'alliage dans les joints de cellules/dendrites ;
- la poudre traitée a une microstructure plus uniforme et les variations de contraste sont beaucoup plus contenues. Les éléments d'alliage (Mg, Si, Cu, Fe et Cr) ont pu diffuser dans la matrice lors du traitement thermique.

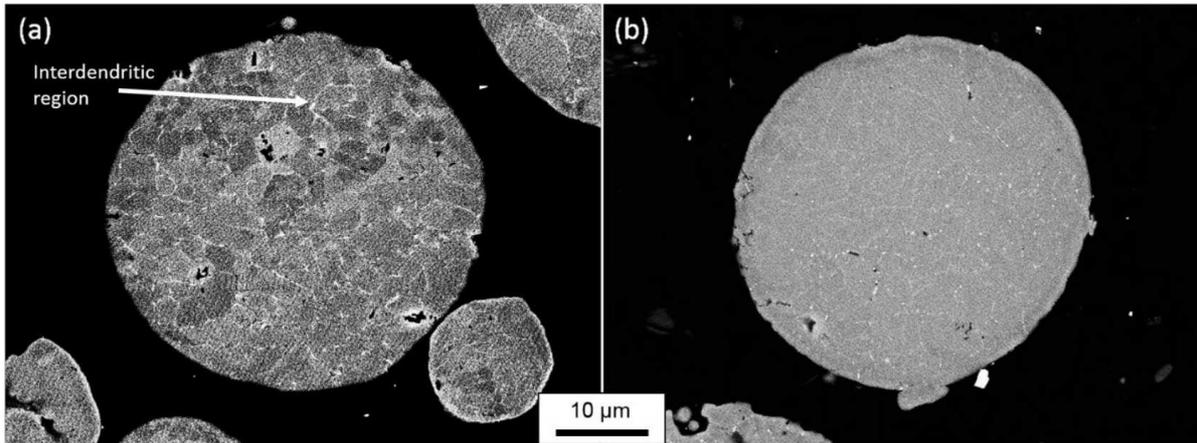


Figure 17 : Images MEB en électrons rétrodiffusés de deux particules de poudre Al 6061; a) brute d'atomisation ; b) traitée thermiquement, d'après [36]

Les auteurs ont utilisé l'EBSd pour observer la taille des grains, leur orientation et la sous-structure. La Figure 18 montre les clichés pour la poudre brute d'atomisation et la Figure 19 ceux relatifs à la poudre traitée thermiquement. Dans chaque figure sont indiquées : à gauche (a) la qualité du signal ou indice de qualité (IQ pour *Indexation Quality*) et à droite (b) la figure de pôles inverse, ou IPF.

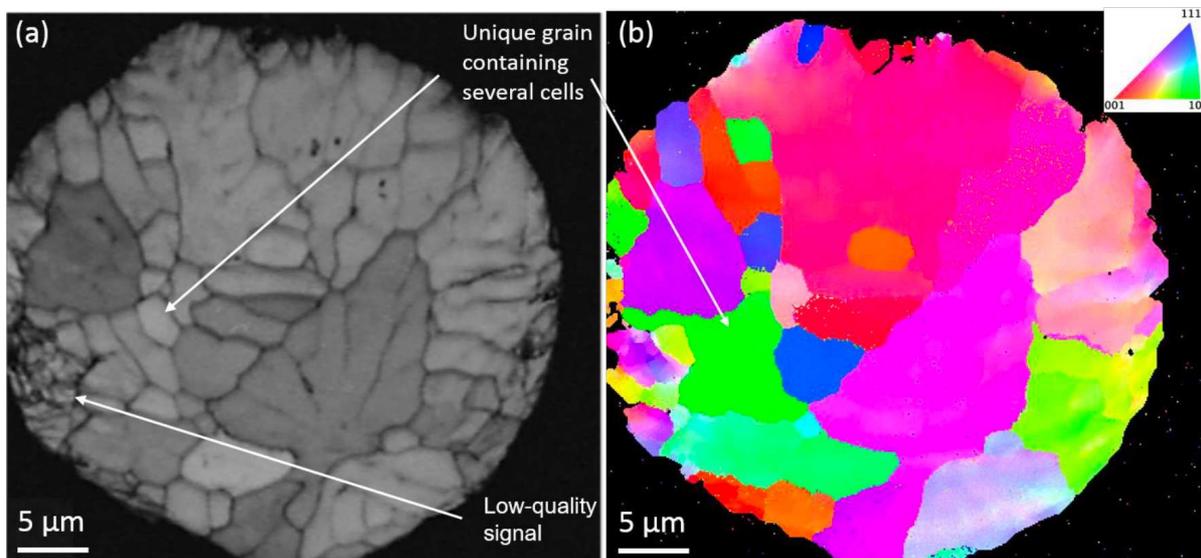


Figure 18 : Image de l'analyse EBSD d'une particule de poudre Al 6061 brute d'atomisation ; a) indice de qualité de diffraction ; b) la figure de pole inverse, d'après [36]

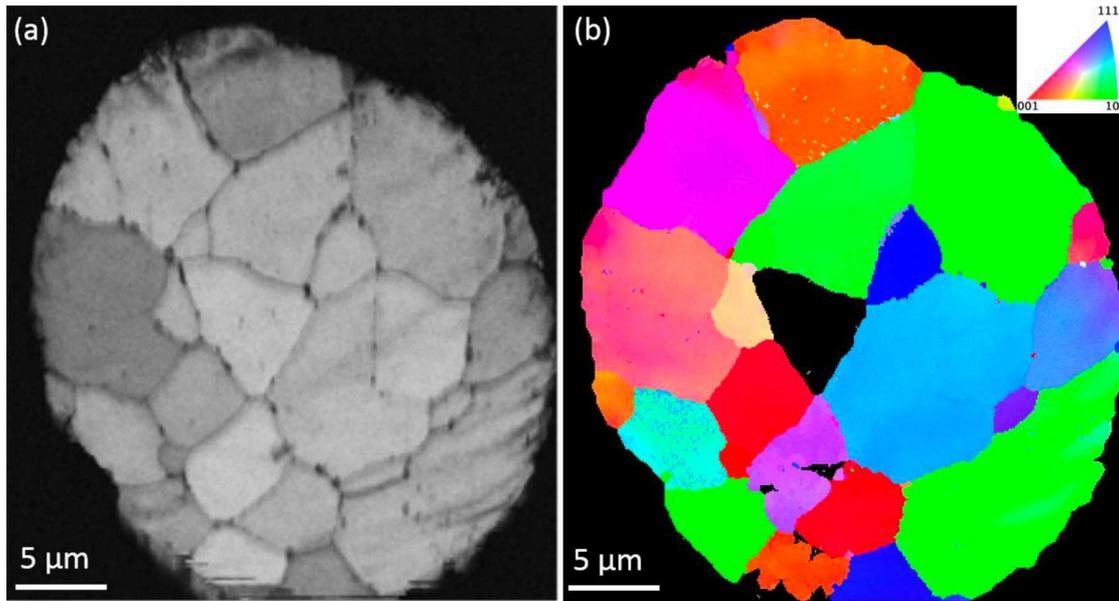


Figure 19 : Image de l'analyse EBSD d'une particule de poudre Al 6061 traitée thermiquement; a) indice de qualité de diffraction ; b) la figure de pole inverse, d'après [36]

Dans les images IQ, les couleurs claires correspondent à un réseau cristallin bien indexé. La présence de distorsions ou de défauts du réseau cristallin conduit à la baisse du IQ, et donc à des couleurs plus sombres. Il est important de noter que la préparation de l'échantillon peut affecter les IQ, notamment sur les bords des particules, en ajoutant des bandes sombres, comme on peut le constater en bas à droite à la Figure 19 (a). La poudre brute d'atomisation contient de gros grains présentant une sous-structure cellulaire, ainsi que des petits grains équiaxes, qui ont la même taille que les sous-structures des grains plus imposants. La forme et la tailles des grains sont irrégulières. La poudre traitée contient une distribution homogène de larges grains équiaxes, sans cellules. Un grain n'a pas pu être indexé dans l'IPF de la Figure 19 (b), bien que la qualité d'indexation soit bonne dans l'IQ. Cela pousse les auteurs à dire que la présence importante d'éléments d'alliage au centre de la particule a modifié le paramètre de maille de l'aluminium et, donc, a conduit à un décalage des pics de diffraction, ce qui rend l'indexation complexe. Globalement les auteurs observent que le traitement thermique sur les poudres a permis d'adoucir le métal avec l'homogénéisation la microstructure, l'augmentation la taille de grains, la suppression la sous-structure cellulaire et la diminution le nombre de dislocations. Tous cela conduit à la diminution de la dureté de la poudre, à l'augmentation le rendement en projection (observé mais non mesuré) et à la diminution de la porosité du dépôt, de $1,3 \pm 0,43$ % à $0,3 \pm 0,13$ %.

Bien que les analyses EBSD soient difficiles sur les poudres d'aluminium, en raison de la difficulté de la préparation des échantillons avec ce métal, il s'agit là d'un moyen pertinent qui

donne accès à de nombreuses informations, permettant de mieux comprendre si la poudre est une bonne candidate à la projection. Le nombre d'études qui tirent partie de l'analyse EBSD des poudres d'aluminium est encore marginal.

5.2. DRX

La diffraction des rayons, ou DRX est une technique couramment utilisée dans l'analyse des poudres. Elle permet d'identifier les phases en présence, certains paramètres de maille comme la distance inter-réticulaire, les contraintes résiduelles ou encore les microdéformations.

Dans la littérature scientifique relevant du *Cold Spray*, l'utilisation de la DRX est limitée principalement à l'analyse des dépôts, pour la détection des phases en présence ou bien pour la mesure des contraintes résiduelles [37]–[39]. Son utilisation pour l'analyse des poudres reste marginale, à l'exception de la comparaison entre les spectres DRX du dépôt et ceux de la poudre Figure 20. Dans l'article de M.Rokni et al. [40], la DRX est utilisée pour comparer les paramètres de maille d'une poudre d'Al 6061 avec une poudre d'aluminium pur. La présence d'éléments d'alliage (Mg et Si) en solution solide dans la poudre d'Al 6061 augmente les distances inter-réticulaires par rapport à l'aluminium pur. Le diffractogramme de la poudre est aussi comparé à celui du dépôt, sans montrer de différence significative sur les phases en présence.

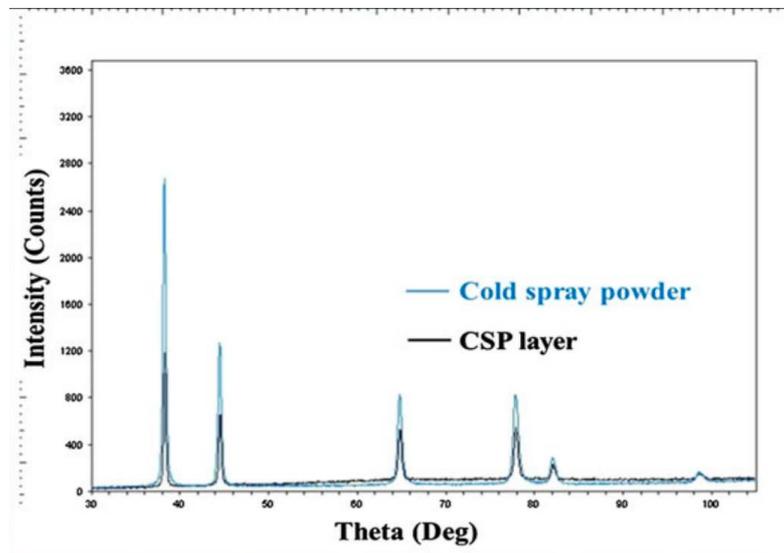


Figure 20 : Spectres de diffraction des rayons X pour une poudre d'Al 6061 et pour le dépôt *Cold Spray* obtenu avec sa projection, selon [40]

T.Ungar et son équipe [41]–[43] ont utilisé la DRX pour l'étude des microdéformations et des tailles des cristallites dans un matériau. Le concept de cristallite n'est pas à confondre avec celui de grain, même si dans certains ils peuvent coïncider. La taille de cristallites, mesurable par DRX, représente la taille des domaines élémentaires de matière sans défaut cristallin,

appelés « domaine cohérent de diffraction » ; un grain, quant à lui, est une zone dans laquelle le matériau présente une même orientation cristalline. Si les grains n'ont pas de défauts, alors la taille des cristallites est égale à la taille des grains.

La taille moyenne des cristallites est obtenue en DRX par la formule de Scherrer :

Équation 6 : Équation de Scherrer

$$\Delta(2\theta)(rad) = \frac{K\lambda}{L \cos(\theta)}$$

avec $\Delta(2\theta)$ l'élargissement des raies de diffraction à mi-hauteur, K le facteur de forme du pic compris entre 0,62 et 2,08 (généralement pris à 0,89), λ la longueur d'onde des rayons X, L la taille moyenne des cristallites et θ l'angle de diffraction. Cette formule part de l'hypothèse que les cristallites sont quasi-sphériques.

La présence de défauts cristallins, comme les dislocations ou les variations locales de composition, font varier localement et de manière non uniforme la distance inter-réticulaire d , ce qui provoque des distorsions du réseau cristallin. Ces dernières seront visibles sur les diffractogrammes via un élargissement des pics. La formule de l'élargissement total dû aux déformations est la suivante :

Équation 7 : Formule de l'élargissement des pics de diffraction dû aux microdéformations, d'après [39]

$$\Delta(2\theta)(rad) = 4 \tan(\theta) \varepsilon$$

avec ε la microdéformation totale qui est, finalement, dans ce formalisme, une valeur moyenne et isotrope.

La problématique associée est la difficulté à connaître les contributions respectives de la taille de cristallites et celles des microdéformations, qui influent toutes deux sur l'élargissement des pics de diffraction. Dans les articles de T. Ungar et al.[41]–[44], les auteurs font le choix d'utiliser la méthode de Williamson-Hall modifiée. Celle-ci se base une hypothèse simplificatrice : l'élargissement total est la somme de l'élargissement dû aux microdéformations et à la taille des cristallites. La modification utilisée dans ces articles est le choix des abscisses et ordonnées, en traçant $\Delta K = 2 \frac{\cos \theta (\Delta \theta)}{\lambda}$, avec θ l'angle de diffraction et λ la longueur d'onde, équivalente à l'élargissement du pic de diffraction à mi-hauteur en fonction de K ($1/d$, l'inverse de la distance inter-réticulaire). L'élargissement à mi-hauteur est calculé pour chaque angle particulier de réflexion, à savoir la famille de plans cristallins qui contribue à un pic de diffraction. Cette méthode permet d'évaluer la taille moyenne des domaines diffractants (cristallites) et le taux de microdéformation. Ainsi, il serait possible de comparer différentes poudres sur le plan des microdéformations et des tailles de cristallites.

Dans la littérature scientifique évoquant le *Cold Spray*, ce type d'utilisation des diffractogrammes RX n'est pas présent. Pourtant, elle apporte des informations sur la cristallinité et l'état de contraintes de la matière, qui jouent un rôle important en *Cold Spray*. En effet, comme la poudre n'est pas refondue lors du procédé, l'état métallurgique a un effet direct sur les performances en projection.

5.3. Nanoindentation

La nanoindentation est une méthode de caractérisation des propriétés mécaniques d'un matériau à une échelle nanométrique. Elle consiste en l'application progressive d'une charge sur un indenteur de petites dimensions et de géométrie connue qui pénètre le matériau à caractériser. Dans la plupart des cas, l'indenteur est de forme pyramidale à base triangulaire, appelée pointe Berkovich. Les valeurs de l'enfoncement et de la force appliquée sont mesurées lors de l'essai. La méthode d'Oliver-Pharr peut être utilisée pour remonter aux caractéristiques mécaniques locales du matériau, notamment la dureté et le module de Young, comme cela sera détaillé au Chapitre 2.

La nanoindentation est une technique pertinente dans l'étude des poudres car elle révèle des informations locales permettant la caractérisation des hétérogénéités des microstructures.

Dans la littérature, différentes études s'appuient sur la nanoindentation pour mesurer la dureté des poudres avant projection[45], [46]. La mesure de dureté n'est alors qu'une valeur moyenne provenant de différentes indentations sans que soit prise en compte la variation des propriétés, que cela soit à l'intérieur d'une même particule ou entre différentes particules de poudre.

L'article de Sousa et al. [47] se focalise sur des poudres d'Al 6061 utilisées en *Cold Spray* et caractérisées par nanoindentation. De nombreux aspects y sont discutés, comme la préparation de surface, l'influence du système de mesure, l'inclinaison de l'échantillon. Les auteurs traitent également des différentes origines possibles de variation de la dureté avec un point de vue matériaux. Ils étudient par exemple les effets de la composition des alliages d'aluminium, du vieillissement ou encore de la vitesse d'indentation sur les mesures de dureté. Bien que l'article soit très riche en résultats, souvent seules les valeurs moyennes sont utilisées et l'analyse des hétérogénéités n'est pas prise en compte. Une exception notable est l'analyse couplée entre nanoindentation et EBSD, comme le montre la Figure 21. La zone indentée est visible dans la sous-figure (a), dans l'IPF de la (b) et les indices de Miller dans la (c). Les auteurs observent une variation des propriétés mécaniques en fonction de l'orientation, avec une dureté de 0,73 GPa pour le grain orienté selon [101] et 1,25 GPa pour celui orienté selon [111]. Ces résultats

montrent que la seule utilisation des valeurs moyennes masque une partie des informations disponibles.

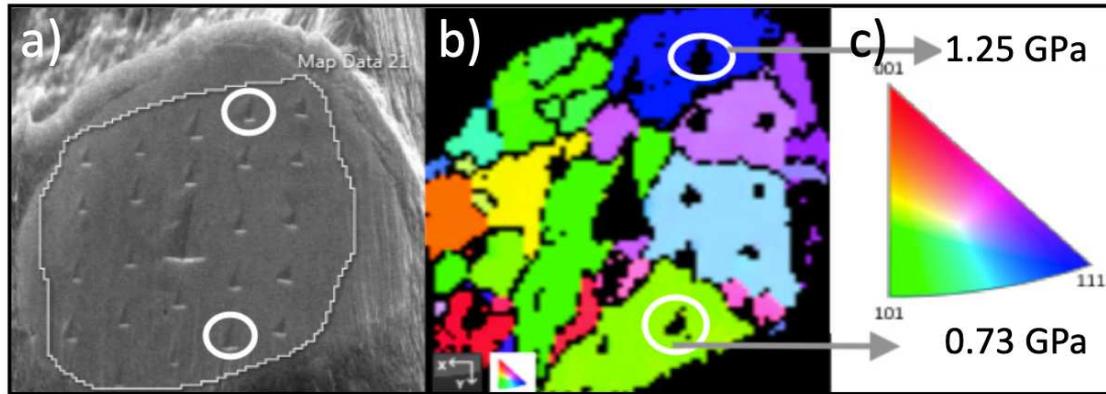


Figure 21 : (a) Image MEB en électrons secondaires d'une particule de poudre Al – 6061 après nanoindentation ; (b) IPF d'une analyse EBSD sur la surface nanoindentée ; (c) carte des indices de Miller et deux valeurs de dureté pour les indents entourés dans (b), d'après [47]

6. Conclusion

La poudre constitue un élément critique pour le procédé *Cold Spray*, et il est essentiel de comprendre en détails les liens entre les propriétés des poudres et les caractéristiques des dépôts obtenus. Les études mécaniques et microstructurales à l'échelle de la particule individuelle sont encore relativement rares dans la communauté du *Cold Spray*. Par conséquent, il existe un besoin criant de collecter davantage de données sur les poudres, ce qui serait bénéfique tant pour l'amélioration des performances actuelles que pour le développement de nouvelles applications de ce procédé novateur.

L'objectif fondamental de cette thèse est de contribuer à la création de méthodes de caractérisation mécanique à l'échelle de la particule pour les poudres utilisées en *Cold Spray*. Plus spécifiquement, notre recherche se concentrera sur les aspects décrits ci-dessous.

1. Reproduire les essais de micro-compression tels que proposés par Assadi et al. Nous aspirons à développer une nouvelle méthode d'optimisation des paramètres du modèle matériaux, automatisée et exempt de calculs approximatifs de la contrainte. Cette méthode sera appliquée à la caractérisation de poudres d'aluminium, qu'elles soient pures ou alliées.
2. Mettre en place un banc d'envol de poudres par choc laser (LASHPOL pour LASer SHock POWder Launcher), en suivant une approche similaire à celle d'Hassani et al. Cependant, nous prévoyons de simplifier les échantillons et d'utiliser une caméra plus disponible, tout en améliorant la robustesse de la caractérisation des paramètres matériaux grâce à une nouvelle méthode d'optimisation.

3. Mener une étude approfondie de la microstructure des poudres à l'aide de la diffraction des électrons rétrodiffusés, en regardant la taille et le nombre de grains, ainsi que la présence éventuelle de sous-structures.
4. Examiner la taille du domaine diffractant et les microdéformations au sein des particules d'aluminium grâce à la diffraction des rayons X, en utilisant la méthode de l'article de Ungàr et al. adaptée au procédé *Cold Spray*.
5. Enfin, procéder à une étude approfondie de la dureté et du module de Young locaux des poudres d'aluminium, en portant une attention particulière aux hétérogénéités présentes.

En somme, cette recherche vise à combler les lacunes actuelles en matière de caractérisation des poudres dans le contexte du *Cold Spray*. En explorant ces différentes méthodes à l'échelle de la particule, nous espérons contribuer de manière significative à l'avancement de cette technologie et à une meilleure compréhension des relations entre les propriétés des poudres et les performances du procédé *Cold Spray*.

7. Références bibliographiques

- [1] M. JEANDIN and M. DUCOS, "Projection dynamique par gaz froid (ou cold spray)," *Trait. des métaux*, vol. 33, no. 0, 2020, doi: 10.51257/a-v1-m1648.
- [2] J. Villafuerte, *Modern Cold Spray*, Springer. Windsor, 2015.
- [3] S. Sciences and Q. Blochet, "Influence de la rugosité de surface du substrat sur l'adhérence de revêtements à base d'aluminium élaborés par projection dynamique par gaz froid ("cold spray")," MINES ParisTech, 2015.
- [4] D. K., M. Jeandin, E. Irissou, J.-G. Legoux, and W. Knapp, "Laser-Assisted Cold Spray (LACS)," *Nd YAG Laser*, no. March, 2012, doi: 10.5772/36104.
- [5] T. Samson, D. Macdonald, R. Fernandez, and B. Jodoin, "Effect of Pulsed Waterjet Surface Preparation on the Adhesion Strength of Cold Gas Dynamic Sprayed Aluminum Coatings," no. July, 2015, doi: 10.1007/s11666-015-0261-z.
- [6] A. Tazibt, G. Ezo'o, Y. Khalsi, and M. Yahiaoui, "Dry surface preparation using supercritical cryogenic nitrogen jet improves the adhesion strength of cold gas sprayed coatings (Scncs)," *Mater. Sci. Forum*, vol. 941 MSF, no. December, pp. 1668–1673, 2018, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.941.1668.
- [7] Y. Ichikawa, R. Tokoro, M. Tanno, and K. Ogawa, "Elucidation of cold-spray deposition mechanism by auger electron spectroscopic evaluation of bonding interface oxide film," *Acta Mater.*, vol. 164, pp. 39–49, 2019, doi: 10.1016/j.actamat.2018.09.041.

- [8] H. Assadi, F. Gärtner, T. Stoltenhoff, and H. Kreye, “Bonding mechanism in cold gas spraying,” *Acta Mater.*, vol. 51, no. 15, pp. 4379–4394, Sep. 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00274-X.
- [9] S. Guetta *et al.*, “Influence of Particle Velocity on Adhesion of Cold-Sprayed Splats,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 18, no. 3, pp. 331–342, 2009, doi: 10.1007/s11666-009-9327-0.
- [10] T. Schmidt, F. Gärtner, H. Assadi, and H. Kreye, “Development of a generalized parameter window for cold spray deposition,” *Acta Mater.*, vol. 54, no. 3, pp. 729–742, 2006, doi: 10.1016/j.actamat.2005.10.005.
- [11] M. Hassani-Gangaraj, D. Veysset, V. K. Champagne, K. A. Nelson, and C. A. Schuh, “Adiabatic shear instability is not necessary for adhesion in cold spray,” *Acta Mater.*, vol. 158, pp. 430–439, 2018, doi: 10.1016/j.actamat.2018.07.065.
- [12] H. Assadi, F. Gärtner, T. Klassen, and H. Kreye, “Comment on ‘Adiabatic shear instability is not necessary for adhesion in cold spray,’” *Scr. Mater.*, vol. 162, pp. 512–514, Mar. 2019, doi: 10.1016/J.SCRIPTAMAT.2018.10.036.
- [13] C. A. Widener *et al.*, “Application of High-Pressure Cold Spray for an Internal Bore Repair of a Navy Valve Actuator,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 25, no. 1–2, pp. 193–201, 2016, doi: 10.1007/s11666-015-0366-4.
- [14] L. Aubanel and L. Aubanel, “Étude du comportement tribologique en régime lubrifié de revêtements cold spray composites à base d ’ acier To cite this version : HAL Id : tel-03881837 Étude du comportement tribologique en régime lubrifié de revêtements cold spray composites à base d ’ ,” 2022.
- [15] G. Prashar and H. Vasudev, “A comprehensive review on sustainable cold spray additive manufacturing: State of the art, challenges and future challenges,” *J. Clean. Prod.*, vol. 310, no. April, p. 127606, 2021, doi: 10.1016/j.jclepro.2021.127606.
- [16] “SPEED 3D,” 2023. <https://www.spee3d.com/resources/?resource=case-studies> (accessed May 19, 2023).
- [17] A. Popovich and V. Sufiiarov, “Metal Powder Additive Manufacturing,” *New Trends 3D Print.*, 2016, doi: 10.5772/63337.
- [18] M. Zhang and Z. Zhang, “Numerical simulation study on cooling of metal droplet in atomizing gas,” *Mater. Today Commun.*, vol. 25, no. July, p. 101423, 2020, doi: 10.1016/j.mtcomm.2020.101423.
- [19] O. Khatim, “Contribution à la compréhension et à la maîtrise du procédé d ’ atomisation de jets métalliques liquides,” Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2011.

- [20] L. Xu *et al.*, “Numerical simulations of molten breakup behaviors of a de laval-type nozzle, and the effects of atomization parameters on particle size distribution,” *Processes*, vol. 8, no. 9, 2020, doi: 10.3390/pr8091027.
- [21] C. Si, X. Tang, X. Zhang, J. Wang, and W. Wu, “Characteristics of 7055Al alloy powders manufactured by gas-solid two-phase atomization: A comparison with gas atomization process,” *Mater. Des.*, vol. 118, pp. 66–74, 2017, doi: 10.1016/j.matdes.2017.01.028.
- [22] E. F. Nippes and T. W. Miller, “Microsegregation in 70Cu-30Ni Weld Metal,” pp. 165–173.
- [23] D. M. Stefanescu, *Science and engineering of casting solidification: Third edition*. Springer, 2015.
- [24] M. C. Flemings, “Solidification Processing,” in *METALLURGICAL TRANSACTIONS*, 1974, p. Volume 5, p 2121–2134.
- [25] H. Assadi *et al.*, “Determination of plastic constitutive properties of microparticles through single particle compression,” *Adv. Powder Technol.*, vol. 26, no. 6, pp. 1544–1554, 2015, doi: 10.1016/j.appt.2015.08.013.
- [26] P.-E. Leger, “Rôle de la microstructure sur les mécanismes de corrosion marine d’un dépôt à base d’aluminium élaboré par projection dynamique par gaz froid (“cold spray”),” Université Paris sciences et lettres, 2018.
- [27] P. R. Sreenivasan and S. K. Ray, “Mechanical Testing at High Strain Rates,” in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Elsevier, 2001, pp. 5269–5271.
- [28] P. Al and M. Reactive, “Mechanical Response and Shear-Induced Initiation,” 2018, doi: 10.3390/ma11071200.
- [29] S. Barradas *et al.*, “Laser shock flier impact simulation of particle-substrate interactions in cold spray,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 16, no. 4, pp. 548–556, 2007, doi: 10.1007/s11666-007-9069-9.
- [30] M. Hassani-Gangaraj, D. Veysset, K. A. Nelson, and C. A. Schuh, “In-situ observations of single micro-particle impact bonding,” *Scr. Mater.*, vol. 145, pp. 9–13, 2018, doi: 10.1016/j.scriptamat.2017.09.042.
- [31] M. Hassani, D. Veysset, Y. Sun, K. A. Nelson, and C. A. Schuh, “Microparticle impact-bonding modes for mismatched metals: From co-deformation to splatting and penetration,” *Acta Mater.*, vol. 199, pp. 480–494, 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2020.08.038.
- [32] Q. Wang, N. Ma, M. Takahashi, X. Luo, and C. Li, “Development of a material model for predicting extreme deformation and grain refinement during cold spraying,” *Acta Mater.*, vol. 199, pp. 326–339, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2020.08.052.

- [33] A. A. Dehkharghani, “Tuning Johnson-Cook Material Model Parameters for Impact of High Velocity , Micron Scale Aluminum Particles,” no. August, 2016.
- [34] A. Manes, D. Lumassi, L. Giudici, and M. Giglio, “An experimental–numerical investigation on aluminium tubes subjected to ballistic impact with soft core 7.62 ball projectiles,” *Thin-Walled Struct.*, vol. 73, pp. 68–80, Dec. 2013, doi: 10.1016/j.tws.2013.07.015.
- [35] M. Jeandin, G. Rolland, L. L. Descurninges, and M. H. Berger, “Which powders for cold spray?,” *Surf. Eng.*, vol. 30, no. 5, pp. 291–298, 2014, doi: 10.1179/1743294414Y.0000000253.
- [36] A. Sabard and T. Hussain, “Bonding mechanisms in cold spray deposition of gas atomised and solution heat-treated Al 6061 powder by EBSD,” *arXiv*, 2018.
- [37] A. Moridi, S. M. Hassani Gangaraj, S. Vezzu, and M. Guagliano, “Number of passes and thickness effect on mechanical characteristics of cold spray coating,” *Procedia Eng.*, vol. 74, pp. 449–459, 2014, doi: 10.1016/j.proeng.2014.06.296.
- [38] G. M. N. Nowotnik and J. Sieniawski, “Analysis of intermetallic phases in 2024 aluminium alloy,” *Solid State Phenom.*, vol. 197, pp. 238–243, 2013, doi: 10.4028/www.scientific.net/SSP.197.238.
- [39] P. Gravereau, “Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres,” 2011. doi: <https://cel.archives-ouvertes.fr/cel-00671294>.
- [40] M. R. Rokni, C. A. Widener, and V. R. Champagne, “Microstructural evolution of 6061 aluminum gas-atomized powder and high-pressure cold-sprayed deposition,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 23, no. 3, pp. 514–524, 2014, doi: 10.1007/s11666-013-0049-y.
- [41] J. Gubicza, G. Ribárik, A. Borbély, and T. Ungár, “Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis : principles and practical application to cubic and hexagonal crystals research papers Crystallite size distribution and dislocation structure determined by,” *J. Appl. Crystallogr.*, pp. 298–310, 2001.
- [42] T. Ungár and A. Borbély, “The effect of dislocation contrast on x - ray line broadening: A new approach to line profile analysis,” vol. 3175, no. June 1997, pp. 3173–3175, 1996.
- [43] T. Ungár, I. Dragomir-Cernatescu, D. Louër, and N. Audebrand, “Dislocations and crystallite size distribution in nanocrystalline CeO₂ obtained from an ammonium cerium(IV)-nitrate solution,” *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 62, no. 11, pp. 1935–1941, 2001, doi: 10.1016/S0022-3697(01)00029-4.
- [44] T. Ungar, “The Effect of Dislocation Contrast on X-Ray Line Profiles in Untextured Polycrystals,” *phys. stat. sol.*, vol. 171, pp. 425–434, 1999.

- [45] P. Richer, B. Jodoin, L. Ajdelsztajn, and E. J. Lavernia, “Substrate Roughness and Thickness Effects on Cold Spray Nanocrystalline Al-Mg Coatings,” vol. 15, no. June, pp. 246–254, 2006, doi: 10.1361/105996306X108174.
- [46] V. Satish, K. W. Johnson, O. C. Ozdemir, and G. A. Crawford, “Surface & Coatings Technology Influence of feedstock powder and cold spray processing parameters on microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V cold spray depositions,” *Surf. Coat. Technol.*, vol. 335, no. December 2017, pp. 1–12, 2018, doi: 10.1016/j.surfcoat.2017.12.014.
- [47] B. C. Sousa, M. A. Gleason, B. Haddad, V. K. Champagne, A. T. Nardi, and D. L. Cote, “Nanomechanical characterization for cold spray: From feedstock to consolidated material properties,” *Metals (Basel)*, vol. 10, no. 9, pp. 1–71, 2020, doi: 10.3390/met10091195.

CHAPITRE 2. MATÉRIAUX ET MÉTHODES DE CARACTÉRISATION

Table des matières

1. Introduction.....	49
2. Poudres	50
2.1. Généralités des poudres atomisées	50
2.2. Poudres d'aluminium pur	51
2.3. Poudres d'alliages d'aluminium	53
3. Essai de micro-compression	54
3.1. Installation de micro-compression	55
3.2. Préparation des échantillons.....	56
3.2.1. Préparations du substrat	56
3.2.2. Dépôt de particules	57
4. Choc laser : Banc LASHPOL	58
4.1. Installation de choc laser	58
4.2. Banc LASHPOL	59
4.2.1. Cahier des charges.....	59
4.2.2. Conception du banc.....	61
4.2.3. Réalisation : montage, câblage et réglages	62
4.3. Préparation des échantillons.....	66
4.3.1. Substrat lanceur.....	66
4.3.1.1. Principe multicouche.....	66
4.3.1.2. Fabrication du lanceur multicouche.....	68
4.3.1.3. Dépôt de la particule.....	70
4.3.1.4. Mesure du diamètre	71
4.3.2. Substrat receveur	71
5. Caractérisation métallurgique	72
5.1. Diffractions des électrons rétrodiffusés	72
5.1.1. La méthode EBSD.....	72
5.1.2. Préparation des échantillons	74
5.1.3. Traitement des données.....	75
5.2. Diffractions aux rayons X.....	75
5.3. Nano-indentation	76
6. Références bibliographiques :	78

1. Introduction

Ce chapitre a pour objectif d'introduire et de présenter les matériaux, le matériel ainsi que les méthodes de caractérisation utilisées dans la thèse.

Différentes poudres, dont les caractéristiques ont été étudiées, ont également servi à faire des dépôts *Cold Spray*. Les poudres sont classées en deux groupes : les poudres pures et les alliages.

Dans chacun de ces groupes, une poudre de référence a été choisie pour mettre au point les méthodes de caractérisation développées dans la thèse.

Les déformations subies par les poudres dépendent de leurs propriétés mécaniques, qui dépendent directement de leur microstructure. Les conditions d'impacts sont dépendantes de l'installation et du paramétrage « procédé ».

Les propriétés mécaniques des poudres en régime de dynamique rapide sont encore peu connues et sont critiques pour la projection *Cold Spray*. Les études en *Cold Spray* sont concentrées sur l'analyse des dépôts [1], [2] ou sur la métallurgie des poudres [3]–[5] ; bien qu'obligatoires, ces études pourraient bénéficier d'une investigation à l'échelle élémentaire, c'est-à-dire à l'échelle de la particule de poudre, telle que décrite en [6]. Deux méthodes de caractérisation mécaniques ont été développées : un essai de micro-compression et un essai d'envol par choc laser LASHPOL. Afin de comprendre au mieux les résultats mécaniques afférents, les propriétés intrinsèques des particules sont étudiées en couplant l'analyse des orientations cristallines (par diffraction d'électrons rétrodiffusés EBSD et diffraction des rayons X DRX) avec les essais de nano-indentation.

2. Poudres

En *Cold Spray*, les matériaux projetés se présentent sous forme de poudre, dont les particules ont une taille de l'ordre de la dizaine de μm . Les poudres sont caractérisées par leurs composition chimique, distribution granulométrique, morphologie, par l'épaisseur et la nature de la couche d'oxyde superficielle et par leur microstructure. Elles peuvent être produites par différentes techniques, qui ne seront pas décrites ici car, dans cette étude, les poudres sont toutes fabriquées par atomisation.

2.1. Généralités des poudres atomisées

Le procédé d'atomisation consiste à pulvériser, à l'aide un gaz supersonique, le matériau, préalablement porté à l'état liquide. La pulvérisation crée des microgouttelettes qui se solidifient en se refroidissant au contact du fluide d'atomisation [7], [8]. Les microgouttelettes solidifiées sont appelées particules. Les conditions d'atomisation, telles que la nature du fluide, la pression, la forme de la buse et l'atmosphère ambiante, influent directement sur la morphologie, la granulométrie et l'état métallurgique des poudres.

Au sein d'un même lot de fabrication, et de par sa nature, le procédé d'atomisation génère des particules de tailles variant de quelques nm à plus de 100 μm , selon une répartition gaussienne. Après atomisation, les fabricants font un filtrage permettant la classification granulométrique

des poudres-selon l'application à laquelle elles sont destinées. Une autre variabilité intervient dans ce procédé : les conditions de solidification. Le flux de gaz est majoritairement turbulent et les conditions de vitesse et pression y sont anisotropes, ce qui influe sur la vitesse de refroidissement et, donc, sur le gradient thermique entre la peau et le cœur des microgouttelettes, qui dépend aussi du diamètre de la particule. Ces variations des conditions de solidifications vont influencer sur l'état métallurgique de chaque particule, et donc sur ses propriétés mécaniques [7].

2.2. Poudres d'aluminium pur

Huit différentes poudres d'aluminium pur sont étudiées dans la thèse :

- La poudre de référence est nommée Al 1070 – 40 B5, fabriquée par TOYO Japan, choisie pour sa forme (dite ultra-sphérique) qui permet de la modéliser facilement par un diamètre. Cette morphologie, montrée à la Figure 1, est obtenue par une technique propriétaire de double atomisation.

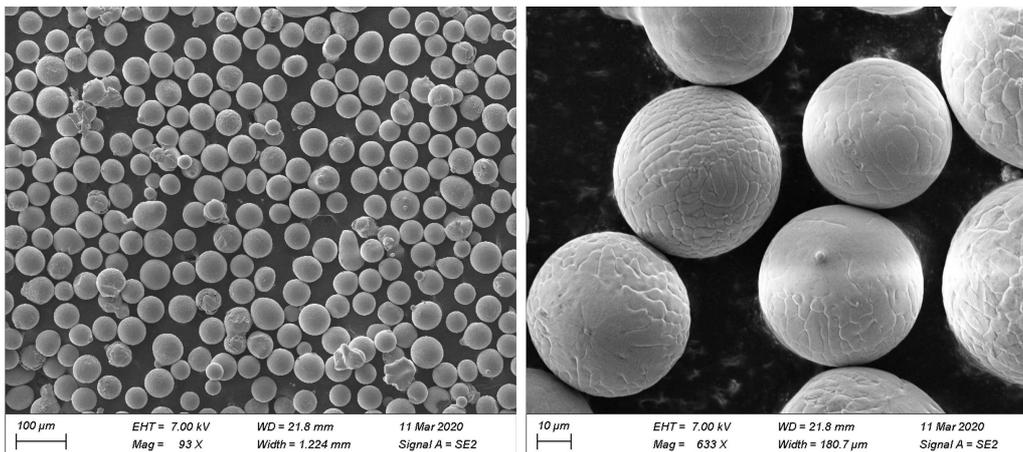


Figure 1 : Images MEB en vue de dessus de la poudre Al 1070 – 40 B5 à deux grossissements différents avec un détecteur d'électrons secondaires

- La poudre Al 20-50 UPS, fabriquée par TOYAL Europe, est la deuxième référence. Elle a été optimisée pour le procédé *Cold Spray* par une étude en collaboration avec Impact Innovation GmbH, l'un des principaux producteurs d'installations *Cold Spray*. Cette poudre est dite ultra-pure et est caractérisée par une teneur en Al de 99,996 w.% et une morphologie raisonnablement sphérique, bien que des particules de formes plus allongée et même irrégulière puissent être observées, comme montré à la Figure 2.

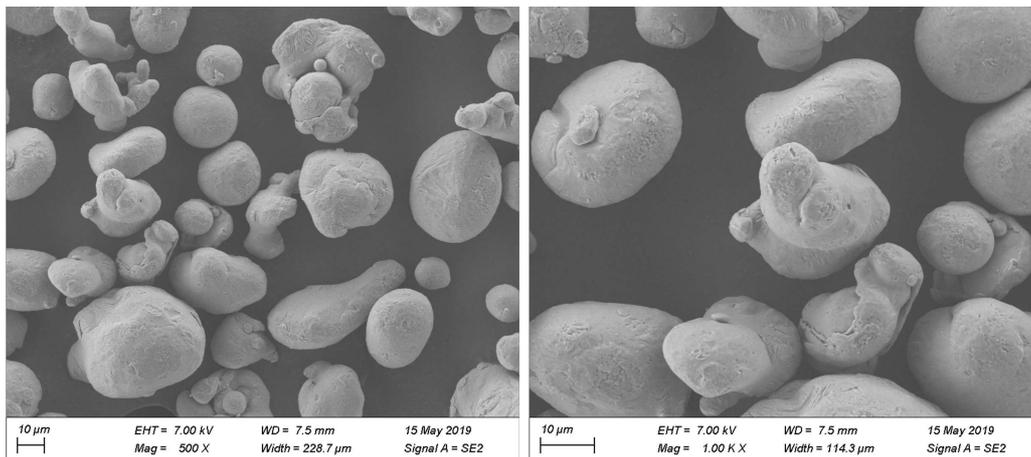


Figure 2: Images MEB en vue de dessus de la poudre Al 20-50 UPS à deux grandissement avec un détecteur d'électrons secondaires

- Quatre variations granulométriques de la poudre Al 20-50 UPS, appelées 10-60 UPS, 07-25 UPS, 25-75 UPS et 30-80 UPS en référence à la tranche granulométrique considérée, où la morphologie varie de sphérique pour les petites particules, sphéroïdale pour les moyennes et irrégulière pour les plus grosses. Deux images MEB de ces poudres sont montrées à la Figure 3.

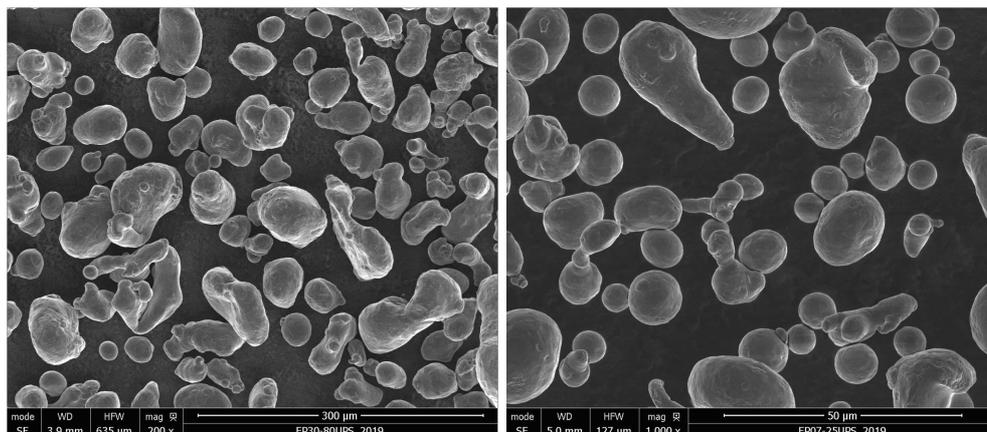


Figure 3 : Images MEB en vue de dessus avec un détecteurs d'électron secondaires de ; à gauche la poudre 30-80 UPS et ; à droite 07-25 UPS

- Une poudre de haute pureté appelée 35 HPS, fabriquée par TOYAL Europe, avec une pureté de 99,96 w.% et de morphologie dite sphérique. Les petites particules sont relativement sphériques et les plus grandes sont plus sphéroïdales, comme le montre la Figure 4.

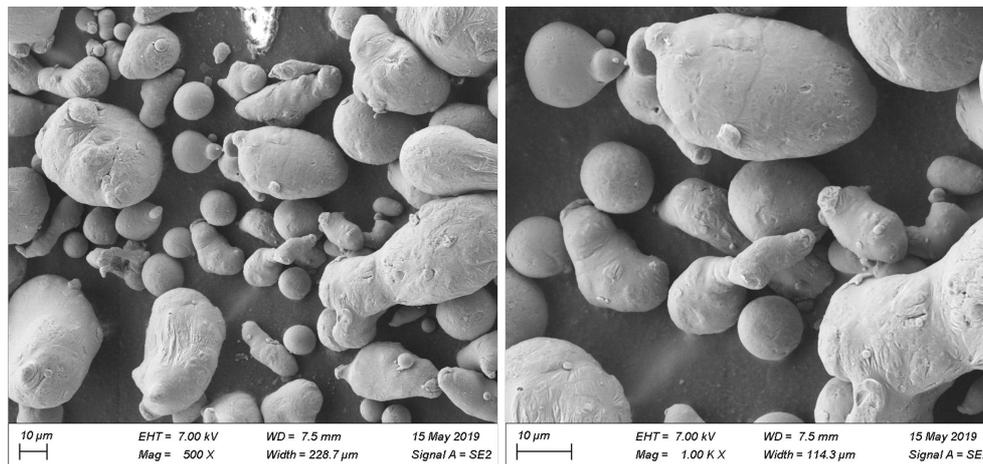


Figure 4 : Images MEB en vue de dessus de la poudre Al 35 HPS à deux grandissement avec un détecteur d'électrons secondaires

- Une poudre dite conventionnelle appelée 25 NPC, fabriquée par TOYAL Europe avec une pureté de 99,7 w.% et de morphologie irrégulière visible sur la Figure 5.

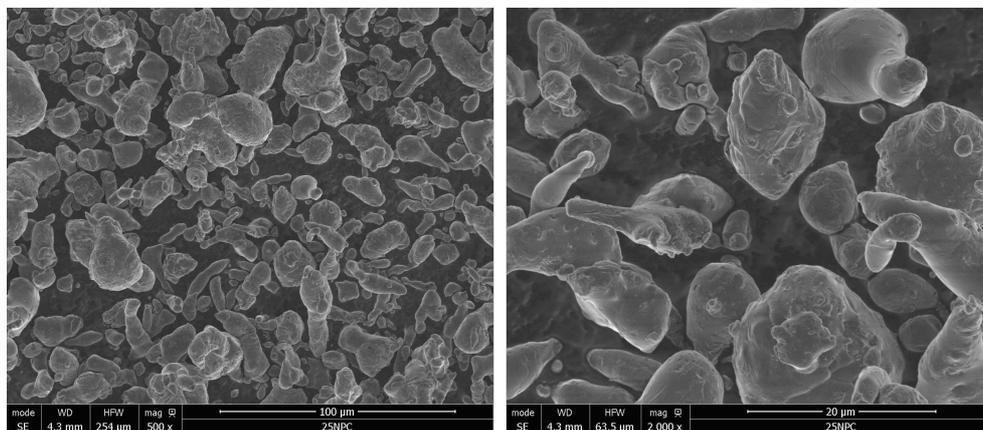


Figure 5 : Images MEB en vue de dessus de la poudre 25 NPC à deux grandissement avec un détecteur d'électrons secondaires

2.3. Poudres d'alliages d'aluminium

Trois poudres d'alliages sont étudiées dans ici :

- La poudre de référence pour les alliages est la Al 2024 – 40 B5, fabriquée par TOYO Japan, choisie pour sa forme dite ultra-sphérique, permettant de la modéliser facilement par un diamètre. Cette poudre est issue d'une double atomisation avec une technique confidentielle qui lui confère sa morphologie remarquable, comme le montre la Figure 6.

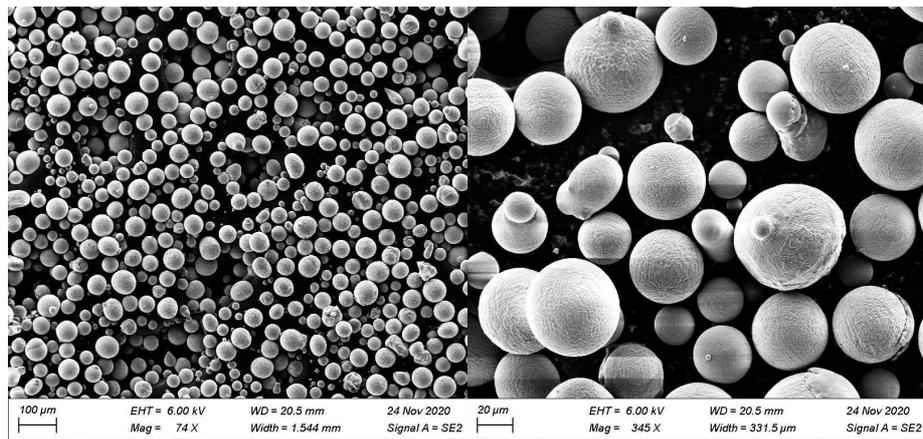


Figure 6 : Images MEB en vue de dessus de la poudre Al 2024 - 40 B5, à deux grossissements avec un détecteur d'électrons secondaires

- Une poudre de comparaison à la référence appelée Al 2024 – 40 A5, fabriquée par TOYO Japan, équivalente à la poudre B5 sans la deuxième atomisation. Sa morphologie est irrégulière.
- Une poudre d'alliage Al 7050 – UA, fabriquée par TOYO Japan. Sa morphologie irrégulière est visible sur la Figure 7.

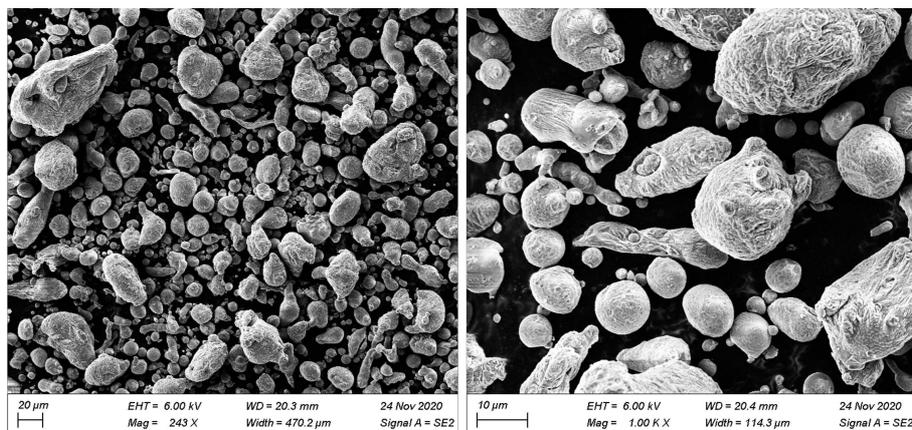


Figure 7 : Images MEB de la poudre Al 7050 - UA à deux grossissements avec un détecteur d'électrons secondaires

3. Essai de micro-compression

L'essai statique qui correspond le mieux à la déformation d'une particule est celui de compression. Au vu de la dimension micrométrique des particules, les installations conventionnelles ne sont pas adaptées ; c'est pourquoi un essai dit de micro-compression a été développé en partenariat avec Imène LAHOUIJ, chercheuse au CEMEF de Mines Paris - PSL. Cette partie abordera les moyens expérimentaux utilisés, le paramétrage ainsi que la préparation des échantillons étudiés.

3.1. Installation de micro-compression

Les essais ont été réalisés à l'aide d'une platine de nano-indentation de ALMENIS (Gwatt, Suisse) dont est équipé le CEMEF. Cette platine permet, dans sa configuration standard, d'appliquer des efforts de 0,5 N en calibré (jusqu'à 2 N en non-calibré et avec une dispersion de la mesure), avec une précision d'une dizaine de nN pour la force et de moins de 5 nm pour la mesure du déplacement de l'indenteur. La platine peut fonctionner aussi bien sous microscope optique que dans un MEB, comme illustré à la Figure 8, avec l'avantage pour ce dernier de pouvoir tirer profit d'une grande profondeur de champ. La platine d'essai accrochée au berceau du MEB est inclinée à 22° pour pouvoir observer l'essai avec le détecteur d'électrons secondaires. Dans sa configuration électronique standard, comme utilisé dans cette étude, les acquisitions de la force et du déplacement sont réalisées à une fréquence de 10 Hz.

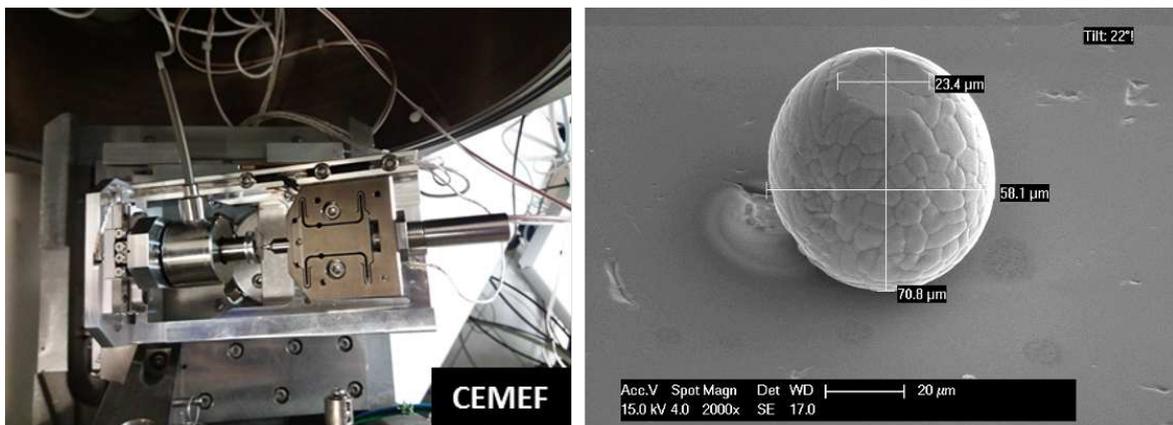


Figure 8: A gauche, photo de la platine de micro-compression installée dans la chambre du MEB ; à droite, image MEB d'une particule d'aluminium déformée par l'essai

Cet équipement est initialement conçu pour des essais d'indentation, de *scratch* et a été éprouvée par des essais de compression de micro-pilier [9]. Pour couvrir ces différents essais, la pointe — ou l'indenteur — qui vient appliquer la charge à l'échantillon est modifiable. La tête la plus adaptée aux essais de micro-compression de particules est une pointe conique tronquée en diamant, avec un plat de de diamètre 112 μm. Cette taille permet d'appliquer l'essai aux particules *Cold Spray*, tout en prévoyant une marge dans le cas où la particule ne serait pas parfaitement centrée. La Figure 9 (de droite), schématise l'écartement maximal avec lequel la particule peut être positionnée sans que l'essai ne devienne non conforme en raison des effets de bords. Cette limite est tracée en rouge pointillé.

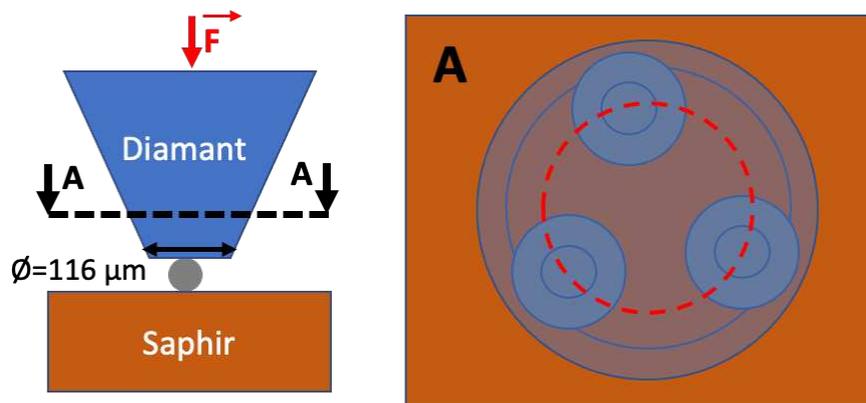


Figure 9 : Schéma de principe de l'essai, avec à gauche la vue de face et à droite la vue de dessus avec des exemples de position extrême de particules

3.2. Préparation des échantillons

La préparation des échantillons est une étape importante des essais de micro-compression, car les particules doivent être déposées sur un substrat dur et lisse, mais aussi être espacées les unes des autres pour que la mesure ne concerne qu'une particule à la fois.

3.2.1. Préparations du substrat

Le saphir a été choisi comme substrat pour sa dureté (>2000 HV5) et sa rigidité (420 GPa) remarquables. Des petits barreaux cylindriques de saphir industriel de 4 mm de diamètre et 10 mm de long ont été utilisés. L'alumine monocristalline (100) qui compose les barreaux de saphir est orientée dans le sens de l'axe long des cylindres. Pour en faciliter la manipulation, les échantillons ont été découpés en pions de 3 mm de haut et enrobés dans de la résine. La découpe au fil diamant a généré un état de surface très grossier dû aux oscillations du fil de découpe. Les pions ont donc été polis pour obtenir des surfaces aussi lisses que possible. Après un passage successif aux papiers de polissage SiC de 400 à 1200 et aux draps chargés en solution diamantée (6 et 1 µm), une étape de finition est effectuée à l'aide d'une polisseuse vibrante avec une solution d'OPS 0,5 µm pendant 10h.

Avec cette méthode, la surface obtenue présente des zones avec une finition polie miroir. La Figure 10 montre, en bas à gauche, un défaut de découpe qui n'a pas pu être rattrapé sur la totalité de l'échantillon en raison du faible taux d'abrasion lors du polissage. Malgré la présence de ces défauts, des zones suffisamment larges, comme celle visible en haut à droite de la Figure 10, ont acquis un état de surface adapté aux essais de micro-compression.

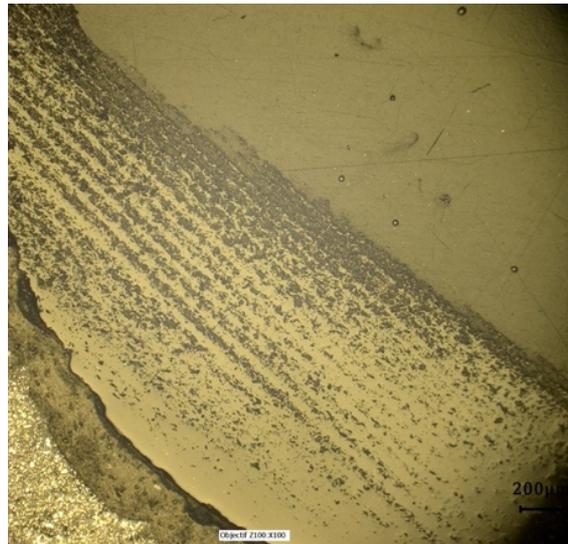


Figure 10 : Photo au microscope optique avec un grossissement x100 d'un pion de saphir poli de 4 mm

3.2.2. Dépôt de particules

Les particules ont été déposées sur le substrat par voie humide. Pour cela, une dispersion de poudres est réalisée dans de l'éthanol (3 g de poudre pour 200 ml d'éthanol). Après un mélange vigoureux, 2 µl sont prélevés à l'aide d'une micropipette. Une petite goutte de la dispersion est donc déposée sur le saphir, permettant ainsi de placer une quinzaine de particules sur le substrat. A l'aide de la tension de surface et d'une petite pointe métallique, la goutte d'éthanol est étirée, ce qui espace suffisamment les particules les unes des autres. Après séchage, l'échantillon est collé à un porte échantillon de MEB en aluminium à l'aide de scotch carbone et d'une laque argentée permettant d'assurer la continuité électrique entre l'échantillon et la platine du MEB comme dans la Figure 11. Un dépôt de 4 nm de platine est ajouté par évaporation cathodique pour éviter les effets de charges dans le MEB.

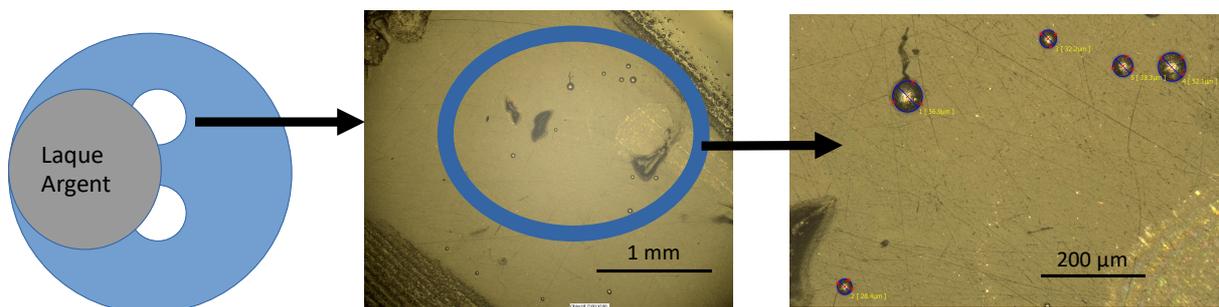


Figure 11 : à gauche, schéma du pion en résine avec les plots en saphir en blanc ; au milieu, image au microscope optique du plot en saphir avec des particules déposées (dans l'ellipse bleue) ; à droite, grossissement de la zone avec des particules d'aluminium déposées.

4. Choc laser : Banc LASHPOL

Le choc laser est une technique utilisant une source laser pulsée de faible durée pour générer des chargements très rapides dans un matériau. Son utilisation était réservée au grenailage photonique [10] et, plus récemment, à des essais d'adhésion pour des matériaux multicouches appelés LASAT (LAsER Shock Adhesion Test) [11], [12]. Dans cette étude, l'installation de choc laser est utilisée pour accélérer une particule à une vitesse supersonique et maîtrisée, afin de reproduire les conditions d'impact du *Cold Spray*. Pour cela, un banc spécifique appelé LASHPOL (LAsER SHock POWder Launcher) a été développé. L'installation permet de coupler le choc laser, un lanceur de particules, un receveur de particules ainsi qu'un système d'imagerie rapide pour maîtriser la vitesse d'impact. Ce chapitre explique les différents sous-systèmes et leur articulation.

4.1. Installation de choc laser

L'installation de choc laser possède des caractéristiques techniques qui définissent les conditions de choc. La source laser est un dispositif SAGA 330 fabriqué par THALÈS (Courbevoie, France), capable de générer des impulsions d'énergie 2 J, d'une durée d'environ 5 ns et de longueur d'onde de 532 nm. L'énergie du laser peut être variée grâce un polariseur. En modifiant la position d'un polariseur, la quantité de photons diffractés varie. Ainsi, l'énergie vue par le matériau choqué peut varier de 0,05J à 2J. Le faisceau est ensuite réfléchi par un miroir incliné vers l'échantillon. Il passe par une optique convergente, permettant ainsi de régler le diamètre de la tâche entre 1 et 20 mm, en faisant varier la distance échantillon-lentille. En fonction de la combinaison des réglages (diamètre de choc et polarisateur), la puissance surfacique peut varier entre 3 MW/cm² jusqu'à 50 GW/cm².

Pour limiter les risques, le chemin de propagation du faisceau laser est confiné dans une enceinte optiquement étanche, Figure 12, à gauche). Tout le système est posé sur une table optique MELLES GRIOT qui permet de garantir une planéité suffisante et de disposer de trous filetés permettant d'accrocher solidement des équipements à la table.



Figure 12 : Installation de choc laser Thales SAGA 330 avec la tête laser en haut à droite et l'enceinte d'expérimentation à gauche

4.2. Banc LASHPOL

Le banc LASHPOL consiste dans le couplage d'une installation de choc laser avec un système d'imagerie rapide, et permet d'accélérer une particule dans la plage de vitesse du *Cold Spray* tout en filmant son vol. Un seul banc d'essai, à notre connaissance, a été évoqué dans la littérature [6], bien que les sous-systèmes utilisés soient assez différents.

4.2.1. Cahier des charges

Le cahier des charges était de filmer une particule (40 à 80 μm de diamètre) volant jusqu'à 1000 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ et de récupérer la particule écrasée appelée splat ou de localiser le cratère laissé par l'impact. Les contraintes de conception peuvent être classées en plusieurs catégories :

- accélération de la particule,
- centrage du laser de choc et de la particule à lancer,
- imagerie rapide.

Pour l'accélération de la particule, un substrat dit lanceur a été développé. Son rôle est de convertir l'énergie photonique du laser en énergie cinétique de la particule via sa déformation. Une description détaillée du lanceur, dont le développement constitue un résultat à part entière de la thèse, est donnée dans la partie 4.3.1. Le banc a été conçu pour accepter des substrats lanceurs de taille 80-75 x 25 x 1-1,5 mm^3 . Le lanceur est maintenu par une pièce spécifique, appelée « support de choc » visible dans sur la Figure 13. Des essais préliminaires ont démontré qu'un diamètre de 8 mm pour le support de choc donne les meilleures performances. Le trou

doit être centré par rapport au laser de choc pour une configuration de tir optimale et pour limiter les effets de bord. Pour cela, le support de choc est solidaire de la lentille du laser.

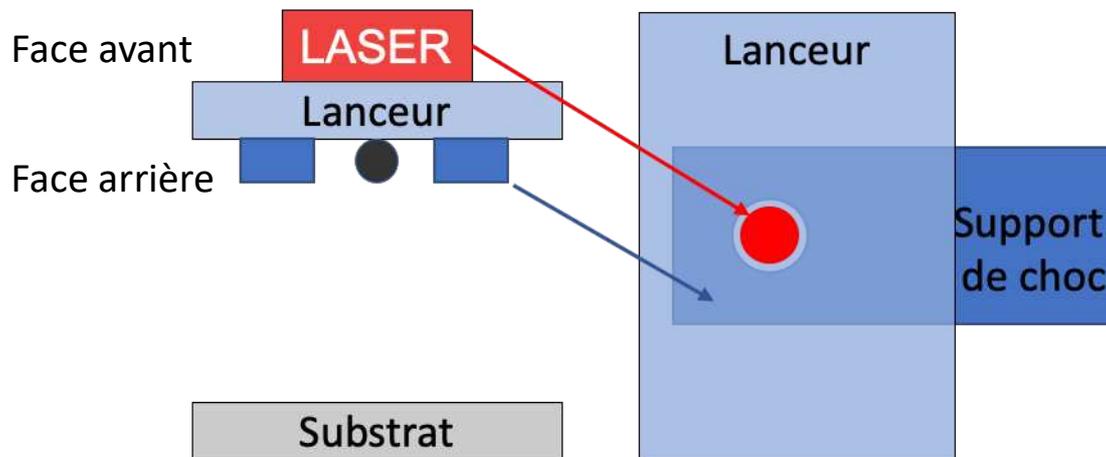


Figure 13 : Schéma de l'interaction entre le laser, le lanceur, la particule et le support de choc

Afin de pouvoir accélérer par choc laser en ligne droite une particule, déposée sur la face arrière du substrat, cette dernière et la tâche du laser d'impact doivent être alignées. Le laser étant fixe, c'est la particule, et donc le lanceur, qui doit se déplacer. La platine X-Y de l'enceinte de choc est utilisée pour maintenir et déplacer le lanceur.

Le substrat, appelé receveur, qui reçoit l'impact de la particule doit également être centré par rapport à la particule et au laser de choc. Pour remplir cette fonction, le choix a été fait de le lier mécaniquement à la lentille du laser de choc et, donc, également au support de choc.

Les systèmes d'imagerie rapide sont obligatoirement couplés à une lumière puissante pour que le capteur de la caméra puisse détecter suffisamment de photons pour obtenir une image bien contrastée. Le Centre des Matériaux est équipé d'un laser pulsé d'éclairage, le Cavilux HF 810 nm de CAVITAR (Tampere, Finlande) qui permet d'émettre des flashes de courte durée et de forte intensité avec une fréquence élevée. Le système produit des impulsions lumineuses réglables en fréquence ainsi qu'en durée, fixées respectivement à 200 kHz et 60 ns lors de l'utilisation du banc dans cette étude. La caméra utilisée pour l'étude est la SA 1.1 de PHOTRON (Tokyo, Japon) en version 675k. La caméra est équipée d'un objectif type zoom de 45-75mm de la marque Sigma. Le capteur CCD de la caméra est un carré de 1024 x 1024 pixels avec une fréquence d'acquisition maximale de 5 kHz pour une taille d'image de 1024x1024 pixels. Pour obtenir des fréquences d'acquisition plus élevées, la taille des images doit être diminuée. Pour la fréquence d'acquisition visée de 200 kHz, la taille doit être réduite à 448 x

48 pixels. La caméra permet une augmentation de la fréquence plus importante lorsque l'on diminue la fenêtre verticalement ; or les tirs à imager sont verticaux : pour l'intégration au banc, la caméra doit être tournée de 90° afin d'avoir les meilleures performances possibles. Dans cette configuration, le champ imagé est de 19,2 x 2,06 mm.

La méthode d'acquisition choisie est l'ombroscopie, où la caméra et l'éclairage se font face, comme le montre le schéma de la Figure 14. Ainsi l'image présente un fond clair et les objets à imager apparaissent en noir. L'objet à imager doit être donc placé entre la caméra et l'éclairage, et le champ de visualisation doit être dégagé de tout autre objet.

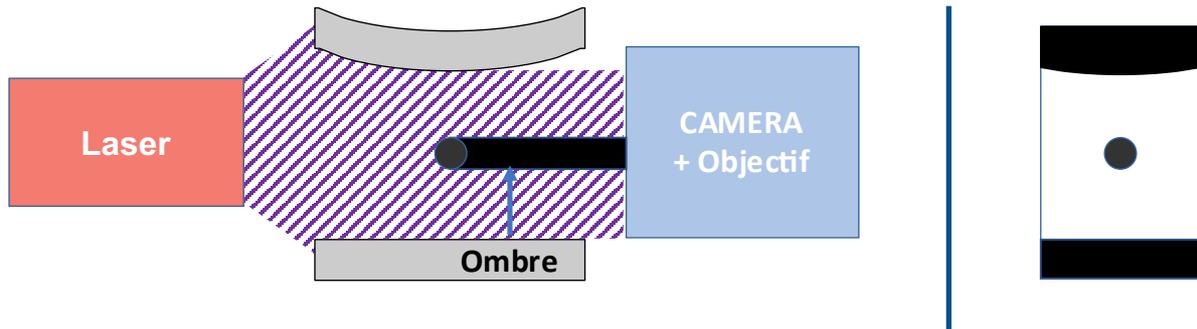


Figure 14 : Schéma de principe du banc avec : à gauche le synoptique d'imagerie et, à droite, un exemple schématique d'image obtenue

4.2.2. Conception du banc

La conception du banc a été réalisée à l'aide du logiciel SolidWorks de Dassault Systèmes (Vélizy-Villacoublay, France). L'approvisionnement des pièces opto-mécaniques a été fait via la société Opto-Sigma Europe (Les Ulis, France) qui propose les maquettes numériques des pièces pour faciliter la conception. La conception du banc se présente en deux parties : intégration des pièces achetées et fabrication de pièces sur-mesure.

Le banc étant conçu pour s'adapter à différentes sources laser ou à d'autres systèmes, comme par exemple une enceinte *Cold Spray*, les positions de la caméra et du laser d'éclairage doivent être ajustables selon plusieurs axes. Le choix a été fait de monter la caméra sur une platine mécanique X-Y-Z et le laser d'éclairage sur un support de faisceau ajustable en X-Z et en rotation, sous deux angles. Le support est lui-même monté sur une tige réglable en Z avec une amplitude maximale de 50 mm. La tige est à son tour montée sur un pied réglable en Y. Les supports de la caméra et du laser sont liés à la table optique par des rails permettant le réglage de leur position en X sur une plus grande plage. Ces montages sont présentés sur la Figure 15, à gauche pour le laser et à droite pour la caméra. Les distances entre les objets sur le schéma de la Figure 16 sont seulement illustratives et diffèrent sur le montage réel.

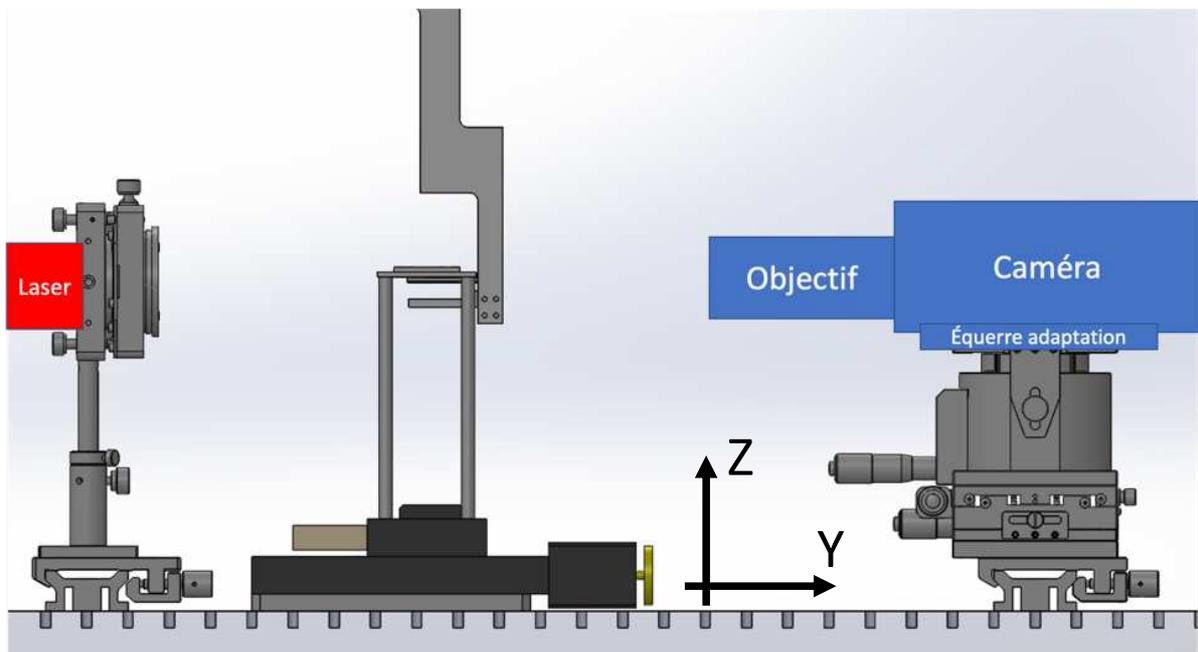


Figure 15 : Vue de côté de l'assemblage du banc du LASHPOL

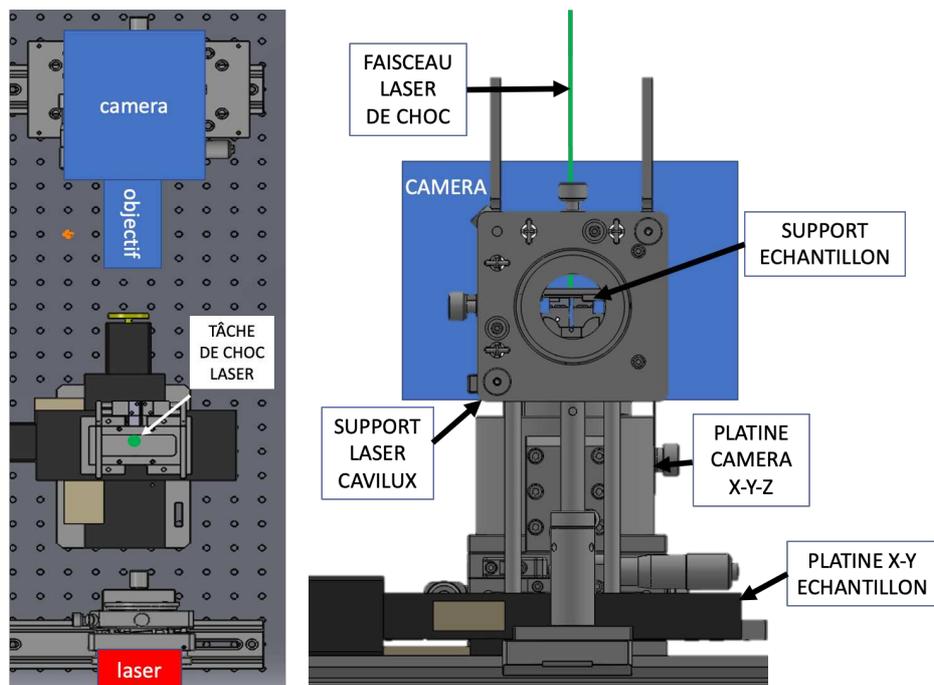


Figure 16 : Schémas détaillés du banc LASHPOL

4.2.3. Réalisation : montage, câblage et réglages

Avant l'utilisation du banc, plusieurs étapes doivent être effectuées : d'abord, le montage de toutes les parties, puis le câblage et, enfin, les réglages mécaniques et électroniques. Ces étapes seront maintenant détaillées.

Montage mécanique :

Le montage du banc LASHPOL commence par l'installation de la caméra, montée sur sa platine au fond de l'enceinte. Ensuite, la platine X-Y motorisée est installée dans l'enceinte et accueille les pièces du porte-échantillon. Enfin le laser d'éclairage est monté sur son support. Un premier alignement grossier des trois parties (caméra, porte-échantillon et laser d'éclairage) est effectué à cette étape. La Figure 17 montre les différentes phases de l'assemblage.

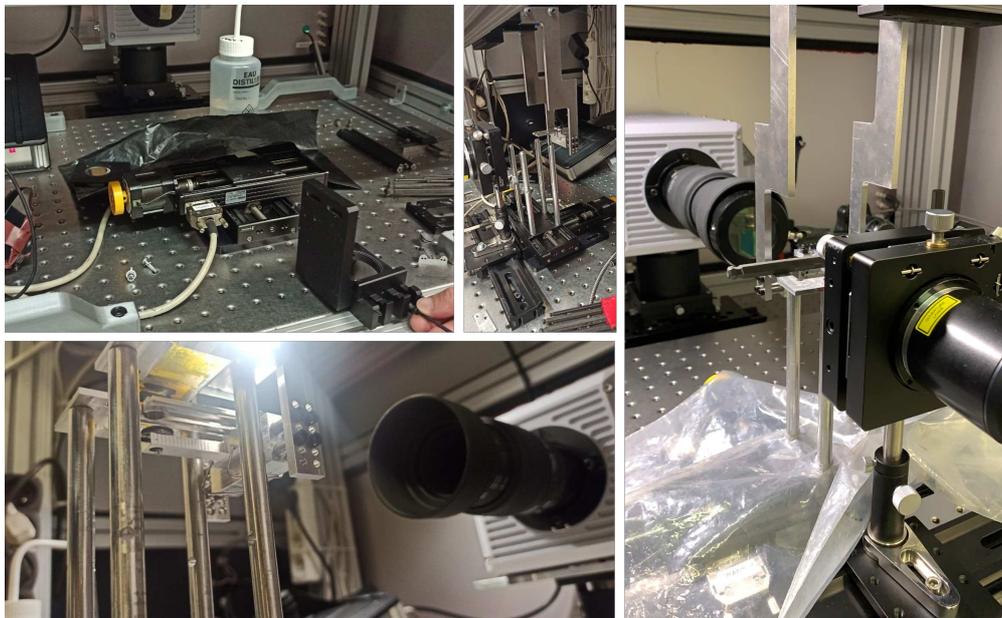


Figure 17 : Photos du montage du banc LASHPOL

Câblage :

Pour que l'acquisition des images de la particule en vol soit possible, les trois systèmes (laser de choc, caméra rapide et laser d'illumination) doivent être synchronisés. Pour la prise de chaque image, une caméra procède en deux temps distincts : un temps d'intégration, où chaque pixel intègre la quantité de lumière, et un temps d'enregistrement où la valeur d'excitation de chaque pixel est transférée à la mémoire de la caméra. Ce dernier est réglable mais il est au minimum d'environ 500 ns. Donc, au déclenchement d'un tir du laser de choc, la caméra doit démarrer l'enregistrement du film et le laser d'éclairage doit générer une impulsion par image durant l'intégration du capteur de la caméra. Pour cela, un générateur basse fréquence (GBF) de AGILENT (Santa-Clara, États-Unis) permet de coupler tous les appareils sur un même signal de déclenchement. La Figure 18 est un synoptique qui montre les différentes connexions entre les appareils. La caméra est connectée par liaison Gigabit en protocole TCP/IP à un ordinateur de contrôle pour la configuration et l'exportation des vidéos. Les lasers sont, quant à eux, connectés à l'ordinateur par USB.

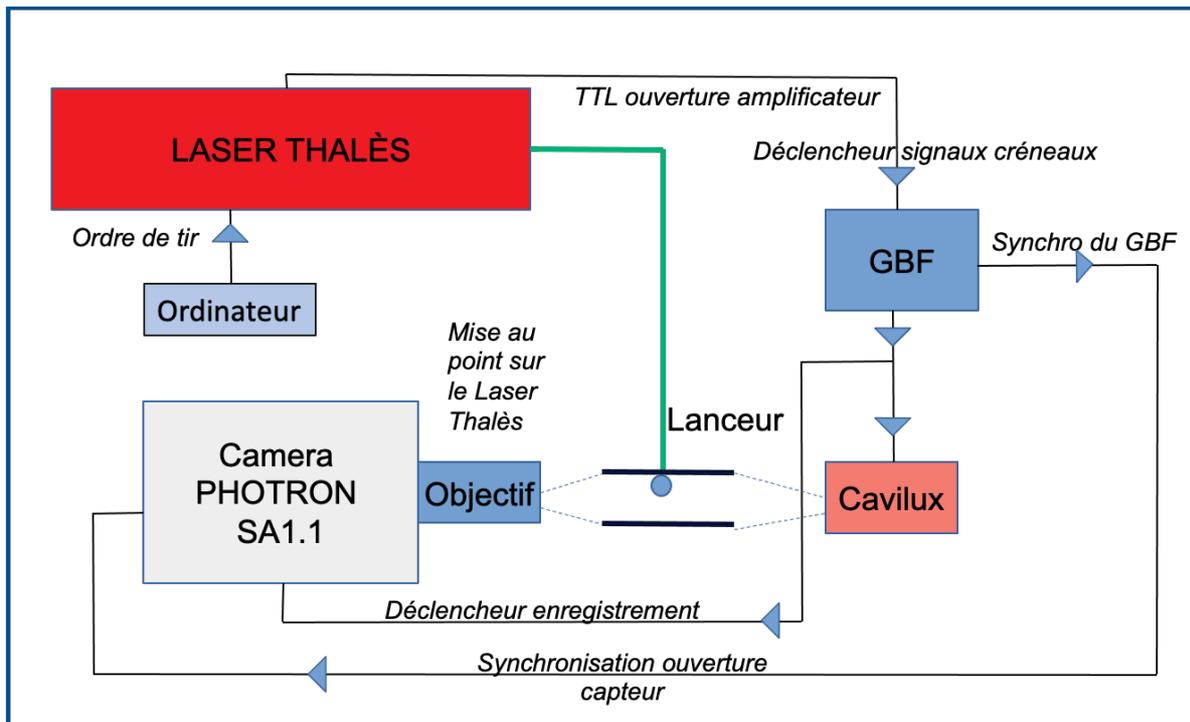


Figure 18 : Synoptique du câblage pour la synchronisation des signaux de contrôle

Réglages optique et électronique :

Pour réussir à faire des images de bonne qualité et aux bons instants, différents réglages sont nécessaires. Le protocole suivant a été mis au point :

- Réglage de la caméra,
- Étalonnage,
- Réglage du GBF,
- Réglage de l'éclairage,
- Synchronisation avec le laser de choc et le couple caméra/cavilux.

Réglage de la caméra :

La caméra se pilote par ordinateur à l'aide du logiciel Photron Fastcam Viewer (PFV). Sur le logiciel PFV, la résolution est réglée à 448 X 48 pixels. La fréquence d'acquisition maximale pour une image de cette taille est de 200 000 kHz. Ainsi, la caméra est capable de mesurer une vitesse maximale de $1200\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. La caméra est basculée en mode « basse-lumière », avec une fréquence de 50Hz, tout en affichant la fenêtre d'acquisition à 200 kHz. De plus, le diaphragme de l'objectif est ouvert au maximum.

Pour visualiser le vol de la particule, l'objectif doit être mis au point sur la zone de vol. Pour ce faire, nous tirons profit du laser de pointage, aligné avec le laser de choc, qui possède une

longueur d'onde de 630 nm et pointe vers le centre de la zone de choc. Pour la mise au point, un fil en 316L de 60 μm de diamètre est suspendu au porte-échantillon et lesté par une masse. Le fil est ensuite aligné avec le laser de pointage. L'alignement est atteint lorsque le fil est illuminé sur sa longueur par le laser de pointage. L'objectif est alors réglé jusqu'à ce que le fil apparaisse nettement. La position de la caméra est enfin réglée précisément, à l'aide de la platine X-Y-Z sur laquelle elle est montée, pour que le fil suspendu apparaisse au centre de l'image.

Étalonnage de la caméra :

Le logiciel de la caméra permet de connaître la position en pixels de la particule sur chaque image. Pour mesurer la distance parcourue et, ensuite, calculer la vitesse, la taille du pixel doit être connue. Pour cela, un régllet avec des graduations de 0,5 mm est placé sous le laser de pointage. Trois mesures du nombre de pixels pour le maximum de graduations affichées sont effectuées. Leur moyenne donne une taille de pixel de 29,9 μm .

Réglages du GBF :

Les signaux de contrôle attendus par le Cavilux et par la caméra sont de type TTL (Transistor-Transistor Logic), un signal créneau standardisé. Le GBF ne possède pas de mode TTL préconfiguré. Pour obtenir un signal similaire, un signal carré de 200 kHz est utilisé, avec un cycle actif de 20 %, un niveau haut de 5 V et un niveau bas de 0 V.

Réglage de l'éclairage :

Pour obtenir des images avec un bon contraste, le laser d'éclairage, Cavilux, doit être réglé. Il est piloté avec le logiciel du même nom, CAVILUX. Le laser est réglé en mode « horloge externe » pour être cadencé par un signal extérieur. A chaque créneau envoyé par le GBF, le laser déclenche un cycle d'éclairage. Ce cycle est défini par une succession du laser actif (état haut) ou éteint (état bas). Chaque partie du cycle est réglée dans le logiciel du laser. Après une étude préliminaire, le cycle qui permet d'obtenir la meilleure synchronisation est 340 ns à l'état bas et 60 ns à l'état haut. Le temps à l'état bas en début de cycle est utilisé comme délai pour s'assurer que la caméra a enregistré l'image précédente. Car entre chaque image la caméra a un temps mort pendant lequel elle envoie les données du capteur à la mémoire.

Concernant la caméra, celle-ci est réglée en mode SYNC IN – ON CAM POS. Dans ce mode de fonctionnement, elle synchronise le début de l'acquisition à un signal externe positif, ici celui du GBF.

Pour optimiser le contraste de l'image, la position du laser est ajustée pour éclairer au mieux le capteur de la caméra et obtenir un fond clair uniforme, mais pas saturé en lumière.

4.3. Préparation des échantillons

4.3.1. Substrat lanceur

Le substrat lanceur a pour fonction de convertir l'énergie du laser de choc en énergie cinétique afin d'accélérer la particule qu'il supporte. Il doit se déformer le plus rapidement possible et cela sans se rompre. Le choix s'est porté sur un substrat multicouche. L'étude de l'interaction laser-matière est complexe au vu de l'échelle temporelle et de sa complexité physique. L'approche pour le développement est ici empirique.

4.3.1.1. Principe multicouche

Un lanceur multicouche a été développé dans l'étude de Hassani [6]. Cette approche consiste à assembler plusieurs matériaux, aux caractéristiques physiques différentes, où chacune des couches apporte une fonction spécifique à l'assemblage. Notre version est présentée dans la Figure 19.

Les couches utilisées dans l'étude sont les suivantes :

- Milieu de confinement.
- Couche d'absorption.
- Couche à ablater et à déformer.
- Couche anti-déchirement.



Figure 19 : Schéma du lanceur multicouche

Milieu de confinement :

Lors de l'interaction laser-matière, le substrat est ablaté sur quelques micromètres et un plasma très dense et énergétique se forme à la surface. Le plasma se dilate rapidement et transmet ainsi une sollicitation en compression au substrat. La présence d'un milieu de confinement,

transparent au laser, à la surface du substrat permet d'augmenter la pression produite dans la matière [13], [14]. En d'autres termes, le milieu transparent confine le plasma et pour cette raison il est communément appelé milieu de confinement. Les milieux de confinement les plus communs sont le ruban adhésif transparent, l'eau et le verre.

Le verre convient parfaitement pour le banc LASHPOL car il offre les meilleures performances et est facile à manipuler. Une très fine couche de graisse est ajoutée entre le substrat et le verre pour éviter les bulles d'air interfaciales, qui seraient délétères pour les performances du confinement.

Couche d'absorption :

Avec le feuillard seul, les performances du lanceur ne sont pas suffisantes. Le grand indice de réflexion de l'aluminium à 532 nm conduit à une perte significative de l'énergie laser par réflexion. Pour augmenter l'absorption du laser et, en conséquence, la pression mécanique générée, une fine couche noire a été ajoutée. Plusieurs matériaux ont été expérimentés dans une étude préliminaire ; finalement, un simple marqueur indélébile du commerce s'est révélé présenter les meilleures performances.

Substrat à ablater et à déformer :

Le cœur du substrat lanceur est constitué par la couche déformable, qui a le rôle d'accélérer la particule en se déformant sous l'impulsion de la sollicitation mécanique produite par l'interaction laser-matière. Pour cela, le substrat doit être relativement ductile, tout en ayant une bonne résistance au cisaillement pour éviter tout déchirement, qui produirait un ou plusieurs fragments projetés avec la particule. Pour ces raisons, uniquement des substrats métalliques ont été évalués. Le meilleur matériau pour le lanceur, identifié lors d'une campagne exploratoire, est l'aluminium, sous forme de feuillard. Comparé aux autres couches déformables expérimentées (316L, XC100 trempé, Cuivre, TiA6V), sa rigidité plus faible et sa ductilité supérieure en font le matériau de choix pour cette couche. L'épaisseur du feuillard va jouer sur les vitesses atteignables par la particule en vol : plus il est fin, plus élevée pourra être la vitesse. En contrepartie, plus le feuillard est fin plus il se déchire facilement. Le meilleur compromis se situe aux alentours d'une épaisseur de 25 μm . Le feuillard utilisé tout au long de l'étude LASHPOL est donc un Al 1050 de 25 μm d'épaisseur, fabriqué par GOOD FELLOW.

Une autre couche du même marqueur est ajoutée sur l'autre face du substrat pour augmenter le contraste avec la particule d'aluminium déposée, qui autrement est difficilement visible sur la surface métallique brute de la couche d'aluminium.

Substrat anti-déchirement :

Dans la configuration décrite jusqu'ici, le substrat lanceur multicouche peut résister à un choc de 0,3 J avec un diamètre de 1,5 mm (soit une puissance surfacique de 3,4 GW/cm²), ce qui permet d'accélérer une particule d'aluminium jusqu'à 450 m.s⁻¹. Au-delà, le feuillard d'aluminium se déchire. Bien que cette vitesse soit déjà dans l'ordre de grandeur des vitesses atteintes par les particules en Cold Spray, elle reste dans la tranche inférieure. Pour pouvoir augmenter la vitesse de la particule, sans pour autant produire des fragments qui pourraient perturber la particule en vol et son impact, la solution retenue est l'utilisation d'un ruban adhésif de type Kapton, appliqué en double épaisseur sur la face arrière. Cette couche supplémentaire permet au substrat lanceur de résister à une énergie de 0,85 J, correspondant à une puissance surfacique de 9,6 GW/cm². Dans ce cas, la vitesse de particule maximale obtenue est de 850 m.s⁻¹. D'autres tirs à plus haute énergie (jusqu'à 1,2 J) ont permis d'atteindre des vitesses de 1200 m.s⁻¹. Néanmoins, ces conditions produisent trop fréquemment l'arrachement pour être exploitables en campagne d'essai. Le Kapton possède un allongement à la rupture élevé, ce qui, en cas de déchirement du feuillard, permet de contenir le morceau et ne pas perturber l'essai. Le choix du Kapton vis-à-vis d'autres rubans adhésifs est justifié pour sa tenue en température, dans la perspective d'une future évolution du banc LASHPOL qui permettra la possibilité de préchauffer la particule jusqu'à 200°C. Cet ajout n'est pas neutre sur les performances du lanceur. Dans les mêmes conditions de choc, un lanceur avec Kapton sera moins performant que sans. Cependant, le gain lié à l'augmentation possible de l'énergie du laser dépasse la perte due au Kapton.

4.3.1.2. Fabrication du lanceur multicouche

La conception en multicouche permet de combiner les propriétés des matériaux, mais multiplie cependant la possibilité présence de défauts d'interface. Un soin particulier doit donc être apporté à sa fabrication. Les étapes sont les suivantes :

- Nettoyage de la paillasse à l'éthanol.

- Découpe du feuillard en aluminium en morceau d'environ 10 x 25 mm² à l'aide d'un scalpel préalablement affûté. Dans cette opération, visible dans la Figure 20, l'attention doit être portée sur le fait de ne pas déformer le feuillard pendant la découpe.

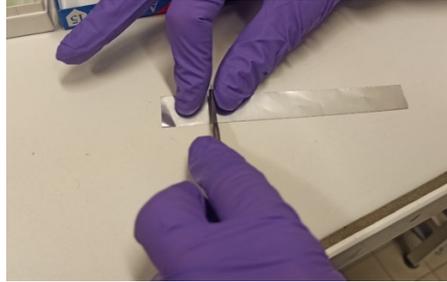


Figure 20 : Photo de la découpe du feuillard

- Application du marqueur noir sur chaque face des morceaux du feuillard, comme le montre la Figure 21.

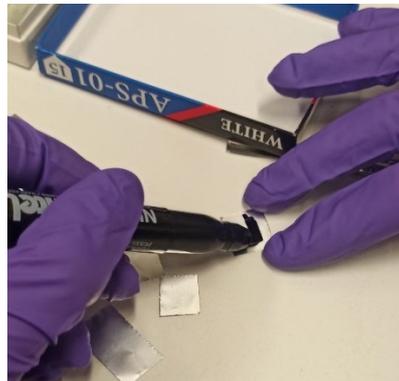


Figure 21 : Photo de l'application du marqueur noir sur un feuillard

- Positionnement des plaquettes de verres et ajout d'une faible quantité de graisse à l'aide d'un gant. La quantité visible sur la Figure 22 de gauche permet de réaliser quatre substrats,

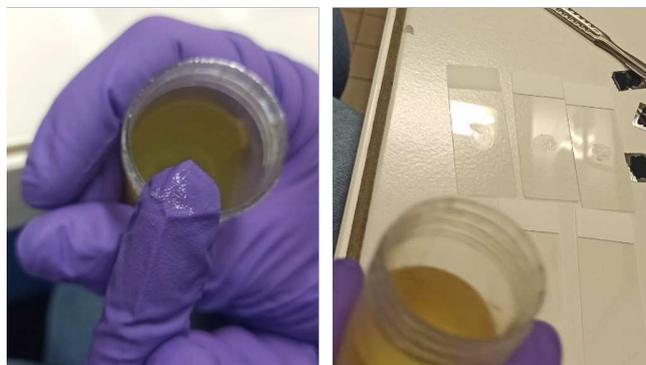


Figure 22 : A gauche, photo de la quantité de graisse suffisante pour quatre substrats ; à droite, plaquettes en verre avec de la graisse

- Le feuilard est plaqué sur la lame de verre et les bulles d'air sont chassées par l'application manuelle d'une pression.
- Les bandes de Kapton sont appliquées en partant de l'extérieur de la plaquette et en appuyant fortement avec le doigt tout au long du collage, comme le montre la Figure 23, pour ne laisser aucune bulle d'air.

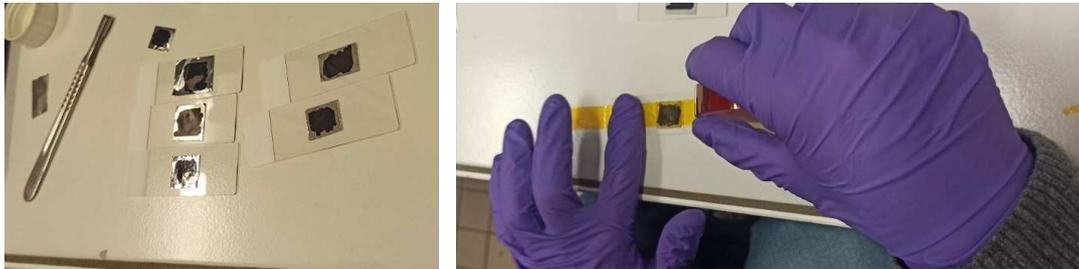


Figure 23 : À gauche, photo de feuilard déposé sur les plaquettes en verre ; à droite, photo de l'application de la première couche de Kapton

- Découpage des morceaux de Kapton qui dépassent de la plaquette en verre et nettoyage de la surface à l'éthanol.

4.3.1.3. Dépôt de la particule

Le dépôt d'une seule particule est la phase la plus délicate de la préparation de l'essai. Pour cela, une dispersion avec 3-4 g de poudre dans 200 ml d'éthanol est préparée et mélangée en secouant le pot pendant une dizaine de seconde. Ensuite, la dispersion est prélevée à l'aide d'une micropipette de capacité 2 μ l. La micropipette remplie par la dispersion est visible Figure 24 avec ligne gris métallique une centaine de particules de poudre.

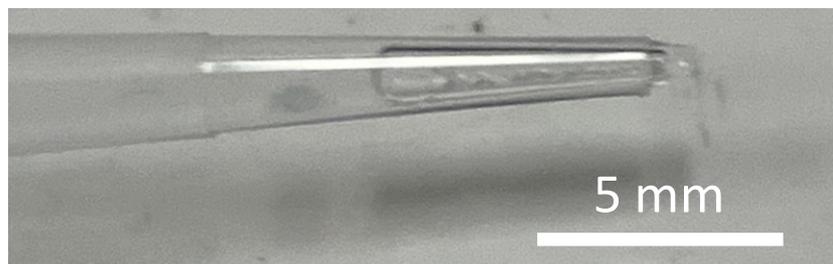


Figure 24 : Photo de la pipette remplie de solution

Une goutte est déposée au centre de la face arrière du lanceur sous binoculaire. Selon l'expérience et la dextérité de l'expérimentateur, 1 à 10 particules sont déposées dans une goutte d'éthanol. Après évaporation de l'éthanol, les particules en excès sont poussées en dehors du

lanceur à l'aide d'un scalpel. Le résultat obtenu est visible sur la Figure 25. Enfin, des traits sont tracés en croix autour de la particule pour pouvoir la repérer lors du centrage du laser.

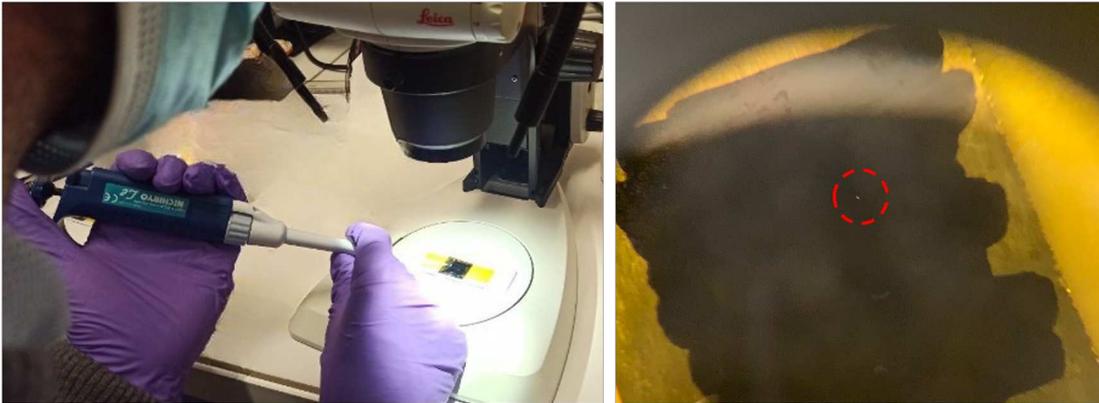


Figure 25 : Photos du dépôt de particules sur le lanceur ; à gauche, vue de la manipulation ; à droite, image à la binoculaire du lanceur avec une particule isolée entourée en rouge.

4.3.1.4. Mesure du diamètre

Après le positionnement des particules isolées sur les lanceurs, chaque échantillon est placé sous un microscope optique KEYENCE équipé d'un objectif zoom permettant un grossissement maximal x1000. La mise au point est effectuée à l'aide de la fonction « scan 3D », qui correspond à une succession d'images prises avec une mise au point tous les 2 μm . Une image « fusionnée » est alors calculée par le logiciel du microscope et offre une combinaison des différentes images permettant d'avoir une vision nette du lanceur, jusqu'au sommet de la particule. Le diamètre de la particule peut ainsi être mesuré, à l'aide de l'outil spécifique dans le logiciel.

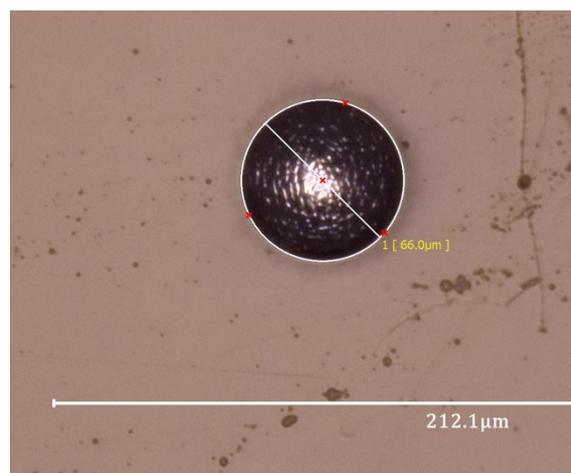


Figure 26 : Photo au microscope optique d'une particule de poudre Al 1070-40B5

4.3.2. Substrat receveur

Le substrat receveur a pour fonction de recevoir l'impact de la particule. La conception du banc permet d'accrocher un porte échantillons de MEB de 8mm de diamètre au porte-échantillon. Sur ce plot, un feuillard ou une plaque d'épaisseur 1 mm est collé à l'aide de scotch carbone pour le MEB. Avec ce système, le receveur peut-être facilement manipulé et être observé directement au MEB si nécessaire. Dans cette étude, le receveur était un feuillard en aluminium de 250 μm d'épaisseur, vendu par GOOD FELLOW. Cependant, d'autres matériaux tels que le cuivre et l'XC70s ont été essayés.

Après l'essai d'envol et impact de la particule, la topographie de la surface du receveur est caractérisée par interférométrie optique, qui offre une résolution maximale de 0,1 μm sur les axes X-Y et de 2 nm en Z. La majorité des mesures ont été effectuées avec une résolution de 0,369 μm sur les axes X-Y.

5. Caractérisation métallurgique

Des analyses microstructurales approfondies sont mises en œuvre dans cette étude pour mieux expliquer les résultats obtenus par les essais mécaniques.

Pour la caractérisation, trois méthodes ont été sélectionnées. L'analyse EBSD permet d'obtenir l'orientation cristalline et d'en déduire la taille des grains, des sous structures. L'analyse par DRX communique des informations sur les pré-déformations des poudres. Enfin, la nano-indentation est utilisée pour mesurer les propriétés mécaniques locales de la poudre et étudier son homogénéité.

5.1. Diffractions des électrons rétrodiffusés

Les études de projections thermiques s'appuient de plus en plus sur des analyses par diffractions des électrons rétrodiffusés (EBSD). Pour ne citer que A.Sabard [3], [4], ce type d'analyse est très pratique pour étudier finement la microstructure et ses évolutions dans le cas d'un traitement thermique. En effet, cette technique permet de cartographier une surface en mesurant à chaque point l'orientation cristallographique. Pour réaliser des cartes EBSD de poudres d'aluminium, une préparation particulière des échantillons est nécessaire.

5.1.1. La méthode EBSD

La technique EBSD « Electron BackScatter Diffraction », en français « Diffraction des électrons rétrodiffusés », comme son nom l'indique, utilise le phénomène de diffraction des électrons rétrodiffusés pour obtenir, en passant par l'analyse des diagrammes de Kikuchi et

l'intégration des bandes de diffraction par transformée de Hough, l'orientation cristallographique en un point. La cartographie est obtenue en répétant l'analyse sur une grille de points prédéterminée. Avec l'automatisation de cette technique et la fabrication de caméras de plus en plus performantes, l'analyse peut se faire sur des zones de plus en plus grandes et avec une rapidité d'exécution croissante.

Pour réaliser une analyse EBSD, les échantillons sont inclinés à 70° pour maximiser la détection des électrons rétrodiffusés diffractés. Également, un faisceau très énergétique est nécessaire, et l'on utilise donc le diaphragme le plus grand de la colonne optique du MEB FEIG NOVA avec une tension d'accélération de 20 kV. Malgré les précautions prises lors de la préparation des échantillons pour maximiser leur conductivité électrique et l'écoulement des charges, la pression résiduelle dans la chambre d'observation du MEB est maintenue à 7 Pa pour limiter les effets de charge. Les réglages de la caméra ont été ajustés pour chaque échantillon afin d'obtenir le meilleur contraste possible pour les diagrammes de Kikuchi. Un exemple d'acquisition avec indexation des orientations cristallographique est montré dans la Figure 27.

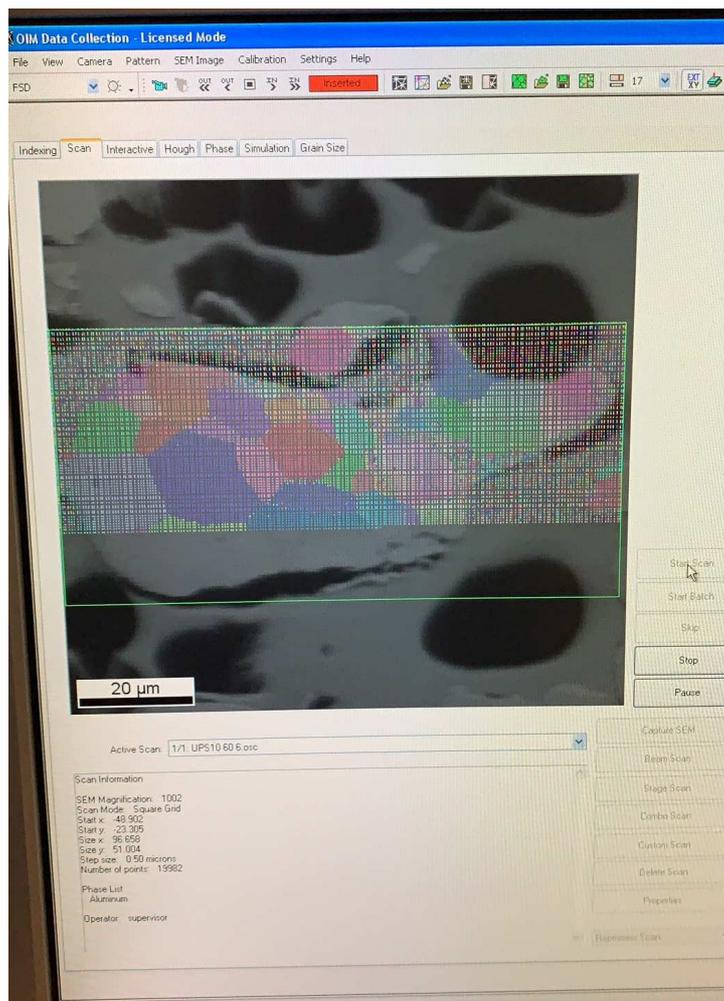


Figure 27 : Photo de l'interface du logiciel d'acquisition pendant un scan EBSD de particule Al 10-60 UPS

5.1.2. Préparation des échantillons

L'état de surface de l'échantillon est d'importance capitale pour obtenir des résultats de bonne qualité en EBSD sinon les clichés obtenus et la qualité d'indexation seront mauvaises. En particulier, l'étape de polissage nécessite des précautions particulières. Pour réaliser l'EBSD sur des poudres, il a été choisi de les enrober dans une résine époxy qui réticule à froid, pour éviter toute modification des propriétés microstructurales par effet thermique. Un scan EBSD demande l'utilisation d'un faisceau MEB très énergétique et, donc, des échantillons conducteurs avec un très bon contact avec le porte échantillon pour que la charge s'écoule. La résine utilisée n'étant pas conductrice, plusieurs méthodes ont été utilisées pour augmenter la conductivité de l'échantillon. Premièrement, environ 3 g de poudre sont dispersés dans 12 ml de résine. Le mélange est coulé dans le trou d'un plot en aluminium percé avec un diamètre de 4 mm. Après que le maximum de bulles d'air ait été évacué de la résine, un morceau de ruban adhésif est posé en haut de l'échantillon, qui est ensuite retourné pour que les particules de poudres se concentrent sur la surface de l'échantillon, par effet de la gravité. Il est espéré, avec cette méthode, de maximiser le nombre de contacts entre particules, et ainsi de mieux évacuer les charges électriques lors de l'acquisition EBSD. Ces différentes étapes sont présentées sur le schéma de la Figure 28.

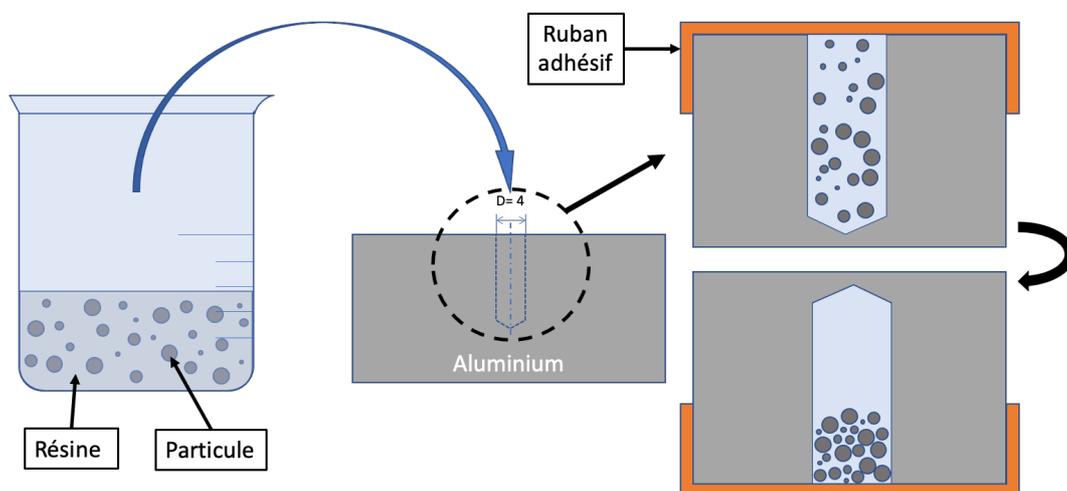


Figure 28 : Schéma de préparation des échantillons pour l'EBSD

Une fois la résine durcie, les échantillons sont polis avec un papier SiC 1200, puis avec des feutres diamantés de 7,3 et 1 μm , tout en appliquant le moins de force possible sur la surface de l'échantillon pour éviter la déformation des particules enrobées. Une étape de finition est ensuite réalisée juste avant l'acquisition EBSD, consistant en un polissage par vibration avec une solution d'OPS 0,5 μm diluée à 70%. Le résultat obtenu est montré sur la Figure 29.

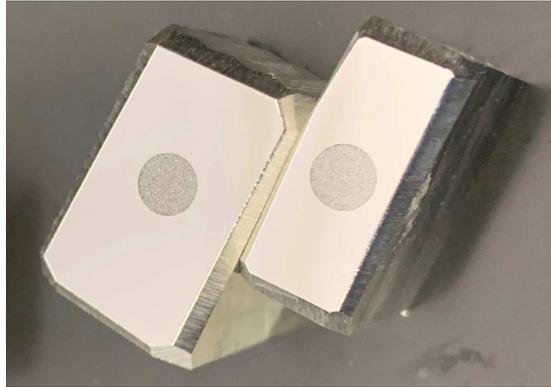


Figure 29 : Photo des échantillons de poudre pour l'EBSD

Avant le passage au MEB, un dépôt de carbone d'épaisseur 2 nm est effectué pour améliorer encore la conductivité de l'échantillon. Celui-ci est ensuite attaché à un porte échantillon MEB avec une pastille adhésive conductrice à base de carbone et de laque argentée.

5.1.3. Traitement des données

Après acquisition, les fichiers sont traités avec le logiciel OIM Analysis™ de EDAX (Mahwah, États-Unis). Les figures de pole inverse (IPF) sont filtrées en fonction de l'indice de qualité pour ne conserver que les points bien indexés et enlever les zones contenant de la résine. Avec ce simple traitement, les points avec une indexation de mauvaise qualité se retrouvent supprimés ainsi de nombreux points noirs qui apparaissent dans la particule. Ces derniers semblent faire apparaître des porosités qui n'en sont pas réellement. Ces pseudo-porosités peuvent être aisément « rebouchés » numériquement, mais généreraient des points artificiels pouvant fausser les mesures. Il a donc été décidé de garder les IPF simplement filtrés.

5.2. Diffractions aux rayons X

Par l'analyse fine des raies de diffraction correspondant à l'interaction entre le faisceau incident et le réseau cristallin, la DRX permet de caractériser précisément les phases en présence et d'en tirer des informations cristallographiques quantitatives [15]. Cette méthode est parfaitement adaptée aux poudres, car la petite taille des particules permet d'en analyser un grand nombre en un scan, et donc d'aboutir à un résultat statistiquement représentatif d'un lot de poudre.

Les essais ont été réalisés par C. Monteiro, ingénieur de recherche au Centre des Matériaux de Mines Paris - PSL, et le traitement des données par S. Depinoy, chercheur dans le même laboratoire. Le diffractomètre utilise le système D8 DISCOVER de Bruker (Billerica, États-Unis) (Figure 30) avec une source de rayon X LaB6 et en configuration $\theta - \theta$, ce qui

correspond aux deux angles, identiques entre la source et l'échantillon d'une part et entre l'échantillon et le détecteur d'autre part.

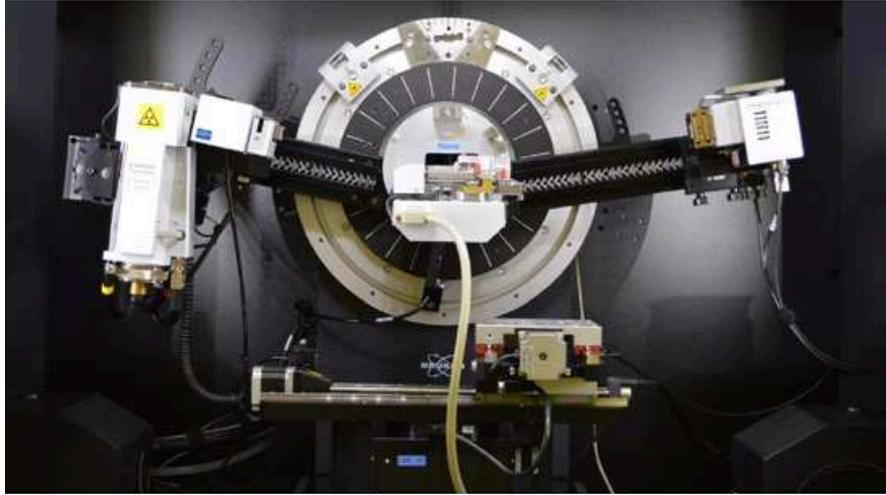


Figure 30 : Photo de l'installation DRX du laboratoire

Tous les diffractogrammes ont été réalisés avec l'angle 2θ compris entre 0 et 120° . Les vecteurs de diffractions (K) et les largeurs à mi-hauteur sont calculés avec une routine programmée par S. Depinoy.

5.3. Nano-indentation

La nano-indentation est une technique utilisée pour mesurer les propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle nanométrique. Elle consiste à appliquer une petite force contrôlée à la surface d'un échantillon et à mesurer le déplacement ou la déformation qui en résulte. Cela permet de déterminer la dureté, le module d'élasticité et d'autres propriétés mécaniques du matériau [16], [17].

Dans les expériences de nano-indentation, un petit pénétrateur pointu est enfoncé dans la surface de l'échantillon à l'aide d'une cellule de charge ou d'un autre dispositif de mesure de la force. Le pénétrateur peut être constitué de divers matériaux, tels que le diamant ou le silicium, et sa taille et sa forme peuvent varier en fonction de la résolution souhaitée et des propriétés à mesurer. Lorsque le pénétrateur est enfoncé dans l'échantillon, la force et le déplacement sont mesurés et enregistrés. Les données obtenues peuvent ensuite être utilisées pour calculer les propriétés mécaniques du matériau. Avec les développements des machines de nano-indentation, les essais sont de plus en plus rapides et les bruits expérimentaux sont moindres.

Les essais ont été réalisés par S. Kossman, ingénieur de recherche à l'Université Polytechnique Haut de France avec le système Hysitron TI 980 TriboIndenter de Brucker. Les échantillons utilisés sont ceux de l'EBSD, car leur préparation de surface particulièrement soignée est parfaitement adaptée aux essais de nano-indentation. Des profils, dits XPM pour « *Accelerate Property Mapping* », ont été utilisés pour cartographier la surface de la particule. Les conditions des essais réalisés sur les poudres sont récapitulées dans le tableau 2.

Tableau 1 : Tableau récapitulatifs des essais de nano-indentation

Poudres	Al 10-60 UPS		Al 1070-40B5		Al 2024-40A5		Al 2024-40B5		
Force max [μN]	Total indents	Nombre particules	Total indents						
50	479	2	500	5	500	5	500	5	1979
100	248	4	500	5	500	5	500	5	1748
250	62	1	0	0	0	0	0	0	62
500	53	1	0	0	0	0	0	0	53
TOTAL	842	8	1000	10	1000	10	1000	10	3842

Les courbes obtenues sont compilées par particules par le logiciel, comme le montre la Figure 31. Un prétraitement est effectué pour extraire plusieurs grandeurs d'intérêt, comme la dureté H calculée avec l'équation 1 et le module de Young E_r calculé avec l'équation 2, l'enfoncement maximum et l'aire résiduelle d'indentation. Ces grandeurs sont mesurées localement à partir de la courbe force-déplacement de chaque indenteur.

Équation 1 : Calcul de la dureté

$$H = \frac{P_{max}}{A}$$

avec H la dureté, P_{max} la force maximale et A l'aire résiduelle d'indentation.

Équation 2 : Calcul du module de Young réduit

$$E_r = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{A_p(h_c)}$$

avec β une constante géométrique dépendante de l'indenteur, S la raideur (calculée par la pente de la courbe force-déplacement) à la décharge et $A_p(h_c)$ l'aire de contact projetée, calculée par le logiciel à la profondeur de contact h_c .

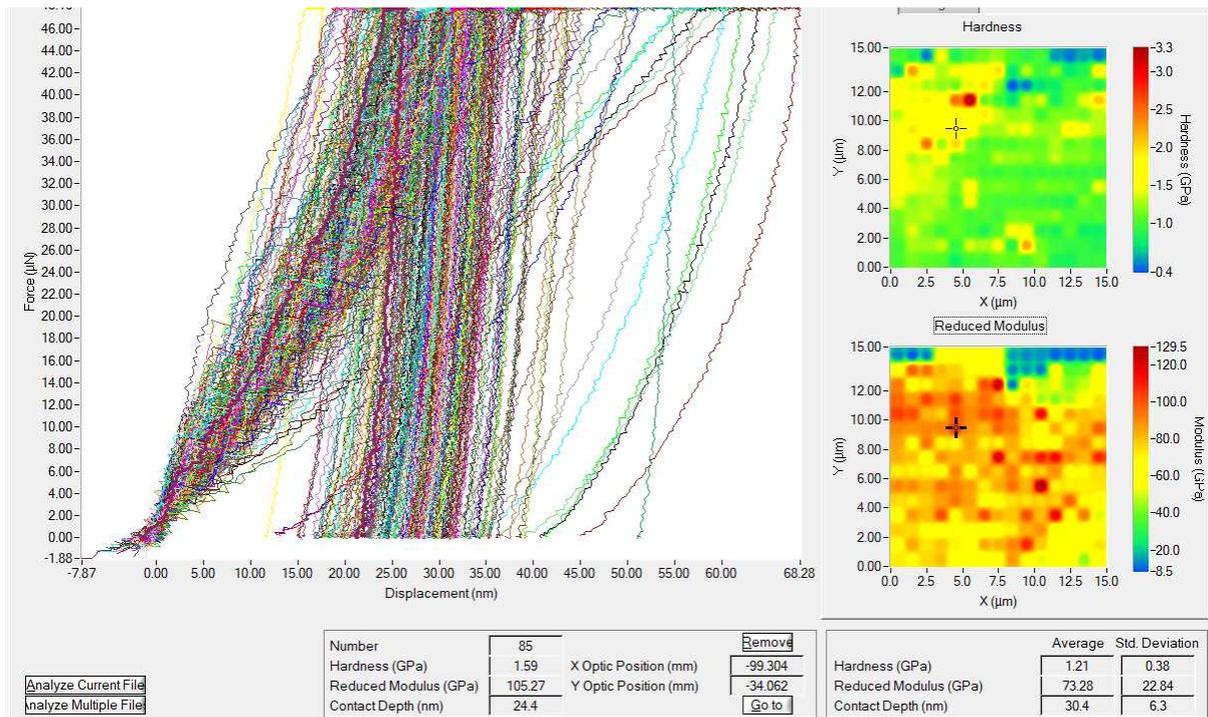


Figure 31 : Image du logiciel de traitement des essais de nano-indentation, exemple d'une particule de Al 10-60 UPS indentée

6. Références bibliographiques :

- [1] V. K. Champagne, D. J. Helfritch, M. D. Trexler, and B. M. Gabriel, "The effect of cold spray impact velocity on deposit hardness," *Model. Simul. Mater. Sci. Eng.*, vol. 18, no. 6, 2010, doi: 10.1088/0965-0393/18/6/065011.
- [2] P. C. King, G. Bae, S. H. Zahiri, M. Jahedi, and C. Lee, "An Experimental and Finite Element Study of Cold Spray Copper Impact onto Two Aluminum Substrates," doi: 10.1007/s11666-009-9454-7.
- [3] A. Sabard and T. Hussain, "Bonding mechanisms in cold spray deposition of gas atomised and solution heat-treated Al 6061 powder by EBSD," *arXiv*, 2018.
- [4] A. Sabard, H. L. de Villiers Lovelock, and T. Hussain, "Microstructural Evolution in Solution Heat Treatment of Gas-Atomized Al Alloy (7075) Powder for Cold Spray," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 27, no. 1–2, pp. 145–158, 2018, doi: 10.1007/s11666-017-0662-2.
- [5] A. Nastic, B. Jodoin, J. G. Legoux, and D. Poirier, "Particle Impact Characteristics Influence on Cold Spray Bonding: Investigation of Interfacial Phenomena for Soft Particles on

- Hard Substrates,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 30, no. 8, pp. 2013–2033, 2021, doi: 10.1007/s11666-021-01272-1.
- [6] M. Hassani-Gangaraj, D. Veysset, K. A. Nelson, and C. A. Schuh, “In-situ observations of single micro-particle impact bonding,” *Scr. Mater.*, vol. 145, pp. 9–13, 2018, doi: 10.1016/j.scriptamat.2017.09.042.
- [7] H. Jones, “Microstructure of rapidly solidified materials,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. 65, no. 1, pp. 145–156, 1984, doi: 10.1016/0025-5416(84)90208-8.
- [8] Y. H. Su and C. Y. A. Tsao, “Modeling of solidification of molten metal droplet during atomization,” *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, vol. 28, no. 6, pp. 1249–1255, 1997, doi: 10.1007/s11663-997-0080-9.
- [9] S. Yi, Q. Wang, and W. Sun, “Understanding anisotropic mechanical properties of shales at different length scales: In situ micropillar compression combined with finite element calculations,” *J. Geophys. Res. Solid Earth*, pp. 3782–3803, 2016, doi: 10.1002/2015JB012608.Received.
- [10] A. H. Clauer, “metals Laser Shock Peening, the Path to Production,” 2019, doi: 10.3390/met9060626.
- [11] S. Barradas *et al.*, “Study of adhesion of PROTAL® copper coating of Al 2017 using the laser shock adhesion test (LASAT),” *J. Mater. Sci.*, vol. 39, no. 8, pp. 2707–2716, 2004, doi: 10.1023/B:JMSC.0000021445.74736.b3.
- [12] F. Delloro, D. Zagouri, M. Boustie, and M. Jeandin, “A laser shock approach to cold spray,” *Mater. Sci. Forum*, vol. 941 MSF, pp. 1833–1840, 2018, doi: 10.4028/www.scientific.net/MSF.941.1833.
- [13] Y. Yang *et al.*, “The effect of laser shock processing on mechanical properties of an advanced powder material depending on different ablative coatings and confinement medias,” *Int. J. Adv. Manuf. Technol.*, vol. 117, no. 117, pp. 2377–2385, 2021, doi: 10.1007/s00170-021-07080-9/Published.
- [14] K. Elango, J. S. Hoppius, L. M. Kukreja, A. Ostendorf, and E. L. Gurevich, “Studies on ultra-short pulsed laser shock peening of stainless-steel in different confinement media,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 397, p. 125988, Sep. 2020, doi: 10.1016/J.SURFCOAT.2020.125988.
- [15] P. Gravereau, “Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres,” 2011. doi: <https://cel.archives-ouvertes.fr/cel-00671294>.
- [16] M. R. Rokni, C. A. Widener, G. A. Crawford, and M. K. West, “An investigation into microstructure and mechanical properties of cold sprayed 7075 Al deposition,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 625, pp. 19–27, 2015, doi: 10.1016/j.msea.2014.11.059.

[17] O. Maciejak, P. Aubert, and O. Maciejak, “Mesure de dureté par Mesure de dureté par nano-indentation,” *Tech. l'ingénieur*, vol. 33, no. 0, 2017.

CHAPITRE 3. ETUDE QUASI-STATIQUE PAR ESSAIS DE MICROCOMPRESSION

Table des matières

1. Introduction.....	81
2. Étude expérimentale.....	83
2.1. Réalisation des essais	84
2.1.1. Essais de mise au point.....	85
2.1.2. Essais sur les poudres sphériques.....	86
2.2. Résultats.....	88
2.2.1. Traitement des données expérimentales.....	89
3. Étude numérique	93
3.1. Présentation de la simulation de microcompression	93
3.1.1. Modélisation géométrique	94
3.1.2. Modèles des matériaux	94
3.1.3. Maillage	96
3.1.4. Gestion du contact particule-indenteur	98
3.1.5. Conditions aux limites	99
3.1.6. Résultats	100
3.2. Approche par méthode de Krigeage	101
3.2.1. Introduction au Krigeage	102
3.2.2. Krigeage appliqué à l'étude	102
3.2.3. Optimisation des coefficients matériaux avec le modèle de Krigeage	105
3.2.3.1. Importation et traitement des courbes expérimentales.....	105
3.2.3.2. Définition de la fonction coût	105
3.2.3.3. Paramétrage du solveur.....	106
3.2.3.4. Unicité des résultats et minimum global	107
3.3. Compilation des résultats de l'optimisation.....	111
3.3.1. Poudre d'aluminium pur Al 1070 40-B5	111
3.3.2. Poudre d'alliage d'aluminium Al 2024 40-B5	112
4. Analyse des résultats	113
4.1. Lien entre la taille de particules et les paramètres matériaux.....	113
4.2. Erreur de mesures de diamètre et limites de la méthode	116
4.3. Grandes déformations.....	117
5. Conclusion et perspectives.....	118
6. Références bibliographiques	122

1. Introduction

La caractérisation mécanique dynamique des poudres en est encore au stade du développement. Plusieurs études suggèrent qu'une caractérisation plus rigoureuse des modèles matériaux est nécessaire. La recherche de l'unicité des résultats, au travers des coefficients mécaniques, est bien connu des études mécaniques sur matériaux massiques [1], [2][3]. Cela consiste à réaliser différents essais dans différentes conditions thermomécaniques pour isoler des conditions physiques, comme la température, la viscoplasticité ou encore l'hyper-élasticité pour les

polymères. Dans le cas du Cold Spray, l'effet de la vitesse d'impact est au cœur du procédé ; c'est pourquoi une approche à deux régimes de vitesse de chargement a été effectuée sur les poudres faisant l'objet de la présente étude. Un premier essai de microcompression en régime quasi-statique a été réalisé in-situ dans un MEB, ainsi qu'un deuxième, en dynamique rapide, consistant en l'envol et l'impact de particules individuelles à haute vitesse.

La caractérisation mécanique des poudres en dynamique rapide est un champ de recherche récent en *Cold Spray*, et peu de méthodes expérimentales ont été développées à cet effet. Comme pour leur homologue massif, des approches de caractérisation à plusieurs régimes de sollicitation sont utilisées pour simplifier l'ajustement des modèles contenant plusieurs coefficients matériaux. En effet, si l'on se place dans un régime quasi statique et isotherme ambiant, les effets de viscoplasticité et d'adoucissement thermique peuvent être négligés. Dans le cas du *Cold Spray* le modèle de Johnson-Cook, bien que phénoménologique, est largement utilisé dans les études concernant la modélisation de construction de dépôt [4][5], [6]. Ce modèle, présenté dans le Chapitre 1, peut se décomposer en trois termes, le premier modélisant l'écroutissage, le second la viscoplasticité et le dernier l'adoucissement thermique. L'approche globale de la thèse est de tirer parti de cette décomposition pour ajuster au mieux les coefficients matériaux dans le cas des poudres d'aluminium en dynamique rapide. Dans ce chapitre, l'objectif est de caractériser les poudres en régime quasi-statique afin de négliger les effets dynamiques et thermiques, et ainsi déterminer les paramètres d'écroutissage de ces dernières. Pour cela, un essai de compression sur poudre a été choisi et, vu l'échelle dimensionnelle considérée, il est nommé dans la suite « essai de microcompression ». L'essai s'appuie sur l'utilisation d'une platine de nano-indentation in-situ dans un MEB, platine équipée d'une pointe tronquée apte à comprimer une particule isolée entre deux plans. La force appliquée et le déplacement sont suivis à l'aide d'une cellule piézo-électrique. Les essais sont réalisés avec un chargement cyclique croissant avec six niveaux de chargement consécutifs. La courbe force-déplacement obtenue est ensuite traitée pour limiter le bruit expérimental généré par l'assemblage de la platine et par la cellule de force. La poudre caractérisée par cet essai est la poudre Al 1070 40-B5, dont la sphéricité est remarquable ; elle est donc aisément modélisable par une sphère lors de la simulation numérique de l'essai. En effet, contrairement aux poudres sphéroïdales ou irrégulières, les poudres sphériques présentent de nombreuses symétries dont la simulation numérique peut tirer parti ; le détail en est présenté dans la partie 3 de ce chapitre. C'est cette sphéricité qui confère à cette poudre le qualificatif de « modèle » dans l'étude. Une modélisation des essais par éléments finis permet une analyse quantitative des particules qui ont une taille variable, comme expliqué dans le Chapitre 1. Pour cela, il convient d'ajuster les paramètres matériaux du modèle choisi, ici Johnson-Cook, et plus

précisément ceux relatifs au comportement statique (A , B et n). Afin de caractériser la plage granulométrique dans un lot de poudres, il faut réaliser des essais sur plusieurs tailles de particules. Lors du procédé d'atomisation des poudres, la variation de diamètre, qui suit une répartition gaussienne, induit des changements de conditions de solidification du fait de leurs différentes masses et diamètres. La microstructure des particules est influencée par les effets de gradients thermiques, eux-mêmes fonction du diamètre des particules [7]. Ainsi, une variation de microstructure est théoriquement possible, et donc une différence de propriétés mécaniques des particules en fonction du diamètre [8]. Cette analyse des propriétés mécaniques statiques relève d'une comparaison entre les coefficients matériaux déterminés par méthode inverse. Pour la détermination des coefficients du modèle matériau, il convient de faire une optimisation entre les réponses expérimentale et numérique. La variation du diamètre des particules entre chaque essai, en plus de l'ajustement des paramètres matériau, nécessite un nombre de simulation important. Un méta-modèle reproduisant le résultat de la simulation numérique a été créé pour réaliser une analyse rapide et efficace des différents paramètres. L'étude de Assadi [9], dans laquelle sont réalisés des essais de microcompression sur des particules de cuivre et d'alliage de cuivre sur un substrat rugueux, suit la même démarche de caractérisation par méthode inverse. Cependant, dans cette méthode l'optimisation des coefficients s'appuie sur une relation arbitraire et un seul point matériel.

Dans cette partie, l'analyse et la caractérisation sont faites sans détermination de relations paramètres et en travaillant directement avec les courbes de force/déplacement de l'essais.

2. Étude expérimentale

Le système utilisé et la préparation des échantillons ont déjà été décrits dans le chapitre 2. L'objectif de cette partie est de présenter les réglages du système, de les justifier, de décrire le déroulement de l'essai, ses résultats et ses limitations.

Le paramétrage des essais est un élément important de l'expérience. L'objectif est de comprimer une particule individuelle entre deux plans quasi-rigides en faisant l'acquisition de la déformation associée, le tout en régime quasi-statique et à température ambiante pour éviter les effets de viscoplasticité et d'adoucissement thermique. Les essais ont été réalisés au CEMEF, avec la collaboration de Imène Lahouij, à l'aide d'une platine de nano-indentation in-situ au MEB. Le profil de charge est ici croissant est cyclique comme illustré dans la Figure 1 et le principe est schématisé dans la Figure 2. Les profils ont été déterminés après des essais préliminaires qui ont permis de choisir la meilleure configuration de pointe/substrat et qui sont détaillés dans la partie 2.1.1.

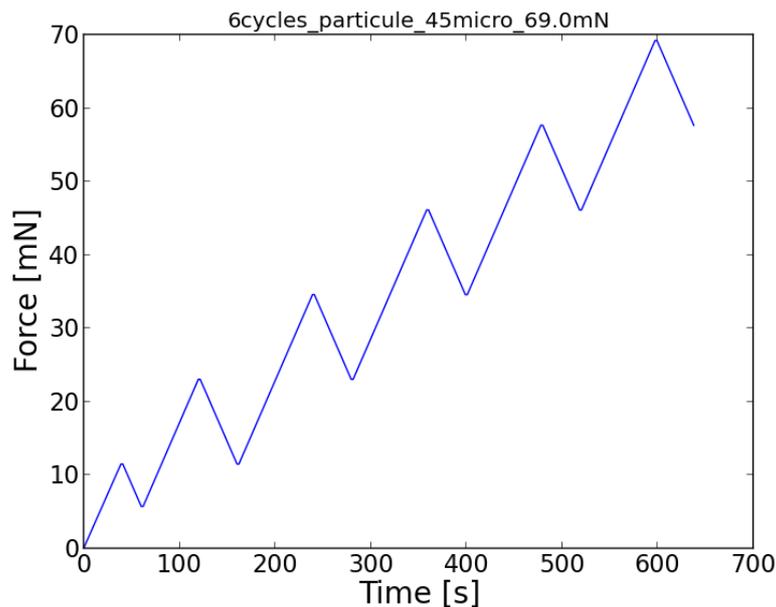


Figure 1 : Exemple de courbe de pilotage de l'essai : la force en fonction du temps

La mise en place de l'essai passe par deux phases : la préparation des échantillons (décrite au chapitre 2), le positionnement de la particule au-dessous de la pointe et la mise en contact. Le positionnement peut être difficile à cause de l'inclinaison de la platine par rapport au détecteur du MEB, ce qui réduit la visibilité. Ensuite, dans la phase de recherche du contact sur l'axe de déplacement de la pointe, une vitesse de déplacement faible est imposée jusqu'à ce qu'une force faible (environ 100 nN) soit détectée ; le contact est alors considéré comme étant établi. Enfin, l'essai démarre et la cellule de charge applique la force en fonction du profil défini. Le déplacement de la particule est récupéré simultanément à la force, c'est-à-dire qu'il est synchronisé temporellement. Après l'essai, la particule déformée et la courbe force-déplacement sont récupérées.

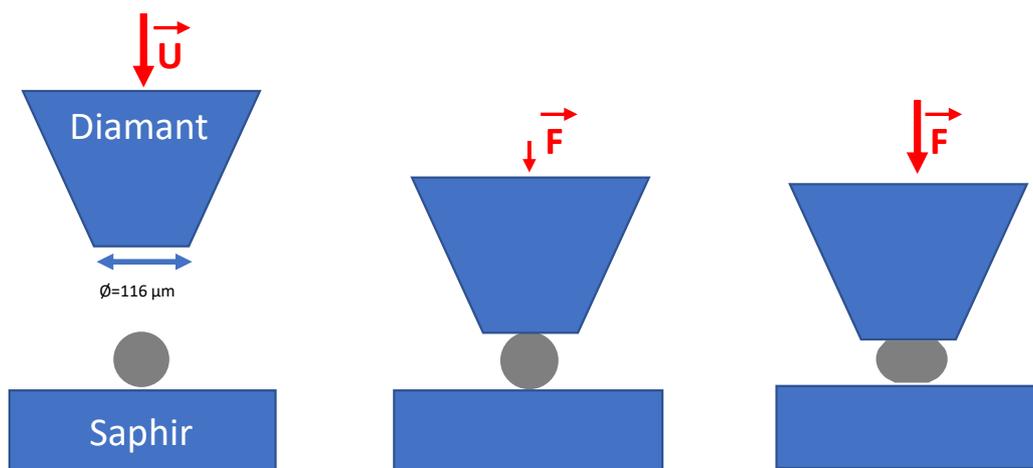


Figure 2 : Schéma de principe de l'essai de microcompression d'une particule individuelle.

2.1. Réalisation des essais

Cette partie présente d'abord l'étude préliminaire, qui a permis de choisir la meilleure configuration pointe/substrat ainsi que les plages de force applicables. Ensuite, les essais exploités pour la caractérisation des poudres sont discutés. En particulier, deux poudres ont été choisies pour leur remarquable sphéricité, ce qui facilite l'exploitation des résultats : la Al 1070-40B5 (aluminium pur) et la poudre d'alliage A 2024-40B5.

2.1.1. Essais de mise au point

Des essais de mise au point ont été réalisés sur des poudres d'aluminium EP 10-60 UPS. Ils ont été effectués avec une pointe conique tronquée présentant un diamètre de plat de 10 microns, la pointe standard de diamètre 10 μm était trop petite pour l'essai de compression. En effet, au-delà d'une certaine déformation, la particule s'écoule sur la partie conique de l'indenteur, tel qu'illustré sur la micrographie de la Figure 3. Ces essais ont conduit à choisir une pointe pour les essais finaux était de diamètre 112 micron comparé à la pointe d'initial dans Figure 4 a et b.

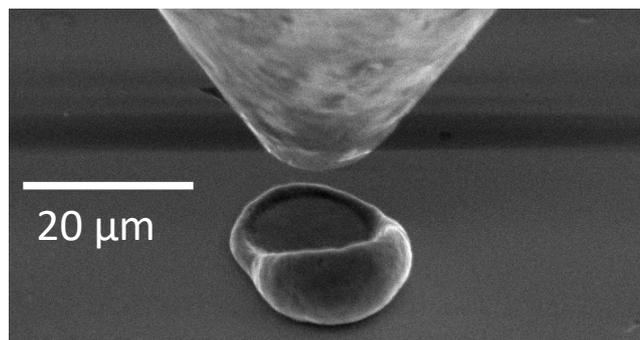


Figure 3 : Image MEB d'une particule déformée par indentation par le flat-punch de petite dimension (détecteur d'électrons secondaires, tension d'accélération de 4kV).

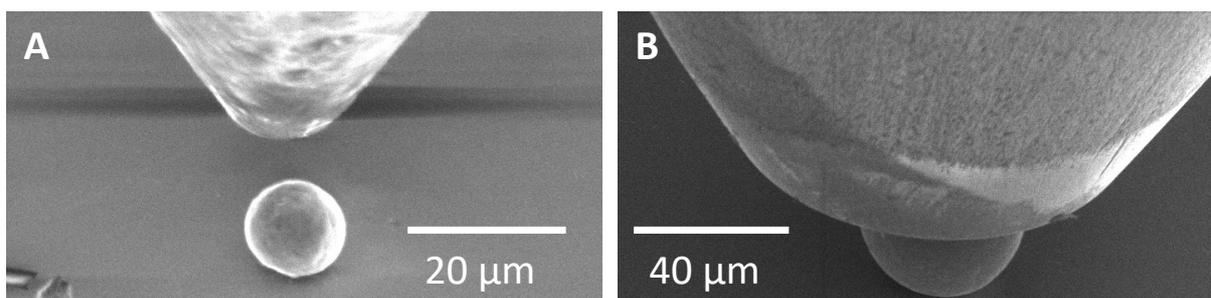


Figure 4 : Image MEB à gauche : Indenteur de type « flat-punch » plat de 10 μm utilisé dans les essais préliminaires ; à droite indenteur flat-punch de 112 μm utilisé pour la suite du plan d'expérience (détecteur d'électrons secondaires, tension d'accélération de 4kV).

Un phénomène de collage entre la particule et le flat-punch a été observé lors des essais à grande déformation (supérieure à 12 %). Une possible origine de ce collage est attribuée à la rupture de la couche d'oxyde nanométrique, naturellement formée sur la surface de la poudre lors de sa fabrication. Cette rupture révèle alors une surface sans oxyde et réactive. Le vide dans

l'enceinte du MEB, et la conséquente indisponibilité de l'oxygène pour former de nouveaux oxydes, aident à la formation d'une liaison avec l'indenteur, supérieure à celle avec le substrat. L'accroche est suffisamment forte pour nécessiter un nettoyage manuel, qui demande un démontage de la pointe très couteux en temps. Une force négative d'environ 2 mN est observée lors de la remonté de l'indenteur lorsqu'un collage est observé. L'une des origines envisagées est fonction de la déformation, l'autre du temps d'essai, ce dernier n'étant pas modifiable pour rester dans des conditions quasi-statique de chargement. Pour éviter le collage, un ratio de conversion entre le diamètre et la force maximale à ne pas dépasser, est tel que :

Équation 1 : Formule empirique de la force maximale utilisée lors des essais

$$F_{max} = \frac{D_{particule}}{0,65}$$

2.1.2. Essais sur les poudres sphériques

Dans cette partie, on présente les essais réalisés sur les particules de poudres sphériques. Afin d'évaluer les différences de comportement au sein d'un même lot de poudre, des particules de différents diamètres ont été caractérisées. Sur la Figure 5, le nombre d'essais effectués est représenté en fonction du diamètre, et est comparé à la répartition granulométrique des particules. Malgré une préparation des échantillons soignée, aucune particule avec un diamètre supérieur à 55 µm n'a pu être placée stablement sur le substrat.

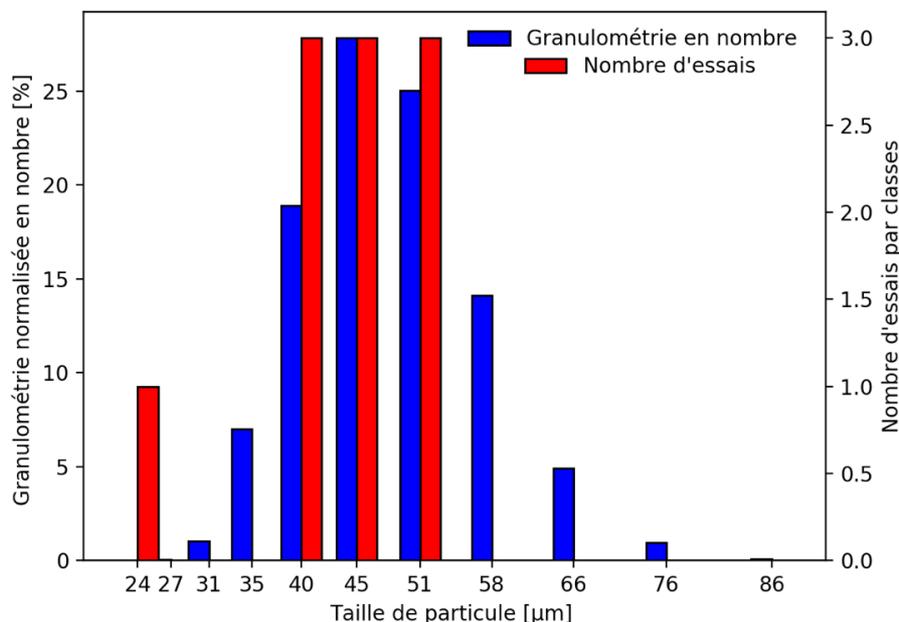


Figure 5 : Histogramme du nombre de particules caractérisées en fonction du diamètre, en rouge, comparé à la distribution granulométrique (en nombre) de la poudre A 1070-40 B5, en bleu.

La détermination des cycles de charges a été réalisée empiriquement. L'objectif premier était d'obtenir une déformation totale de la particule supérieure à 50 % ; cependant, les premiers essais ont montré un fort effet collage entre la particule et l'indenteur a ce taux de déformation.

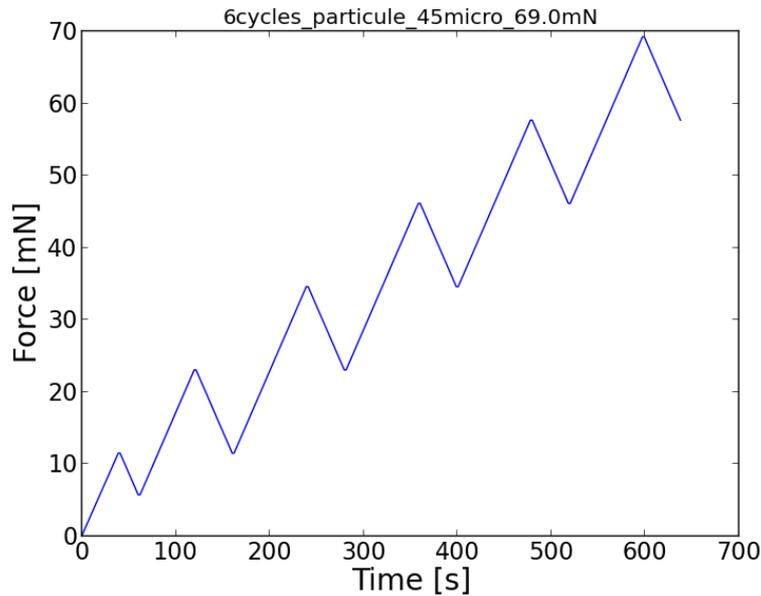


Figure 6 : Exemple de courbe de pilotage de l'essai : la force en fonction du temps

Le choix a été porté sur un profil de chargement cyclique croissant (Figure 6) afin d'extraire un maximum de données de chaque essai, ce qui permet en outre de repérer un éventuel changement de propriétés mécaniques entre chaque chargement. Cependant, plus le nombre de cycles est important et plus l'essai est long. Pour en limiter la durée, six cycles de chargement semble être un bon compromis. Un exemple de chargement cyclique utilisé est présenté sur la Figure 6. La force maximale de l' n ème cycle est définie en fonction de la force maximale F :

Équation 2 : Formule de la force maximale d'un cycle

$$F_{\max Cycle} = \frac{F_{\max \text{ essai}}}{6} \times n$$

La force maximale lors de chaque cycle est donc linéairement croissante. La décharge n'est pas complète : elle s'arrête à une certaine valeur de force, pour garder toujours le contact entre la particule et le flat-punch d'une part, et le substrat d'autre part. Pour diminuer le temps d'essai réalisé à $0,1 \text{ mN}\cdot\text{s}^{-1}$, les décharges ont été limitées à la force maximale du cycle précédant. Pour le premier cycle, la force minimale est fixée à la moitié de la force maximale.

Ce protocole est appliqué à la poudre d'alliage A 2024-40B5, présentée au chapitre 2. Pour rappel, elle possède un D50 de $40 \mu\text{m}$ et le grade B5 définit une sphéricité remarquable. Les essais ont été conduits de la même manière que pour la poudre modèle. Le phénomène de collage à lui aussi été observé au-delà d'un taux de déformation de 12%. Lors des essais, un

astigmatisme des images MEB a été observé, conduisant à des images légèrement déformées des particules (voir encadré de la Figure 7). Six particules affichant des diamètres différents, de 25 à 55 μm , ont pu être analysées. Bien que le nombre d'essais soit faible, aucune limitation n'a été observée qui pourrait empêcher d'appliquer cette méthode à d'autres poudres métalliques.

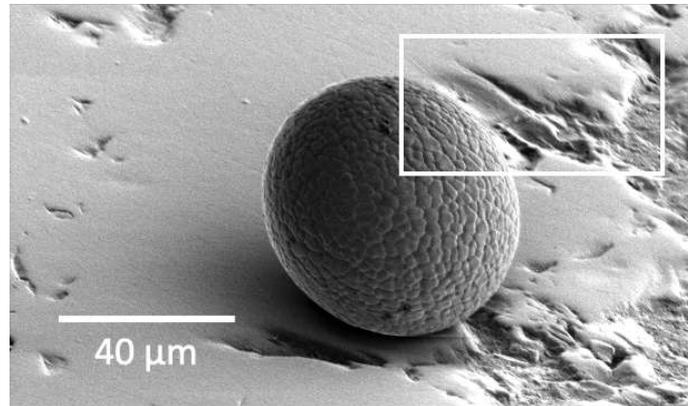


Figure 7 : Image MEB d'une particule de A 2024-40B5 (détecteur d'électrons secondaires, une tension d'accélération de 2kV).

2.2. Résultats

Les résultats des essais réalisés sur les particules, présentés sous forme de courbes force-déplacement, continus et sans bruit expérimental majeur, sont de qualité satisfaisante pour l'étude du comportement mécanique. Pour ce faire, une série de traitements est effectuée ensuite sur les données. Le premier, directement réalisé par le logiciel de la platine de compression et calibré en usine par le fabricant, est la correction de la déformation du système lors de l'essai, due à sa rigidité finie. La suite des traitements des données s'applique donc aux courbes ainsi corrigées. Un léger bruit est observé sur toutes les courbes, dû à la cellule de force piézo-électrique. L'origine de ce bruit est double : une faible variation, de l'ordre de quelques nN et nm, est intrinsèque au capteur, alors qu'un bruit plus intense vient du choix du pilotage en force. En effet, le capteur étant conçu pour travailler en déplacement, le pilotage en force se fait par un rétrocontrôle en boucle fermée fondé sur l'évaluation de la force de réaction. À chaque pas de temps, le contrôleur de la platine évalue si la consigne de déplacement envoyée à la cellule piézo-électrique donne une force de réaction équivalente à celle demandée. Ainsi, il y a une succession de surdépassements et sous-dépassements de la consigne de force, conduisant à un bruit d'une amplitude de quelques dizaines de nN. Un filtre utilisant une moyenne glissante sur quatre points a été appliqué sur les courbes pour limiter ces bruits et simplifier les analyses. La Figure 8 montre la transformation effectuée sur les courbes.

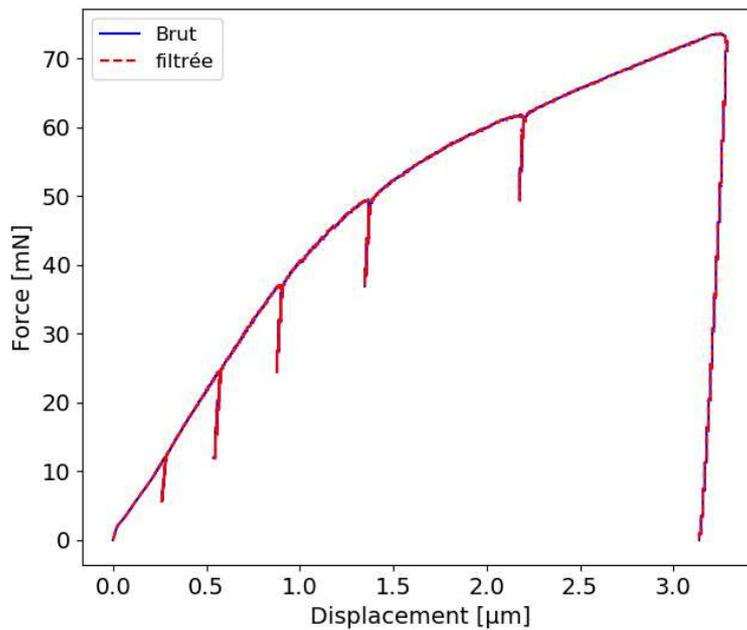


Figure 8 : Exemple de courbe force-déplacement parfaitement superposées ; en bleu, la courbe brute ; en rouge, la courbe traitée

La caractérisation du comportement mécanique statique de la poudre est faite sans prendre en compte les chargements cycliques et nécessite un traitement des données particulier qui sera détaillé dans la suite.

2.2.1. Traitement des données expérimentales.

Les essais sont riches en informations, mais ils nécessitent un prétraitement pour l'homogénéisation des courbes et pour extraire les parties de courbes utiles pour l'analyse numérique. Ainsi, pour comparer les simulations et les courbes expérimentales, ces dernières ont été prétraitées pour extraire des courbes monotones, écartant donc les charges/décharges cycliques. Enfin, un algorithme de Savitzky-Golay [10] permet de filtrer le bruit expérimental résiduel qui provient du capteur piézo-électrique de la platine de nano-indentation.

Les courbes après traitement sont visibles sur la Figure 9. Pour améliorer la lisibilité, les courbes sont regroupées par dans les mêmes « classes granulométriques » qu'en bleu dans la Figure 5. Pour certaines courbes, il reste des plateaux de chargement qui résultent des cycles de chargement filtrés. Dans les cas les plus marqués, c'est parce que les essais ont été subdivisés lors des expériences, c'est-à-dire qu'une même courbe est un assemblage de plusieurs courbes résultant d'essais faits sur la même particule. Un essai n'est terminé que lorsque la force revient à zéro, et un léger changement des conditions de contact peuvent causer ce décalage de déplacement visible sur les courbes. Ces assemblages de courbes ont été réalisés afin d'identifier empiriquement les conditions optimales d'essais tout en préservant un maximum de données.

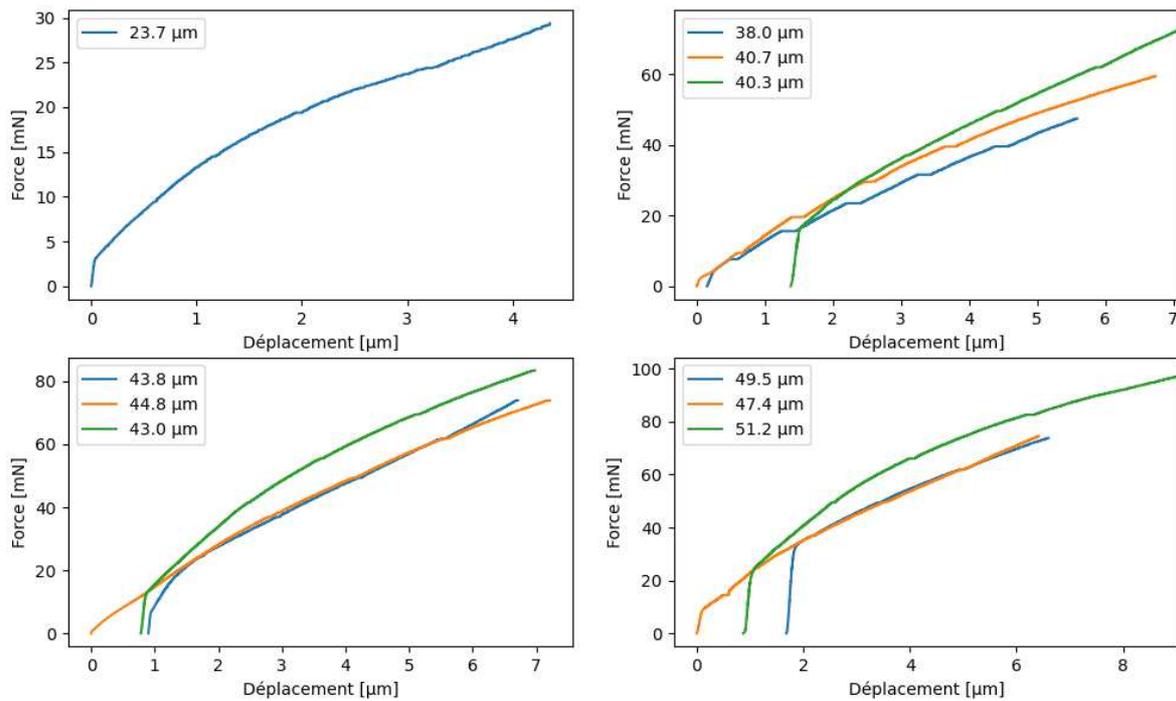


Figure 9 : Graphique des différentes courbes obtenues lors des essais sur les poudres A 1070-40 B5

Une pente plus raide au début de chaque courbe, à deux exceptions près, est observable. A première vue, elle pourrait être interprétée comme représentant le domaine élastique précédant le début de la déformation plastique, comme dans des essais de traction standard. Selon [11], dans les conditions de contact sphère/plan des essais, la transition élasto-plastique a lieu à une échelle proche de la distance atomique et ce qui n'est physiquement pas possible, il y a donc directement une plastification au début de l'essai. Il est donc impossible que la zone linéaire des courbes de compression soit liée à la déformation purement élastique des particules. Son origine a été attribuée à des déformations plastiques qui se sont produites avant l'essai proprement dit. En effet, deux causes peuvent être proposées. D'abord, le positionnement des particules sur le substrat avant l'essai de compression peut avoir causé leur pré-déformation. Pour rappel, les particules sont dispersées dans l'éthanol, dont une goutte est déposée sur le substrat. Les particules sont alors déplacées, si besoin en les poussant délicatement à l'aide d'un scalpel. Cette dernière opération peut donc avoir engendré la pré-déformation. La deuxième cause possible pourrait intervenir lors de la préparation d'un essai, à la mise en contact du flat-punch avec la particule. Pour cela, le premier est approché doucement à vitesse constante et la détection du contact est manuelle. La vitesse conseillée par le constructeur pour cette approche est de 10 nm/s. Cependant, une fois l'indenteur positionné au-dessus de la particule, il est difficile d'évaluer sa distance à la particule, à cause de l'angle de vue dans le MEB. Pendant les essais, on a constaté que cette distance pouvait atteindre 15 microns, ce qui correspondrait, à la vitesse d'approche conseillée, à une attente de plus de 20 minutes. C'est pourquoi une

vitesse d'approche plus élevée a été appliquée. La vitesse supérieure, de l'ordre de $1 \mu\text{m/s}$, et le pilotage en déplacement peuvent produire un impact déformant la particule sans que la courbe soit enregistrée. Le schéma de la Figure 10 montre l'évolution du déplacement, de la force et du contact en fonction du temps. L'accélération manuelle de l'approche du flat punch a lieu entre les étapes 2 et 3. Afin de s'affranchir de cette pré-déformations non enregistrée, un coefficient de décalage des courbes est utilisé dans la partie numérique, celui-ci étant équivalent à la pré-déformation et consistant en un simple décalage de la courbe expérimentale sur la droite.

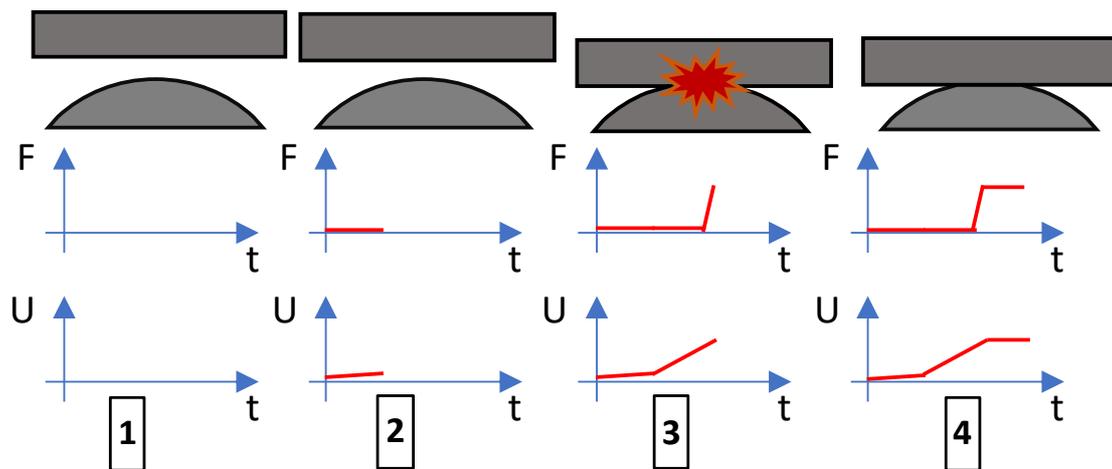


Figure 10 : Schéma de principe de la collision entre le flat-punch et le sommet de la particule en amont de l'essai lors de la recherche du contact

Le nombre des essais sur les particules de 2024 40-B5 a été limité à six sur différentes tailles de particules, comprises entre $24,65$ et $53,35 \mu\text{m}$. Un traitement des courbes identique à celui de l'essai sur la poudre 1070 40-B5 a été mis en œuvre. Les courbes sont visibles sur la Figure 11 ; les données de la machine, avec la correction de raideur, sont tracées en bleus et les données exploitées dans la suite en rouge pointillé. La problématique d'approche trop rapide de l'indenteur est visible sur les sous-figures C, D, F, le phénomène étant particulièrement marqué dans les sous-figures B et E.

ÉTUDE QUASI-STATIQUE PAR ESSAIS DE MICROCOMPRESSION

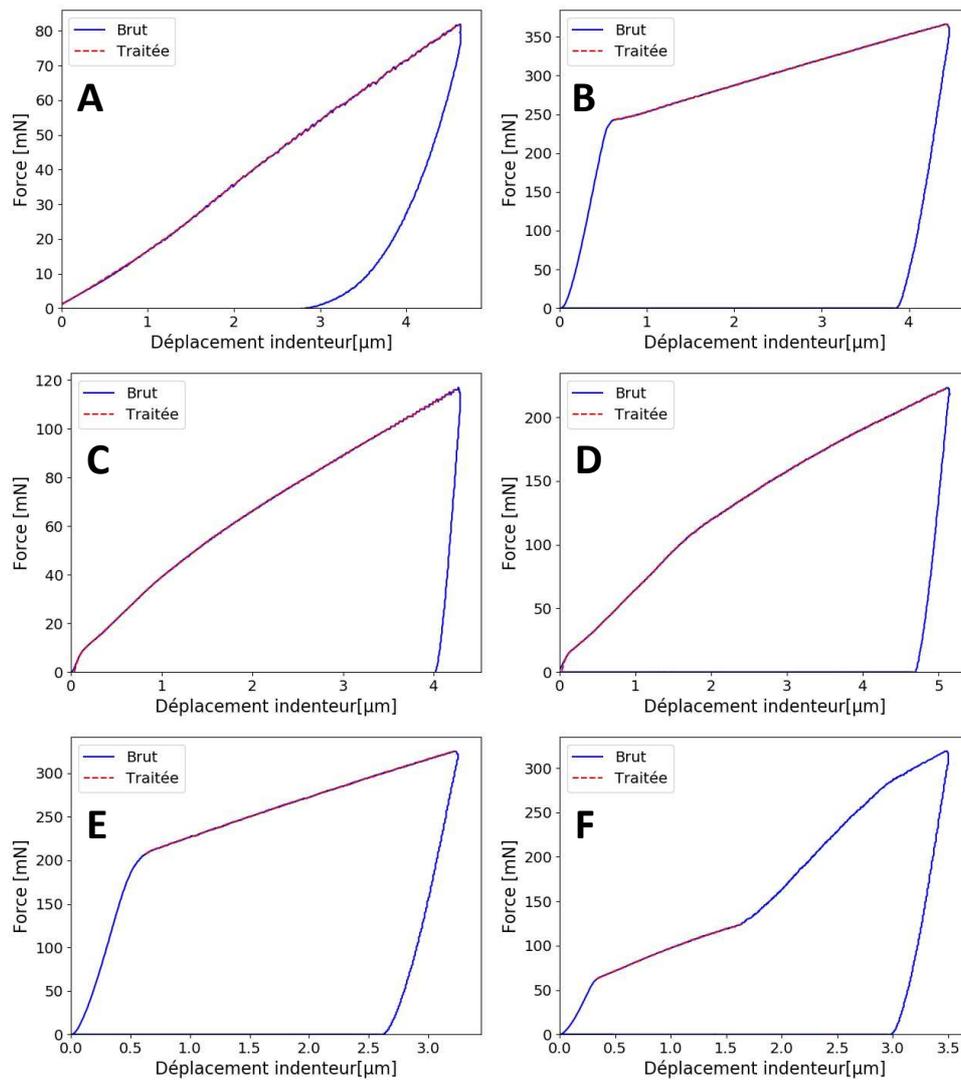


Figure 11 : Compilation de courbes force-déplacement résultant des essais réalisés sur les particules de A 2024 40-B5, avec en bleu : les courbes d'essais brutes, et en rouge : les parties utilisées

Une variation importante de la force de réaction est visible sur la sous-figure F. Dans cet essai, l'opérateur a en fait réalisé deux essais distincts sur la même particule ; il y a eu un changement des contacts (particule/flat-punch et/ou particule/substrat), qui a conduit à une forte variation de la réponse de la particule à la compression. Seule la partie en rouge est exploitée. Lors des essais, un glissement des particules a été observé et quatre essais n'ont pu être exploités, et ne sont donc pas présentés ici. En effet, entre les deux campagnes d'essai, l'indenteur a été utilisé pour d'autres expériences et des résidus de matière ont pollué la surface du flat punch, visible dans l'encadré de la Figure 12. Pour extraire le plus de données possibles avec un nombre d'essais limité, le choix a été fait de conserver la première partie de la courbe pour son exploitation ultérieure.

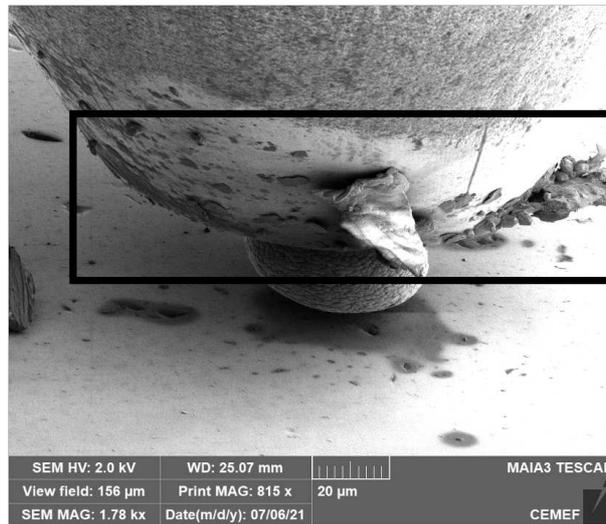


Figure 12 : Image MEB d'un essai de microcompression sur une particule de 2024 40-B5

3. Étude numérique

L'exploitation des essais de microcompression, dans l'objectif d'une caractérisation quantitative du comportement mécanique des poudres, passe par la simulation numérique des essais. En effet, la nature du contact (sphère/plan) et la déformation plastique ne permettent pas d'utiliser le modèle analytique de Hertz pour le contact sphère-plan, qui est purement élastique. En revanche, l'utilisation de la simulation par éléments finis permet de simuler correctement cette situation locale, et également d'extraire directement la force de réaction globale de la particule à la déformation. Les comparaisons expérimentale et numérique peuvent alors se faire via les courbes force-déplacement.

Contrairement au *Cold Spray*, ici les déformations sont lentes. Deux hypothèses sont donc faites, qui se traduisent par l'adoption d'une loi de comportement simple : sollicitation quasi-statique et isotherme.

3.1. Présentation de la simulation de microcompression

Le logiciel choisi pour l'implémentation du modèle numérique de l'essai de microcompression est Abaqus/Standard® (version 6.14), un code commercial de simulation par éléments finis (EF dans la suite) produit par Dassault Systems. Il permet une simulation fine de l'essai de microcompression et offre une interface Python qui permet de construire et résoudre un modèle par l'exécution d'un code informatique. L'avantage du script est de faciliter l'étude paramétrique et d'automatiser les post-traitements. Pour présenter la construction du modèle EF et les choix de modélisation, cette sous-partie suivra le même déroulement que le code, à savoir la modélisation géométrique de l'essai, les choix des modèles des matériaux, le maillage, la gestion du contact entre les pièces modélisées et les conditions aux limites.

3.1.1. Modélisation géométrique

La modélisation tire avantage de la double symétrie du système, d'une part la symétrie sphérique, et d'autre part la symétrie par rapport au plan méridien parallèle à l'indenteur, grâce à la remarquable sphéricité des particules étudiées. La symétrie sphérique le long du diamètre de la particule parallèle à la direction de la force permet de passer d'une simulation 3D à une simulation 2D, dite axy-symétrique, et de réduire ainsi drastiquement les degrés de liberté du modèle EF à résoudre. Le domaine de simulation, comme illustré à la Figure 13, devient un demi-disque en contact avec deux plans. La deuxième symétrie, méridienne miroir, est possible car l'indenteur est en diamant ($E = 1000$ GPa) et le substrat en saphir ($E = 420$ GPa), alors que la particule est en aluminium ($E = 70$ GPa) : les grandes différences de rigidité justifient l'hypothèse de déformations négligeables de l'indenteur et du substrat par rapport à celle de la particule. Diamant et saphir peuvent donc être considérés comme des corps rigides, indéformables. Comme les traces des deux plans, substrat et indenteur, sont désormais des droites infiniment rigides de part et d'autre du centre du cercle, la simplification découlant de la symétrie miroir peut être utilisée, comme montré à la Figure 13. Cela permet de limiter la modélisation géométrique à un quart de cercle, représentant la particule, et à une droite rigide pour l'indenteur/substrat. Cette simplification permet de diviser par deux les degrés de liberté du modèle EF.

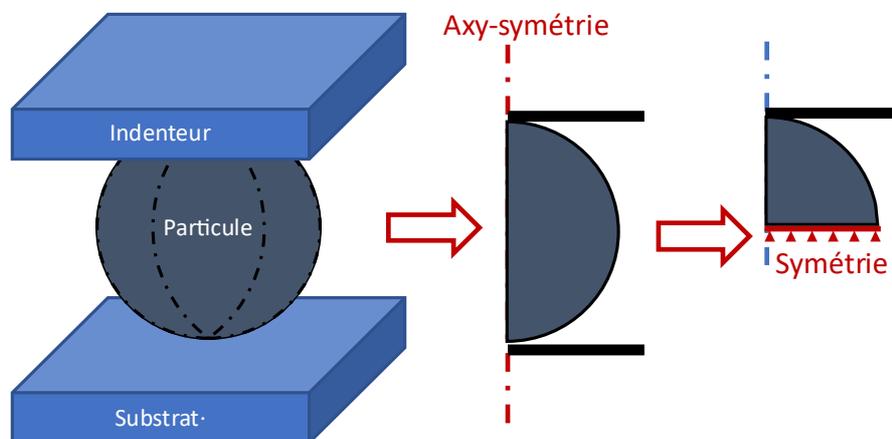


Figure 13 : Schéma de la modélisation géométrique de la simulation. Les étapes de simplification se font de gauche à droite.

3.1.2. Modèles des matériaux

Le modèle du matériau, ou loi de comportement, décrit la réponse d'un matériau à une sollicitation, notamment mécanique. Le modèle choisi dans la thèse, pour la partie plastique, est celui de Johnson-Cook (J-C), présenté dans le chapitre 1, paragraphe 4.1. Ce modèle empirique est issu de la balistique et il est adapté à la description du comportement des métaux

en dynamique rapide. Il est empirique car les mécanismes physiques sous-jacents, comme la dynamique des dislocations, ne sont pas pris en compte. Le choix de ce modèle repose sur plusieurs avantages. D’abord, il exprime la limite élastique comme le produit de trois facteurs : écrouissage, écrouissage dynamique et adoucissement thermique. Il est donc possible de négliger certains termes, comme il est fait dans cette partie, qui n’interviennent pas dans l’essai en question. Bien connu dans la littérature, il a été utilisé dans de nombreuses études, comme par exemple [6], [12], [13] et on peut trouver les valeurs des paramètres du modèle pour un bon nombre de matériaux. Enfin, il est déjà intégré à Abaqus, ce qui évite de devoir implémenter en Fortran une routine spécifique de type « UMAT » (User Material). Ces avantages en font un modèle idéal pour le développement d’une méthode multi-régime de caractérisation des poudres pour le *Cold Spray* comme celui présenté dans cette thèse. Ceci dit, la méthode développée ici pour l’ajustement des paramètres de la loi de comportement pourrait s’étendre à d’autres modèles matériaux, comme, par exemple, celui de Preston-Tonks-Wallace (PTW)[5], [14], [15].

Ici, les conditions à modéliser, ceux des essais, sont quasi-statiques et à température ambiante et donc on peut négliger les effets de viscoplasticité et d’adoucissement thermique. L’élévation de la température due aux déformations plastiques est considérée comme négligeable au regard des échanges thermiques pendant l’essai. On se retrouve avec un modèle de J-C simplifié semblable au modèle de Ludwig [16] tels que :

Équation 3 : Modèle de Johnson-Cook en régime statique isotherme

$$\sigma_y = A + B\varepsilon_p^n$$

Avec σ_y la limite élastique évoluant avec la déformation plastique et ε_p la déformation plastique. A , B et n sont les trois paramètres du matériau : A la limite élastique initiale, B le coefficient d’écrouissage et n l’exposant d’écrouissage. L’objectif de ce chapitre est de déterminer ces paramètres. Les valeurs de la littérature et les plages utilisées pendant la phase d’optimisation de ces paramètres, qui sera décrite plus tard, sont présentées dans le tableau 1.

En plus du modèle visco-plastique de Johnson-Cook, une loi de comportement élastique linéaire et isotrope, caractérisée par seulement deux paramètres, le module de Young et le coefficient de Poisson, a été prise en compte. L’ensemble des paramètres matériau pour l’Al 1070 et pour l’Al 2024 se trouve, respectivement, dans les tableaux 1 et 2.

Tableau 1 : Paramètres matériau de l'Al 1070 40-B5 :

Paramètre	Valeur de la littérature [13]	Plage pour l'optimisation	Définition
A [MPa]	120	10-150	Limite élastique initiale
B [MPa]	426	50-320	Coefficient d'écroutissement
n [-]	0,34	0-1	Exposant d'écroutissement
E [GPa]	70	-	Module de Young
ν [-]	0,27	-	Coefficient de Poisson
ρ [kg.m ⁻³]	2790	-	Masse volumique

Tableau 2 : Paramètres matériau de l'Al 2024 40-B5 :

Paramètre	Valeur de la littérature [17]	Plage pour l'optimisation	Définition
A [MPa]	265	50-400	Limite élastique initiale
B [MPa]	440	200-800	Coefficient d'écroutissement
n [-]	0,42	0-1	Exposant d'écroutissement
E [GPa]	70	-	Module de Young
ν [-]	0,27	-	Coefficient de Poisson
ρ [kg.m ⁻³]	2790	-	Masse volumique

3.1.3. Maillage

Des éléments quadrilatéraux de degré 1 à intégration réduite et à formulation hybride, appelés CAX4RH dans Abaqus, ont été choisis pour le maillage de la particule. La formulation hybride moyenne la pression dans l'élément et permet d'éviter l'effet de sablier, et ainsi d'améliorer la stabilité du calcul.

Ce type d'élément a été préféré au triangulaire en ce qu'il permet d'obtenir une meilleure précision. Cependant, le maillage d'une forme circulaire avec des éléments quadrilatéraux n'est

pas direct. Pour aider l'algorithme à obtenir un maillage plus régulier et plus homogène, la particule a été subdivisée en secteurs décrits sur la Figure 14.

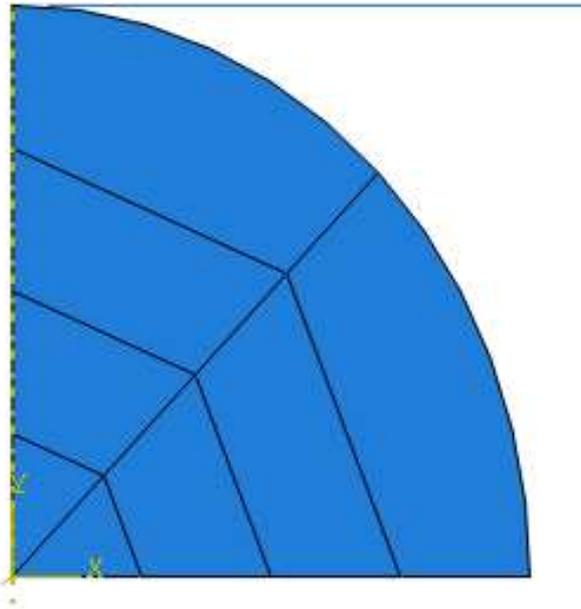


Figure 14 : Schéma de la particule subdivisée pour le maillage

La taille de maillage optimale a été déterminée par une étude de convergence réalisée sur dix tailles de mailles différentes. Pour trouver le compromis optimal, la forme de la courbe de résultats, sa valeur maximale et le temps de calcul sont étudiés ; pour cela, un facteur de maillage a été défini comme le rapport de la taille d'une maille au diamètre de la particule. Un facteur de maillage de 100 a donné le meilleur compromis entre temps de calcul et précision. Le maillage est visible ci-dessous sur la Figure 15.

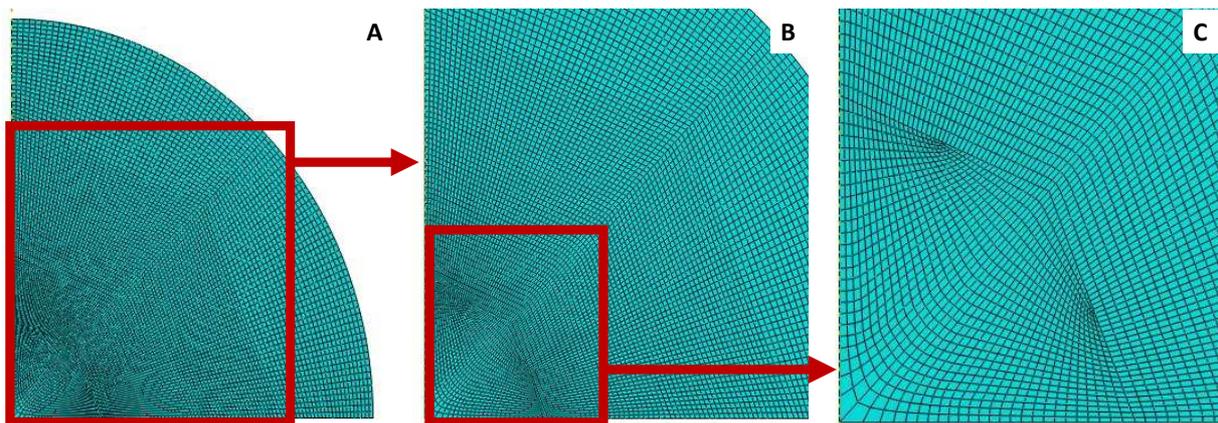


Figure 15 : Maillage en quadrilatères d'un quart de particule avec : A vue générale, B grandissement moyen et C grandissement important.

3.1.4. Gestion du contact particule-indenteur

La modélisation de l'interaction particules-indenteur lors du contact est nécessaire pour calculer la force de réaction de la particule à l'enfoncement de l'indenteur. Les surfaces prises en comptes sont visibles sur la Figure 16 : celle de l'indenteur, dite « maître », et celle de la particule, dite « esclave ». La forme particulière de l'indenteur est juste une astuce numérique qui conduit à une meilleure consistance des résultats car si on modélise par une simple droite et que l'on met le point de référence de la force au niveau de l'axe, on observe des distorsions d'élément de l'autre côté de l'axe ce qui ne devrait pas être possible. Lors de la mise en œuvre du logiciel de simulation, un contact normal en mode dit « hard », c'est-à-dire minimisant la pénétration de la surface esclave dans la surface maître, a été imposé. Une composante tangentielle, générée par le frottement, a aussi été prise en compte par un simple modèle de Coulomb, avec la formulation « penalty » d'Abaqus

Équation 4 : modèle de contact de Coulomb

$$\tau = \mu p$$

Avec τ la contrainte en cisaillement, p la pression de contact et μ le coefficient de frottement qui dépend du couple de matériaux.

Les dépendances à la vitesse et à la température ont été négligées. La seule limitation relève de la symétrie, et l'on simule le même contact de chaque côté de la particule, alors que les matériaux sont différents. La valeur du coefficient de frottement choisi pour cette simulation est de 1,4, représentative du frottement Saphir/Aluminium selon [18]. Il a été choisi au bénéfice de celui du couple Diamant/Aluminium (entre 0,1 et 0,6 selon [19]), car plus élevé. Les résultats sont sensiblement équivalents dans les deux cas.

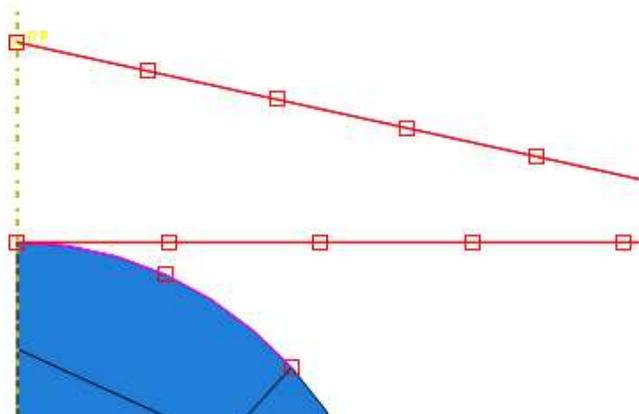


Figure 16 : Image des zones de contact définies dans Abaqus. En rouge la surface maître (l'indenteur) et en rose la surface esclave (la particule).

3.1.5. Conditions aux limites

Trois conditions aux limites découlent des symétries et sont définies pour la simulation de l'essai de compression ; elles sont illustrées à la Figure 17 : la première s'attache à la symétrie axiale (axe Y), la deuxième à la symétrie spéculaire (axe X), et la troisième au déplacement de l'indenteur. La première correspond à définir l'axe des Y comme axe de révolution du système. La deuxième, déjà introduite dans la partie 3.1.4 de ce chapitre pour le contact du substrat avec la particule, est définie sur les nœuds en Y=0, comme illustré sur la figure 20 C. Enfin, la troisième impose un déplacement rectiligne de l'indenteur selon l'axe vertical.

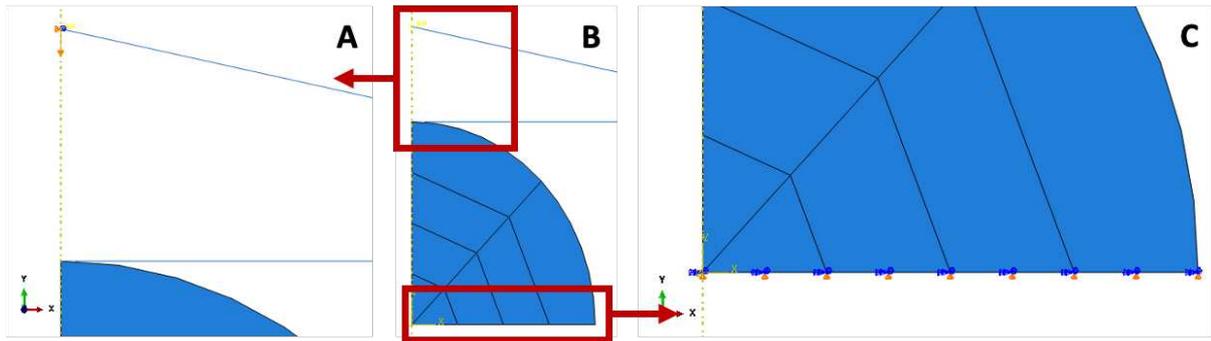


Figure 17 : Illustration des conditions aux limites du système dans Abaqus. En A, la condition sur le déplacement de l'indenteur ; en B, vue générale ; en C, la condition de symétrie spéculaire.

La pénétration de l'indenteur, pilotée en force pendant l'essai, est ici contrôlée en déplacement, ce qui donne des résultats plus stables avec Abaqus. Un plateau de stabilisation du calcul est appliqué à la moitié du temps de calcul. Le déplacement imposé en simulation est égal à la moitié du déplacement expérimental, car seule la moitié supérieure du système est simulée. Le déplacement en fonction du temps est détaillé dans le Tableau 3. En revanche, la force, avec la condition de symétrie spéculaire, ne doit pas être doublée pour pouvoir être comparée à la force expérimentale.

Tableau 3 : Pilotage en déplacement de la simulation

Temps simulation	Déplacement
0	0
0,5	$\frac{U_{\text{exp max}}}{2}$
1	$\frac{U_{\text{exp max}}}{2}$

3.1.6. Résultats

La simulation donne les répartitions de la contrainte au sens de von Mises (S, contrainte de von Mises sur la Figure 18 A) et la déformation plastique cumulé (PEEQ sur la Figure 18 B). La valeur maximale est atteinte, pour la contrainte et la déformation, en sous couche proche de la zone d'ultime contact. Dans cette simulation, la valeur maximale de la contrainte est de 146,3 MPa et la déformation plastique cumulé de 30,5 %. Cette dernière est grandement supérieure au taux de déformation de la particule (rapport diamètre/enfoncement) qui est de 10%.

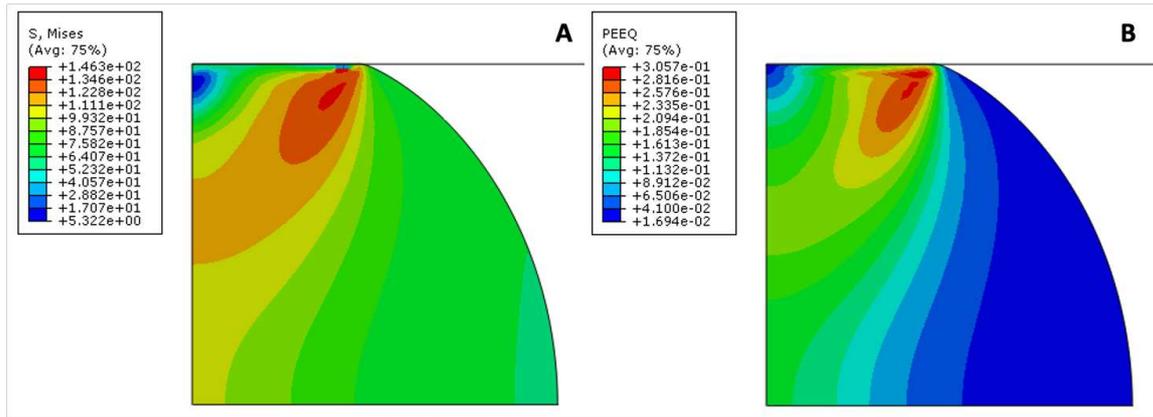


Figure 18 : Résultat de la simulation numérique avec, en A, la contrainte de Mises et, en B, la déformation plastique cumulée.

Les résultats de la simulation sont contenus dans le fichier « Output Database », dans lequel toutes les variables sont enregistrées pour chacun des 200 « frames » (pas de temps régulièrement espacés). Un code de post-traitement a été développé en langage Python pour extraire directement la courbe force-déplacement. Un exemple est montré sur la Figure 19.

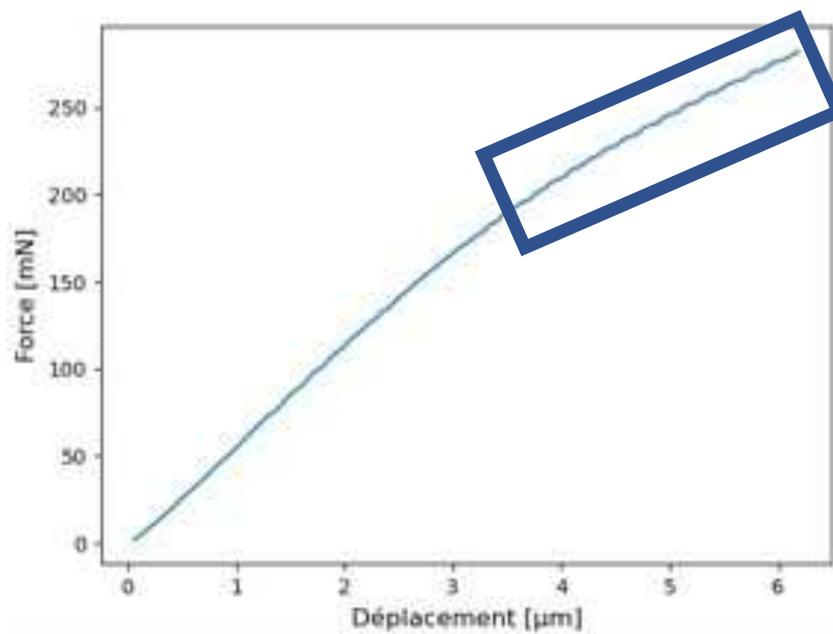


Figure 19 : Exemple de courbe force-déplacement simulée.

Les faibles oscillations encadrées sur la courbe ont pour origine l'entrée en contact d'une nouvelle maille en surface de la particule avec l'indenteur. En effet, à chaque nouvelle maille qui entre en contact, la surface de contact augmente de manière discrète, alors que le déplacement de l'indenteur continue de croître linéairement. Cela se traduit par une modification locale de la pente de la force de réaction par rapport à l'enfoncement. Au regard des résultats, l'influence principale de la finesse du maillage se porte sur la taille et le nombre de ces discontinuités.

3.2. Approche par méthode de Krigeage

Le modèle présenté permet de générer des courbes force-déplacement en fonction des paramètres matériau du modèle de J-C. Dès lors, l'objectif est d'ajuster ces paramètres jusqu'à reproduire numériquement les courbes expérimentales, afin de déterminer les paramètres de J-C pour le matériau des poudres étudiées. Néanmoins, l'effet de chaque paramètre sur la courbe n'est pas linéaire et leurs effets sont couplés, ce qui oblige à aborder l'optimisation par l'approche dite « méthode inverse ». Celle-ci consiste à trouver l'ensemble des paramètres J-C pour lesquels la courbe simulée est la plus proche de la courbe expérimentale, ce qui nécessite beaucoup de calculs. De plus, chaque essai relève de différentes conditions expérimentales, comme le diamètre de la particule et sa déformation finale. Le temps d'un calcul étant de l'ordre d'une vingtaine de minutes, et des solveurs classiques, Newton ou ADAMS faisant plusieurs centaines d'itérations, le temps nécessaire pour optimiser la courbe d'un essai est conséquent. Cependant, une approche alternative est possible : comme les résultats de la simulation sont déterministes et continus dans l'espace des paramètres A , B et n . Dans ce contexte, "déterministes" signifie que pour un ensemble donné de paramètres A , B et n , la simulation produira toujours le même résultat. En d'autres termes, il n'y a pas d'élément aléatoire dans le résultat de la simulation. Par ailleurs, "continus" signifie que de petits changements dans les valeurs des paramètres entraîneront de petits changements dans le résultat de la simulation. Cette continuité nous permet d'employer des techniques d'optimisation qui dépendent de la possibilité de faire des changements infinitésimalement petits aux paramètres et d'observer comment ces changements affectent le résultat. Il suffit de réaliser un certain nombre de simulations pour différentes valeurs des paramètres, puis d'utiliser ensuite une interpolation pour converger plus rapidement vers la solution optimale. La technique d'interpolation multi-paramètre choisie dans cette thèse est le Krigeage, qui sera présentée dans cette partie.

3.2.1. Introduction au Krigeage

Le Krigeage fait partie de la famille des « méta-modèles » relevant des procédés gaussiens, c'est-à-dire que c'est un modèle dont les instances sont-elles mêmes des modèles. Il est capable de prédire les résultats de ces modèles, en se basant sur les résultats de ces derniers dans un ensemble de points donnés, sans implémenter les phénomènes sous-jacents à leurs variations. Un méta-modèle décrit donc un ensemble de modèles, avec des variables abstraites et une fonction qui lui est propre et qui est déconnectée des phénomènes physiques sous-jacents. En d'autres termes, il permet de formuler une estimation d'une valeur en utilisant une fonction paramétrée interne au modèle sans prendre en compte l'origine réelle des variations dans le modèle.

À l'origine, le Krigeage était un outil de géostatistique. Son nom provient de Daniel G. Krige, un ingénieur minier Sud-Africain. La formalisation pour le domaine des mines est attribuée à Georges Matheron, chercheur au Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM) puis à l'École Nationale Supérieure des Mines de Paris (ENSMMP). Son utilisation est répandue dans le domaine du forage pétrolier, permettant de réaliser un minimum de forages onéreux et difficiles pour obtenir une carte des réserves en pétrole d'une région. Ses applications sont maintenant étendue à beaucoup d'autres domaines comme, par exemple, la météorologie [20], l'électromagnétisme [21] et la mécanique des matériaux.

La méthode de Krigeage permet d'estimer une variable aléatoire régionalisée et l'erreur associée en tout point d'un espace. C'est une interpolation spatiale stochastique qui prend en compte les effets de variation spatiale sur la variable considérée. Dans le cas des applications pétrolières, la variable est la concentration en pétrole et elle est estimée en fonction de la position dans la croûte terrestre, dans un espace à trois dimensions.

3.2.2. Krigeage appliqué à l'étude

Le Krigeage est utilisé pour estimer l'évolution de la force de réaction de la particule en fonction de 6 paramètres, qui sont le diamètre de la particule, le déplacement de l'indenteur, les trois coefficients de J-C considérés (Eq 1) (A , B et n) et le coefficient de décalage des courbes permettant de rattraper les déformations non-enregistrées dans les essais. Ce dernier paramètre est ajusté pour chaque courbe et n'est utilisé que dans la phase d'exploitation du modèle dans la partie 3.2.3. Dans cette étude, une bibliothèque Python, nommée PITBOX et développée par Laurent Lacourt, ingénieur de recherche au Centre des Matériaux, a été utilisée pour l'application du Krigeage à la compression des particules.

Le modèle de Krigeage nécessite d'abord d'une phase d'apprentissage, suivie d'une phase de vérification pour s'assurer de la fiabilité de ses prévisions. Les données utilisées sont les courbes de force-déplacement simulées. 120 calculs ont été réalisés avec des jeux de paramètres différents dont les plages de valeurs sont disponibles dans le Tableau 1 et Tableau 2. Les données sont de fait 2 vecteurs de 100 points, un pour la force et un pour le déplacement. Le vecteur de déplacement est le même pour toutes les simulations. Les vecteurs de forces sont répartis aléatoirement en deux groupes : 80 % pour l'apprentissage et 20% pour la vérification. Dans la phase d'apprentissage, des variables internes au Krigeage sont calculées pour que le modèle soit interpolant sur les points d'entraînement, c'est-à-dire que le résultat du Krigeage est identique à celui d'Abaqus sur chaque point d'entraînement. Lors de la phase de vérification, les prédictions du Krigeage sont comparées aux résultats des simulations EF sur lesquels il ne s'est pas entraîné. Le Krigeage fournit aussi l'estimation de l'erreur commise dans les zones où il y a interpolation. On vérifie que la prédiction faite est comprise dans l'intervalle de confiance à 95%, et idéalement est superposée aux résultats de la simulation.

Le modèle est constitué d'un espace de 5 paramètres d'entrées : A , B , n et d ainsi qu'une variable dite « extra » u , le déplacement de l'indenteur, qui permet l'évaluation de F , la force de réaction de la particule à l'enfoncement, sur toute la plage de u .

Plusieurs paramétrages sont disponibles dans la bibliothèque PITBOX. D'abord, le choix de la matrice de covariance, qui a été ici prise comme étant Gaussienne avec l'option anisotropique. Cette dernière permet d'avoir une pondération différente de l'effet sur la courbe pour une même variation d'un des coefficients à optimiser (A , B et n). Dans le cas contraire, une variation de A ou B de la même valeur donnerait la même variation du résultat, ce qui n'est pas le cas dans les simulations. Un facteur de troncature permet de modifier indirectement la taille du modèle de Krigeage : plus il est faible, plus la taille du modèle est élevée et meilleure est l'estimation. Cependant, cela agrandit le modèle et augmente le temps de calcul. Le facteur de troncature a été fixé à 10^{-6} , ce qui donne une taille de modèle raisonnable et conduit à un temps d'estimation autour des 250 ms.

Après l'entraînement, la vérification est faite sur les 20% restants des données des simulations EF, sur lesquelles le Krigeage n'a pas été entraîné. Il fournit donc des prédictions pour des valeurs connues grâce aux simulations EF. Comme le modèle de Krigeage fournit intrinsèquement une évaluation de l'erreur, un intervalle de confiance à 95% peut être également tracé. Une comparaison entre les prédictions du Krigeage et les calculs EF est proposée à la Figure 20 pour trois cas. Ici, les intervalles de confiance du Krigeage sont si

restreints qu'ils ne sont pratiquement pas visibles sur la figure, ce qui signifie que l'erreur estimée est faible. De plus, les courbes de prédiction et celles issues d'Abaqus sont confondues. L'équivalence entre le modèle Krigeage et les simulations Abaqus est donc considérée comme satisfaisante. Le temps d'une estimation de la courbe via le Krigeage est inférieur à 300 ms sur 1 CPU, et le calcul d'un jeu de paramètres avec Abaqus est d'environ 30 min sur 2 CPUs, soit une accélération d'un facteur 10^5 .

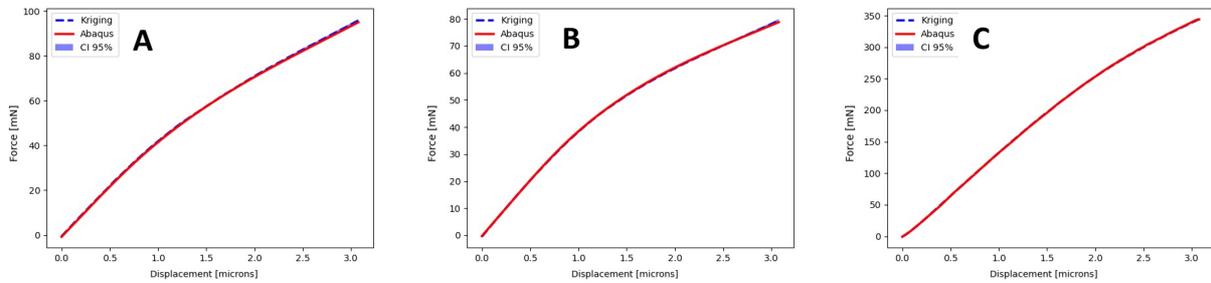


Figure 20 : Courbes force-déplacement issues du modèle de Krigeage, en tiret bleu ; l'intervalle de confiance en remplissage bleu et le résultat d'Abaqus en rouge. Les sous-figures A et B représentent les courbes avec l'intervalle de confiance le plus large et la courbe C celle avec la force de réaction la plus élevée.

L'accélération de l'optimisation est conséquente par ce genre d'approche. Elle demande cependant une mise en données complexe et un soin particulier lors de l'apprentissage. Des modèles avec de plus grands nombres de variables sont possibles, mais augmentent fortement le temps d'entraînement et réclament beaucoup plus de données d'entraînement et de vérification pour obtenir des estimations correctes.

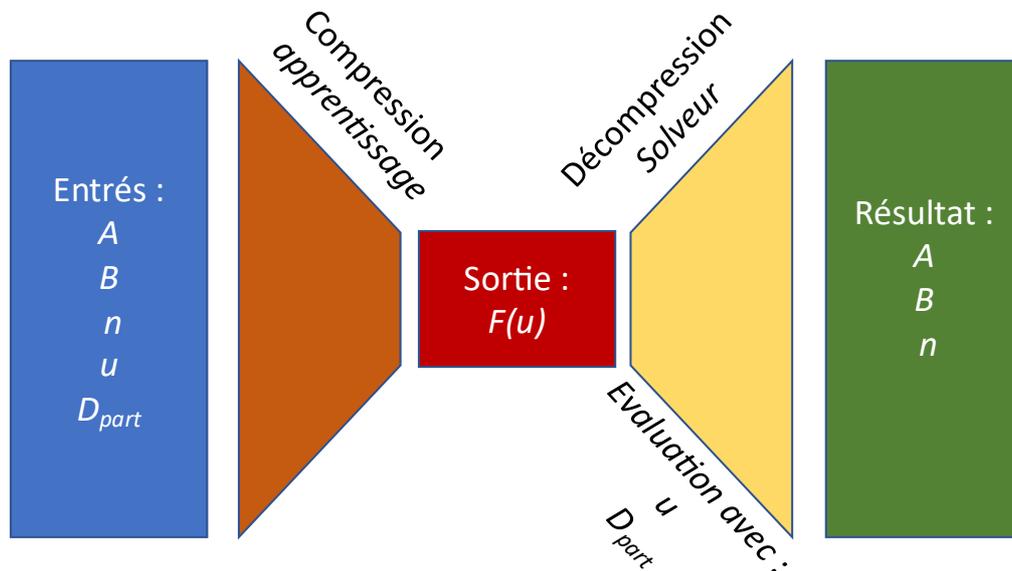


Figure 21 : Schéma de principe de l'utilisation du modèle de Krigeage

La Figure 21 présente un schéma récapitulatif de l'utilisation des variables du Krigeage pour l'étude, où les entrées en bleu sont numériques, suivies par l'apprentissage du solveur en orange, en rouge le modèle. Puis, via l'utilisation du solveur, les données expérimentales sont

comparées aux résultats du Krigeage pour un diamètre D de particule fixe, et l'écart est évalué sur la plage de déplacement de l'indenteur u , et enfin le résultat de l'optimisation correspond aux coefficients de Johnson-Cook. Cette seconde phase, l'utilisation du solveur pour la caractérisation des particules, est décrite dans les parties suivantes.

3.2.3. Optimisation des coefficients matériaux avec le modèle de Krigeage

Maintenant que le modèle de Krigeage est créé et entraîné, l'optimisation des coefficients matériaux peut être réalisée. Pour cela, les étapes suivantes sont nécessaires :

- Importer et traiter les courbes expérimentales pour les rendre comparables à celles issues des calculs, c'est-à-dire formater la force en vecteur de la même dimension et la réinterpoler sur le même vecteur déplacement « u » utilisé pour l'entraînement du modèle ;
- Définir une fonction coût pour comparer les courbes expérimentale et numérique ;
- Paramétrer le solveur ;
- Vérifier l'existence d'un minimal global de la fonction coût, c'est-à-dire l'unicité de la solution du problème d'optimisation.

3.2.3.1. Importation et traitement des courbes expérimentales

Comme expliqué dans la partie 2.2.2, les courbes expérimentales sont d'abord rendues monotones et nettoyées du bruit. Ensuite, chaque courbe est approximée par une « spline » qui est une fonction définie par morceaux par des polynômes de degré k , à l'aide de la bibliothèque Python `sci-py`. En effet, l'utilisation de solveurs, et plus particulièrement le calcul de la fonction coût, nécessite de réaliser différentes opérations sur les courbes expérimentales, comme le calcul des dérivées. La représentation par « splines » permet d'interpoler, de lisser et de calculer des dérivées lisses, ce qui simplifie la manipulation des données.

3.2.3.2. Définition de la fonction coût

Pour optimiser les coefficients de J-C, il faut pouvoir quantifier avec une valeur scalaire l'écart entre les courbes expérimentales et les courbes numériques, ce qui est fait par une fonction coût. Dans notre cas, celle-ci a pour arguments deux courbes et restitue une valeur positive. L'implémentation informatique était déjà présente dans la bibliothèque PITBOX, sous le nom de « comparaison temporelle ». Cette fonction restitue la somme sur x des différences en valeur absolue des valeurs en y correspondantes, uniquement sur les parties où les deux courbes sont définies toutes les deux, comme sur la Figure 22. De plus, l'algorithme fait automatiquement les interpolations nécessaires pour comparer aux mêmes valeurs de u .

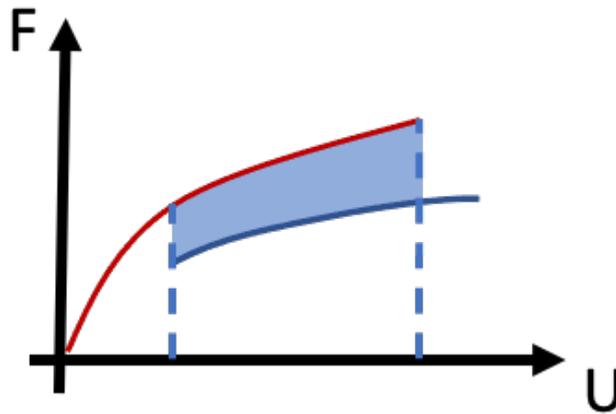


Figure 22 : Schéma de la méthode de comparaison

Il est possible de définir d'autres fonctions coût, plus complexes, par exemple en utilisant des dérivées et des poids. Dans cette étude, la fonction coût qui s'est révélée être la plus efficace est la fonction de base déjà décrite. Cependant, une fonction coût avec ajout des dérivées a donné de meilleurs résultats dans certains cas qui restent cependant marginaux. Le choix a donc été fait de garder la première fonction coût.

3.2.3.3. Paramétrage du solveur

Le solveur est la clé d'une optimisation rapide et efficace. Ici, le solveur permet de minimiser le résultat de la fonction coût en faisant varier A , B et n , pour un diamètre donné, mesuré expérimentalement. Le solveur est l'optimiseur de la bibliothèque Sci-py, fondé sur la minimisation des moindres carrés et sur un algorithme de gradient de descente. Cet algorithme fait varier d'une petite quantité chaque variable, puis choisit la combinaison qui minimise le gradient de la fonction coût. La descente de gradient est une manière simple et efficace d'optimiser un problème à plusieurs variables, mais le solveur peut se satisfaire d'un minimum local, qui pourrait être beaucoup plus élevé que le minimum global de la fonction, comme illustré sur la Figure 23. Ici, une fonction coût, en bleu, présente deux minima locaux. Dans le cas 1, l'algorithme de descente du gradient démarre au point $X_{i,1}$ (i pour initial) et trouve un minimum au point $X_{f,1}$ (f pour final). Dans le cas 2, le solveur s'arrête au point $X_{f,2}$, qui est le minimum global de la fonction. Cet exemple montre bien que le point d'initialisation du solveur influe directement sur le résultat de l'optimisation. Ce sujet est traité dans la sous-partie suivante.

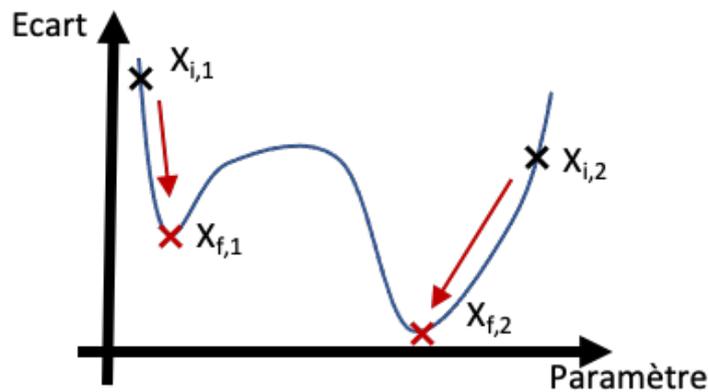


Figure 23 : Schéma illustrant le principe de l'optimisation avec un algorithme de gradient de descente et l'existence de deux minima locaux.

3.2.3.4. Unicité des résultats et minimum global

La question de l'existence de plusieurs minima locaux est liée à celle de l'unicité des résultats. Si, dans l'espace des paramètres un seul minimum global existe (ce qui n'est pas garanti, a priori), alors un seul jeu de paramètres donne le meilleur ajustement des courbes. En revanche, si plusieurs minima sont équivalents, la solution du problème d'optimisation ne peut pas être unique et plusieurs jeux de paramètres, à considérer équivalents, pourront être retenus. Pour répondre à la question de l'existence d'un minimum global et, donc, de l'unicité de la solution, la méthode choisie a été la suivante :

- essayer différents points d'initialisation du solveur,
- comparer et filtrer les résultats obtenus.

Choix des points d'initialisation

Tel qu'expliqué précédemment, le choix du point de départ du solveur peut avoir un effet sur le résultat de l'optimisation. Pour s'affranchir de cette dépendance, on a choisi de sonder l'ensemble de l'espace des paramètres, avec un échantillonnage particulier. Pour que la répartition des points d'initialisation soit la plus efficace possible, une distribution aléatoire n'est pas la meilleure méthode. Au contraire, la séquence de Halton, qui est implémentée dans PITBOX, permet d'échantillonner plus efficacement un espace de paramètres à plusieurs dimensions. Cette séquence déterministe, dite quasi-aléatoire, est souvent utilisée dans les simulations de type Monte-Carlo [22]. Figure 24, la séquence de Halton est comparée à une séquence créée aléatoirement. Entre deux images successives, 5 points sont ajoutés, jusqu'à en avoir 45 sur la sous-figure I. La zone grise en pointillés montre que la séquence de Halton permet d'obtenir des points bien répartis là où la méthode aléatoire tend à laisser un vide. La

zone noire montre l'effet inverse : une surpopulation locale est produite ici par la méthode aléatoire. De plus, le fait que la séquence de Halton soit déterministe permet, dans le cas où il serait souhaité d'ajouter des points à un échantillonnage déjà réalisé, d'obtenir toujours les mêmes premiers points et de densifier le nombre de points de manière efficace. Les points ont été générés dans le même espace de paramètres que celui des données d'apprentissage du modèle.

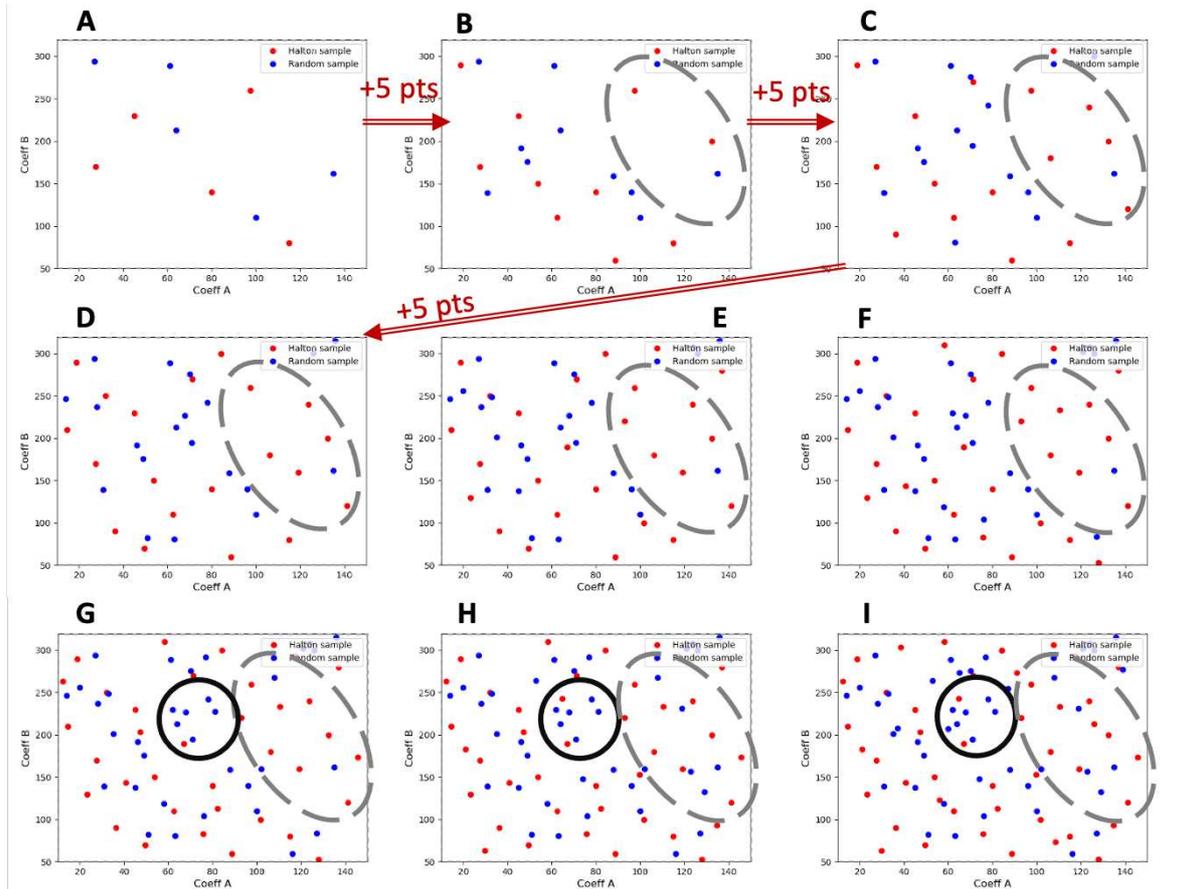


Figure 24 : Graphiques du remplissage de l'espace avec la séquence de Halton et une méthode aléatoire. Les graphes de A à I montrent l'incrémentations du nombre de points, en commençant avec 5 points dans A, pour arriver à 45 dans I. L'incrémentations est de 5 points entre deux figures successives.

Une étude sur une seule courbe expérimentale a été faite pour déterminer le nombre d'initialisations nécessaires pour trouver le minimum global. Les résultats sont montrés sur la Figure 25 et la Figure 26. Ici, le graphique central représente les points initiaux du solveur ; le diamètre de chaque disque est proportionnel à la valeur de la fonction coût. Deux graphiques à barres ont été ajoutés pour représenter le troisième axe, ici n . Le graphe horizontal indique la valeur de n pour chaque valeur de A (croissante) et le graphe vertical indique les valeurs de n pour celle de B . Après avoir essayé avec 200 points, on a conclu que 20 points étaient suffisants pour trouver le même minimum global.

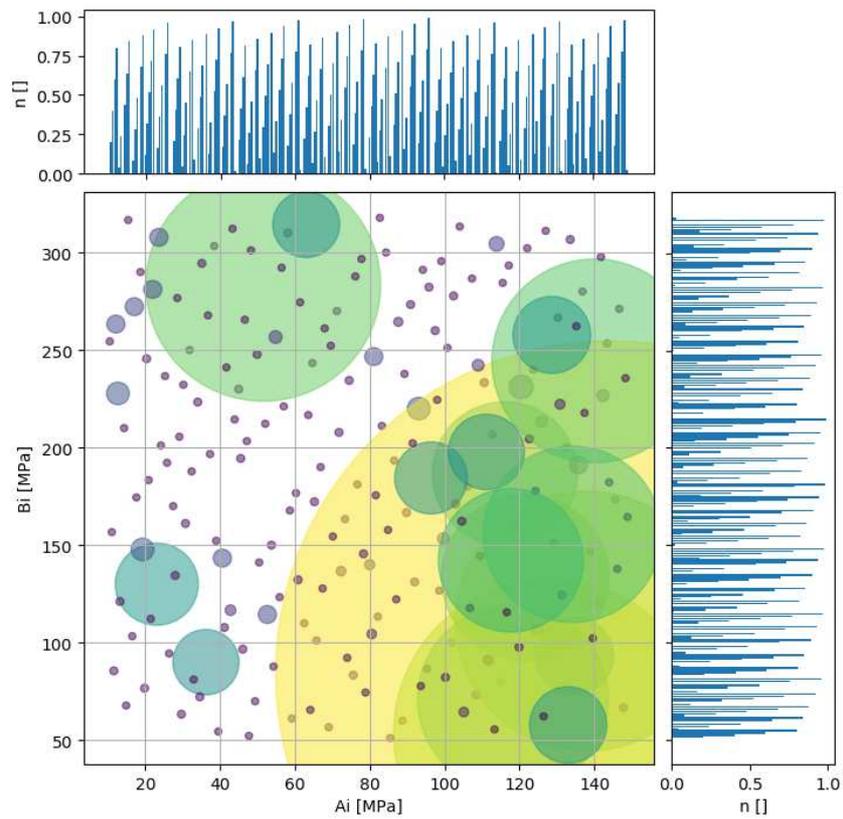


Figure 25 : Résultat de la fonction coût pour 200 points d'initialisation en fonction de A et B compléter par deux graphiques à barres pour représenter l'axe n à chaque point. Résultats pour une particule de $38,0 \mu\text{m}$.

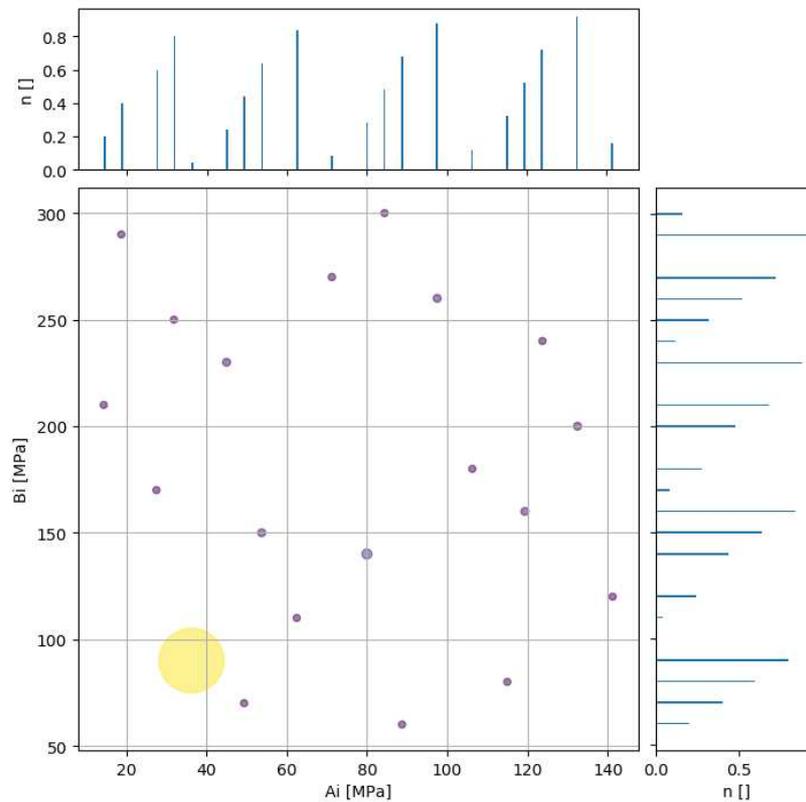


Figure 26 : Carte des erreurs pour 20 points d'initialisation en fonction de A et B et deux graphiques à barres pour représenter l'axe n en fonction des deux autres. Résultats pour une particule de $38,0 \mu\text{m}$.

Comparaison et filtrages des résultats

Pour choisir le meilleur jeu de coefficients de J-C à conserver, il faut être capable de comparer ces derniers et de s'assurer que le résultat obtenu n'est pas un minimum local de l'optimisation. Un algorithme a été créé pour représenter graphiquement les résultats pour tous les points d'initialisation.

Un exemple est présenté sur la Figure 27 avec le coefficient A et une particule de A 1070 40-B5. On trace toutes les valeurs de A obtenues lors des optimisations (A_f) en fonction des valeurs de A d'initialisation du solveur (A_i). Les sous-figures A et B montrent respectivement ce que l'on obtient pour 200 et 20 points d'initialisation. On distingue des bandes de points sur la même droite, ce qui veut dire que plusieurs coefficients finaux peuvent-être obtenus en fonction de l'initialisation. Il y en a plus dans le cas avec 200 d'initialisation. Pour ne sélectionner que les meilleurs, on applique un filtre qui ne garde que les points où le résultat de la fonction coût est la plus faible. Le critère du filtre est calculé par rapport au meilleur résultat, et on filtre tous ceux dont le résultat de la fonction coût est inférieur au minimum plus 5 %. Les résultats de ces filtres pour 200 et 20 points d'initialisation sont visibles sur la Figure 27 C et D respectivement. On observe une seule ligne horizontale dans les deux cas, ce qui indique que le supposé minimum global peut être retrouvé avec 20 points d'initialisation.

La même méthode est ensuite appliquée pour B et n et pour toutes les particules que l'on souhaite caractériser.

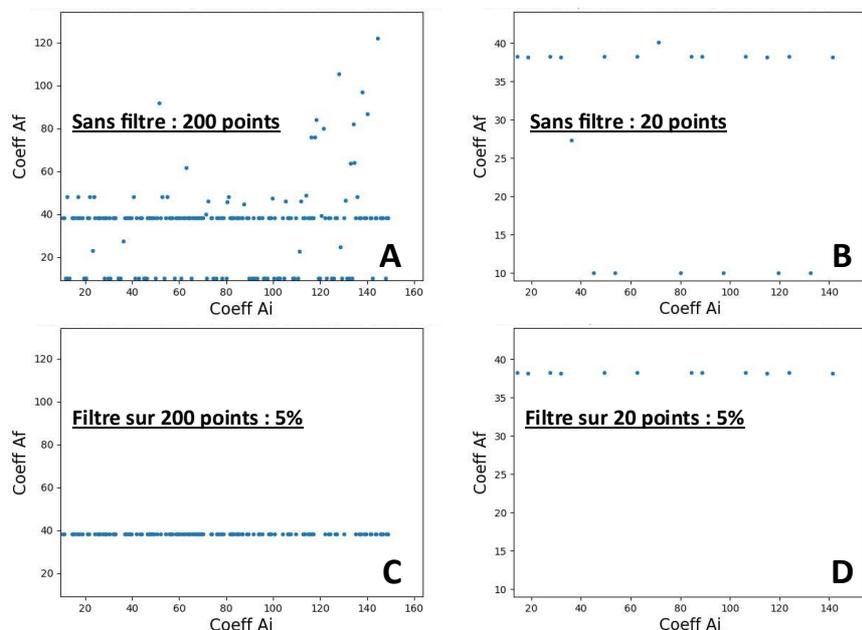


Figure 27 : Graphiques des coefficients finaux (en ordonnée) en fonction des points d'initialisation du solveur (en abscisse). Pour le coefficient A , 200 points d'initialisation (A et C) et 20 points (B et D), avec filtre à 5% (A et B) et sans (C et D).

3.3. Compilation des résultats de l'optimisation

3.3.1. Poudre d'aluminium pur Al 1070 40-B5

Après l'étape d'optimisation avec le modèle de Krigeage, des simulations Abaqus sont effectuées pour s'assurer de la correspondance entre les deux modèles. Les paramètres d'entrée sont alors le jeu optimum de coefficients de J-C et le diamètre de particules. Les résultats de la simulation sont comparés aux courbes expérimentales pour chaque particule sur la Figure 28. La majorité des courbes offre un bon recouvrement entre la simulation et l'expérience. Cependant, deux courbes font exception, comme cela est montré sur les Figure 28 F et H. Ici, la partie initiale des courbes n'a pas pu être reproduite par la simulation, indépendamment du choix des paramètres. Deux causes sont possibles : la première est liée à l'effet d'impact, décrit dans la partie 2.2.2, combiné à un léger glissement de la particule à la reprise du chargement ; la seconde est liée à la vitesse de chargement. Dans ces deux essais, la vitesse de chargement est de 0,8 mN/s et 1 mN/s pour, respectivement, les courbes F et H. En effet lors de la campagne d'essais, plusieurs vitesses ont été essayées (0.05 ,0.1 ,0.5 0.8 et 1 mN/s) mais la majorité des compressions a été effectuée à 0,1 mN/s. Il est alors possible qu'un effet de viscoplasticité, qui n'est pas pris en compte dans les simulations, soit présent pour une vitesse de chargement supérieur à 0,5 mN/s. On a choisi de privilégier la correspondance entre la simulation et l'expérimental sur la fin de la courbe, soit utiliser un grand coefficient de décalage, pour ces deux exceptions et de conserver les résultats pour la suite de l'analyse. Cependant, ces deux points sont repérés dans la suite pour éviter les mauvaises interprétations.

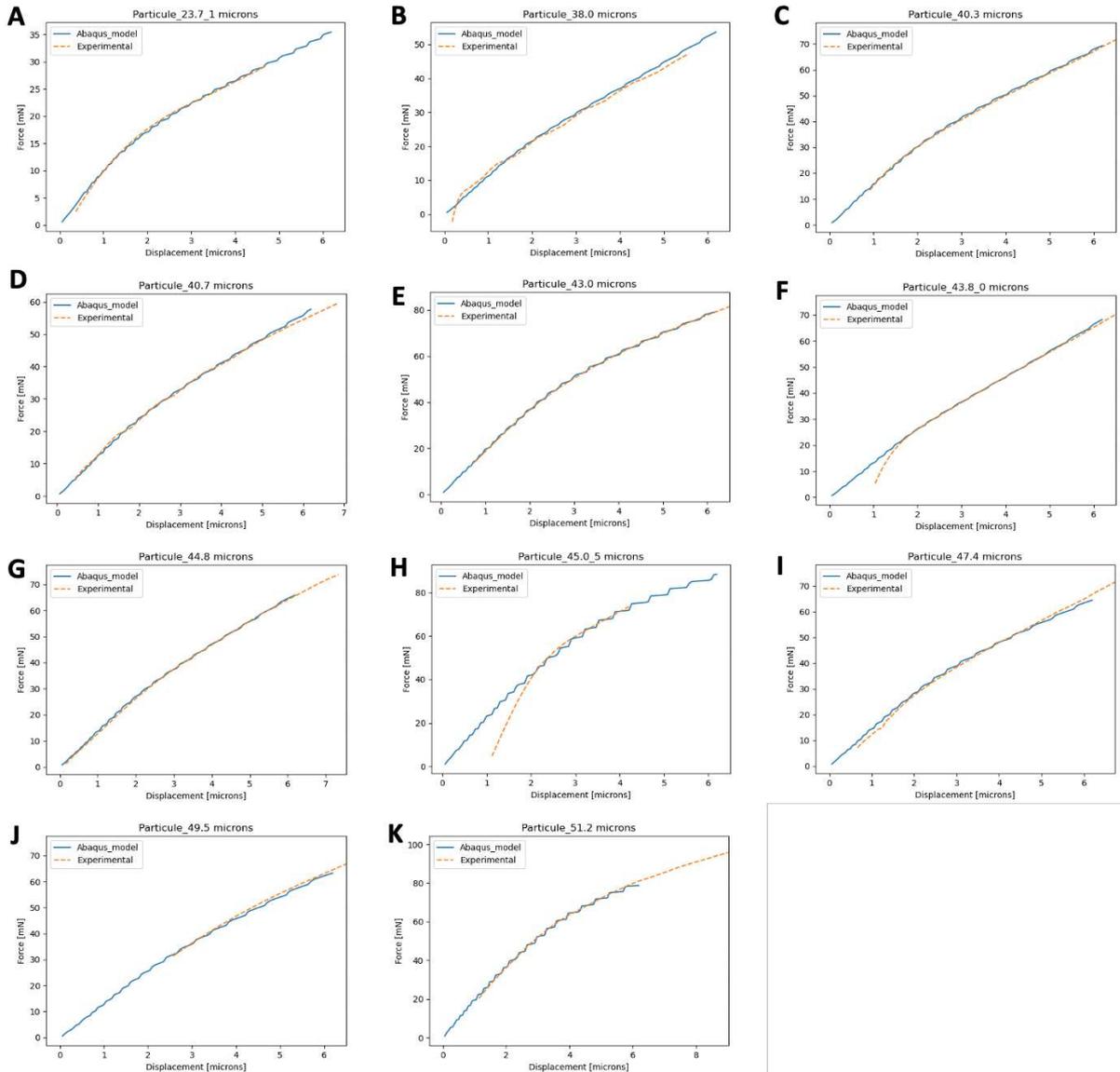


Figure 28 : Courbes force-déplacement expérimentales (en orange pointillé) et simulées (en bleu) pour les différentes particules d’Al 1070 40-B5.

3.3.2. Poudre d’alliage d’aluminium Al 2024 40-B5

La même procédure a été appliquée aux particules de l’alliage 2024, avec un espace des paramètres adapté. Celui-ci est présenté dans le tableau 2, en partie 3.1.2.

Les résultats sont visibles sur la Figure 29. Le coefficient de décalage des courbes est très faible dans les sous-figures A, B et F, mais très important dans les figures C, D et E. Cependant, cela n’est pas limitant pour l’optimisation des paramètres de J-C. La superposition des courbes est suffisamment satisfaisante pour considérer que le modèle de J-C est ajusté.

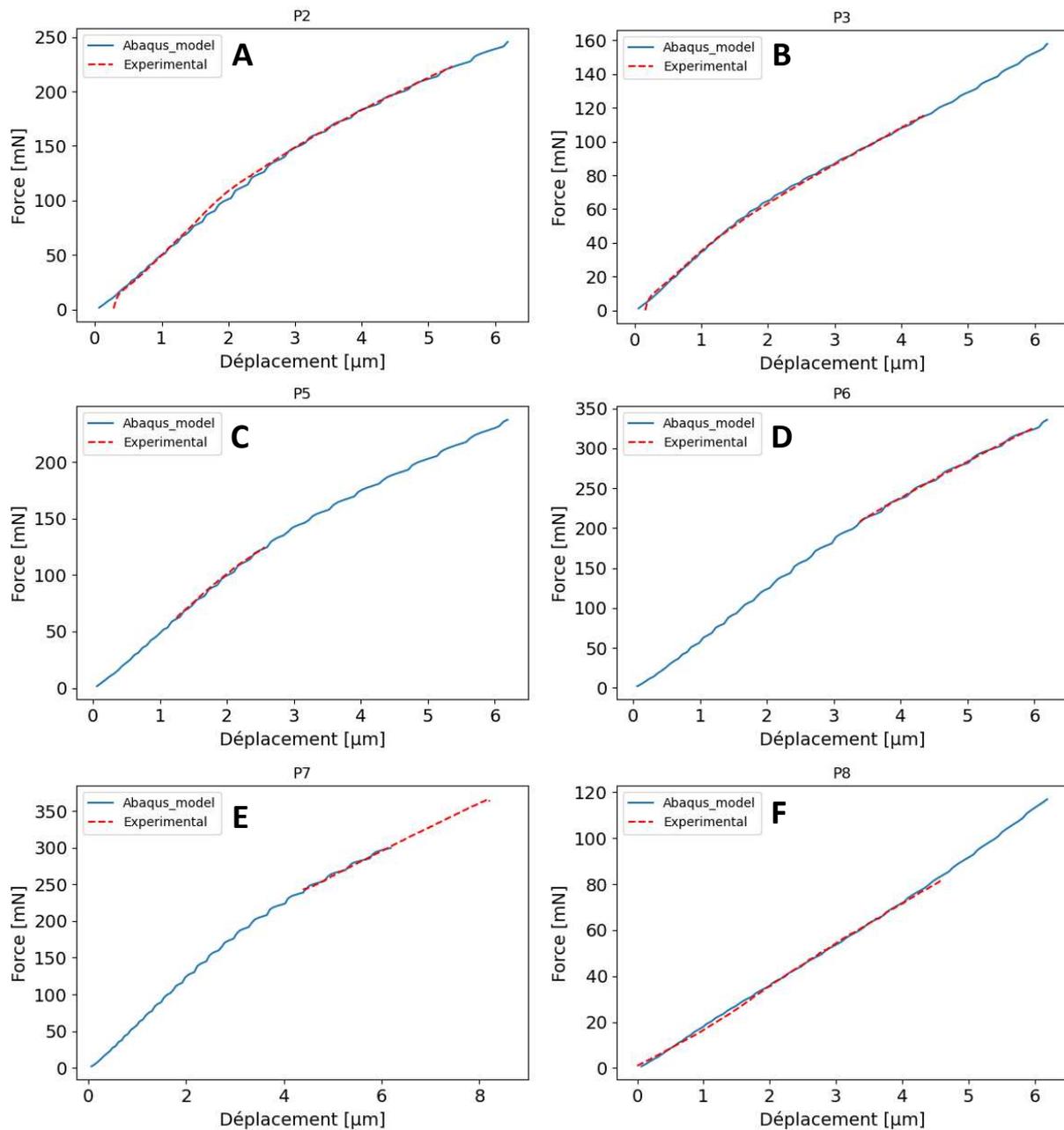


Figure 29: Courbes force-déplacement expérimentales (en rouge pointillé) et simulées (en bleu) pour les différentes particules d'Al 2024 40-B5.

4. Analyse des résultats

4.1. Lien entre la taille de particules et les paramètres matériaux

Les particules extraites du lot de poudre ont différentes tailles. Afin d'étudier l'effet de cette taille sur le comportement mécanique des particules, les résultats de l'optimisation des coefficients de J-C sont tracés en fonction du diamètre sur la Figure 30 pour la poudre Al 1070 40-B5. Cette figure est organisée sur 3 colonnes, une pour chaque coefficient A , B et n , et 3 lignes, la première pour les données brutes avec, cerclés en rouge, les points douteux, en raison de la courbe force-déplacement atypique, comme discuté précédemment. La deuxième ligne

montre une comparaison avec les données utilisées dans la bibliographie [13] pour la simulation d'impact en *Cold Spray*, mais issues d'essais d'Hopkinson sur le même matériau.

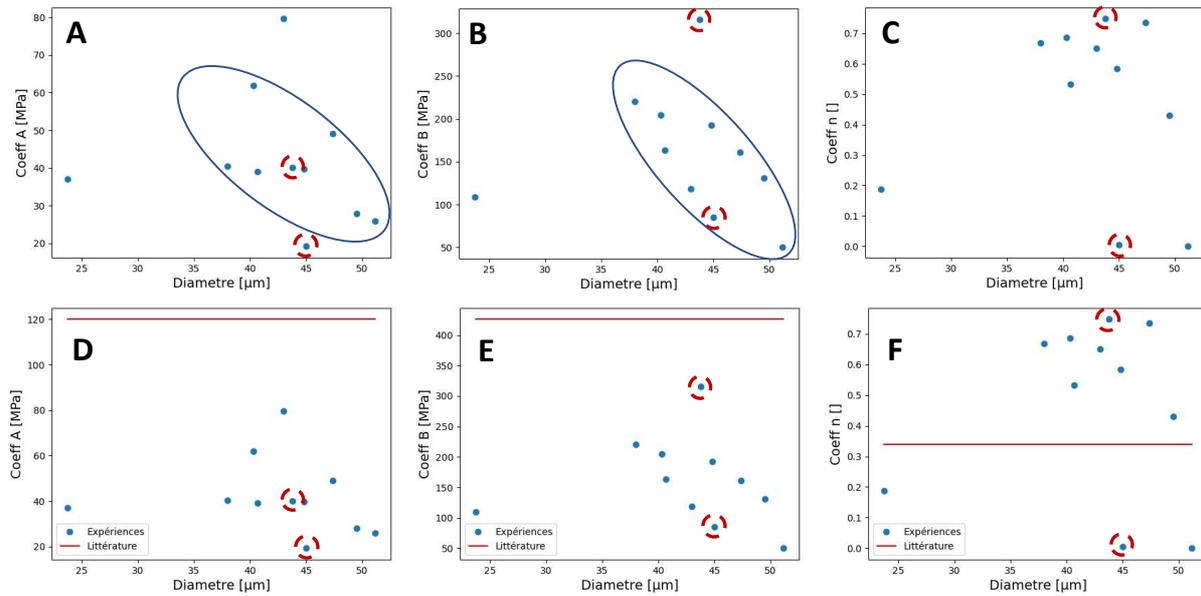


Figure 30 : Graphique des coefficients de Johnson-Cook en fonction du diamètre. A et D pour le coefficient A ; B et E pour B ; C, F et K pour n . Dans A, B et C les points douteux sont entourés en rouge pointillé et les tendances sont représentées par des ellipses bleues. Dans D, E et F, les coefficients de la littérature sont représentés par des lignes rouges.

À l'exception de la petite particule de 23,7 μm et des points douteux, une tendance semble se dégager à partir des résultats montrés sur la figure 33. Les propriétés mécaniques semblent décroître avec l'augmentation du diamètre. Cette observation, bien que faite sur un faible nombre de points et, donc, à confirmer par plus d'essais, pourrait s'expliquer par les phénomènes intervenant lors de la fabrication des poudres par atomisation. La tendance observée est donc concordante avec la théorie de la solidification rapide, qui s'applique pour cette méthode de production de la poudre. En effet, la vitesse de refroidissement, qui est le produit du couple gradient thermique et vitesse de solidification, influe sur la microstructure du matériau : plus ces grandeurs sont élevées, plus la microstructure est fine et, donc, les propriétés mécaniques élevées. L'augmentation de diamètre, toutes choses étant égales par ailleurs (comme la température à cœur et en surface de la particule), diminue le gradient thermique et, donc, augmente la taille des grains. La poudre est une poudre modèle relevant d'un procédé de fabrication d'atomisation spécifique et confidentiel. Elle inclut un second traitement après l'atomisation classique afin d'augmenter la sphéricité des particules, et ce second traitement est très probablement thermique. Cette seconde étape va avoir un effet sur la microstructure et également sur les propriétés mécaniques. De plus, la présence en faible pourcentage de Fe et Si peut être délétère pour les propriétés mécaniques. L'étude de la microstructure des poudres et

les possibles liens avec le comportement mécanique des poudres seront détaillés dans le chapitre 5.

Les résultats pour la poudre d'alliage 2024 40-B5 sont présentés de la même façon à la Figure 31.

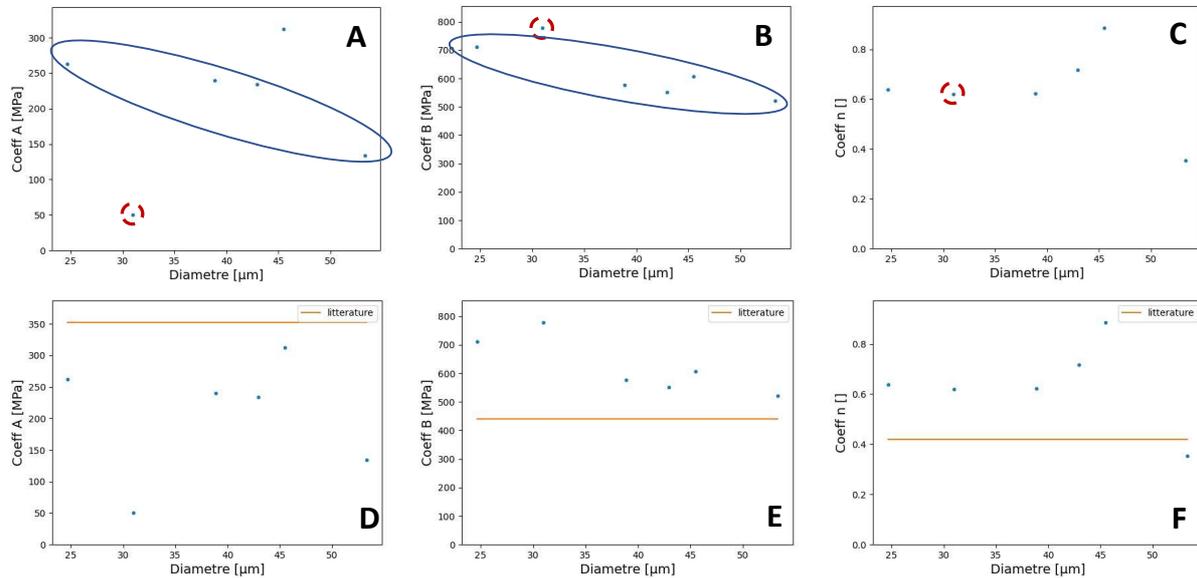


Figure 31 : Graphiques des coefficients de Johnson-Cook en fonction du diamètre pour la poudre Al 2024 40-B5. A et D pour le coefficient A ; B et E pour le B ; C, et F pour n. Dans A, B et C les points de mauvaise qualité sont entourés en rouge pointillé et les tendances sont représentées par des ellipses bleues. Dans D, E et F les coefficients de la littérature sont représentés en rouge.

La première ligne de la Figure 31 correspond au résultat de l'optimisation de la poudre de 2024. Le point repéré en rouge est issu d'un essai où l'ajustement des paramètres n'est pas de très bonne qualité et où un arbitrage a dû être fait avec les solutions proposées par le solveur, le diamètre de la particule étant de 31 μm.

La seconde ligne de la Figure 31 présente la comparaison des résultats de l'optimisation avec les coefficients de la littérature [17] obtenus par essai Hopkinson. Le nombre d'essais est faible pour en tirer des conclusions franches ; cependant, une tendance a été repérée : les coefficients *A* sont plus faibles que dans la littérature, les *B* plus élevés et les *n* relativement proches de ceux de la littérature.

Pour ce qui concerne l'effet de la taille de la particule, une tendance à la diminution des propriétés mécaniques de la poudre avec l'augmentation du diamètre de la particule, comme pour la poudre d'aluminium pur, est observée. L'origine de cette variation de propriétés peut être, encore une fois, imputée à la diminution du gradient thermique avec l'augmentation du diamètre lors de la fabrication de la poudre par atomisation. Cependant, l'alliage Al 2024 contient plus d'éléments, ce qui conduit à une sous-structure plus fine et de nature différente, dendritique dans le cas du 2024, en solidification rapide [7], [23], [24] Ainsi, les éléments

d'alliage, absents dans le cas de l'aluminium pur, peuvent être à l'origine du fait que les propriétés décroissent moins rapidement avec le diamètre, vis-à-vis de la poudre Al 1070.

Les résultats obtenus avec cette méthode donnent une certaine variabilité des coefficients optimisés, même pour un diamètre de particule proche. L'origine de cette hétérogénéité des propriétés peut être due au procédé d'atomisation, dans lequel chaque particule suit un parcours différent dans le flux gazeux et, donc, est soumise à des conditions thermodynamiques différentes lors de la solidification. Ces conditions affectent le couple gradient thermique - vitesse de solidification, comme expliqué en [8], et conduit donc à des microstructures variables dans un même lot de poudres.

4.2. Erreur de mesures de diamètre et limites de la méthode

L'optimisation des paramètres J-C pour chaque particule dépend du diamètre de celle-ci. Or, cette valeur est obtenue par une mesure au MEB, juste avant l'essai de compression. Selon l'opérateur la mesure manuelle du diamètre apporte une erreur de mesure selon l'endroit où elle est faite. De plus, la platine, sur laquelle la particule est déposée est inclinée de plus de 20°. L'angle supplémentaire entre le faisceau d'électrons et le détecteur peut ajouter une incertitude sur la mesure, bien que le microscope intègre des corrections. L'erreur globale sur la mesure du diamètre, dûe aux différentes causes citées ci-dessus, est estimée à $\pm 0,2 \mu\text{m}$. Une étude de sensibilité au diamètre de la particule sur les coefficients J-C optimaux a été menée et fait l'objet de cette partie. Toute la méthode d'optimisation a été effectuée deux fois supplémentaires, une avec les diamètres diminués et une avec les diamètres augmentés de $0,2 \mu\text{m}$. Les résultats, pour chaque paramètre de JC, sont présentés sur la Figure 32, dans le cas de la poudre 1070 40 B5.

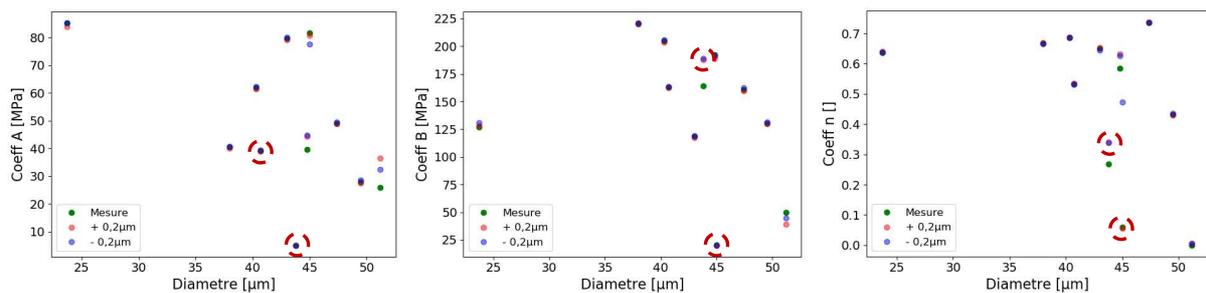


Figure 32 : Graphique des coefficients de Johnson-Cook en fonction du diamètre pour les particules Al 1070 40-B5.

Pour chaque particule et pour chaque paramètre J-C, les trois valeurs obtenues par l'optimisation utilisant, respectivement, le diamètre mesuré d (en vert), $d + 0,2 \mu\text{m}$ (en orange) et $d - 0,2 \mu\text{m}$ (en mauve), sont reportés.

On peut noter que, avec le cas de la particule de $51 \mu\text{m}$, il y a des variations assez importantes pour le coefficient A , un peu plus faibles pour B et très faibles pour n , mais surtout on peut observer l'interdépendance des coefficients. En effet pour on trouve des optimums avec une

valeur de A plus élevée, alors qu'elle est plus faible pour B lorsqu'on fait varier le diamètre. L'augmentation de la valeur A semble être compensée par la baisse de B , montrant l'interdépendance des paramètres dans le modèle de J-C.

Bien que des variations des coefficients soient observées, elles sont suffisamment contenues pour ne pas changer les observations précédemment faites, comme la diminution des propriétés mécaniques avec l'augmentation du diamètre des particules.

4.3. Grandes déformations

La critique principale de la méthode qui pourrait être faite réside dans ce que les déformations macroscopiques des particules aient été limitées à 12% de manière conservatrice. Le temps de nettoyage, dans le cas où une particule est collée à l'indenteur, est de l'ordre d'une heure pour des essais de 30 minutes. Dans le procédé *Cold Spray*, cette déformation macroscopique, ou taux d'écrasement selon [25], est supérieure à 100%. La limitation de déformation en essai est liée aux couples de matériaux de l'indenteur et du substrat. Pour pallier cela, un nouveau substrat dur devrait être utilisé, qui serait plus adhérent que le diamant avec l'aluminium.

Lors des essais sur les poudres de 2024, une particule a pu être déformée à plus 40%. En effet, deux essais successifs ont été réalisés sur une particule de 24,65 μm . Avec un post-traitement des essais consistant à recaler les deux courbes ensemble, comme le montre la Figure 33. Ce deuxième essai, réalisé en fin de campagne, a conduit à un collage de la particule sur l'indenteur.

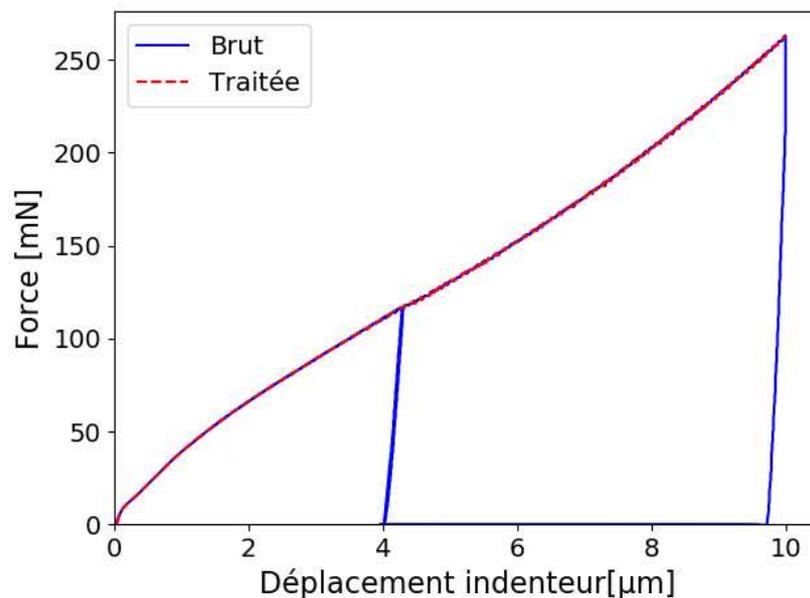


Figure 33 : Courbe force-déplacement étendue de la particule de 24,65 μm .

Avoir à disposition ces données a permis de vérifier la validité de l'optimisation réalisée par Krigeage en dehors de sa zone d'apprentissage. Pour rappel, le Krigeage a été entraîné sur une

plage de déplacement de 0 - 6,2 μm . L'ajustement des paramètres J-C a été fait avec la première compression de la particule en question, s'arrêtant à 4,2 μm , soit environ à 15% de déformation. Pour vérifier si les paramètres J-C déterminés sur la première compression sont valables aussi sur la suite de la déformation, une simulation par EF a donc été effectuée avec un déplacement final de l'indenteur plus élevé. Le résultat du calcul comparé à la courbe expérimentale est tracé sur la Figure 34. La courbe numérique diverge légèrement de la courbe expérimentale à partir de 6,1 μm , là où la zone connue par le modèle de Krigeage s'arrête. Cette divergence est, malgré tout, contenue à seulement 20 mN lorsque la déformation est maximale. À noter que l'inflexion de la courbe à partir de 6,1 μm n'était pas présente dans les données d'apprentissage du modèle de Krigeage et il a été capable, malgré le manque de données, de prédire ce type de comportement. La faible divergence entre la modélisation et l'expérimental est encourageante et permet une certaine confiance quant à la validité des paramètres matériaux identifiés, même à des déformations plus élevées.

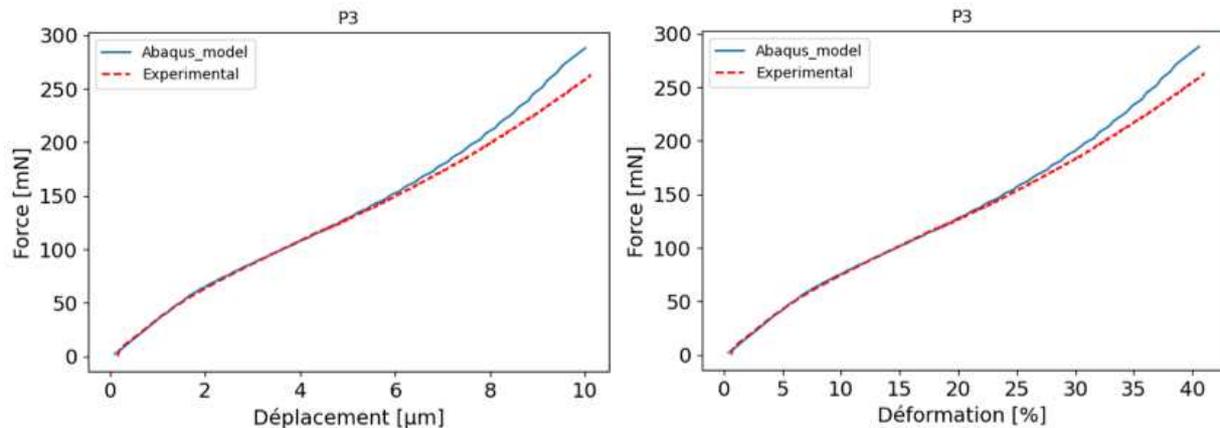


Figure 34 : Courbes étendus de la particule P3 de 24,65 μm , avec à gauche ; avec la force en fonction du déplacement ; à droite, la force en fonction de la déformation macroscopique

5. Conclusion et perspectives

Le chapitre a présenté la méthode de microcompression de particules individuelles pour l'identification des paramètres statiques du modèle de Johnson-Cook. Cette méthode présente un volet expérimental et un volet numérique. On a démontré que le couplage entre ces deux volets permet d'atteindre le but recherché, en l'appliquant à deux poudres sphériques, l'aluminium pur 1070 40-B5 et l'alliage 2024 40-B5. Les équipements de nano-compression présentent une force suffisante pour compresser les poudres d'aluminium pur ou allié avec le montage d'un indenteur de type pointe tronquée. Un jumeau numérique par éléments finis de l'essai a été réalisé avec Abaqus Standard, pour en tracer des courbes force-déplacement et les comparer à l'expérimental. Le modèle viscoplastique de Johnson-Cook a été choisi pour cette

étude, bien que la méthode soit applicable en principe à un modèle matériau quelconque. L'ajustement des paramètres de la loi de comportement est fait par méthode inverse, souvent très couteuse en temps de calcul. Pour pallier ce problème, le choix a été fait d'utiliser un modèle de Krigeage, avec des outils déjà développés au laboratoire. L'approche par méta-modèle permet d'estimer presque instantanément n'importe quel résultat de simulation E-F dans l'espace des paramètres. Le modèle doit d'abord être entraîné sur une base de données de résultats de calcul. Ce coût d'apprentissage est environ le même que celui qui consiste à faire la caractérisation d'une particule par des méthodes classiques. Une fois entraîné, il permet une accélération du temps de calcul d'un facteur 100 000, et d'envisager ainsi la caractérisation d'un grand nombre de particules.

L'ajustement des coefficients de Johnson-Cook a permis de comparer des propriétés mécaniques de la poudre en fonction du diamètre de particule. Une tendance à la diminution des propriétés avec l'augmentation du diamètre a été observée pour les poudres d'aluminium pur et allié. La tendance à la diminution est aussi couplée à une variabilité des propriétés pour des particules de diamètres similaires. L'hypothèse avancée pour ces variations relève de la variation de microstructure, elle-même liée au procédé de fabrication.

Des particules de différentes tailles ont été soumises à l'essai, pour étudier l'évolution des propriétés en fonction du diamètre. Aucune contrainte technique n'a été identifiée qui empêcherait l'extension de la méthode à des particules de diamètre supérieur, ou à d'autres matériaux.

La méthode n'est pas très sensible aux erreurs de mesure de diamètre effectuée au MEB, cela n'a pas eu d'effet sur l'analyse de propriétés mécaniques des poudres. La méthode permet également de prédire de manière correcte le comportement.

Cette étude étant parmi les premières de ce genre, l'établissement des méthodes expérimentales et numériques a été couteux en temps. Le nombre d'essais a été fortement limité par cette contrainte. Malgré tout, la méthode permet d'améliorer la connaissance du comportement mécanique des poudres et pourra bénéficier à tout procédé pour lequel les caractéristiques des poudres sont importantes. Pour utiliser la méthode au maximum de ces possibilités, plusieurs réquisits sont nécessaires :

- Augmenter le nombre d'essais.
- Augmenter la déformation des particules lors des essais.
- Augmenter la taille de l'espace de paramètres numériques pour couvrir tous les types de poudre d'aluminium.

Les dernières mise-à-jour des systèmes capables de réaliser des essais de microcompression permettent de réaliser les essais en automatique. Pour cela, il faut enregistrer les positions et les profils de chargement à appliquer pour chaque particule que l'on souhaite soumettre à l'essai. La difficulté principale de l'essai réside dans la recherche du contact indenteur/particule. Pour simplifier cette étape et pouvoir se débarrasser du coefficient de décalage des courbes, le protocole suivant est proposé :

- Toucher le substrat en 3 positions au tour d'un groupe de particules et extraire les coordonnées des points de contact,
- Calculer la position Z du substrat en fonction de la position X et Y de l'indenteur,
- Mesurer le diamètre des particules à soumettre à l'essai,
- Positionner l'indenteur au-dessus de chaque particule avant chaque essai avec une hauteur égale au diamètre plus 5% pour les particules sphériques, et 10 à 15% pour les moins sphériques.

Le graal de cette méthode est d'acquérir beaucoup de données en faisant beaucoup d'essais sans qu'un temps trop conséquent soit requis. En prenant le cas de la poudre A 1070 40-B5, si la compression est limitée à 80% de taux d'écrasement avec un pilotage en déplacement de 0,1 $\mu\text{m/s}$, il faudrait alors 9h d'essais pour caractériser un lot de poudres. Ce calcul correspond à soit 70 essais pour tout le lot de poudres, avec 10 particules par tranche de 10 μm de diamètre, par exemple 10 essais de particules entre 20 et 30 μm de diamètre. Avec les données issues de ces 70 essais, il serait possible de réaliser une modélisation par Krigeage du comportement expérimental des poudres. En effet, ce modèle pourrait apprendre, puis généraliser, la force de réaction d'une particule, en fonction de sa taille et du déplacement de l'indenteur. En utilisant l'estimation d'erreur intrinsèque au Krigeage, il serait possible de connaître la probabilité associée au comportement d'une particule avec un diamètre donné. Pour une taille de particule et un taux écrasement donnés, le modèle serait capable de prédire quelle serait la réponse en force probable de la particule. Ensuite, en demandant au modèle toutes les réponses possibles à différents diamètres et enfoncements, il serait possible de construire une carte du comportement possible de tout le lot de poudres, et d'y ajouter des intervalles de confiance. Cela pourrait ressembler au schéma de la Figure 35.

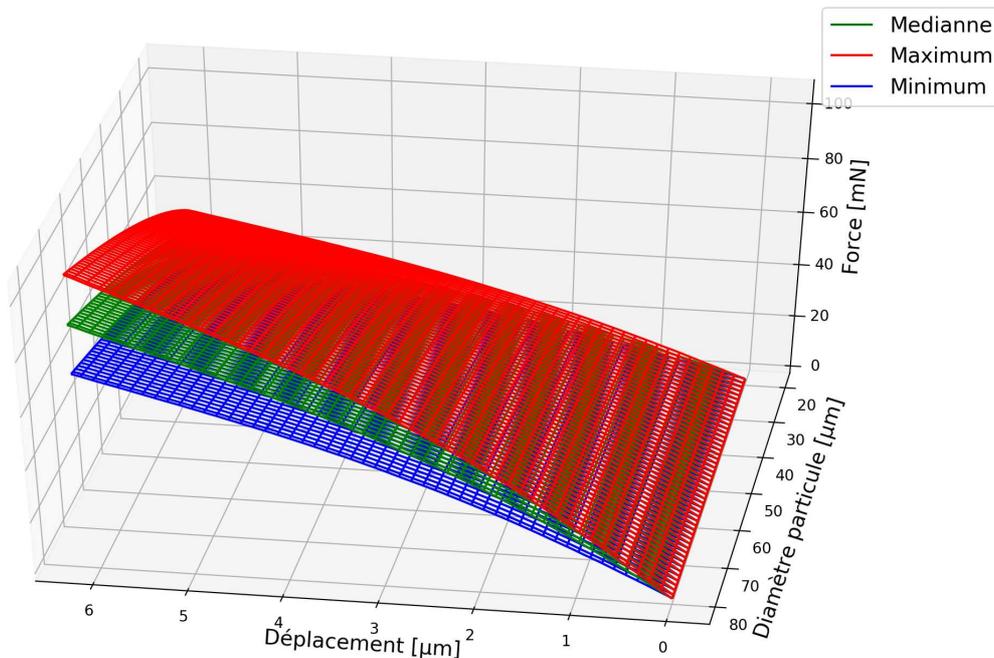


Figure 35: Schéma de la carte expérimentale de force-déplacement-diamètre de particule qui pourrait être construite par Krigeage

L'augmentation du taux d'écrasement ou de déformation macroscopique serait un plus pour la méthode en se rapprochant des taux de déformation habituels en *Cold Spray*. En effet, bien que le modèle de Krigeage numérique puisse prédire un changement de convexité au-delà de sa zone d'apprentissage, l'ajustement n'y est pas parfait. Pour améliorer cela, il faudrait résoudre le problème de collage des particules d'aluminium à l'indenteur en changeant le substrat de l'essai. Il faut un substrat dur qui est plus adhérent que le diamant avec l'aluminium. S'assurer que les particules ne restent jamais accrochées à l'indenteur est une condition importante pour la réalisation des essais en automatique pour ainsi obtenir des cartes de probabilité du comportement en fonction du diamètre.

Il serait également possible d'augmenter la taille de l'espace de paramètres pour contenir toutes les possibilités de comportement avec un module de Young, un coefficient de Poisson et un coefficient de frottement identique. Ainsi, avec un seul espace de paramètres étendu et dense, il serait possible d'ajuster les coefficients de toutes les poudres d'aluminium pur ou allié, à la condition qu'elles soient sphériques.

Le travail pour effectuer la caractérisation des poudres non-sphériques serait plus compliqué. Il serait notamment critique d'effectuer une mesure des axes d'inertie des particules en les définissant par rapport à l'axe de compression. Si ces valeurs sont bien enregistrées, il serait possible d'agrandir le modèle de Krigeage, ou d'en créer plusieurs en fonction de la forme et de l'orientation de l'essai. Cela aurait pour coût d'augmenter fortement le nombre de simulations pour l'apprentissage et rendrait le modèle de Krigeage plus lent.

En ce qui concerne la caractérisation d'autres matériaux, il serait facile de transposer l'étude faite sur les poudres d'aluminium sur toutes poudres sphériques et qui ont un comportement mécanique modélisable par Johnson-Cook. Dans le cas de poudres sphériques mais dont le comportement mécanique nécessite des modèles plus complexes, comme des polymères ou des céramiques, il faudrait adapter la routine d'ajustement des paramètres tout en s'assurant que les coefficients à ajuster ne sont dépendent que du comportement statique.

6. Références bibliographiques

-
- [1] D. Garcia-Gonzalez, R. Zaera, and A. Arias, "A hyperelastic-thermoviscoplastic constitutive model for semi-crystalline polymers: Application to PEEK under dynamic loading conditions," *Int. J. Plast.*, vol. 88, pp. 27–52, Jan. 2017, doi: 10.1016/j.ijplas.2016.09.011.
- [2] H. Lianxi, L. Zuyan, and W. Erde, "Microstructure and mechanical properties of 2024 aluminum alloy consolidated from rapidly solidified alloy powders," *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 323, no. 1–2, pp. 213–217, 2002, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01348-X.
- [3] A. H. V Pavan, R. L. Narayan, K. Singh, and U. Ramamurty, "Effect of Ageing on Microstructure, Mechanical Properties and Creep Behavior of Alloy 740H," *Metall. Mater. Trans. A*, vol. 51, doi: 10.1007/s11661-020-05951-6.
- [4] T. Hussain, D. G. McCartney, and P. H. Shipway, "Materials Science and Technology Bonding between aluminium and copper in cold spraying: story of asymmetry Bonding between aluminium and copper in cold spraying: story of asymmetry," doi: 10.1179/1743284712Y.0000000051.
- [5] K. Sundberg *et al.*, "Finite Element Modeling of Single-Particle Impacts for the Optimization of Antimicrobial Copper Cold Spray Coatings," *J Therm Spray Tech*, vol. 23, pp. 1847–1862, 2020, doi: 10.1007/s11666-020-01093-8.
- [6] Q. Chen *et al.*, "High-Strain-Rate Material Behavior and Adiabatic Material Instability in Impact of Micron-Scale Al-6061 Particles," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 27, no. 4, pp. 641–653, 2018, doi: 10.1007/s11666-018-0712-4.
- [7] W. Kurz, B. Giovanola, and R. Trivedi, "Theory of microstructural development during rapid solidification," *Acta Metall.*, vol. 34, no. 5, pp. 823–830, 1986, doi: 10.1016/0001-6160(86)90056-8.
- [8] Y. H. Su and C. Y. A. Tsao, "Modeling of solidification of molten metal droplet during atomization," *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, vol. 28, no. 6, pp. 1249–1255, 1997, doi: 10.1007/s11663-997-0080-9.

- [9] H. Assadi *et al.*, “Determination of plastic constitutive properties of microparticles through single particle compression,” *Adv. Powder Technol.*, vol. 26, no. 6, pp. 1544–1554, 2015, doi: 10.1016/j.appt.2015.08.013.
- [10] S. Community, “Scipy documentation savgol_filter.” https://docs.scipy.org/doc/scipy/reference/generated/scipy.signal.savgol_filter.html (accessed Mar. 05, 2022).
- [11] M. Liu and H. Proudhon, “Finite element analysis of contact deformation regimes of an elastic-power plastic hardening sinusoidal asperity,” *Mech. Mater.*, vol. 103, pp. 1339–1351, Dec. 2016, doi: 10.1016/j.mechmat.2016.08.015.
- [12] X. Song *et al.*, “Residual stresses in single particle splat of metal cold spray process – Numerical simulation and direct measurement,” *Mater. Lett.*, vol. 230, pp. 152–156, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.matlet.2018.07.117.
- [13] S. Weiller, F. Delloro, P. Lomonaco, M. Jeandin, and C. Garion, “A finite elements study on porosity creation mechanisms in cold sprayed coatings,” *Key Eng. Mater.*, vol. 813 KEM, pp. 358–363, 2019, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.813.358.
- [14] M. C. Price, A. T. Kearsley, and M. J. Burchell, “Validation of the Preston-Tonks-Wallace strength model at strain rates approaching $\sim 10^{11}$ s⁻¹ for Al-1100, tantalum and copper using hypervelocity impact crater morphologies,” *Int. J. Impact Eng.*, vol. 52, pp. 1–10, Feb. 2013, doi: 10.1016/j.ijimpeng.2012.09.001.
- [15] S. Rahmati and • Bertrand Jodoin, “Physically Based Finite Element Modeling Method to Predict Metallic Bonding in Cold Spray,” *J Therm Spray Tech*, vol. 29, pp. 611–629, 2020, doi: 10.1007/s11666-020-01000-1.
- [16] P. Ludwik, *Elemente der Technologischen Mechanik*, Springer B. Berlin, 1909.
- [17] M. Rodriguez-Millan, D. Garcia-Gonzalez, A. Rusinek, and A. Arias, “Influence of stress state on the mechanical impact and deformation behaviors of aluminum alloys,” *Metals (Basel)*, vol. 8, no. 7, 2018, doi: 10.3390/met8070520.
- [18] D. H. Buckley, “FRICTION CHARACTERISTICS OF SINGLE-CRYSTAL AND POLYCRYSTALLINE ALUMINUM OXIDE IN CONTACT WITH VARIOUS METALS IN VACUUM,” 1966.
- [19] W. Ni, Y. T. Cheng, A. M. Weiner, and T. A. Perry, “Tribological behavior of diamond-like-carbon (DLC) coatings against aluminum alloys at elevated temperatures,” *Surf. Coatings Technol.*, vol. 201, no. 6, pp. 3229–3234, 2006, doi: 10.1016/j.surfcoat.2006.06.045.
- [20] P. Abdoulaye, F. Planification, and D. Mathématiques, “Planification et analyse de données spatio-temporelles,” Université Blaise Pascal - Clermont-Ferrand II, 2015., 2015.

- [21] P. Hamel, D. C. Sambou, M. Darces, Y. Beniguel, and M. Hélier, “Kriging method combined with GISM to generate ionospheric scintillation map,” *8th Eur. Conf. Antennas Propagation, EuCAP 2014*, no. EuCAP, pp. 2693–2697, 2014, doi: 10.1109/EuCAP.2014.6902379.
- [22] S. A. Nagy, M. A. El-Beltagy, and M. Wafa, “Multilevel Monte Carlo by using the Halton sequence,” *Monte Carlo Methods Appl.*, vol. 26, no. 3, pp. 193–203, 2020, doi:10.1515/mcma-2020-2065.
- [23] H. Jones, “Microstructure of rapidly solidified materials,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. 65, no. 1, pp. 145–156, 1984, doi: 10.1016/0025-5416(84)90208-8.
- [24] W. Kurz and D. J. Fisher, “Fundamentals in Solidification.” Trans tech publication, 1992.
- [25] P.-E. Leger, “Rôle de la microstructure sur les mécanismes de corrosion marine d’un dépôt à base d’aluminium élaboré par projection dynamique par gaz froid ("cold spray ")," Université Paris sciences et lettres, 2018.

CHAPITRE 4. ETUDE DYNAMIQUE PAR CHOC LASER

Table des matières

1. Introduction.....	125
2. Étude expérimentale : Banc LASHPOL	127
2.1. Paramètres d'essais.....	127
2.1.1. Mesure de vitesse.....	129
2.1.2. Mesure de la morphologie	130
2.2. Résultats expérimentaux.....	133
2.2.1. Caractérisation du substrat, l'approche expérimentale	135
3. Étude numérique	136
3.1. Modèle par éléments finis.....	136
3.1.1. Modélisation.....	137
3.1.2. Modèle matériaux	138
3.1.3. Conditions aux limites et initiales.....	141
3.1.4. Réglages du solveur	141
3.1.5. Résultats	142
3.2. Modèle de Krigeage.....	142
3.3. Caractérisation du modèle matériau.....	145
3.3.1. Création d'un outil de comparaison	145
3.3.2. Résultats obtenus	146
3.3.2.1. Caractérisation du substrat Al.....	146
3.3.2.2. Caractérisation des poudres d'aluminium pures	148
3.3.2.3. Caractérisation des poudres d'alliage d'aluminium	153
3.4. Limites de la méthode	155
4. Analyse des résultats	156
4.1. Poudres d'aluminium pur.....	156
4.2. Poudre d'alliage d'aluminium.....	159
5. Conclusion et perspectives.....	160
6. Références bibliographiques	162

1. Introduction

La caractérisation du comportement mécanique des poudres dans les conditions du procédé Cold Spray en est encore au stade embryonnaire. La méthode classique en science des matériaux pour la caractérisation mécanique à haute vitesse de déformation est l'essai des barres de Split-Hopkinson [1] (SPHB dans la suite, de l'anglais « Split Pressure Hopkinson Bar »). Deux raisons principales s'opposent à l'utilisation de cette technique dans le cas du Cold Spray : la première concerne la vitesse de déformation, qui est limitée à 10^5 s^{-1} pour les essais SPHB les plus rapides, alors qu'en Cold Spray celle-ci peut atteindre localement 10^9 s^{-1} ; la seconde raison relève de la différence de volume et de géométrie du matériau étudié : dans les essais

SPHB, les éprouvettes sont millimétriques alors que les particules des poudres utilisées en projection sont micrométriques. En plus de l'aspect dimensionnel, la microstructure des matériaux massifs et celle des poudres sont très différentes. Il serait potentiellement possible, par traitements mécaniques et/ou thermiques, de reproduire pour le massif une microstructure proche de celle des particules, mais l'effort, très conséquent, serait à reproduire à chaque nouvelle nuance de poudre. De plus, pour des poudres alliées, la ségrégation des éléments d'alliage aux joints de grains serait extrêmement difficile à reproduire à l'identique pour le massif. Une voie alternative à la caractérisation dynamique des poudres est décrite dans la littérature [2], qui consiste à projeter avec la buse Cold Spray avec une grande vitesse d'avance pour obtenir des impacts isolés. Malheureusement, les poudres ont toutes des tailles différentes et le procédé induit une grande fluctuation des vitesses d'impact, et il est donc impossible d'obtenir les conditions d'impact précises pour une particule donnée. Il est donc nécessaire de développer des nouvelles méthodes de caractérisation en dynamique rapide, adaptées aux poudres et aux conditions d'impact typiques du procédé Cold Spray.

Un rapide survol de la littérature scientifique sur ces aspects montre l'existence de pistes prometteuses. S. Barradas et ses coauteurs [3] ont utilisé un choc laser pour reproduire les conditions du soudage par explosion en laboratoire. Dans cette expérience, un feuillard est accéléré par le choc laser à haute vitesse et frappe un substrat receveur. Les auteurs proposent de modifier l'essai pour accélérer des particules aux vitesses du *Cold Spray*, afin de réaliser ainsi une « modélisation expérimentale » du procédé *Cold Spray*. En 2018, Hassani et ses coauteurs [4] ont réalisé un banc capable d'accélérer une particule aux vitesses typiques du *Cold Spray*, en utilisant là aussi le choc laser. Le banc, nommé LIPIT (*Laser Induced Projectile Impact Tester*), utilise une caméra ultra-rapide de type intensifieur d'image, permettant d'acquérir 8 images à 10 ns d'intervalle avec une taille de pixel de quelques micromètres. Cela permet de mesurer *in situ* les déformations de la particule pendant son impact. Dans l'article cité, ces résultats ont été utilisés pour déterminer la vitesse critique de différentes poudres sur un substrat en saphir et à température ambiante.

Nous nous sommes inspirés ici de ces travaux afin de mettre en place un essai d'envol à haute vitesse de particules individuelles, couplé avec un système d'imagerie rapide. Comme dans les articles cités, le choc laser est utilisé pour générer la déformation rapide capable d'accélérer les particules aux vitesses typiques du *Cold Spray*. Le banc conçu au Centre des Matériaux a été baptisé LASHPOL, pour *LAser SHock POWder Launcher*. Comparé au LIPIT, le système d'imagerie est moins rapide (200 kHz) mais le champ imagé est plus large, et il est utilisé uniquement pour mesurer les vitesses des particules. Les déformations des particules sont alors étudiées post-mortem.

Un des objectifs généraux de la thèse est de caractériser le comportement mécanique des poudres. Pour l'atteindre, les expériences LASHPOL sont couplées à la simulation numérique de la déformation à l'impact des particules. Le modèle matériau de Johnson-Cook est ajusté par méthode inverse afin de reproduire numériquement le comportement observé expérimentalement. Les coefficients relatifs au comportement statique du matériau ont déjà été ajustés au chapitre 3. Ici, ces valeurs sont reprises et seulement les coefficients relatifs à la viscoplasticité et à l'adoucissement thermique sont étudiés. L'optimisation est réalisée à l'aide d'un modèle de Krigeage, similaire à celui présenté dans le chapitre précédent. L'intégralité de la méthode de caractérisation a été conçue pour s'appliquer à différents matériaux, sans nécessité de nouveaux développements.

2. Étude expérimentale : Banc LASHPOL

La conception et le réglage du banc sont détaillés au chapitre 2. Dans la présente partie sont présentés les essais réalisés, avec la mesure de vitesse et la caractérisation des déformations. Avant toute étude des particules projetées, il est nécessaire de connaître précisément le comportement du substrat sur lequel ces particules s'écrasent. Pour cela, des essais LASHPOL, utilisant des particules de carbure de tungstène, ont été menés avant de passer à l'étude des poudres d'aluminium.

2.1. Paramètres d'essais

Dans les essais LASHPOL, seulement deux paramètres peuvent être ajustés : la puissance du laser et le diamètre du faisceau laser focalisé. Pour l'étude, le rayon a été fixé à 1,5 mm et la puissance du laser a été choisie la plus élevée possible, tout en garantissant qu'il n'y ait pas de débris du lanceur projeté. Cependant, la nature multicouche du lanceur et l'utilisation de différentes marques de scotch, de type Kapton, induisent une variabilité de résistance du lanceur. En conséquence, avant chaque campagne, des essais de réglage sont réalisés pour déterminer la puissance maximale du laser compatible avec l'absence de débris du lanceur. La Figure 1 présente le nombre d'essais réalisés en fonction de l'énergie du laser, et la Figure 2 la vitesse des particules en fonction de l'énergie, pour les 70 tirs réalisés au cours de la thèse.

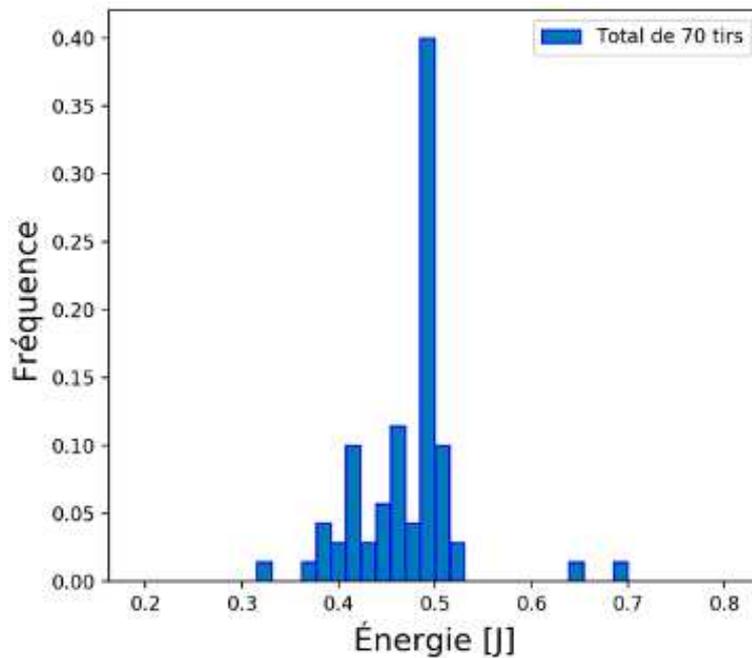


Figure 1 : Histogramme de la population de tirs en fonction de l'énergie du laser

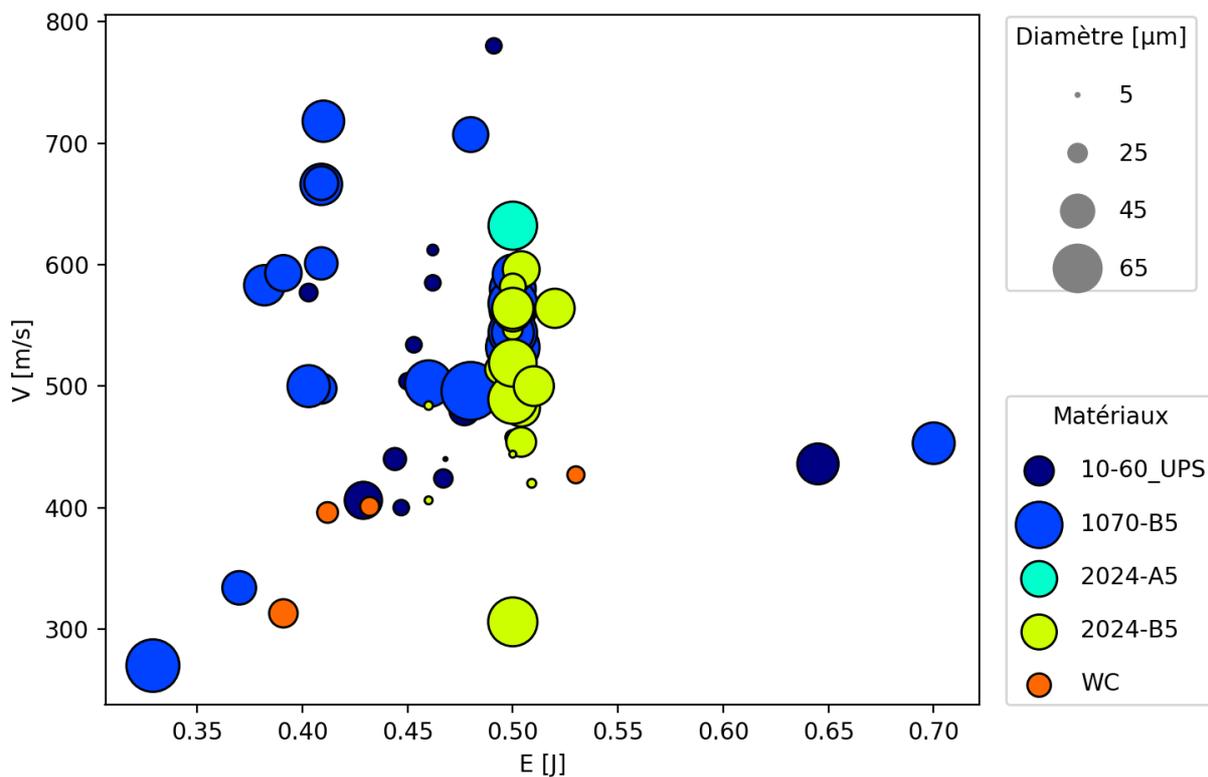


Figure 2 : Graphique des vitesses d'impact en fonction de l'énergie du laser pour différentes poudres. La taille du marqueur est fonction du diamètre de la particule.

La couleur indique la nature du matériau de la particule et le diamètre du marqueur représente la taille de la particule. Environ la moitié des tirs a été effectuée à 0.5 J. Au-delà de 0,4 J, la vitesse atteignable est comprise entre 300 et 800 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$, indépendamment du matériau projeté, à l'exception du carbure de tungstène en raison de sa haute densité. Il n'a pas été nécessaire de

changer l'énergie du laser pour obtenir une variation de la vitesse des particules. Le lanceur, de par sa construction en multicouche, introduit une variation de performances, et donc de vitesse de particules. De plus, l'adhésion de la particule n'est pas maîtrisée, ce qui doit également contribuer à la variation de la vitesse observée.

2.1.1. Mesure de vitesse

La mesure de vitesse est réalisée à partir des images acquises par la caméra rapide lors des tirs lasers. Le principe de la mesure est assez simple : il suffit de mesurer la distance parcourue par la particule entre deux images successives, qui sont espacées temporellement de $5 \mu\text{s}$, étant donnée la fréquence d'acquisition de 200 kHz. Pour la mesure de la distance, il suffit de repérer la position de la particule sur chaque image pour déterminer la distance parcourue en pixels ; il est nécessaire alors de calibrer la résolution spatiale du système d'imagerie, pour convertir les pixels en μm (la procédure est détaillée dans le chapitre 2 : 1 pixel = $0,299 \text{ mm}$). La Figure 3 présente le principe de la mesure avec deux exemples : à gauche, un cas où la particule adhère au substrat et, à droite, un cas où elle rebondit. Le calcul de la vitesse à partir de la position est présenté sur la Figure 4 pour le cas avec rebond. Seuls les résultats des tirs présentant un angle d'impact inférieur à 5° sont conservés.

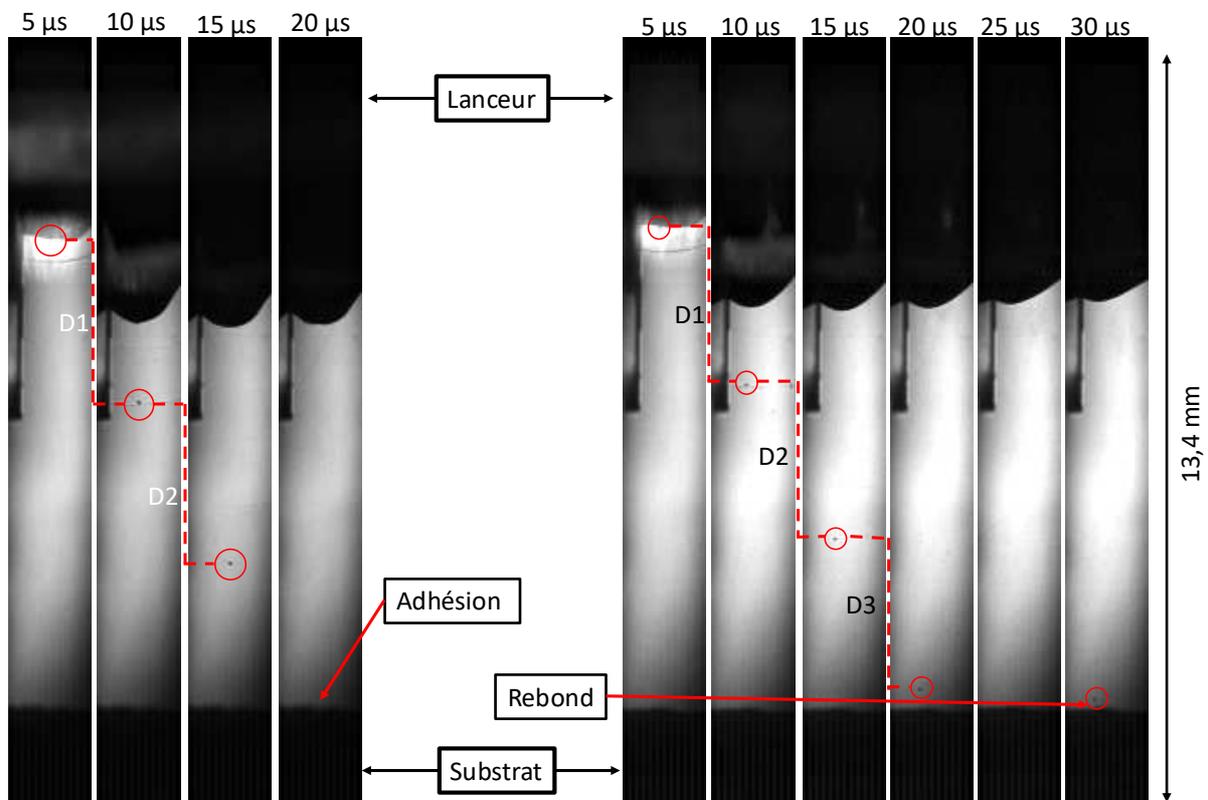


Figure 3 : Exemples de mesure de vitesse sur les films obtenue par caméra rapide avec, à gauche, une particule adhérente et, à droite, un rebond

Dans le cas où les distances mesurées sont identiques sur tout le vol de la particule, la vitesse est considérée constante. Cependant, la vitesse n'est pas toujours constante sur toute la distance de vol de la particule. La vitesse mesurée par la comparaison de deux images successives est égale à la vitesse moyenne sur cette distance, qui correspond aussi avec une bonne approximation à la vitesse de la particule au point moyen du segment parcouru par la particule. La vitesse d'impact peut donc se calculer par interpolation linéaire, comme montré à la Figure 4. Sur la gauche sont montrées les positions de la particule acquises par caméra rapide ; à droite, la position en fonction de la vitesse où les points expérimentaux sont en bleu et la droite d'interpolation en orange. La position du substrat est indiquée par une ligne horizontale noire. Dans cet exemple, la particule atteint le substrat avec une vitesse de 519 m.s^{-1} . Cette méthode est appliquée à tous les essais dont la vitesse varie en fonction du temps.

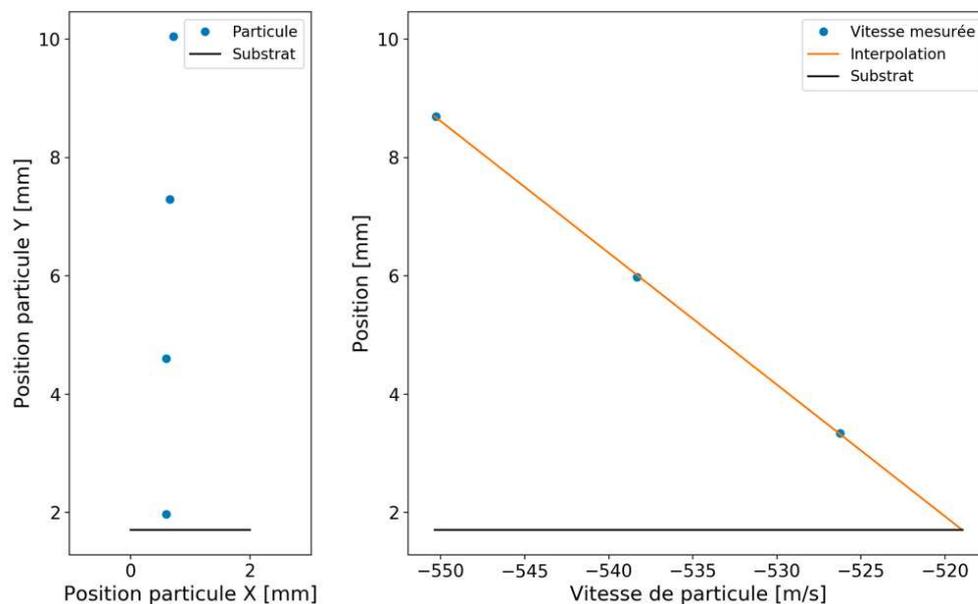


Figure 4 : Schéma du calcul de la vitesse d'impact. A gauche, la position mesurée sur les images et, à droite, la position en fonctions de la vitesse. La ligne noire représente la position du substrat

2.1.2. Mesure de la morphologie

Après l'impact de la particule, le substrat est récupéré et analysé. Deux cas de figure sont possibles : soit la particule a adhéré, soit elle a rebondi. Dans le premier cas, il est possible d'étudier la particule déformée, alors que dans le deuxième cas seulement l'empreinte (ou le cratère) laissé par l'impact est accessible. La Figure 5 montre un exemple de particule - ou splat - de $46,2 \mu\text{m}$ qui a adhéré au substrat impacté à 668 m.s^{-1} observé au MEB. L'acquisition de la morphologie des splats n'a pas été faite au MEB car trop coûteux en temps et peu adapté à l'observation en trois dimensions.

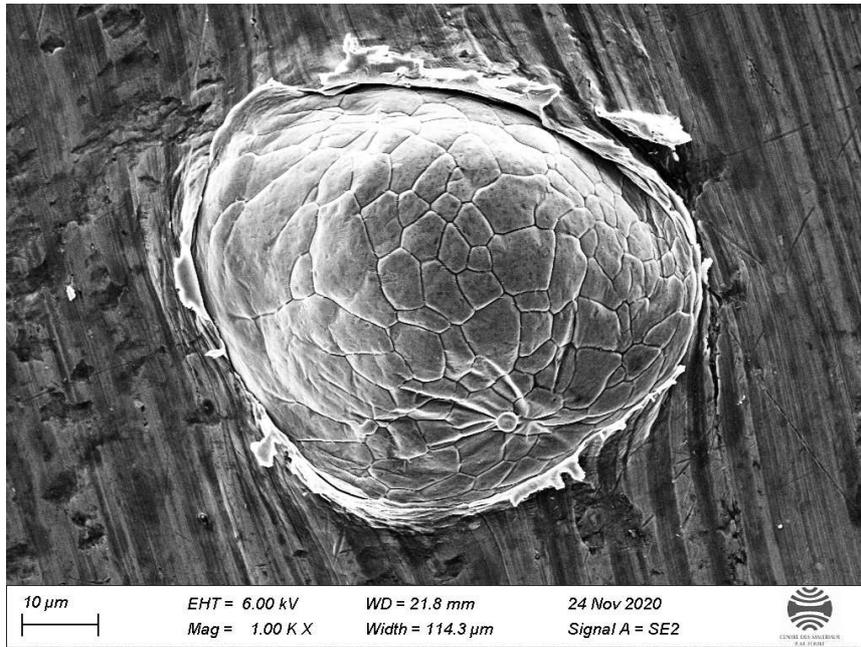


Figure 5 : Cliché MEB avec détecteur d'électrons secondaires d'une particule de 46,2 μm qui a impacté le substrat à 668 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$

Une première observation au microscope optique est effectuée, afin de repérer grossièrement la zone d'impact. La Figure 6 montre les deux cas possibles : à gauche, un splat et, à droite, un cratère d'impact.

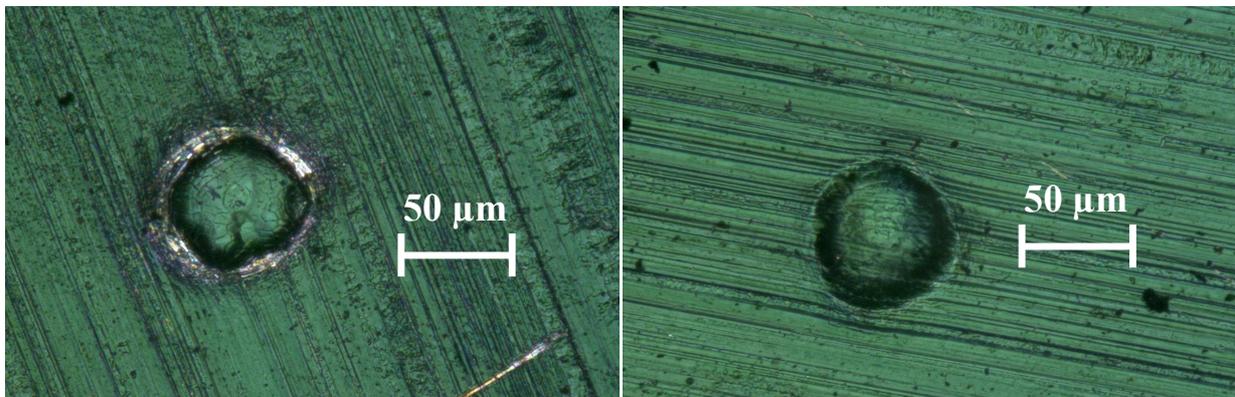


Figure 6 : Images réalisées au microscope optique en champ sombre avec un grossissement $\times 1000$. A gauche, un splat d'une particule de 62,3 μm ayant impacté à 620 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ et, à droite, le cratère d'impact à 496 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$ d'une particule de 61,1 μm

Ensuite, les zones repérées sont analysées avec un interféromètre optique de résolution latérale égale à 330 nm et de résolution verticale égale à 10 nm. Cette analyse produit une topographie de la surface qui sera utilisée ensuite pour la simulation, pour l'ajustement des paramètres de la loi de comportement par méthode inverse. Les deux cas (splat et cratère) sont présentés sur la Figure 7.

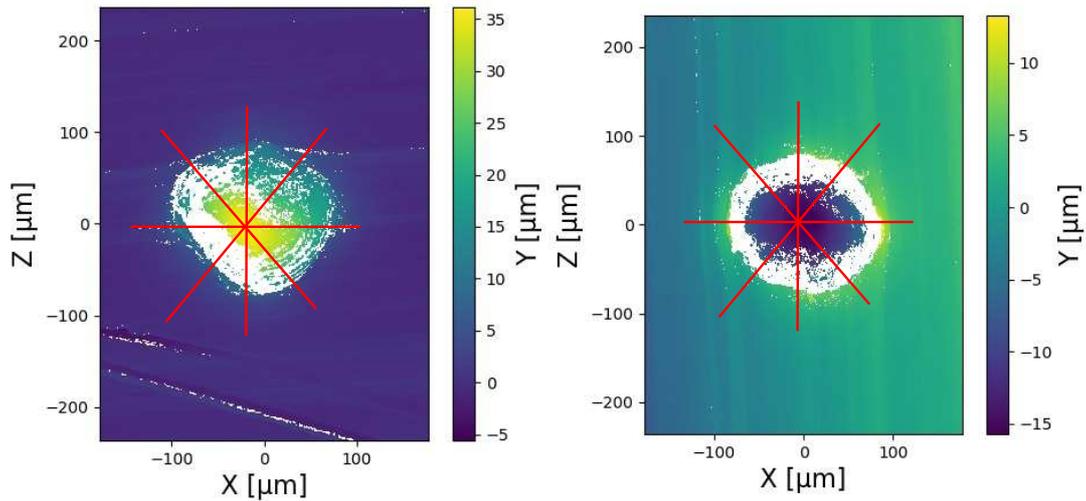


Figure 7 : Topographie de la surface, avec à gauche, un exemple de splat et à droite un exemple de cratère. Les lignes rouges correspondent aux différents profils 2D extraits pour l'analyse ultérieure

Les zones blanches sur la cartographie représentent les points non mesurés en raison d'un signal insuffisant. Ces zones correspondent aux régions où le gradient de hauteur est le plus important et où, par conséquent, le retour de lumière sur le capteur est le plus faible. En dehors de ces zones, la définition est très bonne, comme en témoigne la texture de laminage du feuillard en aluminium qui est visible sur la Figure 7 à droite. Des profils 2D correspondant aux lignes rouges, à quatre angles différents (0, 45, 90 et 135°), sont extraits dans le but de récupérer la forme du splat (ou du cratère), surtout dans le cas où la forme n'aurait pas de symétrie axiale. Les profils sont montrés sur la Figure 8, avec X la direction dans le plan et Y celle de la normale au plan. Pour chaque profil, une correction de l'inclinaison est effectuée pour que chaque extrémité du profil soit calée à Y=0. Le centre du cratère ou du splat est fixé à X=0 ; cependant la méthode utilisée pour ce centrage requiert un léger ajustement manuel en raison du bruit de mesure sur les profils. Pour la caractérisation, les quatre profils sont utilisés en même temps.

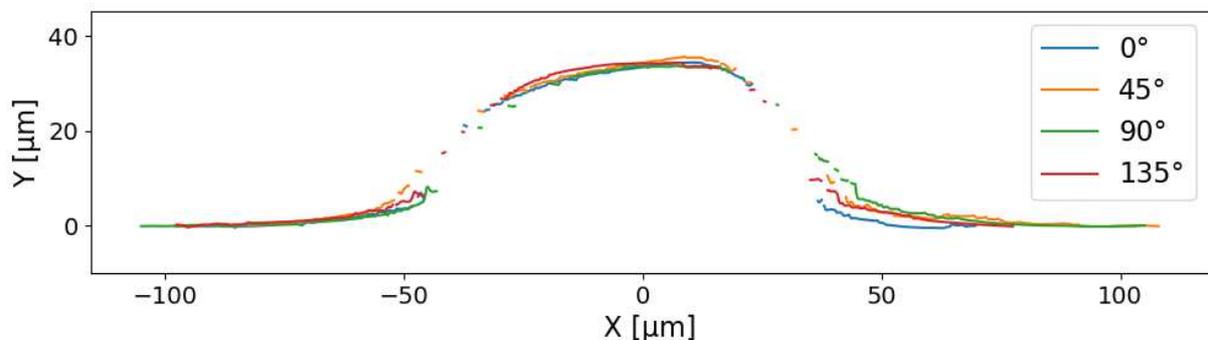


Figure 8 : Exemples de profils extraits pour un splat

2.2. Résultats expérimentaux

Les résultats expérimentaux, présentés sur la Figure 9, sont la combinaison des essais LASHPOL et d'un scan avec l'interféromètre. Tous les essais de la Figure 2 n'ont pas pu être caractérisés à l'interféromètre par manque de temps. Les essais sont ceux réalisés avec les poudres ultra-sphériques 1070 40-B5 et A 2024 40-B5. Les poudres A 2024 40-A5 et 10-60 UPS sont utilisées comme démonstrateurs pour prouver que la méthode expérimentale peut être utilisée sur des poudres non-sphériques, sans qu'elles aient été caractérisées mécaniquement. Les essais réalisés avec le carbure de tungstène sont utilisés pour la caractérisation du substrat, et sont discutés plus loin.

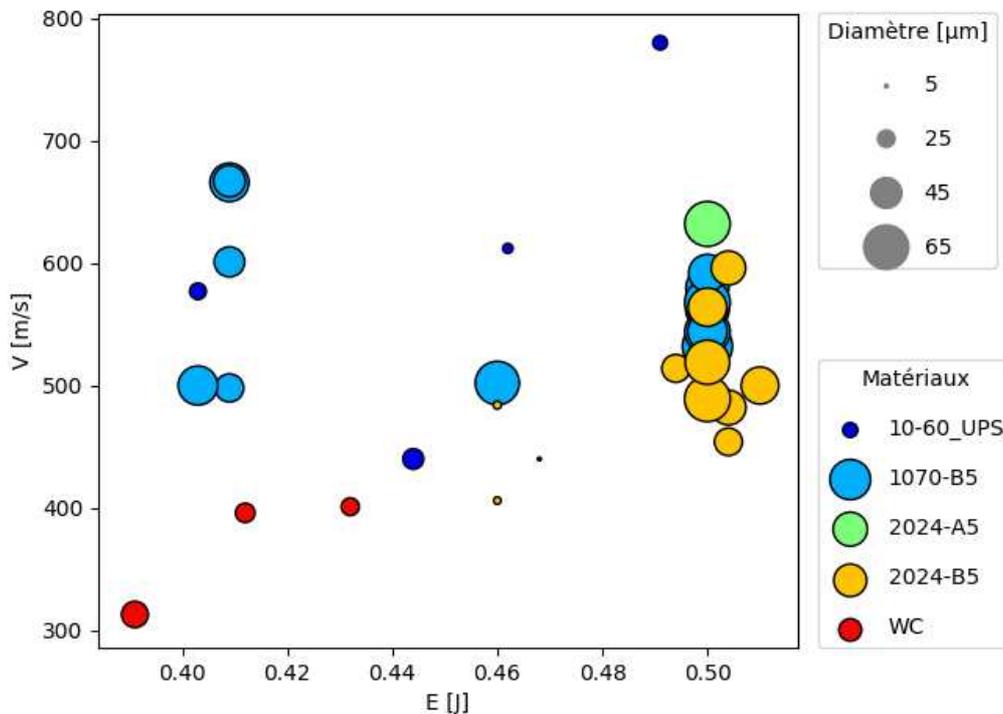


Figure 9 : Graphique des vitesses d'impact en fonction de l'énergie du laser pour les essais complets (avec une mesure de la spat ou du cratère à l'interféromètre). La taille du marqueur est fonction du diamètre de la particule.

La Figure 10 reprend les éléments de la figure précédente, en montrant seulement les particules qui ont adhéré. Seules les particules de A1070 40-B5 ont pu adhérer au substrat. L'adhésion de cette poudre a été observé avec différentes tailles de particules, vitesses et niveaux d'énergie.

La poudre de A 2024 40-B5 n'a pu adhérer au substrat dans le champ des vitesses considérées. Les alliages d'aluminium sont connus pour présenter de mauvais rendements de projection, et notamment le 2024. Ainsi, dans la thèse de M. Bunel [5], un traitement thermique a été nécessaire pour obtenir de meilleurs rendements.

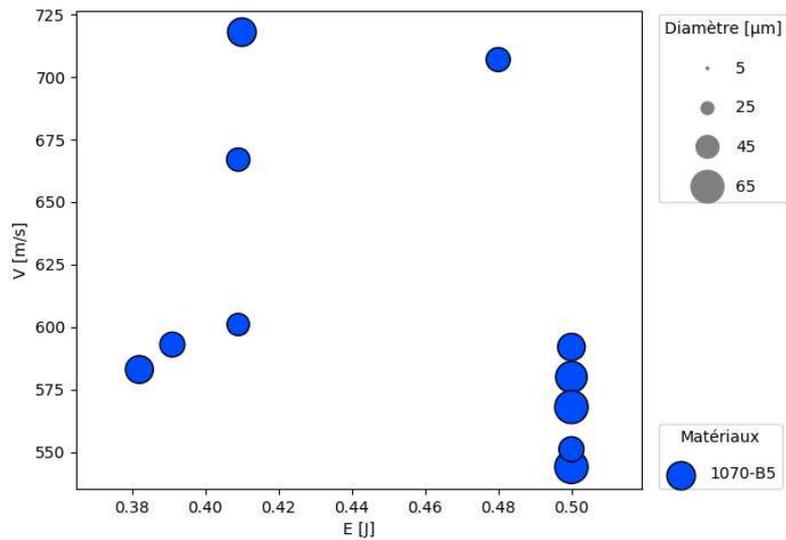


Figure 10 : Graphique des vitesses d'impact en fonction de l'énergie du laser pour les particules ayant adhéré au substrat. La taille du marqueur est fonction du diamètre de la particule.

La vitesse et le diamètre de la particule sont les paramètres déterminants en vue d'établir un critère d'adhésion pour la poudre 1070-B5. La Figure 11 présente la vitesse d'impact en fonction du diamètre. Les particules ayant adhéré, c'est-à-dire les splats, sont marquées en rouge et celles qui ont rebondi (les cratères) sont en bleus. La taille des particules ne semble pas avoir d'effet significatif ici. Les splats sont situées majoritairement dans la partie supérieure du graphique et les cratères dans la partie inférieure. Cependant, ces deux groupes ne sont pas disjoints et sont superposés dans la tranche 550-650 m.s⁻¹.

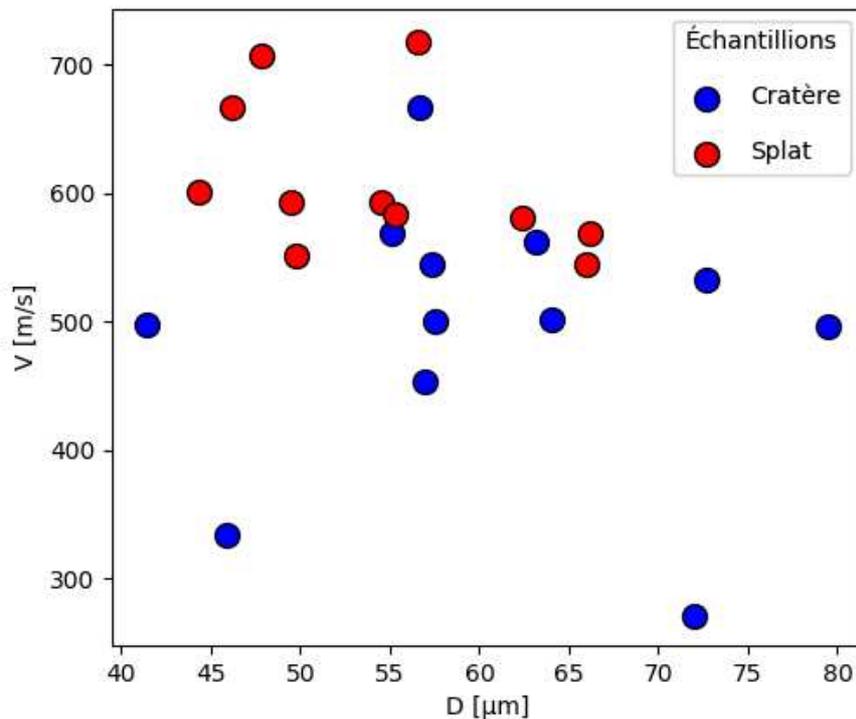


Figure 11 : Graphique représentant la vitesse en fonction du diamètre, avec en rouge les splats et en bleu les cratères, pour la poudre A 1070 40-B5

2.2.1. Caractérisation du substrat, l'approche expérimentale

Au cours de l'essai LASHPOL, l'impact de la particule produit généralement un double effet : la particule et le substrat vont subir une déformation, plus ou moins importante en fonction des différences de propriétés mécaniques entre poudre et substrat. Dans nos essais, un feuillard en aluminium a été utilisé comme substrat receveur. Avant de s'intéresser aux déformations des particules, il est fondamental de caractériser le comportement mécanique du substrat, car il va affecter directement la déformation subie par la particule. En effet, il n'est pas possible de séparer les déformations de la particule et celles du substrat dans le résultat de l'impact car seul le dessus du cratère d'impact est visualisé.

Afin de ne mesurer que les déformations du substrat, des essais LASHPOL utilisant une poudre de carbure de tungstène (WC) ont été réalisés. La dureté de 2600 HV5 [6] et le module de Young supérieur à 530 GPa [7] en font le matériau idéal pour cette évaluation. Par la grande différence de propriétés mécaniques avec l'aluminium pur, les particules peuvent être considérées indéformables. De plus, son excellente sphéricité se prête parfaitement à la modélisation numérique. La Figure 12 montre une image au microscope optique d'une particule de WC déposée sur un substrat lanceur.

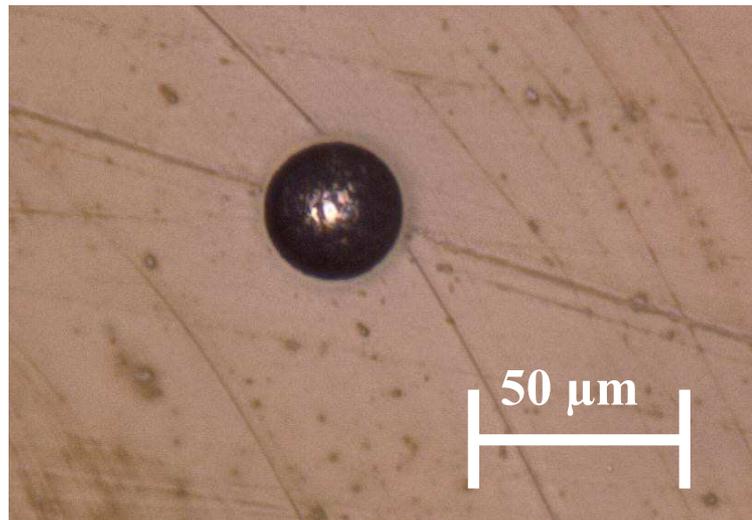


Figure 12 : Image au microscope optique d'une particule de WC

Seulement quatre tirs de la Figure 9, dont 2 sont superposés, sont exploités. La forte densité du carbure de tungstène a limité la vitesse atteignable par le banc à 430 m.s^{-1} . Comme pour les essais avec les poudres d'aluminium, la géométrie des cratères est acquise avec l'interféromètre. Pour chacun, quatre profils à différents angles sont extraits pour être comparés à la simulation. La Figure 13 présente, à titre d'exemple, les quatre profils extraits d'un cratère produit par l'impact avec une particule de diamètre $25,3 \text{ µm}$ volant à 404 m.s^{-1} . La profondeur de ce dernier est proche du diamètre de la particule, ce qui permet d'affirmer que le substrat se

déforme bien plus lors de cet essai que lors des essais d'impacts par des particules d'aluminium. Ainsi, la caractérisation du substrat sera toujours valide lors de la caractérisation des poudres.

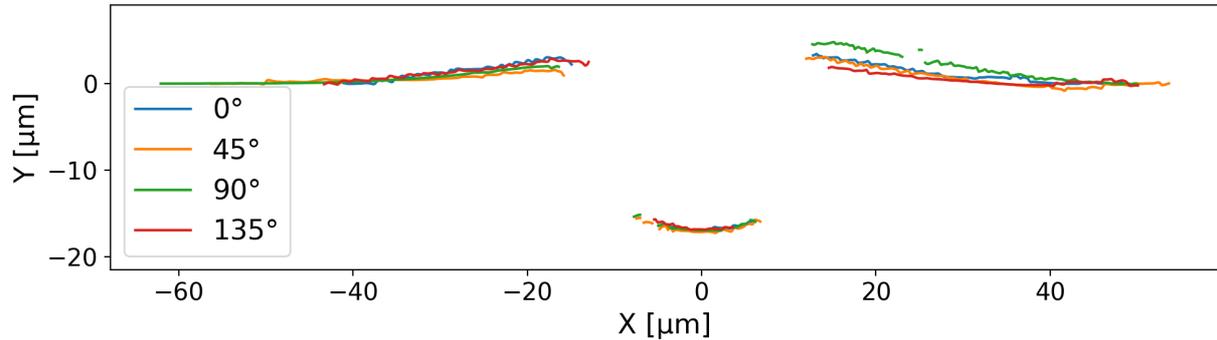


Figure 13 : Profil par interférométrie du cratère d'impact d'une particule de carbure de tungstène de 25,3 µm volant à 404 m.s⁻¹ pour les quatre angles 0, 45, 90 et 135°

3. Étude numérique

La durée totale d'un essai LASHPOL est de l'ordre de 30 µs et la déformation de la particule, à compter de son arrivée sur le substrat, se produit en quelques centaines de nanosecondes tout au plus. Au vu de l'échelle spatio-temporelle, l'observation dynamique de l'évolution de la déformation n'est pas possible avec le matériel utilisé. La simulation numérique permet de reproduire l'histoire des déformations et de la thermique de la particule. De plus, elle est nécessaire pour arriver à compléter l'identification des paramètres matériau, qui était limitée au Chapitre 3 aux paramètres statiques du modèle de Johnson-Cook. Nous suivrons ici une démarche similaire, en utilisant une approche de méthode inverse pour déterminer les deux coefficients manquants : C , lié à la viscoplasticité, et m , pour l'adoucissement thermique. Pour les autres paramètres A , B et n , les valeurs ajustées au Chapitre 3 seront utilisées. La simulation mise en œuvre pour le LASHPOL consiste en la création d'un jumeau numérique de l'essai. La morphologie du substrat et de la particule après impact est ensuite extraite de ces simulations. Comme au Chapitre 3, pour permettre l'ajustement des coefficients sur un grand nombre d'essais, un méta-modèle de Krigeage a été entraîné et utilisé pour déterminer les paramètres C et m .

3.1. Modèle par éléments finis

Le modèle numérique présenté dans cette partie est conçu pour reproduire l'impact d'une particule sur le substrat. L'approche choisie pour la modélisation par la méthode des Éléments Finis (EF dans la suite) est appelée *Coupled Eulerian Lagrangian* (CEL), disponible en 3D sur Abaqus/Explicit. Cette modélisation, développée dans la thèse et l'article de S. Weiller [8], [9], est reprise ici. La simulation commence lorsque la particule est au contact du substrat.

3.1.1. Modélisation

La modélisation de l'impact d'une particule rencontre une difficulté : les grands taux de déformation localisée des particules. Lorsque la modélisation est purement Lagrangienne, la grande distorsion des éléments du maillage de la particule rend la gestion de la stabilité du calcul difficile, et cela malgré l'utilisation de stratégies de remaillage au cours du calcul. L'approche CEL, utilisée par S. Weiller [9], permet d'implémenter dans un même modèle une partie Lagrangienne et un domaine Eulérien, puis de les faire interagir. Ici, le substrat est Lagrangien et la particule est contenue dans un domaine Eulérien, comme montré à la Figure 14. Dans le substrat, le maillage est lié à la matière et il se déforme avec elle, et il n'y a donc pas plus de problème de distorsion des éléments. Dans la particule, le maillage est fixe et la matière s'écoule dans son intérieur. Pour le substrat, trois zones avec des tailles de maillage différentes permettent de limiter le temps de calcul sans perdre de définition dans la zone d'intérêt. Dans la zone proche de la particule, un maillage fin (taille d'élément proche de $R_{\text{particule}}/10$) permet une bonne précision tout en limitant le temps de calcul. Ensuite, un maillage grossier est défini sur les parties extérieures du substrat, qui vont peu se déformer, pour limiter le nombre d'éléments et la durée du calcul. Pour lier le maillage fin au grossier, une zone de transition a été mise en place. Les dimensions du substrat et des trois zones sont décrites dans le Tableau 1. La particule est modélisée par une sphère, à l'intérieur du domaine Eulérien, de forme parallélépipédique. Les dimensions de ce domaine sont, pour la longueur et la largeur, identiques à celles de la zone à maillage fin du substrat.

Le maillage Eulérien pénètre le substrat, jusqu'à la frontière entre le maillage fin et la zone de transition. En effet, lors de l'impact, la particule déforme le substrat et pénètre dans celui-ci. Le maillage Eulérien doit donc s'éteindre au moins jusqu'au point le plus bas touché par la particule, sans quoi la masse de la particule diminuerait et le calcul serait arrêté.

Pour les deux domaines, des éléments 3D parallélépipédiques, trilineaires avec 8 nœuds, thermomécaniques et à « intégration réduite » (un seul point d'intégration) ont été choisis. Dans Abaqus, les codes correspondant à ces éléments sont EC3D8RT et C3D8RT, respectivement, pour les formulations Eulérienne et Lagrangienne.

Tableau 1 : Dimensions du substrat, de son maillage ainsi que celles du domaine Eulérien

Dimensions	Longueur (L)	Largeur (l)	Hauteur (h)
Total	500 μm	500 μm	350 μm
Maillage fin	2,625x $D_{\text{particule}}$	2,625x $D_{\text{particule}}$	70 μm
Maillage de transition	4,41x $D_{\text{particule}}$	4,41x $D_{\text{particule}}$	105 μm

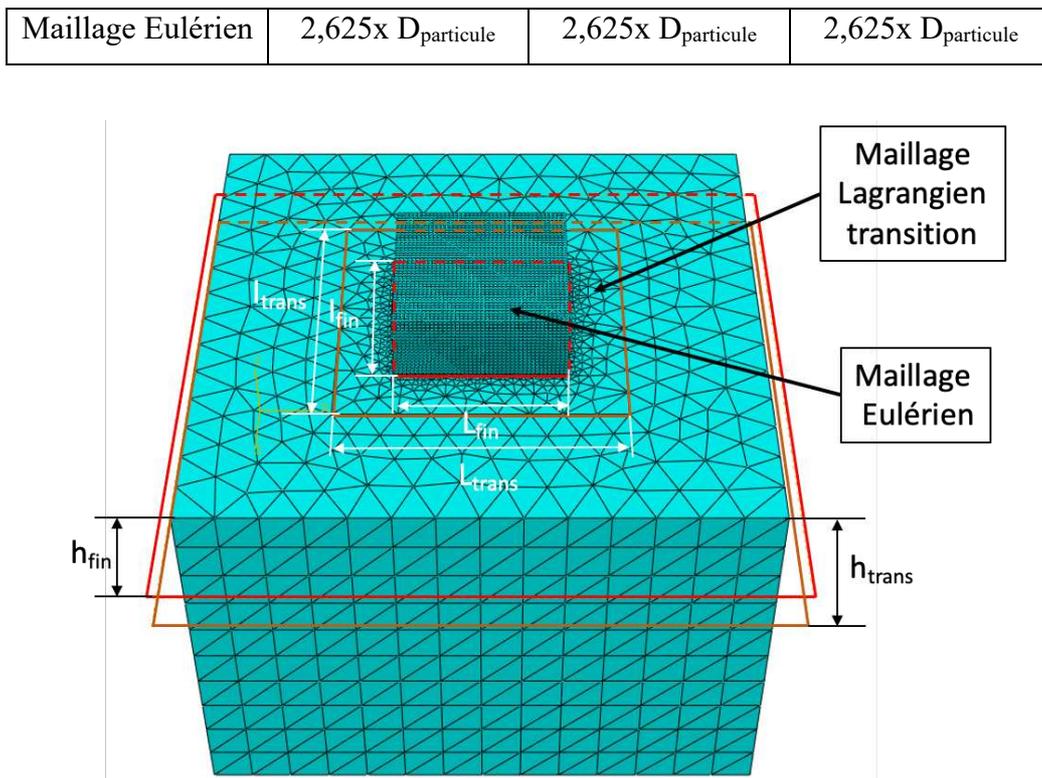


Figure 14 : Schéma du maillage utilisé pour les simulations de l'essai LASHPOL (D : diamètre)

Le modèle de contact utilisé pour le frottement tangentiel est le modèle « Penalty » avec une loi de Colomb comme dans le chapitre 3. Le coefficient de frottement est fixé à 1,35, correspondant à un contact aluminium/aluminium non lubrifié [10]. La résistance limite au cisaillement est fixée à 500 MPa. Le contact normal est réglé en mode « HARD », ce qui ne permet pas d'interpénétration des mailles. Enfin la génération de chaleur par le frottement est activée en mode automatique.

3.1.2. Modèle matériaux

Dans la continuité de ce qui a été étudié au Chapitre 3, le modèle de Johnson-Cook a été choisi pour le LASHPOL. Contrairement au chapitre 3, il est utilisé dans sa formulation complète qui inclut les effets de la vitesse de déformation et de l'adoucissement thermique. Ce dernier doit être pris en compte, malgré que les essais soient réalisés à température ambiante, car l'énergie libérée pendant l'impact cause, par les frottements et les fortes déformations plastiques, une forte élévation locale de la température [11]–[13].

Équation 1 : Modèle de Johnson-Cook

$$\sigma = \left(A + B \varepsilon_p^n \right) \left(1 + C \log \left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_0} \right) \right) \left(1 - \left(\frac{T - T_{\text{ref}}}{T_{\text{melt}} - T_{\text{ref}}} \right)^m \right)$$

où σ est la limite élastique, A , B , n , C and m sont des paramètres matériaux, ε_p est la déformation plastique équivalente, $\dot{\varepsilon}_p$ la vitesse de déformation équivalente, $\dot{\varepsilon}_0$ une vitesse de déformation de référence, T est la température, T_{ref} une température de référence, et T_{melt} la température de fusion. La limite élastique est le produit de trois facteurs, représentant, respectivement de gauche à droite dans l'Équation 1, l'écroutissage statique, la viscoplasticité et l'adoucissement thermique. Pour modéliser le comportement du matériau en conditions de choc, l'équation d'état de Mie-Grüneisen en formulation Us-Up a été utilisée. Celle-ci est montrée ci-dessous (Équation 2) :

Équation 2 : Équation d'état de Mie-Grüneisen en formulation Us –Up :

$$p - p_H = \Gamma \rho (E_m - E_H);$$

$$p = p_H \left(1 - \frac{\Gamma_0 \eta}{2\rho_0} \right) + \rho_0 \Gamma_0 E$$

où $p_H = \frac{\rho_0 c_0^2 \eta}{(1-s\eta)^2}$ et $E_H = \frac{p_H \eta}{2\rho_0}$ sont, respectivement, la pression d'Hugoniot et l'énergie spécifique par unité de masse. Ces deux grandeurs sont des fonctions de la densité uniquement. La contrainte de compression volumétrique nominale est définie par $\eta = 1 - \frac{\rho_0}{\rho}$. Γ est le rapport de Grüneisen $\Gamma = \Gamma_0 \frac{\rho_0}{\rho}$, Γ_0 une constante du matériau, ρ_0 la densité de référence, $U_s = c_0 + s U_p$ est la vitesse de choc, U_p la vitesse d'un point de matière, s une constante du matériau et c_0 la vitesse du son dans le matériau. Les valeurs des différents paramètres sont affichées dans le

Tableau 2. La colonne « Paramètres Krigeage » correspond à la plage utilisée pour l'ajustement aux mesures expérimentales, comme il sera détaillé dans la suite.

Tableau 2 : Paramètres matériau utilisés pour la simulation de l'essai LASHPOL

Paramètres	Paramètres bibliographiques [9], [14]	Paramètres de Krigeage	Définition
A [MPa]	120	20-200	Limite élastique initiale
B [MPa]	426	50-400	Coefficient d'écrouissage
n []	0,34	0-1	
C []	0,015	0,01-0,7	Coefficient de viscoplasticité
m []	1	0,1-3	Adoucissement thermique
Γ_0 []	2,09		Constante matériau de Grüneisen
s []	1,339		Constante matériau
c_0 [m.s ⁻¹]	5386		Vitesse du son dans le matériau
ρ_0 [kg.m ⁻³]	2790		Densité

3.1.3. Conditions aux limites et initiales

Pour cette simulation, la seule condition aux limites retenue est l'encastrement de la face inférieure du substrat. Comme condition initiale, la température de l'assemblage est fixée à 300K. La vitesse de la particule est également imposée. L'hypothèse est faite que la vitesse d'impact est parallèle à l'axe vertical ou, en d'autres termes, que l'impact de la particule est parfaitement normal à la surface du substrat. Ces conditions sont schématisées dans la Figure 15.

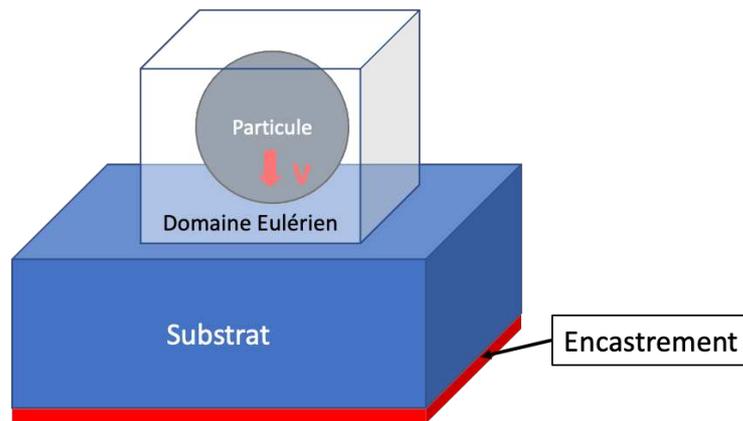


Figure 15 : Schéma des conditions aux limites et initiales de la simulation

3.1.4. Réglages du solveur

L'intervalle de temps pour la simulation est de 150 ns. Les calculs sont parallélisés sur 2 cœurs. Le fichier de résultats contient 200 *frames*, uniformément distribués sur l'intervalle temporel.

La durée de chaque simulation est comprise entre 5 et 30 minutes, selon le jeu de coefficients calculés.

3.1.5. Résultats

Les simulations nous donnent accès à de nombreuses informations comme, par exemple, les champs des contraintes et de température. Néanmoins, dans le but d'ajuster les paramètres de JC, les seules données qui peuvent être directement comparées aux mesures expérimentales par interférométrie sont la morphologie de la splat et du substrat déformé. Ces résultats sont extraits des simulations par un algorithme en langage Python de la façon suivante : pour la particule, les positions de tous les nœuds du domaine Eulérien contenant de la matière sont récupérées ; pour le substrat, les positions de tous les nœuds de la surface sont extraites. L'utilisation de ces données est expliquée dans la suite.

3.2. Modèle de Krigeage

Comme au Chapitre 3, l'ajustement des paramètres de loi de comportement du matériau par méthode inverse a été réalisé en utilisant un méta modèle de Krigeage. Ici, ce dernier a été construit de façon à pouvoir reproduire la morphologie du substrat et de la particule après impact, pour un jeu de paramètres JC quelconque dans un espace préalablement défini. A la différence de la caractérisation statique des poudres du chapitre 3, l'espace des paramètres est maintenant de dimension 7 : 5 coefficients du modèle JC (A, B, n, C, m), la vitesse d'impact v et le diamètre de la particule D . La méthode de construction est présentée dans cette partie.

Pour créer le modèle, une base de données doit être créée à partir des résultats des simulations, pour un échantillonnage suffisamment dense de l'espace des paramètres. Cet échantillonnage a été réalisé avec la série de Halton, offrant une discrétisation déterministe, ce qui permet d'ajouter, si nécessaire, des points complémentaires pour affiner le modèle de manière optimale.

Étant donné que notre modèle doit reproduire un comportement non linéaire avec des paramètres interdépendants, nous avons choisi d'effectuer 270 simulations, soit plus de 38 calculs par paramètre d'entrée. Il est recommandé d'avoir un minimum de 15 calculs par paramètre. Cependant, étant donné que nous devons conserver une partie des calculs pour la base de données de vérification, ce nombre élevé de calculs nous assure d'avoir suffisamment de points, même en réservant plus de 100 calculs pour la vérification.

La problématique principale est associée à la création de la base de données pour l'apprentissage du Krigeage. Avec les éléments finis, on peut extraire beaucoup de grandeurs d'intérêts, tel que les champs de contraintes, mais avec les résultats d'essais expérimentaux nous sommes beaucoup plus limités. La morphologie est la seule information que l'on peut extraire de la partie numérique et expérimentale. Nous avons choisi d'extraire de chaque calcul la morphologie de la particule et celle du substrat. Dans les deux cas, il faut extraire les profils 2D et les associer aux sept paramètres d'entrée du calcul présenté précédemment. En effet, il serait théoriquement possible de d'implémenter dans le modèle de Krigeage directement l'ensemble des nœuds de surface du substrat et ceux constituant la particule ; cependant, dans ce cas, le grand nombre de points rendrait l'apprentissage complexe et le modèle lourd de manière exponentiel, ce qui demanderait un ordinateur avec une très grande quantité de RAM. De plus, tous les nœuds internes à la particule ne sont pas nécessaires car ils ne peuvent pas être comparés à l'approche expérimentale.

Afin de tirer parti des symétries, le choix a été fait de raisonner uniquement en 2 dimensions en passant des coordonnées 3D du calcul en profils 2D. Afin d'obtenir des profils plus denses en nombre de points, tous les points sont projetés dans un plan 2D identique à celui qui est utilisé expérimentalement XZ (X le plan du substrat, Z normale au plan). On ne conserve que l'enveloppe de la forme de la particule.

La base de données est constituée de deux parties, l'une pour la particule et l'autre pour le substrat. Chacune des parties présente des spécificités pour l'apprentissage par Krigeage ; le choix a été fait de faire deux modèles de Krigeage distincts, un pour la morphologie de splats et un pour la morphologie du cratère.

La méthode de Krigeage est beaucoup plus efficace si les données ont toutes la même forme. Les matrices du contour de la particule ont donc été converties en vecteurs, tous de la même dimension, indépendamment de la taille de la particule. Pour réaliser cette transformation, un système de coordonnées polaires ayant pour origine le barycentre du contour est défini. Ensuite, le contour est décrit par une *spline*, toujours en coordonnées polaires, qui représente la distance entre le contour et le barycentre en fonction de l'angle. Pour cette représentation des contours, la discrétisation de l'angle est identique pour tous les calculs avec un pas de 3° , sur 360° . Un vecteur distance est donc enregistré pour chaque simulation.

Dans les simulations, la vitesse de la particule est toujours normale au plan du substrat. Ceci garantit une symétrie par rapport à l'axe Z. Il suffit alors d'étudier seulement la moitié du profil

du substrat pour alléger le modèle. Un filtre de Savitzky-Golay [15], qui permet de lisser le profil, est ensuite appliqué. Le Krigeage impose d'avoir toujours le même nombre de points dans un vecteur à reproduire, ce qui est problématique pour notre cas où les particules sont comprises entre 10 et 70 μm avec une taille de chaque impact différent. De plus la déformation du substrat se manifeste également par l'apparition d'un bourrelet de matière sur l'extérieur du cratère, qui est le point le plus haut du profil 2D que l'on peut comparer au « *jetting* » du *Cold Spray*. Sa position est un point caractéristique qu'il convient de prédire correctement. Pour pallier ces deux problèmes, deux variables supplémentaires sont définies :

- R_{max} , l'extrémité du profil sur l'axe des X, soit l'extrémité du substrat non-déformé ;
- R_{jetting} , la position en X du point le plus haut du profil.

L'axe des X est ensuite discrétisé avec un nombre de points indépendant de la taille de la particule : 50 points uniformément espacés entre le point le plus bas du cratère et la position du jetting, et 50 points uniformément espacés du jetting à la fin du profil. Enfin, la hauteur du profil est donnée pour chaque point de la discrétisation. En conclusion, pour chaque configuration de calcul, R_{max} , R_{jetting} et un vecteur de 100 points contenant la hauteur du profil sont extraits. Toutes ces manipulations de données sont représentées sur la Figure 16.

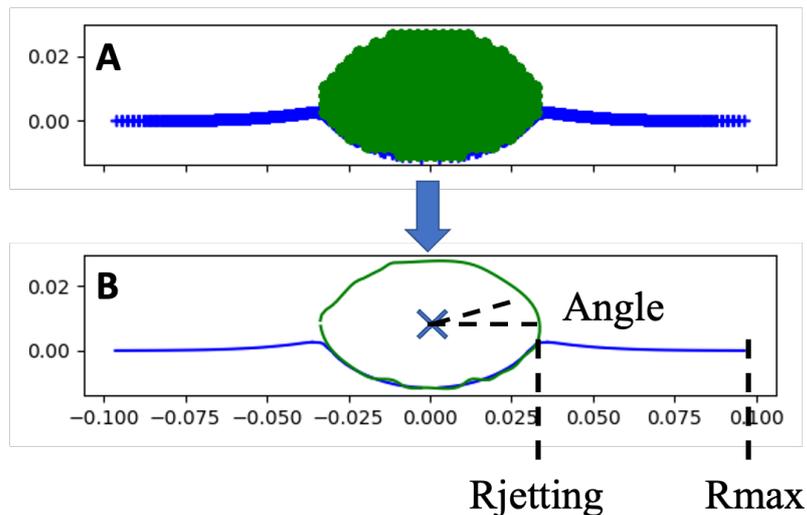


Figure 16 : Schéma représentant les données d'intérêt extraites de chaque simulation, avec en A les données extraites d'Abaqus projetées dans le plan XY et en B les données traitées pour le Krigeage.

Quatre variables de sortie sont attendues en sortie du modèle de Krigeage :

- pour la particule, au travers d'un vecteur contenant les distances en millimètres des bords au barycentre,
- pour le substrat :
 - o la position en X du jetting en millimètres : R_{jetting} ,
 - o la position en X de l'extrémité du substrat en millimètres R_{max} ,

- un vecteur des positions en Y de 100 points (50 du centre du cratère jusqu'à $R_{jetting}$, et 50 du $R_{jetting}$ à R_{max})

Pour l'entraînement du modèle, comme dans le chapitre 3, la bibliothèque PITBOX offre différentes options de matrices de covariance, et l'on a également choisi celle qui s'appelle « gaussienne anisotropique » afin qu'une variation de 1 sur A n'ait pas le même effet qu'une variation de 1 sur n , par exemple.

L'apprentissage est réalisé sur 200 points. Les 70 calculs restants sont utilisés pour la validation du méta-modèle. La Figure 17 montre les deux exemples de validation du modèle les moins pertinents en termes de qualité de prédiction. La prédiction, en bleu, est relativement proche du résultat de simulation, en noir. L'incertitude calculée par le modèle est importante dans le cratère du substrat, et encore plus dans la zone de $R_{jetting}$. Malgré différents essais de configuration, l'incertitude n'a pas pu être réduite. Cela ne semble pas poser de problème car la prédiction moyenne du Krigeage est toujours proche du résultat Abaqus. Pour ce qui est de la prédiction de la forme de la particule, l'incertitude est beaucoup plus réduite et la prédiction moyenne est très proche du résultat Abaqus en noir.

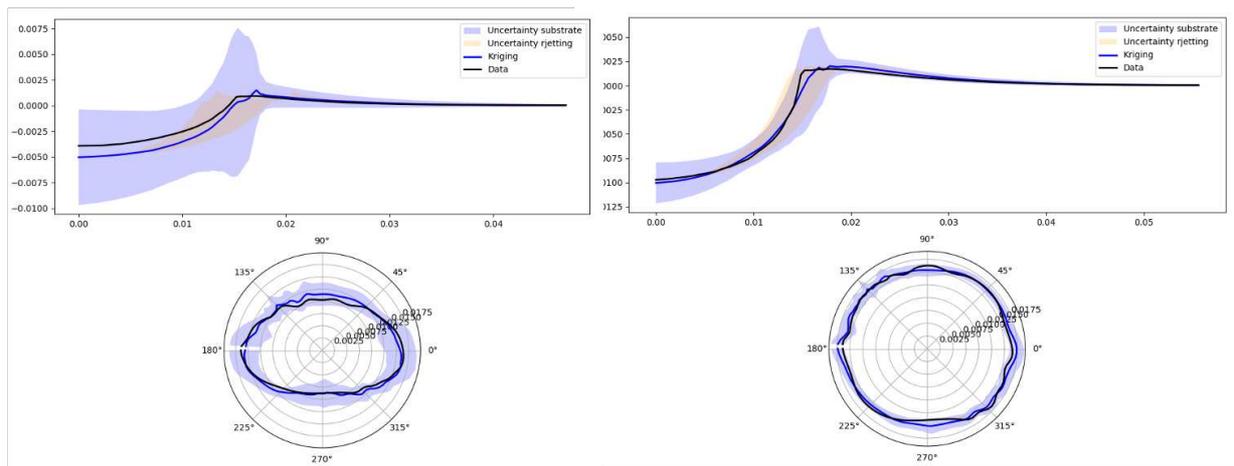


Figure 17 : Exemple de l'apprentissage du Krigeage à deux points de l'espace de paramètres différents ; à gauche, une particule de 19 μm impactant à 520 m.s^{-1} ; à droite, une particule de 30 μm impactant à 420 m.s^{-1}

3.3. Caractérisation du modèle matériau

3.3.1. Création d'un outil de comparaison

L'ajustement du modèle matériau se fait par méthode inverse, en comparant la réponse du modèle de Krigeage aux profils expérimentaux. Un outil informatique interactif a été développé en Python qui utilise, entre autres, la librairie Matplotlib. Il est semi-manuel et n'a pas pu être automatisé par manque de temps d'une part, et en raison d'un problème de centrage de profils expérimentaux exprimé précédemment. Il permet de comparer le résultat du Krigeage aux profils expérimentaux (les 4 angles extraits de chaque essais). L'outil permet de réaliser cette

comparaison essai par essai, où à plusieurs essais simultanément. Dans le premier cas, les paramètres du modèle JC sont différents pour chaque essai ; c'est le cas pour la caractérisation des poudres. Dans le second cas, les paramètres sont les mêmes pour tous les essais sélectionnés, ce qui permet de trouver un jeu de coefficients correspondant à tous les essais ; c'est ce qui est utilisé pour la caractérisation du substrat.

L'interface utilisateur est montrée sur la Figure 18 dans sa configuration pour la caractérisation du substrat. À gauche, les profils expérimentaux et le résultat du Krigeage sont superposés pour quatre cratères différents (ici tirés des essais LASHPOL des particules en WC). À droite, c'est la partie interactive de l'outil : les 5 curseurs en haut permettent de modifier les paramètres JC. La vitesse et le diamètre de la particule sont fixés automatiquement, aux valeurs mesurées dans chaque essai. En bas à droite, les boutons de sélections et les curseurs X et Y servent à centrer les cratères expérimentaux en $x=0$, car les profils sont bruités et le minimum n'est pas toujours au centre.

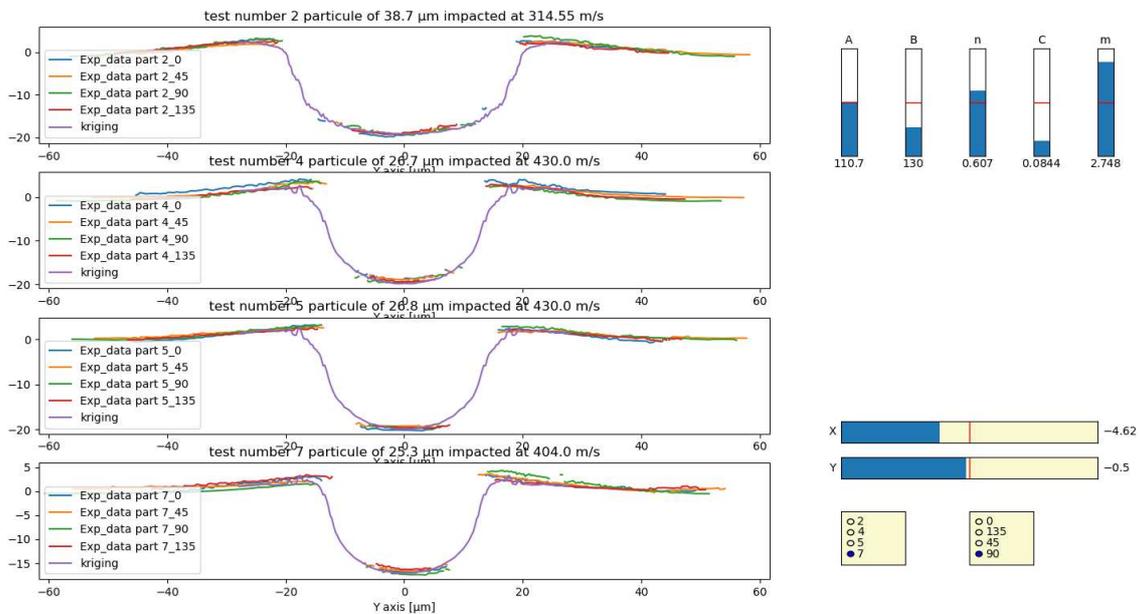


Figure 18 : Vue de l'interface graphique de l'outil interactif pour l'optimisation des paramètres JC

3.3.2. Résultats obtenus

3.3.2.1. Caractérisation du substrat AI

Dans les essais LASHPOL, le substrat choisi est un feuillard d'aluminium. De ce fait, lors des impacts, la particule induit une déformation importante du substrat. Pour bien reproduire dans les simulations le comportement en dynamique rapide du substrat, il est primordial d'ajuster les paramètres de la loi de comportement du substrat, avant de s'attaquer celle des poudres. Pour cela des essais LASHPOL utilisant une poudre de carbure de tungstène ont été réalisés. Ces particules ont une dureté dix fois supérieure à celle du substrat et n'arrivent pas à adhérer dans

les conditions d'impact mises en place. Leur rebond laisse donc un cratère, qui est utilisé pour la caractérisation de la loi de comportement du substrat. Quatre essais LASHPOL ont donné quatre cratères, dont les caractéristiques dimensionnelles sont mesurées à l'interféromètre, comme base de comparaison aux simulations. Pour ce qui concerne le côté numérique, on a choisi de modéliser la particule de WC par un comportement élastique linéaire. Utilisant la méthode précédemment décrite, il est donc possible de créer une base de données pour entraîner le modèle de Krigeage, en faisant varier les paramètres JC du substrat. Lors de l'ajustement des paramètres matériaux du substrat, les mêmes coefficients de JC sont appliqués et les résultats numériques sont comparés quatre essais en même temps. Cela permet d'ajuster un jeu de coefficients unique pour les quatre essais, indépendamment de la vitesse et du diamètre de la particule. Deux jeux de paramètres conviennent pour la caractérisation du substrat. Le premier résultat est présenté sur la Figure 19. Pour tous les essais, les formes du cratère numérique et de son pendant expérimental sont très proches.

Le second jeu de paramètres considéré satisfaisant est présenté sur la Figure 20, avec des coefficients A et B beaucoup plus bas. A l'inverse, le coefficient de viscoplasticité C et le deuxième coefficient d'écrouissage n sont, eux, plus élevés. Cette modification des paramètres illustre l'interdépendance des paramètres et la difficulté à trouver une solution unique au problème inverse. On peut cependant noter que l'interpolation est un peu moins bonne, notamment pour l'essai 5 (le troisième en partant du haut). Le premier jeu de paramètres a été donc privilégié pour la suite de l'étude. Néanmoins, le deuxième jeu s'est révélé utile là où le premier ne donnait pas de résultat satisfaisant, notamment pour certains essais LASHPOL avec la poudre A 1070-40 B5, comme il sera présenté dans la suite.

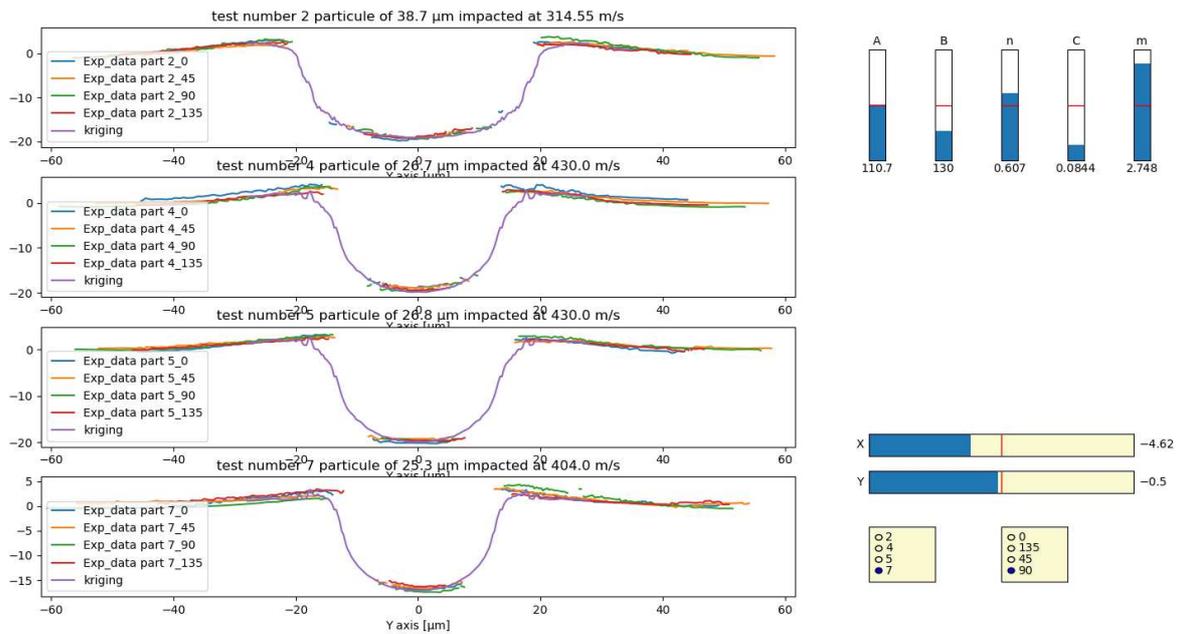


Figure 19 : Premier ajustement avec l'outil de Krigeage des paramètres de JC pour le substrat en aluminium

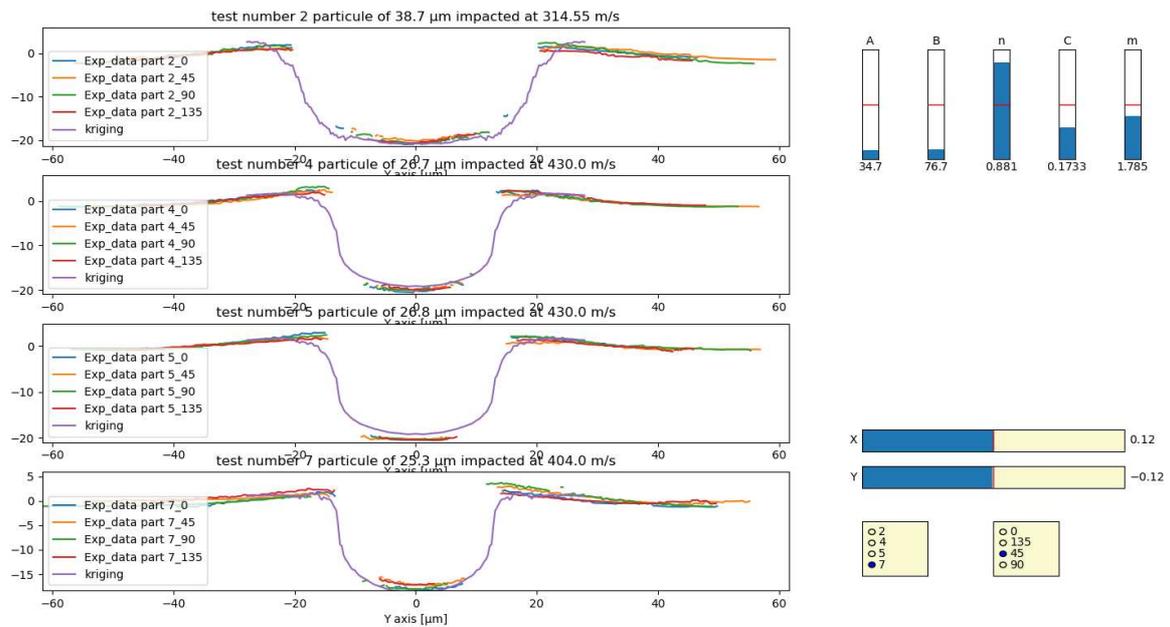


Figure 20 : Second ajustement des coefficients de JC pour le substrat en aluminium

3.3.2.2. Caractérisation des poudres d'aluminium pures

L'outil de comparaison a été utilisé pour trouver les coefficients de JC de la poudre A 1070-40 B5. Dans un premier temps, on souhaite utiliser les résultats de micro-compression en opérant une interpolation de la valeur de chaque coefficient en fonction du diamètre, montrée sur la Figure 21. Pour cela, la courbe est découpée en trois zones : la première pour les petites particules, la seconde pour les tailles moyennes, et la dernière pour les grandes particules qui n'avaient pas pu être caractérisées en mode statique.

La première partie de la courbe, entre 23 et 38 μm , est une simple droite linéaire car il n'y a pas de points d'essais sur lesquels effectuer une interpolation de meilleure qualité. Pour la seconde partie, bien que le nombre d'essais statiques soit faible, une interpolation des paramètres avec un polynôme de degré 2, en fonction du diamètre de la particule, a été réalisée. Les points entourés en rouge pointillé ont été exclus de l'interpolation. Comme aucune particule de diamètre supérieur à 52 μm a pu être testée, on a choisi de poursuivre l'interpolation jusqu'à une valeur minimale de chaque coefficient, fixée à 20 pour A , 50 pour B et 0,05 pour n .

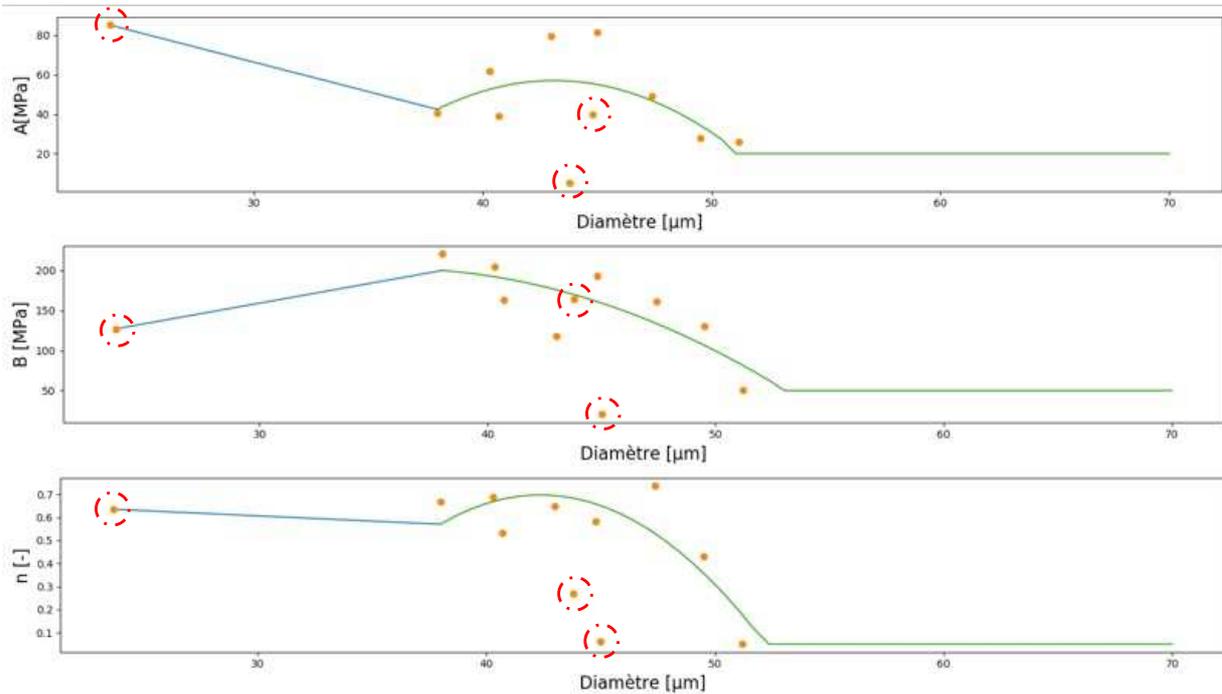


Figure 21 : Interpolation en fonction du diamètre des coefficients statiques de JC avec, de haut en bas A , B et n

Dans la suite, pour chaque essai LASHPOL, les coefficients A et B sont fixés en fonction du diamètre de la particule, à partir de ces interpolations. Pour n , l'ajustement en fonction du diamètre n'est pas conservé et sera donc ajusté dans la plage 0,2-0,8.

Optimisation avec le premier jeu de paramètres du substrat :

Une optimisation des paramètres JC des particules de poudre A 1070-40 B5 a été tentée, d'abord avec le premier jeu de paramètres pour le substrat. Pour illustrer les résultats, les deux exemples avec le moins bon ajustement sont présentés sur la Figure 22 et 23 : une particule (diamètre de 66,2 μm et vitesse d'impact de 568 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$) qui a adhéré et une autre (diamètre de 57,3 μm et vitesse d'impact de 544 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$) qui a rebondi. Pour la première particule, malgré les différentes combinaisons de coefficients sélectionnées, la morphologie de la splat n'a pas pu être reproduite. Le cas correspondant à la meilleure superposition expérimentale / numérique est présenté sur la Figure 22. En se basant sur les interpolations des coefficients statiques de JC en fonction du diamètre de la particule, A devrait être égal à 20 MPa. En réalité, un meilleur

résultat est obtenu aux alentours de 55-60 MPa. On a aussi été remarqué que le coefficient m a peu d'effet sur la forme globale de la particule ; on observe surtout une oscillation locale du contour de celle-ci.

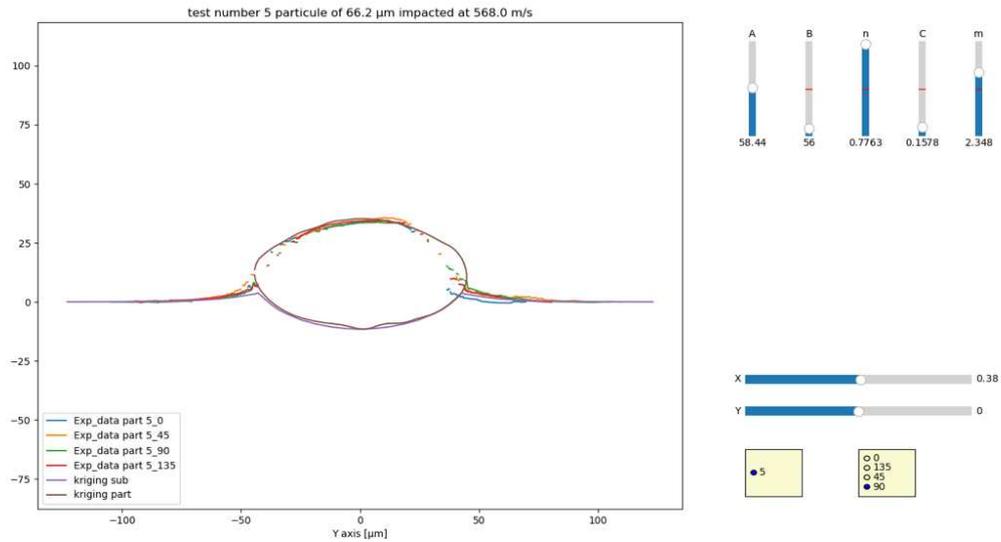


Figure 22 : Interpolation par Krigeage d'une splat issue d'une particule de 66,2 µm impacté à 568 m.s⁻¹.

Concernant le cratère, comme pour la splat, l'adaptation des coefficients n'a pas permis d'obtenir un ajustement satisfaisant. Le meilleur jeu de paramètres, illustré à la Figure 23, malgré un réajustement du coefficient B par rapport à la valeur de référence pour ce diamètre de particule, ne permet pas d'obtenir la même largeur de cratère que celle observée expérimentalement.

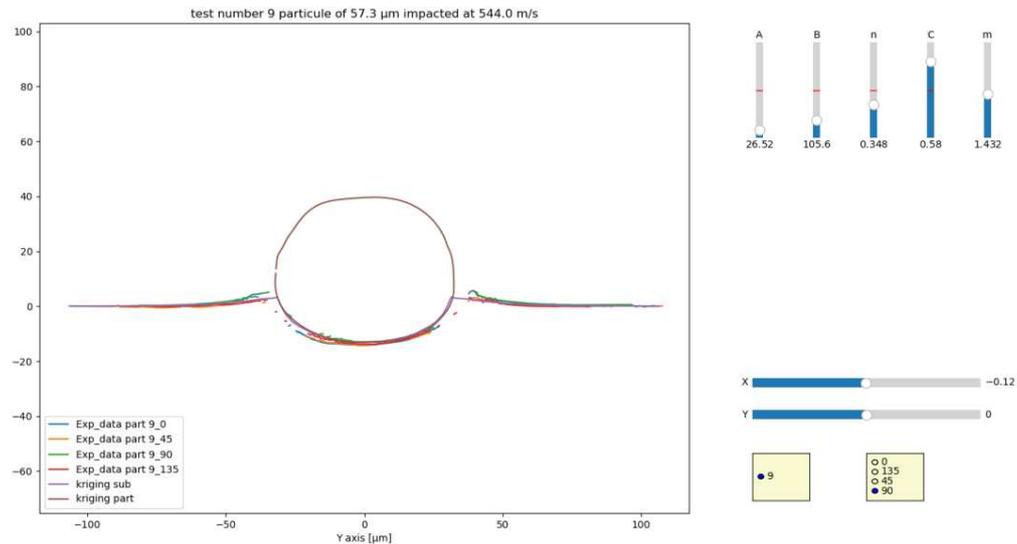


Figure 23 : Ajustement par Krigeage d'un cratère issu d'une particule de diamètre 57,3 µm et de vitesse d'impact de 544 m.s⁻¹.

L'optimisation à partir de ce jeu de données issu de la première caractérisation du substrat ne convient pas pour caractériser les particules de poudres.

Optimisation avec le deuxième jeu de paramètres du substrat :

Le deuxième jeu de coefficients du substrat est donc exploité. Dans le cas de la splat, la morphologie expérimentale a pu être reproduite numériquement, comme le montre la Figure 24. Malgré les efforts déployés pour conserver les résultats de caractérisation du chapitre 3, le manque d'essais conduit à une caractérisation incomplète, ou moins fiable que nécessaire pour cette étape de caractérisation. Ainsi, les coefficients A et B obtenus avec les résultats du chapitre 3 ont dû être légèrement augmentés autour de la valeur trouvée. Une caractérisation plus complète, comme discuté dans les perspectives du chapitre 3, améliorerait également les résultats de cette partie.

Le coefficient n est également proche des résultats de l'étude statique, de l'ordre de 0,7. Les coefficients C et m ont, cette fois-ci, un effet important sur la morphologie de la splat numérique. Le premier modifie essentiellement le taux d'écrasement (le rapport largeur sur hauteur) et le deuxième affecte plutôt l'enfoncement de la particule dans le substrat. Cela est dû à la température qui augmente uniquement dans la zone de contact, comme on peut le voir dans la simulation présentée à la Figure 25. La sensibilité à l'adoucissement thermique est accrue pour des valeurs élevées de m , ce qui diminue la résistance mécanique en dynamique de la particule soumise à une augmentation de la température. Ainsi, plus m augmente, plus la particule s'adoucit et moins elle s'enfonce dans le substrat car la quantité d'énergie cinétique est fixée par les conditions d'impact (masse et vitesse). La répartition entre les déformations des particules et du substrat est fonction des propriétés mécaniques des deux matériaux, et l'augmentation de m conduit à une diminution globale de la résistance mécanique de la particule et une augmentation de sa ductilité et ténacité.

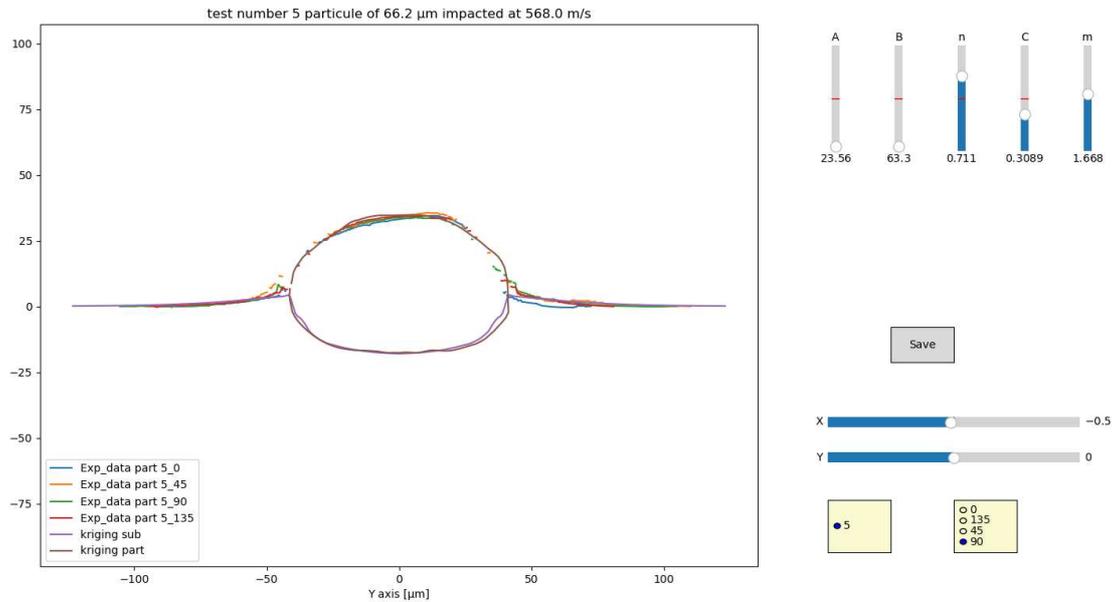


Figure 24 : Ajustement par Krigeage de la splat avec le second jeu de paramètres du substrat

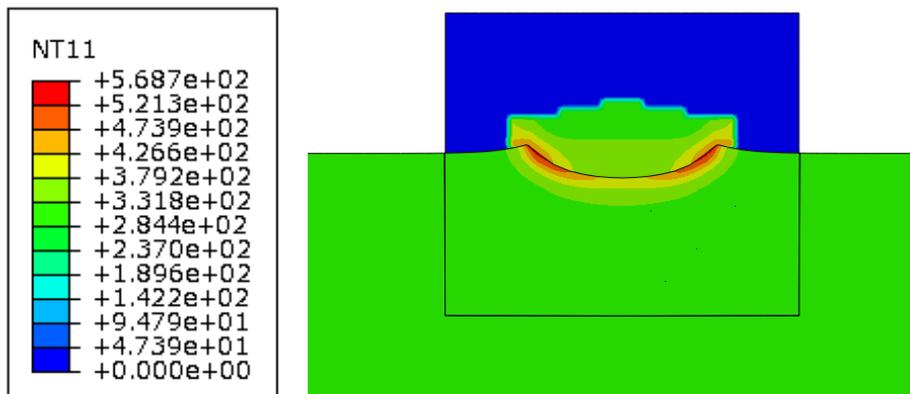


Figure 25 : Champ de température en K à la déformation maximale dans une coupe sur le plan XZ

L'ajustement pour le cas du cratère est également fortement amélioré avec le deuxième jeu de paramètres pour le substrat. Cette fois, l'optimisation par Krigeage permet de superposer les cratères numérique et expérimental dans la Figure 26. Pour arriver à cela, le coefficient B issu des essais quasi-statiques a cependant dû être légèrement augmenté jusqu'à 80 MPa. Le coefficient n se situe dans la plage prévue par la caractérisation statique.

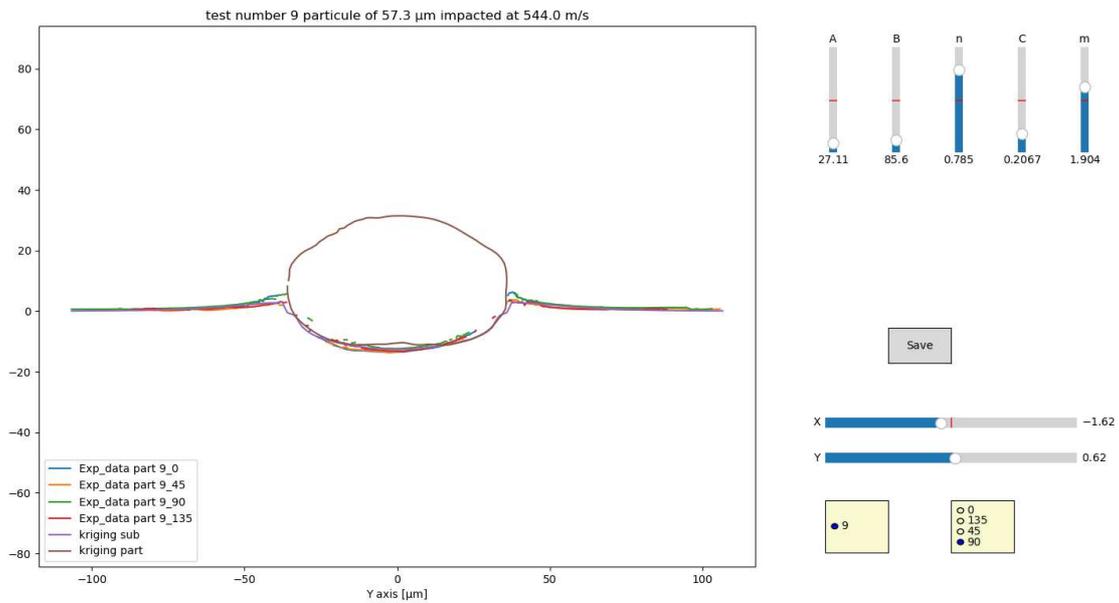


Figure 26 : Ajustement par Krigeage du cratère, avec le deuxième jeu de paramètres du substrat

3.3.2.3. Caractérisation des poudres d'alliage d'aluminium

La même démarche utilisée pour la poudre de 1070 40-B5 est appliquée ici à la poudre 2024-40 B5. En premier lieu, une relation entre coefficients de JC statiques et le diamètre des particules est établie par une interpolation, cette fois-ci linéaire. Ceci est montré à la Figure 27 ; les points repérés en rouge ne sont pas pris en compte, car l'ajustement dans l'étude statique était douteux. L'incertitude sur l'interpolation linéaire concernant le coefficient n est trop forte pour que celle-ci soit utilisée.

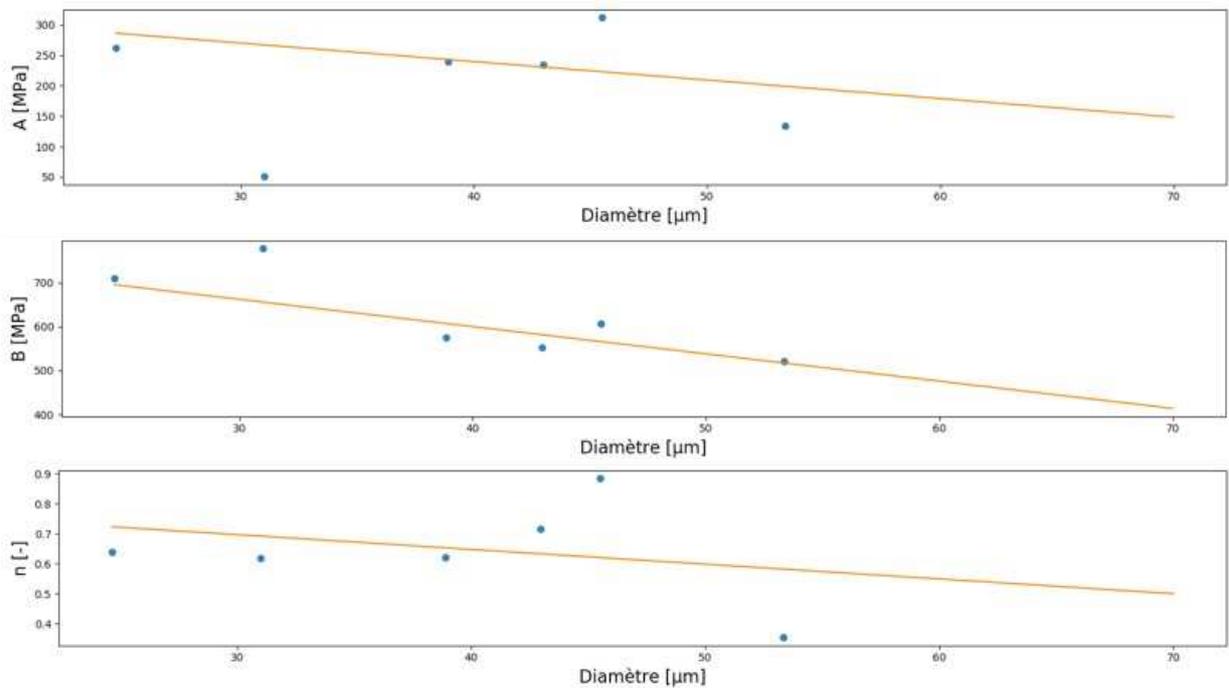


Figure 27 : Interpolation des paramètres statiques de JC pour la poudre 2024-40 B5.

La Figure 28 montre un exemple d'ajustement des paramètres JC par Krigeage pour une particule de diamètre 40,5 μm et une vitesse d'impact de 454 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$. La particule se déforme très peu dans ces conditions.

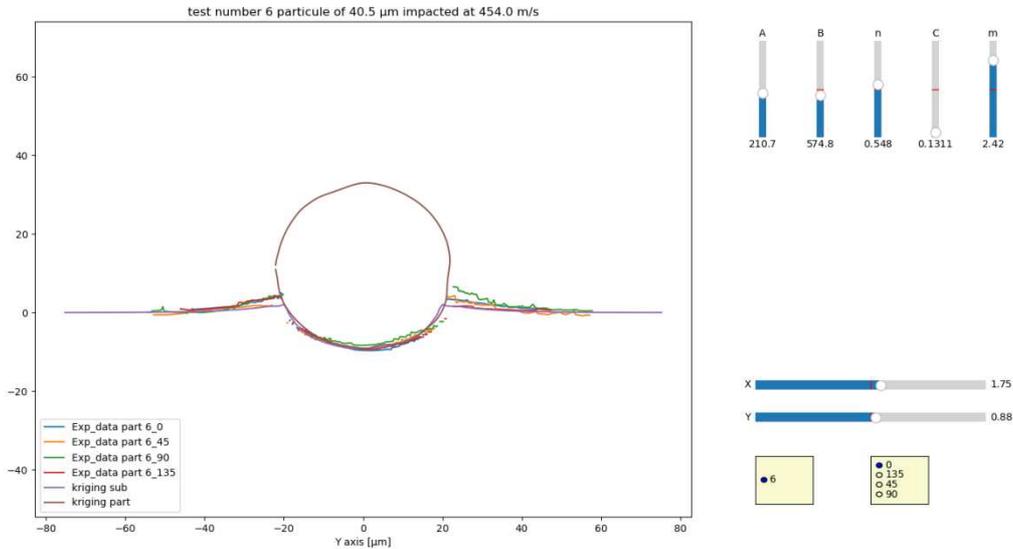


Figure 28 : Exemple d'ajustement des paramètres matériaux pour une particule de 2024 40-B5 de diamètre 40.5 μm et une vitesse d'impact de 454 $\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$

Pour obtenir la même largeur de cratère, on a dû diminuer légèrement les valeurs de A et B par rapport aux valeurs interpolées (de 236 à 210 MPa pour A et de 587 à 575 MPa pour B). La sensibilité de la forme des particules aux variations de A , B et n est assez faible ; dans tous les cas elles se déforment peu. En revanche ses variations exercent une influence marquée sur l'enfoncement de la particule dans le substrat. Le coefficient C est le paramètre qui affecte le plus la largeur de la splat, et, donc celle du cratère dans notre cas. Le coefficient m n'a pas d'effet sur la morphologie de la splat et du substrat, sauf dans les cas extrêmes où le modèle de Krigeage conduit à de l'extrapolation, ce qui met en doute la qualité du modèle et n'est pas cohérent avec les résultats Abaqus. Un exemple de ce comportement est présenté sur la Figure 29. Ici, le coefficient m doit être proche du minimum pour que la bonne largeur de cratère puisse être obtenue. Les valeurs de tous les autres coefficients sont également diminuées pour obtenir un minimum de déformation de la particule, nécessaire pour arriver à la bonne largeur du cratère. Malgré tous ces efforts, la restitution numérique de l'essai n'est pas très satisfaisante, notamment pour ce qui concerne l'enfoncement de la particule qui est inférieur à la valeur mesurée expérimentalement.

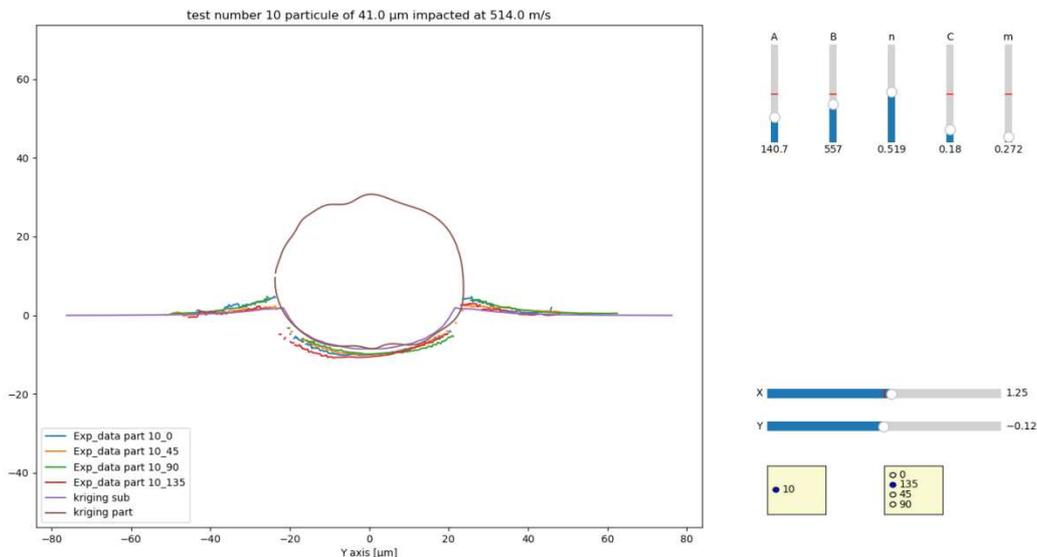


Figure 29 : Ajustement d'un cratère issu d'un impact à 514 m.s^{-1} d'une particule de $41 \mu\text{m}$

3.4. Limites de la méthode

Plusieurs limitations de la méthode mise en place dans ce chapitre ont pu être repérées. La première relève sûrement de la caractérisation du substrat. En effet, le choix d'utiliser un substrat ductile avec un comportement mécanique proche de celui des particules implique que le choix des paramètres matériau du substrat affecte fortement les résultats de caractérisation de la particule. Malgré la caractérisation du substrat mise en place avec les essais LASHPOL en utilisant une poudre de carbure de tungstène, différents jeux de paramètres apparaissent pouvoir reproduire les mêmes morphologies de cratère. C'est pourquoi une étude s'appuyant sur différentes vitesses d'impact limiterait le nombre de jeux possibles, et permettrait de tendre vers la convergence des résultats. Le choix du substrat receveur peut aussi être considéré comme une modification de l'essai. Dans le cas de l'étude d'Hassani [4], le substrat est en saphir pour ne présenter aucune déformation à l'impact. Bien que cela soit un réel avantage pour la caractérisation, l'inconvénient est que l'on s'éloigne des conditions réelles du procédé, et que l'on doit augmenter plus fortement la vitesse d'impact pour obtenir l'adhésion des particules. C'est donc ici un arbitrage entre la nécessité de devoir caractériser le substrat à chaque nouvelle application (combinaison substrat/dépôts) et travailler dans des fenêtres différentes du procédé, et donc s'éloigner de la simulation expérimentale du procédé.

La deuxième limitation concerne la nature manuelle de l'opération d'ajustement. La solution réputée comme étant la meilleure par l'opérateur est donc, par définition, arbitraire, et il est possible qu'elle ne soit ni la seule ni la meilleure des optimisations possibles. Ce défaut est accentué par l'incertitude du modèle de Krigage sur le résultat final, notamment sur les

résultats de la poudre A 2024 40-B5 où une différence est observée entre la prédiction du modèle et les résultats Abaqus.

En faisant cette caractérisation en deux étapes, via les essais de micro-compression puis LASHPOL, on observe une dépendance de la qualité de la première étape sur les résultats de la seconde. En opérant une caractérisation statique plus complète des poudres, comme indiqué dans les perceptives du chapitre 3, la qualité de la caractérisation sera encore améliorée.

4. Analyse des résultats

L'ajustement des paramètres JC par l'outil manuel mène à différentes combinaisons, plus ou moins proches, permettant d'obtenir une correspondance acceptable entre les résultats numériques et les résultats expérimentaux. Le fait que l'outil ne soit pas automatique empêche la réalisation de la même étude de recherche d'unicité des résultats du chapitre précédent. Conserver toutes les optimisations satisfaisantes des treize essais étudiés sur la poudre A 1070 40-B5 conduirait à un nombre très important de résultats d'optimisation qu'il ne serait pas pertinent de présenter ici en détails. L'objectif de cette partie est de considérer l'ensemble des résultats obtenus pour chaque poudre afin d'en dégager des tendances.

4.1. Poudres d'aluminium pur

L'ensemble des optimisations réalisées sur la poudre A 1070 40-B5 est présenté sur la Figure 30. Ce type de graphique, tracé via des axes parallèles, est réalisé avec la bibliothèque Python Seaborn ; il permet de représenter un grand nombre de paramètres et de données simultanément. Chaque axe vertical représente un paramètre. Les lignes bleues correspondent aux différents essais LASHPOL réalisés. Le premier axe à gauche indique si la particule a adhéré ou pas, le deuxième le diamètre initial de la particule, le troisième la vitesse mesurée et les axes restants correspondent aux paramètres de JC.

Pour certains essais, plusieurs optimisations par essai LASHPOL ont été réalisées. Ceci donne lieu à des d'embranchements pour certaines lignes.

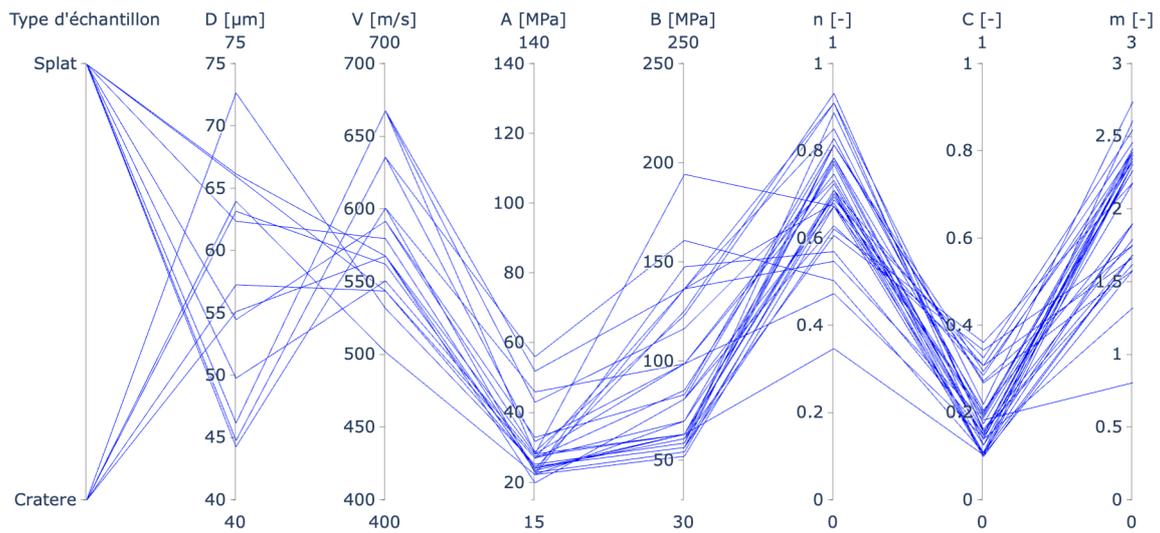


Figure 30 : Graphique à axes parallèles des valeurs expérimentales et des coefficients de JC pour la poudre A 1070-40

B5

Le lien entre adhésion de particule et le couple diamètre et vitesse d'impact n'est pas évident. On voit directement que les particules de plus petit diamètre et les plus rapides ont adhéré, alors que le cas opposé des particules plus grosses et plus lentes conduit à une non-adhésion au substrat ; les cas se situant entre ces deux situations extrêmes ne sont pas clairement interprétables. Ces résultats étaient également visibles sur la Figure 11. En effet, dans les valeurs les plus moyennes du couple vitesse / diamètre il n'y a pas confirmation de la tendance. Par exemple, une particule de 66 µm impactant à 544 m.s⁻¹ adhère alors qu'une particule de 57,3 µm et impactant à la même vitesse rebondit. Il est probable que d'autres facteurs, qui n'ont pas été contrôlés ni étudiés ici, comme par exemple l'épaisseur de la couche d'oxyde [16], soient responsables de cette superposition des groupes de splat qui ont adhéré et de celle qui ont rebondi. Il n'est donc pas possible d'exprimer de façon univoque une valeur critique pour la vitesse. Il apparaît clairement, néanmoins, que les particules ayant une vitesse inférieure à environ 500 m.s⁻¹ n'ont pas assez d'énergie cinétique pour adhérer. Pour des vitesses croissantes, au-dessus de cette valeur, la probabilité d'adhésion augmente. Le nombre d'essais réalisés n'est pas suffisant pour établir une loi probabiliste exprimant l'adhésion en fonction de la vitesse d'impact.

La vitesse critique est un critère souvent utilisé en *Cold Spray*, qui donne une vitesse d'adhésion pour un couple poudre/ substrat. Bien que ce concept soit séduisant et qu'il permette, en théorie, de s'assurer d'avoir un bon rendement de projection si cette vitesse est dépassée, la réalité est plus complexe. Nos résultats montrent ici qu'une telle vitesse-seuil n'existe pas pratiquement pour une poudre. Il faut à minima prendre en compte le diamètre de la particule et, même avec cette condition une variabilité de comportements est observée. Ce qui joue également un rôle

de premier plan, et qui est au cœur de ce travail, c'est l'hétérogénéité des propriétés mécaniques des particules au sein d'un même lot de poudre.

On observe une grande dispersion des résultats ; pour essayer d'en dégager une tendance, on essaie d'appliquer des filtres sur l'ensemble des résultats par poudres au travers des différents jeux de coefficients identifiés par essais. La « multi-optimisation » qui a été réalisée a introduit une grande variabilité des résultats, qui est en partie artificielle. On cherche donc à appliquer un filtre pour tous les coefficients ajustés, le plus restreint possible, c'est-à-dire avec les valeurs minimum et maximum les plus proches, mais fonctionnant avec tous les essais. En appliquant un filtre sur n compris entre 0,6 et 0,9, sur C entre 0,1 et 0,3 et sur m entre 1,5 et 2,5, on obtient la Figure 31 dans laquelle les filtres sont tracés en rose et les optimisations filtrés en gris transparent. Avec ces filtres, toutes les particules impactantes, adhérentes ou non, ont toutes une optimisation comprise entre les bornes, à l'exception de la particule de diamètre 44,8 μm qui présente une forme elliptique.

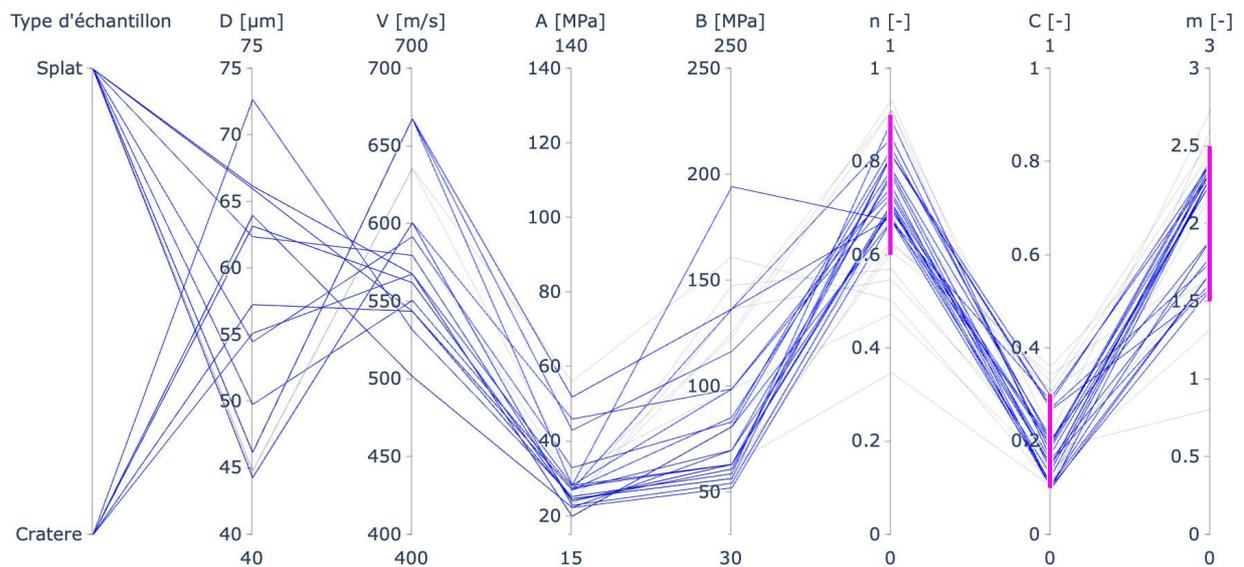


Figure 31 : Graphique à axes parallèles des données numériques et expérimentales avec des filtres réduisant la plage des coefficients n , C et m possibles.

À partir de ces filtres, il est raisonnable de valider que les coefficients A et B restent définis selon le diamètre et que les coefficients n , C et m sont définis des bornes probabilistes. Par conséquent, caractériser tout un lot de poudres par un seul jeu de paramètres matériau ne serait pas en accord avec la réalité du comportement des poudres. Plus de résultats permettraient d'effectuer des statistiques et de déterminer les profils de distribution de la valeur des coefficients bornés.

4.2. Poudre d'alliage d'aluminium

Les optimisations réalisées sur les particules de poudre 2024 40-B5 ont également été représentées par un graphique à axes parallèles, sur la Figure 32. Cette fois, le paramètre m a été délibérément exclu car il n'a presque pas d'effet sur la morphologie de la splat et du substrat. Il apparaît que les particules, au moins pour les vitesses et les tailles étudiées ici, se déforment très peu. Ainsi, le cas du 2024 n'est pas très différent de celui du carbure de tungstène, où les particules sont beaucoup plus dures et où c'est presque exclusivement le substrat qui se déforme. Ici, toutes les particules ont rebondi du substrat. Aucune particule n'a pu être projetée au-delà de $600 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, ce qui aurait sans doute permis plus de déformation et l'adhésion des particules.

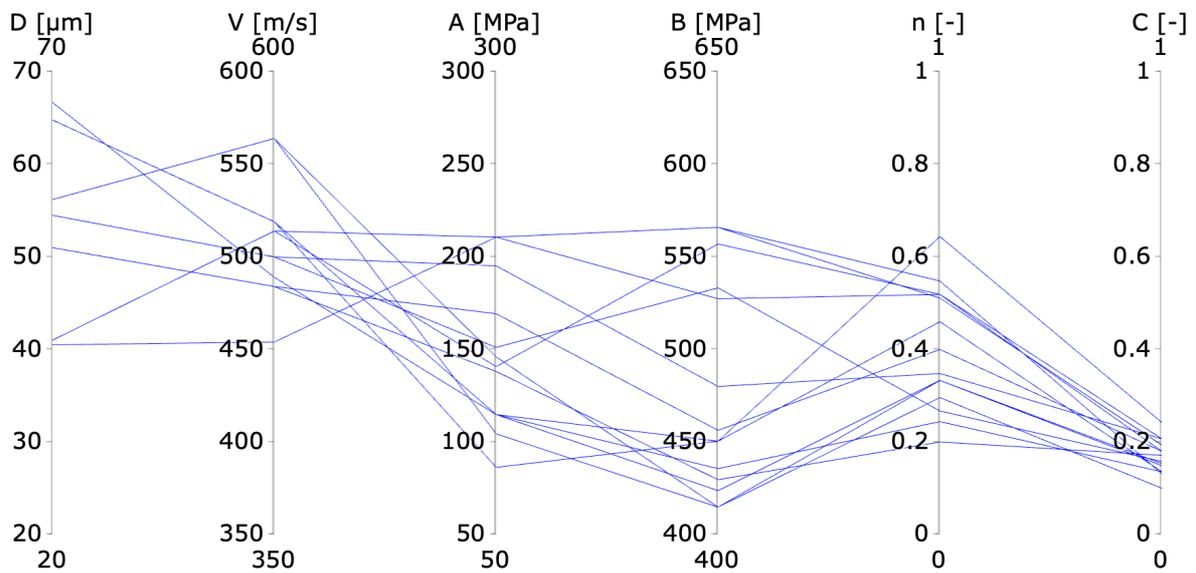


Figure 32 : Graphique à axes parallèles des valeurs expérimentales et numériques des essais réalisés sur la poudre de 2024 40-B5

Sur l'ensemble des optimisations explorées, les valeurs de n sont très dispersées. Des filtres sont appliqués (sur n entre 0,33 et 0,55 et sur C entre 0,13 et 0,23) pour la recherche d'un jeu de coefficients unique pour n et C . Ces valeurs ont été choisies de façon à avoir au moins une optimisation par essai qui passe dans ces plages. Le résultat est visible sur la Figure 33.

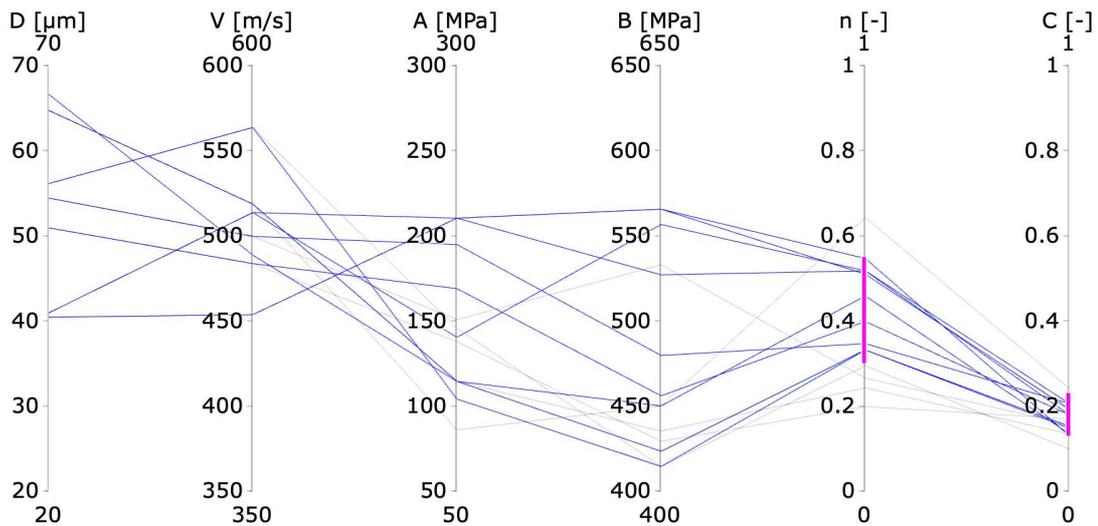


Figure 33 : Graphique à axes parallèles des valeurs expérimentales et numériques des essais réalisés sur la poudre 2024 40-B5 avec des filtres réduisant la plage des coefficients n et C possibles.

Au vu de ces résultats, il serait intéressant de conduire de nouveau des simulations d'impact par éléments finis avec le meilleur jeu de données du substrat ; ceci pourrait permettre de réaliser des ajustements de paramètres plus fiables et, peut-être, plus resserrés.

5. Conclusion et perspectives

Ce chapitre présente la méthode de caractérisation dynamique de poudres par un impact unitaire de particule, nommé LASHPOL, de l'anglais « LAsER SHock POWder Launcher ». La méthode expérimentale développée permet d'accélérer une seule particule à des vitesses typiques du procédé *Cold Spray*, de mesurer cette vitesse et, ensuite, d'analyser la particule déformée (ou le cratère laissé par son impact si elle a rebondi). Un jumeau numérique de l'essai a été réalisé par éléments finis, afin de compléter ce qui avait été commencé au chapitre 3, c'est-à-dire l'ajustement des paramètres de la loi de comportement de Johnson-Cook par méthode inverse, en comparant les déformations après impact numérique et expérimental. L'optimisation des paramètres a été faite par l'intermédiaire d'un méta-modèle de Krigeage, après son entraînement sur une base de données constituée par environ 270 simulations par éléments finis, ce qui correspond à une semaine de calcul sur quatre cœurs. Le modèle est ensuite capable de prédire la morphologie des splats et du substrat déformé, en fonction des conditions expérimentales (vitesse et diamètre de la particule) et du jeu de paramètres de Johnson-Cook choisi à l'intérieur de l'espace d'entraînement en moins de 200 ms. Pour un seul calcul, cela représente une accélération de près de 90 000 par rapport à un calcul d'impact Abaqus. L'exploitation de ce modèle est faite avec un outil Python interactif, développé pour permettre

à l'opérateur de suivre en ligne l'effet produit par un changement de paramètres, et de réaliser ainsi une optimisation « manuelle » du jeu de paramètres.

Le substrat a d'abord été caractérisé avec cette méthode en utilisant des particules de carbure de tungstène comme projectiles.

La caractérisation des poudres d'aluminium pures et alliées montre que les coefficients n , C et m (pour l'aluminium pur) peuvent être dans une bande restreinte coefficients. Nous avons également observé une tendance à la diminution des paramètres A et B en fonction du diamètre. Cela apparaît comme une hétérogénéité de comportement mécaniques des particules. Il est classique de réaliser des moyennes lors de caractérisation de matériaux ou alors de choisir les valeurs les plus faibles dans le cas d'un dimensionnement de pièces critique. Pour le cas du *Cold Spray*, on peut se poser la question de pourquoi ne pas voir les poudres comme elles sont : hétérogènes. C'est une vision plus proche du procédé d'atomisation des poudres qui est par nature aléatoire et donc la taille, les conditions de refroidissement conduisent à des propriétés microstructurales variables qui font à leurs tours conduire à des propriétés mécaniques variables pour chaque particule. Ainsi dans le cas d'une simulation d'impact multi particule, le modèle matériaux serait fonction du diamètre et une part d'aléatoire serait ajouter pour rendre compte de l'hétérogénéité des propriétés mécaniques.

Les perspectives de cette méthode sont nombreuses. En premier lieu, il serait intéressant d'augmenter le nombre d'essais réalisés, pour augmenter la fiabilité des résultats et pouvoir réaliser une étude statistique. En second lieu, il serait souhaitable de pouvoir réaliser des essais à des vitesses d'impact supérieures, notamment pour pouvoir mieux caractériser le comportement des alliages d'aluminium. Pour y arriver, il faudrait développer un nouveau lanceur, capable de résister à une énergie laser plus importante, ou bien capable de mieux accélérer les particules. C'est sans doute un des leviers les plus importants pour développer la méthode ; de nombreuses perceptives s'ouvriraient alors. La liste des perceptives et améliorations du banc sont :

- La réalisation d'essais en température : préchauffer la particule et/ou le substrat avant l'essai permettrait de se rapprocher d'avantage des conditions thermodynamiques associées au *Cold Spray*, et d'affiner la caractérisation, notamment concernant l'adoucissement thermique.
- Essais avec d'autres matériaux : le banc étant utilisable avec d'autres matériaux, il serait intéressant de réaliser la caractérisation d'autres poudres métalliques, mais aussi céramiques ou en polymère. En faisant varier le substrat de réception, sans oublier de le caractériser, on pourrait étudier toute combinaison dépôt/substrats en

réalisant des échantillons de splats sur substrat en connaissant les conditions d'impacts.

- Essais avec différents angles d'impact : le banc a été conçu pour pouvoir faire varier l'angle d'impact, et donc d'en étudier les effets sur l'adhésion. Cette étude n'a pas pu être réalisée par manque de temps, mais le banc est un bon outil expérimental pour ce faire.
- Automatisation de la préparation des échantillons : le plus couteux en temps dans la réalisation des essais réside dans la préparation des échantillons, notamment la pose de la particule, la mesure de son diamètre et l'alignement avec le laser de choc. Avec le développement important dans le domaine des micro-pompes, notamment pour le MBJ (*Metal Binder Jetting*) ou pour les produits pharmaceutiques utilisant des micro-pompes ferro-magnétique, déposer une microgoutte de solution contenant une seule particule de poudre sur le lanceur serait envisageable. Si l'on est capable de déposer une particule toujours aux mêmes endroits (à 1mm près), il serait assez facile d'automatiser le reste du procédé et les essais, et donc de proposer un excellent outil pour le choix des poudres, du traitement thermique ou autres adaptations des poudres au *Cold Spray*
- Automatisation du schéma numérique : toutes les briques nécessaires à l'automatisation de la caractérisation numérique de la poudre ont été mises en place. Moyennant un minimum d'effort pour connecter ces briques, tout le schéma peut être automatisé, en particulier l'apprentissage de l'algorithme pour une poudre déterminée, suivie par la caractérisation par LASHPOL.

6. Références bibliographiques

-
- [1] P. R. Sreenivasan and S. K. Ray, "Mechanical Testing at High Strain Rates," in *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*, Elsevier, 2001, pp. 5269–5271.
- [2] Q. Wang, N. Ma, M. Takahashi, X. Luo, and C. Li, "Development of a material model for predicting extreme deformation and grain refinement during cold spraying," *Acta Mater.*, vol. 199, pp. 326–339, Oct. 2020, doi: 10.1016/j.actamat.2020.08.052.
- [3] S. Barradas *et al.*, "Laser shock flier impact simulation of particle-substrate interactions in cold spray," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 16, no. 4, pp. 548–556, 2007, doi: 10.1007/s11666-007-9069-9.
- [4] M. Hassani-Gangaraj, D. Veysset, K. A. Nelson, and C. A. Schuh, "In-situ observations of single micro-particle impact bonding," *Scr. Mater.*, vol. 145, pp. 9–13, 2018, doi: 10.1016/j.scriptamat.2017.09.042.

- [5] M. Bunel, “Influence du traitement thermique des poudres sur le dépôt sur projection dynamique par gaz froid (‘ cold spray ’) d ’ alliage d ’ aluminium 2024 pour la fabrication additive To cite this version : HAL Id : tel-03153254 Préparée à MINES ParisTech Influenc,” 2020.
- [6] M. P. Groover, *Fundamentals of Modern Manufacturing*, 4th Edition. JOHN WILEY & SONS, 2010.
- [7] A. Kurlov and A. Gusev, *Tungsten Carbides: Structure, Properties and Application in Hardmetals*, vol. 184. 2013.
- [8] S. Weiller, “Etude de la relation entre porosité et étanchéité à l’ultra-vide de dépôts à base d’aluminium obtenus par projection dynamique par gaz froid (‘cold spray’),” Thèse publiée enS 2021.
- [9] S. Weiller and F. Delloro, “A numerical study of pore formation mechanisms in aluminium cold spray coatings,” *Addit. Manuf.*, vol. 60, no. PA, p. 103193, 2022, doi: 10.1016/j.addma.2022.103193.
- [10] “Engineering toolbox - Friction coefficient.” https://www.engineeringtoolbox.com/friction-coefficients-d_778.html (accessed Nov. 12, 2021).
- [11] Q. Wang, N. Birbilis, and M. X. Zhang, “Interfacial structure between particles in an aluminum deposit produced by cold spray,” *Mater. Lett.*, vol. 65, no. 11, pp. 1576–1578, Jun. 2011, doi: 10.1016/j.matlet.2011.03.035.
- [12] H. Assadi, F. Gärtner, T. Stoltenhoff, and H. Kreye, “Bonding mechanism in cold gas spraying,” *Acta Mater.*, vol. 51, no. 15, pp. 4379–4394, Sep. 2003, doi: 10.1016/S1359-6454(03)00274-X.
- [13] G. Bae, Y. Xiong, S. Kumar, K. Kang, and C. Lee, “General aspects of interface bonding in kinetic sprayed coatings,” *Acta Mater.*, vol. 56, no. 17, pp. 4858–4868, Oct. 2008, doi: 10.1016/j.actamat.2008.06.003.
- [14] S. Weiller, F. Delloro, P. Lomonaco, M. Jeandin, and C. Garion, “A finite elements study on porosity creation mechanisms in cold sprayed coatings,” *Key Eng. Mater.*, vol. 813 KEM, pp. 358–363, 2019, doi: 10.4028/www.scientific.net/KEM.813.358.
- [15] S. Community, “Scipy documentation savgol_filter.” https://docs.scipy.org/doc/scipy/reference/generated/scipy.signal.savgol_filter.html (accessed Mar. 05, 2022).
- [16] Y. Ichikawa and K. Ogawa, “Effect of Substrate Surface Oxide Film Thickness on Deposition Behavior and Deposition Efficiency in the Cold Spray Process,” *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 24, no. 7, pp. 1269–1276, 2015, doi: 10.1007/s11666-015-0299-y.

CHAPITRE 5. ETUDE DES CARACTERISTIQUES INTRINSEQUES DES POUDRES D'ALUMINIUM

Table des matières

1. Introduction.....	164
2. Poudres d'aluminium pur.....	165
2.1. Diffraction des électrons rétrodiffusés.....	165
2.1.1. Résultats	165
2.1.1.1. Al 1070-40 B5	166
2.1.1.2. Al 10-60 UPS.....	169
2.1.2. Comparaison des deux poudres	170
2.1.3. Conclusion	171
2.2. Diffraction aux rayons X	172
2.2.1. Résultats	172
2.2.2. Conclusion	176
2.3. Nano-indentation	177
2.3.1. Résultats	177
2.3.1.1. 10-60 UPS.....	177
2.3.1.2. A 1070 40 B5	178
2.3.2. Analyse	179
2.3.2.1. Poudre A 1070 40-B5	180
2.3.2.2. Poudre 10-60 UPS	185
2.3.2.3. Comparaison A 1070 40-B5 et 10-60 UPS	187
2.3.3. Pop-in.....	189
2.3.3.1. Al 1070 40-B5	191
2.3.3.2. 10-60 UPS.....	193
2.3.3.3. Comparaison des poudres.....	193
2.3.4. Conclusion	195
2.4. Conclusion aluminium pur.....	196
3. Poudres d'alliages d'aluminium	196
3.1. Diffraction des électrons rétrodiffusés.....	196
3.1.1. Résultats	197
3.1.2. Analyse	199
3.1.3. Conclusion	200
3.2. Diffraction aux rayons X	200
3.2.1. Résultats	200
3.2.2. Discussion et conclusion.....	203
3.3. Nanoindentation	204
3.3.1. Résultats	204
3.3.2. Analyse	204
3.3.2.1. A 2024 40-A5.....	206
3.3.2.2. A 2024 40-B5.....	209
3.3.2.3. Comparaison des matériaux	212
3.3.3. Conclusion	214
3.4. Essais échelle fine.....	215
3.4.1. Observations au MEB	216
3.4.2. MET.....	216
3.4.1. DRX	218

3.4.2.	Conclusion	220
3.5.	Conclusion des poudres d'alliages.....	220
4.	Conclusion et perspectives	221
4.1.	Conclusion	221
4.2.	Perspectives	222
5.	Références bibliographiques :	223

1. Introduction

La caractérisation mécanique des poudres, dont les résultats sont rapportés dans les chapitres précédents, montre que le comportement en régime statique et dynamique de celles-ci est différent de celui du matériau massif de même composition. L'origine de cette différence s'explique par des différences microstructurales qui trouvent leur cause dans l'histoire thermique et mécanique imposée par le procédé de fabrication. L'objectif de ce chapitre est d'identifier l'origine des différences de comportement mécanique des poudres en mettant en œuvre des moyens de caractérisation microstructurale et micromécanique appropriés et de relier les analyses et observations qui en résultent au procédé de fabrication. Les méthodes utilisées sont les suivantes : diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD), diffraction des rayons X (DRX), microscopie à transmission (MET) et la nanoindentation pour une caractérisation mécanique fine des particules de poudres.

Les poudres étudiées sont fabriquées par atomisation. Ce procédé consiste à pulvériser un matériau fondu, à l'aide d'un gaz sous pression, les microgouttelettes alors formées vont rapidement refroidir dans le flux de gaz, puis se solidifier. Les vitesses de refroidissement sont très fortes et peuvent atteindre 10^6 K.s^{-1} [1], intégrant donc le régime de la solidification rapide. En sortie d'atomisation, la distribution des particules de poudre se présentent dans une large gamme granulométrique (20 nm à 120 μm). De plus, la plage granulométrique peut être resserrée à l'aide d'un cyclone séparateur pour mieux correspondre à l'application visée ; une classification en tailles est alors réalisée en sortie d'atomisation. Le procédé et la classification sont présentés dans le chapitre 1.

L'étude des poudres atomisées est un champ de recherche qui fait partie du domaine de la Métallurgie des Poudres. Cependant, dans les procédés de Compression Isostatique à Chaud (CIP), l'aluminium est peu utilisé, car il est plus facilement mis en forme par fonderie. En revanche, en *Cold Spray* l'aluminium et ses alliages sont largement employés [2]. Dû aux faibles rendements obtenus par la projection des certains alliages, des études portant sur les traitements thermiques des poudres ont été réalisées, dans le but d'améliorer la déformabilité des particules et, donc, le rendement de projection et les propriétés des dépôts. A.Sabard à réalisés des études sur l'évolution de la microstructure des poudres par traitement thermique

[3], [4] sur alliages d'aluminium 6061 et 7075 par analyse diffractions des électrons rétrodiffusés. Des essais de *Cold Spray* ont permis de relier les microstructures à leurs performances en projection. Des études par DRX ont été réalisées sur les poudres d'aluminium [5] pour en détecter les phases en présences de celles-ci.

La nano-indentation a été utilisée dans de nombreuses études, comme le montre l'état de l'art proposé en [6], pour évaluer les propriétés mécaniques locales des matériaux. Les essais sur poudres sont plus récents et limités aux procédés de type CIP ou autres procédés de fabrication additive.

2. Poudres d'aluminium pur

Les caractéristiques microstructurales des poudres d'aluminium pur fabriquées par Toyal et Toyo Japan sont étudiées dans cette partie.

2.1. Diffraction des électrons rétrodiffusés

La diffraction des électrons rétrodiffusés permet d'avoir accès à l'orientation cristalline des grains du matériau, et in fine à sa texture. Dans le contexte du *Cold Spray*, la taille des grains des particules de poudre, leurs orientations et éventuellement les sous-structures sont des caractéristiques d'importances car elles ont un effet direct sur les propriétés mécaniques. Les paramètres d'acquisition EBSD et la préparation des échantillons sont décrits dans le chapitre 2. Dans la présente partie, les résultats obtenus par analyse EBSD sont décrits, puis utilisés afin de comparer la poudre de référence de l'étude mécanique 1070-40 B5 à la poudre de référence de projection 20-50 UPS, dans une variante avec une granulométrie plus large, la poudre 10-60 UPS.

2.1.1. Résultats

Les données issues de la diffraction des électrons rétrodiffusés sont analysées sous deux formes : les figures de pôle inverse (IPF dans la suite, de l'anglais « Inverse Pole Figure ») et l'indice de qualité (IQ dans la suite). Les premières permettent de visualiser l'orientation cristallographique, où chaque couleur correspond à une orientation du plan principal local par rapport au plan à la normale au plan de polissage, comme c'est une poudre il n'y a pas de direction privilégiée. Le second permet de visualiser la qualité d'indexation, et donc un contraste sombre est attaché aux défauts de la structure cristalline, qui sont évidemment moins bien cristallisés que le reste des grains. Pour effectuer des analyses EBSD sur les poudres, les particules sont d'abord dispersées dans la résine, cette dernière étant ensuite coulée dans un plot en aluminium. Après polymérisation, l'échantillon est poli miroir, ce qui est

particulièrement difficile pour l'aluminium qui est un métal tendre. Les résultats bruts sont traités avec le logiciel OIM et un filtre sur l'indice de qualité est effectué, où seulement les points avec un indice de qualité supérieur à 900 sont conservés, l'indice le plus élevé étant de l'ordre de 2500. Ainsi, la résine amorphe est supprimée des cartes de résultats. La méthode de préparation implique que les tranches analysées des particules ne sont pas nécessairement équatoriales ; il n'est donc pas possible de connaître le diamètre réel de la particule, qui sera toujours inférieur ou égal à la taille observée dans le cas d'une particule de poudre parfaitement sphérique.

2.1.1.1. Al 1070-40 B5

Cinq cartographies EBSD ont été réalisées sur la poudre Al 1070-40-B5, avec au total 19 particules observées. La Figure 1 est constituée de trois colonnes : les IPF, l'indice de qualité et la superposition des deux. Chaque ligne correspond à une cartographie réalisée sur l'échantillon.

La première colonne de la Figure 1 montre les cartographies d'IPF. Une hétérogénéité de microstructures est observée. Certaines particules de poudre sont de nature polycristalline, alors que d'autres ne contiennent qu'un nombre très limité de grains, voire un seul grain. Dans certaines particules, un gradient de couleurs est visible sans distinctions franches, due à des effets de surface créés par le polissage. Différentes tailles apparentes de particules sont observées dans les images ; cependant aucun lien n'est observé entre la microstructure et la taille de celle-ci. Il serait intéressant de multiplier les scans pour réaliser une analyse statistique et plus représentative d'un lot de poudre, ce qui n'a pas pu être réalisé par manque de disponibilités de l'équipement.

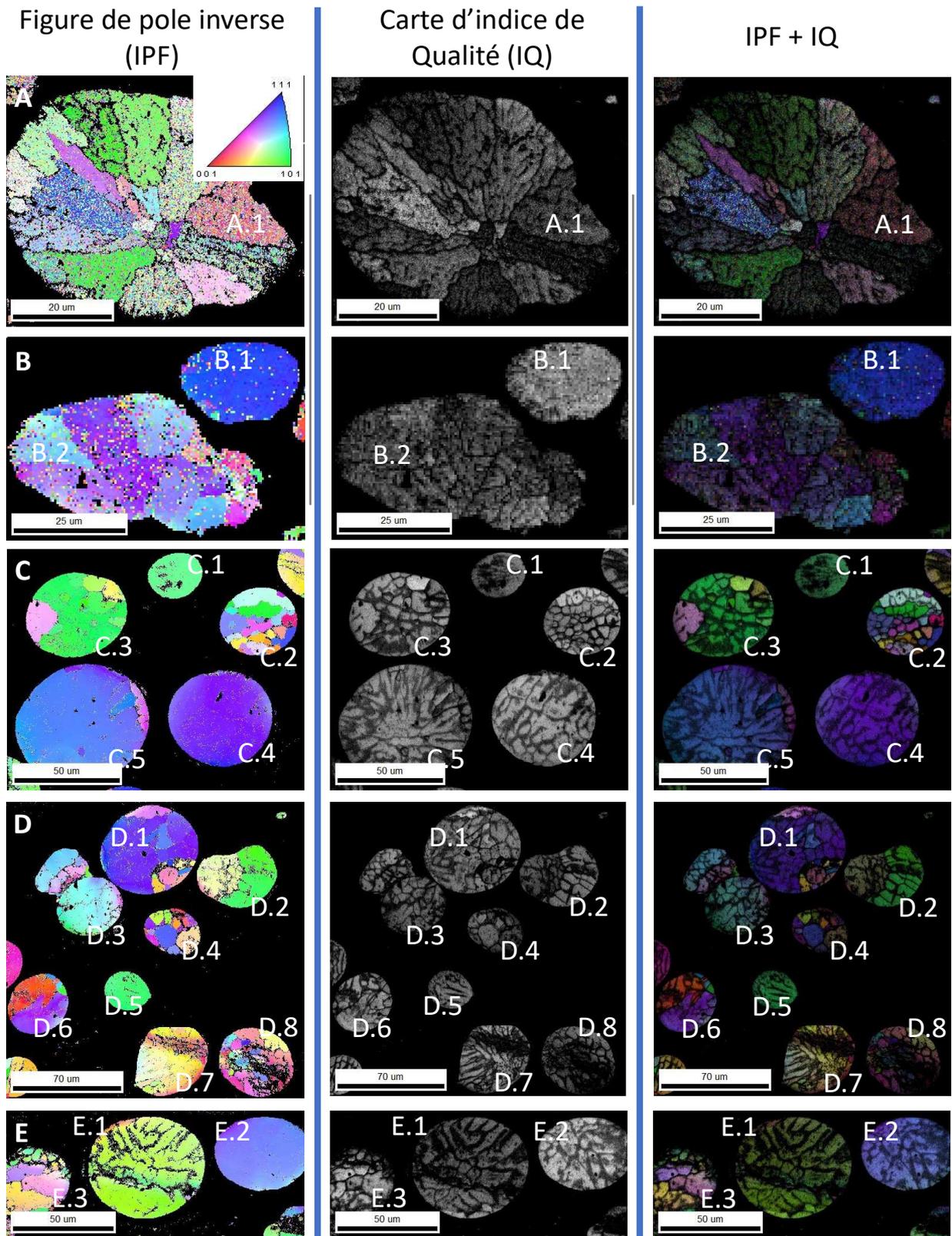


Figure 1 : Clichés EBSD de particules de 1070 40-B5. Les trois colonnes montrent, de gauche à droite : les IPF, le IQ et la superposition des deux. Chaque ligne de figures est un cliché réalisé sur une zone de l'échantillon de poudre préparé.

Les cartes d'IQ représentent par différence de niveaux de gris des zones où l'indexation est de plus ou moins bonne qualité, c'est-à-dire où la cristallinité est plus ou moins bien définie ; ainsi,

dans ces cartographies IQ les zones de défauts et de faible périodicité cristalline (joints de grains, accumulations de dislocations en sous-joints, etc.) apparaîtront en sombre, et les zones de forte cristallinité (grains) apparaîtront a contrario en clair. Dans chaque particule analysée, on observe bien, des lignes de défauts liées à des joints de grains ou des cellules formées de sous-joints, réparties de manière assez homogène dans certaines particules de poudre. Ceci intervient même dans les particules qui apparaissent monocristallines sur les cartographies IPF. La superposition des cartes IPF et IQ permet de différencier les joints de grains des cellules de sous-joints, les premiers séparant des domaines d'orientations cristallines différentes, donc de couleurs différentes pour les IPF, les deuxièmes étant internes à un même domaine cristallin dont l'IPF est monocolore. Ces cellules de sous-joints, liées à l'accumulation de dislocations, présentent une taille sensiblement constante quelle que soit la particule observée, ce qui est cohérent avec le mécanisme d'empilement de dislocations qui leur a donné naissance et qui est associé à un champ de contraintes dont le niveau détermine cette taille de cellules. Les particules les plus petites, dont la taille est de l'ordre de grandeur de la taille des cellules de sous-joints, comme C.2 et D.4, ne présentent pas de cellules. Les cellules sont également observables au MEB sur la peau des particules, comme illustré sur la Figure 2.

La particule A.1 présente une structure polycristalline centrosymétrique, et les particules C.5 et D.7 une sous-structure également orientée vers le centre. Cette microstructure orientée dans les deux cas est liée à la solidification des poudres durant le procédé d'atomisation. Un fort gradient thermique est en effet présent entre le cœur et la surface de la particule ; la solidification commence par la peau de la particule et procède vers le cœur. Cette cinétique est décrite dans [7]–[9]¹ : les fronts de solidification avancent vers le centre de la particule mais sont déstabilisés par le couple gradient thermique / vitesse de solidification, mais également par la présence d'élément d'alliage. La déstabilisation du front est à l'origine des cellules et la direction de solidification produit une microstructure orientée vers le centre. Le fait d'observer ces structures centrosymétriques seulement dans une partie des particules ne remet pas en cause la cinétique, car les observations en EBSD sont faites sur des tranches arbitraires et, statistiquement, peu de particules présentent alors une section équatoriale passant par le centre, seule configuration permettant de mettre en évidence cette symétrie.

¹ En accord avec le format de citation IEEE : [7-9] correspond à [7,8,9]

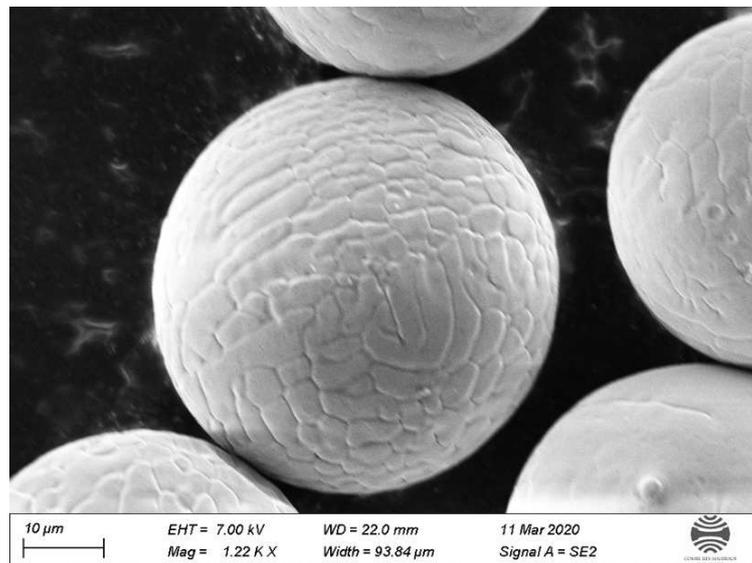


Figure 2 : Image MEB d'une particule de poudre libre Al 1070 40-B5.

2.1.1.2. Al 10-60 UPS

De la même manière que précédemment, cinq cartographies IPF et QI ont été enregistrées sur la poudre Al 10-60 UPS. La préparation et le réglage du microscope pour cette poudre de grande pureté sont encore plus délicats qu'avec la poudre précédente. Pour obtenir des clichés de diffraction EBSD corrects, les scans sont réalisés particule par particule. La Figure 3 est composée de la même façon que la Figure 1, les cartographies IPF, les QI et la superposition des deux.

Les cartographies IPF montrent une forte hétérogénéité structurale d'une particule à l'autre, qui peut passer d'un caractère polycristallin à un caractère monocristallin, le caractère polycristallin étant, sur les particules observées, d'autant plus affirmé que la particule est grosse, ce qui est thermodynamiquement satisfaisant. Cependant, le faible nombre de particules analysées ne permet pas de conforter cette tendance avec certitude.

Contrairement à la poudre Al 1070-40B5, ici les cartes IQ ne mettent pas en évidence de sous-structure particulière centrosymétrique, souvent présente dans les poudres atomisées. Ceci suggère l'absence d'un fort gradient thermique du cœur vers la surface, sans doute liée à une plus forte conductibilité thermique de cette poudre très pure.

Outre les différentes nuances de gris au sein des divers domaines polycristallins de certains grains, ainsi qu'à un contraste sombre en surface très probablement lié à un effet de bord suite à la préparation, on observe une structure monocristalline pour les tailles de particules inférieures à 10 μ m, et une structure polycristalline relativement équiaxe pour les tailles supérieures, et où les contrastes sombres sont essentiellement des joints de grains, au contraire de la poudre précédente où, en sus des joints de grains, une sous-structure cellulaire de sous-

jointe a été clairement identifiée. Le mode de solidification des grains de la poudre UPS correspond alors à un régime planaire.

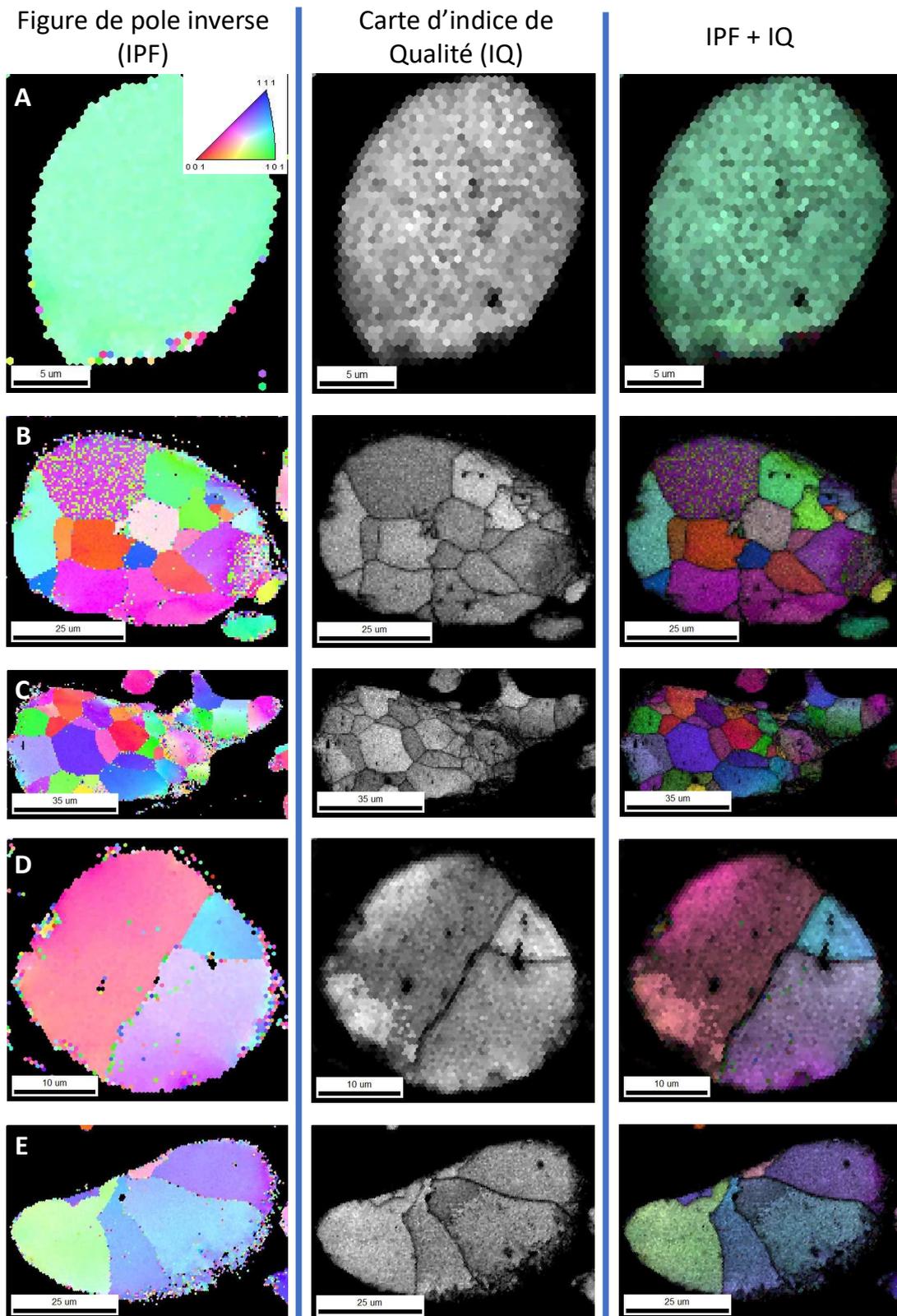


Figure 3 : Cliché EBSD de particules de 10-60 UPS. Les trois colonnes montrent, de gauche à droite : les IPF, le QI et la superposition des deux. Chaque ligne de figures est un cliché différent, pris du même échantillon de poudre.

2.1.2. Comparaison des deux poudres

Ainsi, l'analyse des scans EBSD permet de comparer les différences entre les structures des poudres Al 1070 40-B5 et Al 10-60 UPS, la première présentant une microstructure polycristalline dont les grains sont divisés en cellules, et la seconde une microstructure polycristalline équiaxe pour les tailles supérieures à 10 μ m. Pour expliquer cette différence, deux pistes sont à considérer. En premier lieu, les poudres n'ont pas la même composition chimique, l'une (UPS : Ultra Pure Sphérique), est de très haute pureté (99,996 %), alors que l'autre (A 1070 40-B5), fabriquée à partir de l'alliage A 1070, contient 99,7 % d'aluminium et du silicium et du fer en faibles quantités. Ces derniers ont des points de fusion bien supérieurs, respectivement 1710 et 1538 °C, par rapport à celui de l'aluminium, qui est de 660 °C, conduisant à des solutés influençant fortement le front de solidification dans le cas d'un processus rapide comme c'est le cas pour l'atomisation. En effet, la présence d'éléments d'addition, et donc de solutés, dans un bain liquide augmente la déstabilisation du front de solidification, ce qui conduit à la présence de sous-structures cellulaires ou dendritiques comme décrit dans le chapitre 1. La très haute pureté de la poudre 10-60 UPS, exempte de solutés et présentant une forte conductibilité thermique, rend possible cette microstructure planaire équiaxe, rare dans les poudres atomisées.

La seconde origine possible des variations de microstructure est liée aux conditions de refroidissement lors de l'atomisation, qui sont différentes pour les deux poudres et qui vont affecter de façon différenciée la stabilité aux fronts de solidification, et donc la microstructure produite. Pour comprendre cela, il faut savoir que les deux poudres sont fabriquées dans deux usines différentes : la poudre UPS à Accous, en France, et la poudre B5 à Osaka, au Japon. La première est atomisée à l'azote dans une tour à l'air, alors que la deuxième est atomisée à l'azote dans une tour étanche, avant de subir un second traitement, qui est confidentiel, pour obtenir sa sphéricité spectaculaire. Les différences de procédé d'atomisation ont aussi un effet sur le couple gradient thermique/vitesse de solidification, qui se reflète sur la microstructure finale. La confidentialité protégeant les paramètres liés au procédé d'atomisation, elle empêche d'étudier d'avantage l'origine des différences microstructurales. Cependant, le deuxième traitement imposé à la poudre B5 est très probablement thermique, pour permettre aux particules d'approcher la sphère parfaite par une augmentation de la mobilité atomique. Il aurait été intéressant de comparer cette poudre avec la même poudre sans le second traitement.

2.1.3. Conclusion

Les sections de particules de poudre UPS présentant un diamètre supérieur à 10 μ m montrent une microstructure polycristalline de type planaire et équiaxe, exempte de cellules et présentant des joints de grains très clairement définis. La microstructure de la poudre B5 est caractérisée

par des cellules de quelques micromètres, ou des grains de la même taille que les cellules. Une microstructure centrosymétrique est visible dans certaines particules, ce qui suggère une solidification dirigée de la peau vers le cœur. Les différences de microstructures ont deux origines probables : l'écart entre les deux compositions chimiques et ses conséquences sur les mécanismes de diffusion et sur les propriétés thermiques, telle que la conductibilité, et les spécificités des deux procédés d'atomisation.

2.2. Diffraction aux rayons X

La technique de diffraction des rayons X permet d'évaluer différentes caractéristiques du matériau, comme la nature et la quantité de phases solides en présence [10], les contraintes résiduelles [11], les déformations et la taille des domaines diffractants. Cette technique est macroscopique, c'est-à-dire qu'elle analyse des volumes statistiquement représentatifs, contrairement aux diverses techniques locales associées à la microscopie électronique, MET et MEB. La taille des cristallites et les déformations tirées de la DRX sont étudiées ici, de manière comparative.

Toutes les poudres d'aluminium ont été analysées, à savoir :

- A 1070 40-B5,
- les poudres UPS : 07-25 ; 10-60 ; 20-50 et 30-80,
- 25 NPC,
- 406 NSAL,
- 35 HPS.

2.2.1. Résultats

Les diffractogrammes sont présentés sur la Figure 4. Pour en simplifier la lecture, le spectre complet n'est pas montré et seuls les pics de diffraction d'intensité la plus élevée sont présentés. Les diffractogrammes de la poudre A 1070 40-B5 se démarquent par la présence de pics généralement plus étroits et plus élevés, montrant une meilleure cristallinité des grains des particules de cette poudre.

Les diffractogrammes de la poudre 07-25 UPS, qui est la plus fine des poudres UPS étudiées ici, présentent des pics systématiquement décalés sur la gauche, ce qui indique donc pour cette poudre des angles de Bragg plus petits, et donc un paramètre réticulaire plus grand. Quelles qu'en soient les raisons (tension de surface, contraintes résiduelles, influence des solutés, etc.), il y a donc ici une déformation significative de la structure cristalline.

Les autres poudres ont des profils de diffraction raisonnablement bien superposés, et cela indépendamment de leur granulométrie, pureté ou méthode d'atomisation.

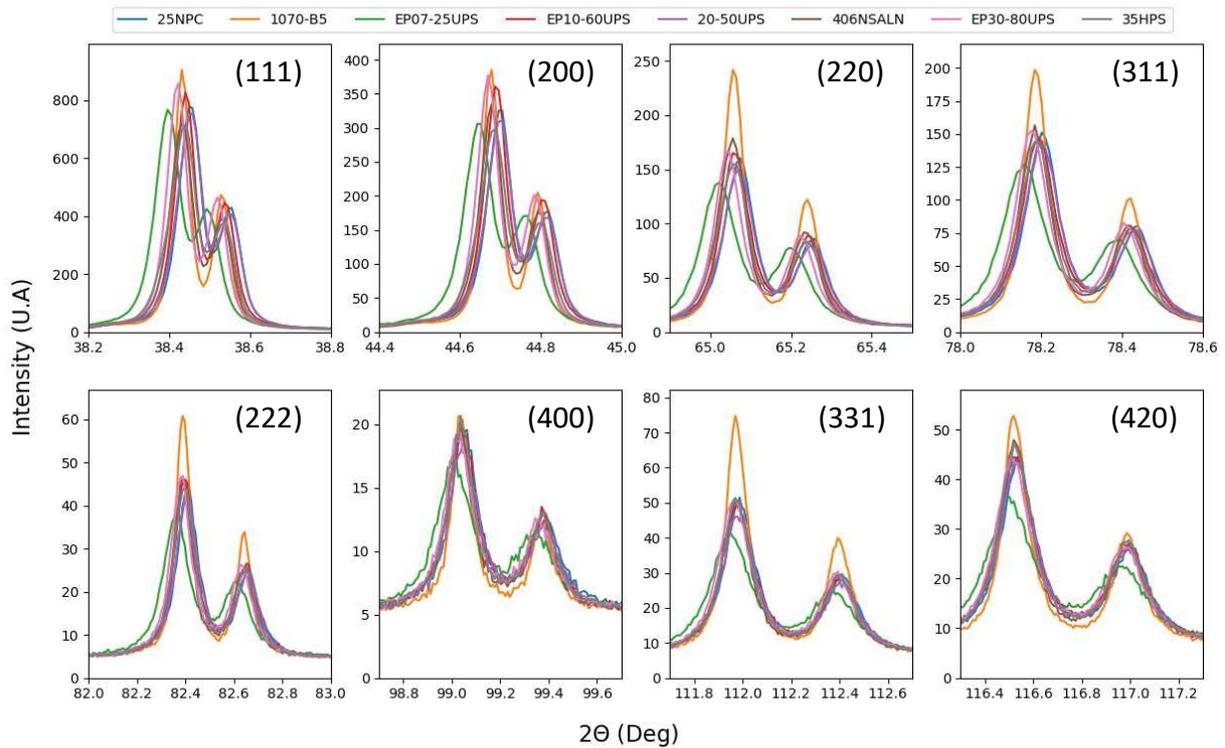


Figure 4 : Diffractogrammes des huit pics à l'intensité la plus élevés

La méthode de Williamson-Hall a été mise en œuvre pour étudier les microdéformations et la taille des domaines diffractants des poudres. Cette méthode, qui date des années 60, permet de différencier les effets liés à la taille des cristallites et ceux relevant des microdéformations, quelle qu'en soit l'origine, sur la forme et la hauteur des pics de diffraction. Plusieurs représentations en diagrammes dédiés sont présentés dans la bibliographie [12] ; la méthode choisie s'appuie sur l'analyse développée dans [13]–[15]. Le diagramme choisi consiste à tracer ΔK équivalente à l'élargissement du pic de diffraction à mi-hauteur en fonction de K ($1/d$, l'inverse de la distance réticulaire). L'élargissement à mi-hauteur est calculé pour chaque angle particulier de réflexion à savoir les plans cristallins qui contribue à un pic de diffraction. Ensuite on étudie la courbe obtenues pour en déduire l'origine l'élargissement des pics.

A partir des profils de diffraction, deux variables ont été calculées :

- $K = 1/d$, l'inverse de la distance des plans atomiques ou le module du vecteur de diffraction dans le réseau réciproque, calculé avec la loi de Bragg ;
- ΔK , variation de largeur de pics due aux microdéformations et taille de domaines diffractants.

La Figure 5 présente $\Delta K(K)$ et correspond à l'une des représentations possibles du diagramme de Williamson-Hall. Les points de l'étalon en LaB6 sont tracés en noir. Une interpolation linéaire, en pointillés sur la figure, est effectuée pour chacune des poudres. Les domaines d'incertitude pour l'interpolation sont représentés par le remplissage de bandes limitées d'une part par la borne supérieure, calculée sur K avec les coefficients de la courbe à laquelle

l'incertitude est ajoutée, et d'autre part par la borne inférieure calculée en soustrayant ces mêmes incertitudes. Dans cette méthode, il y a les effets instrumentaux, représentés en noir par LaB6, qui devraient être retirés, mais la déconvolution n'a pas pu être faite lors du traitement des données.

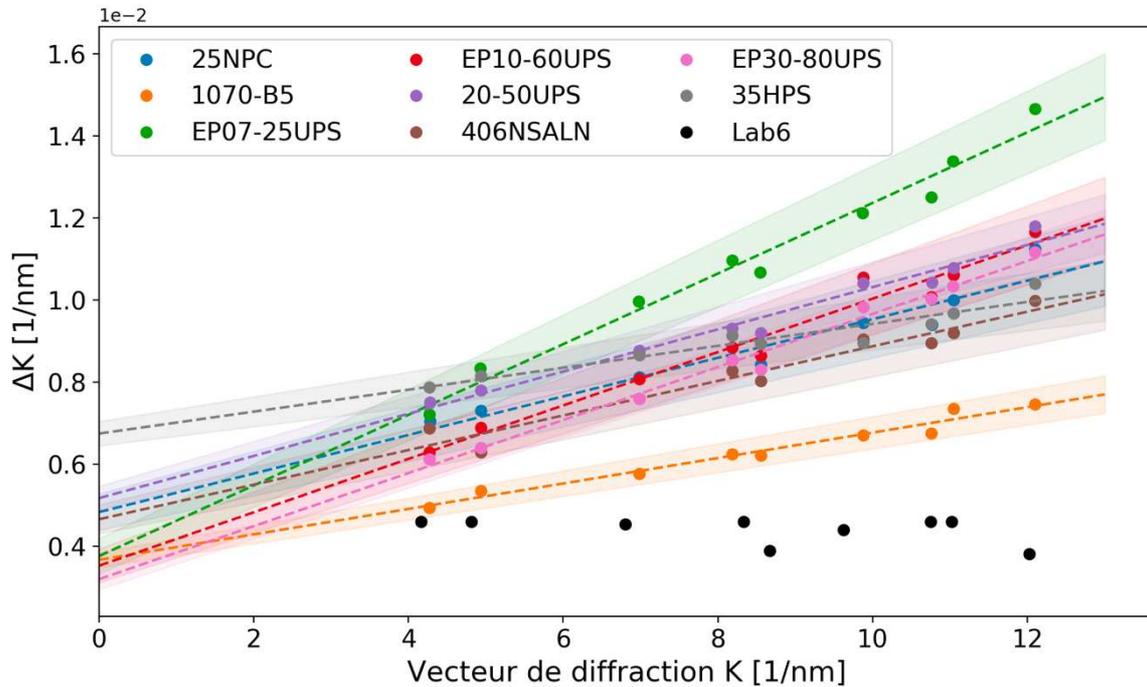


Figure 5 : Diagramme de Williamson-Hall

On retrouve naturellement ici les tendances déjà observées sur les diffractogrammes de la Figure 4. On distingue bien trois comportements distincts, avec la majorité des courbes qui affichent des allures relativement proches, hauteurs et pentes, la 07-25 UPS qui présente avec la pente la plus accentuée, et la 1070-40 B5, avec la pente la plus faible et l'incertitude la plus resserrée.

Dans une étude présentant une analyse similaire à celle faite ici [15], un facteur C appelé « facteur de contraste des dislocations » à la puissance $\frac{1}{2}$ est introduit pour obtenir une courbe linéaire. Sans ce dernier les points ne sont pas alignés sur une droite. Dans le cas des poudres étudiées ici, cette correction n'a pas été nécessaire. En d'autres termes, il n'a pas été nécessaire de corriger les effets des dislocations vis pour obtenir des droites. Il est donc raisonnable de supposer que le taux de dislocations vis, qui est un marqueur de microdéformation plastique, est suffisamment faible pour être négligé ou non détecté. Nos poudres sont donc uniquement déformées élastiquement y compris dans le cas de la poudre cellulaire. Si il n'y avait eue aucune microdéformation, la pente des droites serait alors nulles.

La Figure 6 montre, pour chaque poudre, les résultats de l'ajustement linéaire des données en Figure 5 : en haut, les pentes des droites $\Delta K(K)$ et, en bas, l'ordonnée à l'origine. Les poudres sont triées, de gauche vers la droite, par ordre croissant des pentes.

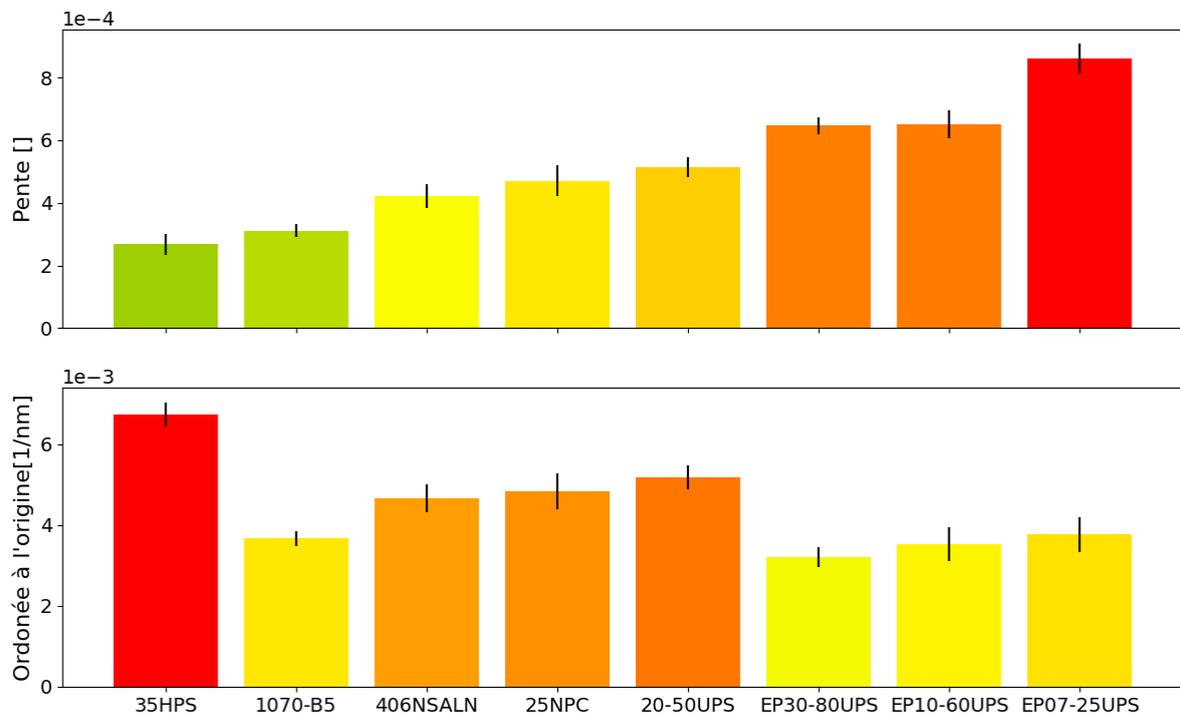


Figure 6 : Diagrammes à barres des paramètres d'ajustement linéaire du diagramme de Williamson-Hall. En haut, les pentes des droites et, en bas, leurs ordonnées à l'origine.

Bien que l'analyse ici soit purement comparative, elle garde du sens car toutes les acquisitions ont été réalisées dans les mêmes conditions pour des matériaux de compositions très proches.

La décomposition des contributions à l'élargissement de la largeur à mi-hauteur dans la méthode de Williamson-Hall permet de relier la valeur de la pente aux microdéformations présentes dans le matériau. Ces déformations sont considérées ici comme purement élastiques, par l'absence de dislocations détectées vis et le besoin du facteur de correction/contraste C .

Les poudres UPS, qui sont les plus pures (99,996 w-% Al), présentent les pentes les plus importantes. La poudre 07-25 UPS, qui a la plus faible granulométrie, et donc un rapport surface / volume plus fort, montre les microdéformations élastiques les plus élevées, sans doute liées à une plus forte énergie de surface et au plus fort gradient thermique. Il est intéressant de noter que la poudre la plus grossière - c'est-à-dire la 30-80 UPS - présente des microdéformations plus importantes que la 20-50 UPS, qui est la référence en *Cold spray*. La poudre 10-60 UPS est une version de poudres 20-50 UPS avec une classification moins resserrée ; il y a donc un effet cumulé de caractéristiques de petites poudres (07-25 UPS) et de poudres plus grossières (30-80 UPS) sur les résultats obtenus ; c'est pourquoi elle se situe entre les deux sur le graphique.

Les poudres 35HPS et 1070 40-B5 ont des pentes très proches, et donc des taux de microdéformations similaires, plus faibles que les autres poudres étudiées.

Les poudres 406NSALN et 25 NPC, pour lesquelles pentes et ordonnées à l'origine sont très proches, ont la pureté la plus faible, et sont produits par une atomisation à l'air, ce qui donne un taux de microdéformation moyen.

L'ordonnée à l'origine est inversement proportionnelle à la taille du domaine diffractant. Pour l'ordonnée à l'origine, l'ordre est inversé par rapport à la pente sauf pour la poudre 1070-B5 qui est la troisième poudre avec l'ordonnée la plus faible après la poudre 30-80 UPS et la 10-60UPS.

2.2.2. Conclusion

L'analyse DRX a permis de comparer les déformations dues à l'atomisation et celles dues à la taille des domaines diffractants pour l'ensemble des poudres.

La poudre A 1070 40-B5 apparaît être la poudre présentant la microstructure la plus à d'équilibre, eu égard à sa faible microdéformation ainsi qu'à ses plus grands domaines diffractants. Il est fortement probable que le traitement secondaire de sphéroïdisation participe grandement à stabiliser sa structure.

Dans le cas des poudres UPS, la conclusion n'est pas si claire. En effet, ces poudres relèvent de la plus haute pureté (99,996%), mais montrent aussi le plus de microdéformations. Il est possible que la haute pureté induise un faible nombre de points de nucléation pour la germination des grains, et qu'ainsi les contraintes d'origine thermique s'accumulent au sein des gros grains lors de la solidification et du refroidissement. La poudre avec la plus taille de particule (30-80) présente également les plus grands domaines diffractants. La plus petite (07-25) a également une taille de domaines diffractants important. En mettant en relation ces résultats avec les résultats de l'EBSD sur la poudre 10-60 UPS où le nombre de grains serait proportionnel à la taille de particules. Ainsi, les particules de la poudre 07-25 UPS sont majoritairement monocristallines, et celles de la 30-80 UPS sont polycristallines. La poudre 10-60 UPS est à mi-chemin entre ces deux poudres, et possède donc les caractères des deux, des petites particules monocristallines et des grosses particules polycristallines. Pour ce qui est de la poudre 20-50 UPS, elle est issue de la 10-60 UPS avec une granulométrie resserrée autour de 35 μm , et donc une taille de particules moyenne avec déformations des grains. L'optimisation de l'atomisation est faite sur le critère du rendement de projection ; il est bien connu que ce rendement est d'autant plus fort que la poudre est tendre [4][16], et il est donc prévisible que ce soit la poudre UPS, avec les microdéformations les plus faibles, et donc la plus tendre de sa gamme, qui soit la plus appropriée à ce propos.

2.3. Nano-indentation

La nano-indentation est utilisée ici pour étudier les propriétés mécaniques locales de la poudre. Les paramètres d'intérêt sont le module de Young réduit (module de Young dans la suite) et la dureté.

La préparation des échantillons est décrite dans le chapitre 2.

2.3.1. Résultats

Deux poudres d'aluminium pur ont été étudiées par nano-indentation, de références respectives Al 1070 40-B5 et 10-60 UPS. Cette dernière a d'abord servi à choisir les forces d'indentation d'intérêt : quatre niveaux de force maximale ont été explorés : 50, 100, 250 et 500 μN . Au total, 8 particules de 10-60 UPS ont été caractérisées, avec différents niveaux de force. Pour chaque particule, un nombre de points d'indentation compris entre 36 et 244 ont été implémentés, en cohérence avec les différentes tailles de particule. Pour la poudre B5, deux forces maximales d'indentation ont été mises en œuvre : 50 et 100 μN , et pour chacune, six particules ont été caractérisées. La cartographie des points d'indentation, qui est la représentation usuelle des résultats de l'essai, est une succession de 100 indentations réparties sur une grille de 10 x 10 indents, quelle que soit la particule afin de simplifier la préparation expérimentale. Cela fait un total de 1200 indents pour les 6 particules étudiées. Les indentations dans la résine sont supprimées en filtrant les points relevant d'un module de Young inférieur à 25 GPa. Les résultats sont représentés sous forme de cartes de modules de Young et de duretés.

2.3.1.1. 10-60 UPS

Deux exemples sont présentés sur la Figure 7 avec, à gauche, l'image en microscopie optique de la particule où la zone approximative d'indentation est encadrée en rouge, au milieu, la carte de module de Young et, à droite, celle de dureté.

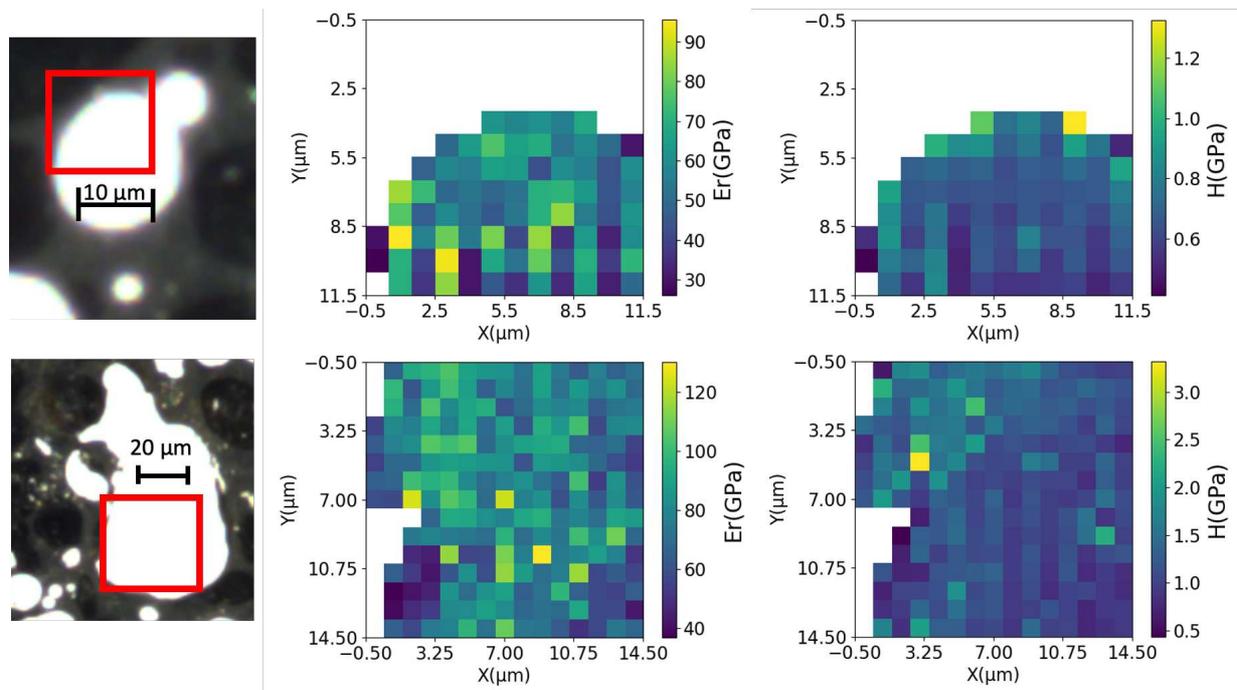


Figure 7 : Exemples de résultat de nanoindentation pour la poudre 10-60 UPS. A gauche, images en microscopie optique avec, en rouge, la zone approximative cartographiée, au centre carte du module de Young et, à droite, carte de dureté.

Une variabilité est observée entre la peau et le cœur de la particule concernant la dureté, notamment pour le second exemple. Une variabilité n'est pas attendue pour le module de Young, celui-ci ne dépendant théoriquement que de la géométrie de la cuvette de potentiel de l'énergie de liaison atomique, et qui ne dépend donc que de la nature des atomes. La tendance, qui n'est pas systématique, est que la dureté en peau apparaît plus élevée que la dureté à cœur. Aucun effet de la taille des particules sur les propriétés n'a été observé comme la variation de la dureté moyenne. Ces tendances restent qualitatives et sont difficiles à quantifier du fait de l'effet de tranche et de la complexité de préparation des échantillons pour limiter les effets superficiels induit par le polissage, comme discuté pour la diffraction des électrons rétrodiffusés.

2.3.1.2. A 1070 40 B5

La Figure 8 est composée de la même manière que la Figure 7. Une variabilité des résultats entre les particules mais également au sein d'une même particule est également présente. Aucun effet de la taille des particules, ni du cœur vers la surface, n'est observé.

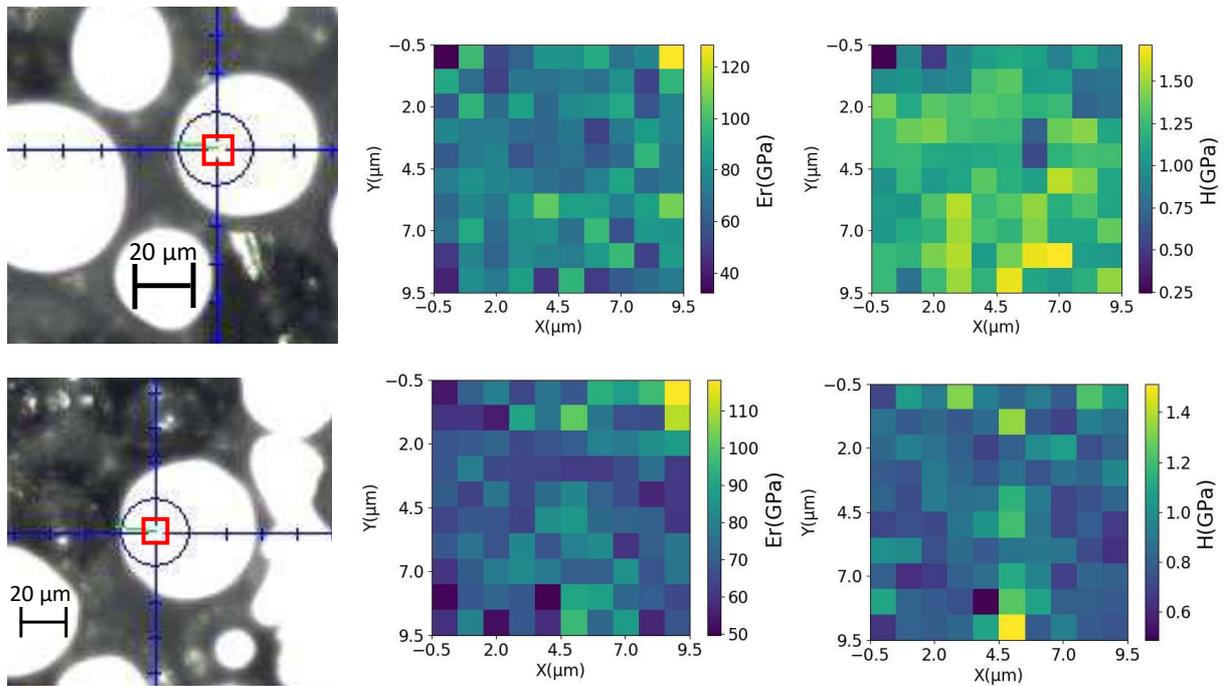


Figure 8 : Exemples de résultat de nanoindentation pour la poudre A 1070 40 B5. A gauche, images en microscopie optique avec, en rouge, la zone approximative cartographiée ; au centre, carte du module de Young et, à droite, carte de dureté.

2.3.2. Analyse

La grande quantité de données ainsi que la variabilité des résultats présentés dans la partie 2.3.1 rendent l'exploitation des données brutes complexe. Si la variabilité des valeurs de dureté est aisément admissible, car cette dernière est très influencée par divers mécanismes, comme la déformation plastique, en revanche la variabilité du module de Young l'est beaucoup moins car celui-ci n'est sensible qu'à la nature des éléments chimiques en présence. L'approche choisie est de représenter, pour chaque cartographie, un histogramme des valeurs de dureté et de module de Young réduit. La largeur des classes a été choisie empiriquement afin d'obtenir un bon compromis entre le lissage de la courbe et la précision. Pour ce faire, différentes largeurs des classes qui ont été explorées et retenues sont présentées dans le Tableau 1.

Tableau 1 : Largeur des classes explorées et choisies pour la représentation en histogrammes des mesures obtenues par nanoindentation.

Type de données	Largeur des classes explorées	Valeurs retenues
Dureté (GPa)	[0,05 ; 0,125 ; 0,25 ; 0,375 ; 0,5 ; 0,625 ; 0,75 ; 1]	0,25
Module de Young réduit (GPa)	[1 ; 2,5 ; 5 ; 7,5 ; 10 ; 12,5 ; 15 ; 20]	10

Pour simplifier la comparaison entre les courbes, les histogrammes sont ensuite normalisés par le nombre total de points. Les distributions des valeurs sont ensuite ajustées par des fonctions gaussiennes à l'aide d'une loi normale (Équation 1).

Équation 1 : Distribution gaussienne.

$$G(x) = \frac{k}{\sigma\sqrt{2\pi}} \times \exp\left(-\frac{(x-\mu)^2}{2\sigma^2}\right)$$

Avec k le coefficient d'ajustement de l'aire sous la courbe, σ l'écart type et μ la moyenne ou l'espérance.

Cette méthode a été appliquée à chaque cartographie. Pour la poudre de référence A 1070 40-B5, les analyses sont d'abord faites en regroupant les essais par particule réalisés avec une force identique (50 μ N et 100 μ N), puis tous les essais avec les forces maximales pour comparer l'effet de cette force sur les résultats.

2.3.2.1. Poudre A 1070 40-B5

Essais à 50 μ N

Les résultats obtenus sur les particules de la poudre A1070-40 B5 à 50 μ N sont présentés sur la Figure 9 pour les distributions du module de Young réduit, et sur la Figure 10 pour la dureté. En ligne continue sont représentées les données expérimentales et, en pointillés, les gaussiennes. L'ajustement lisse fortement les données expérimentales, et il est suffisamment satisfaisant pour que l'on puisse utiliser les valeurs caractéristiques des gaussiennes obtenues (moyenne et écart-type) pour représenter les résultats expérimentaux. Les différentes particules étudiées présentent des valeurs de module de Young et de dureté proches, à l'exception de la particule 2 dont le module de Young réduit est plus faible que pour les autres particules, ce qui ne laisse pas d'être étonnant dans la mesure où celui-ci ne dépend théoriquement que de la composition chimique (des variations de module de Young macroscopique peuvent cependant être observées dans les matériaux poreux, dépendant de la fraction volumique de la porosité). Des oscillations sont présentes sur la partie droite des courbes expérimentales, notamment pour le module de Young dont l'origine n'a pas pu être déterminé. Les profils de dureté sont équivalents pour toutes les particules.

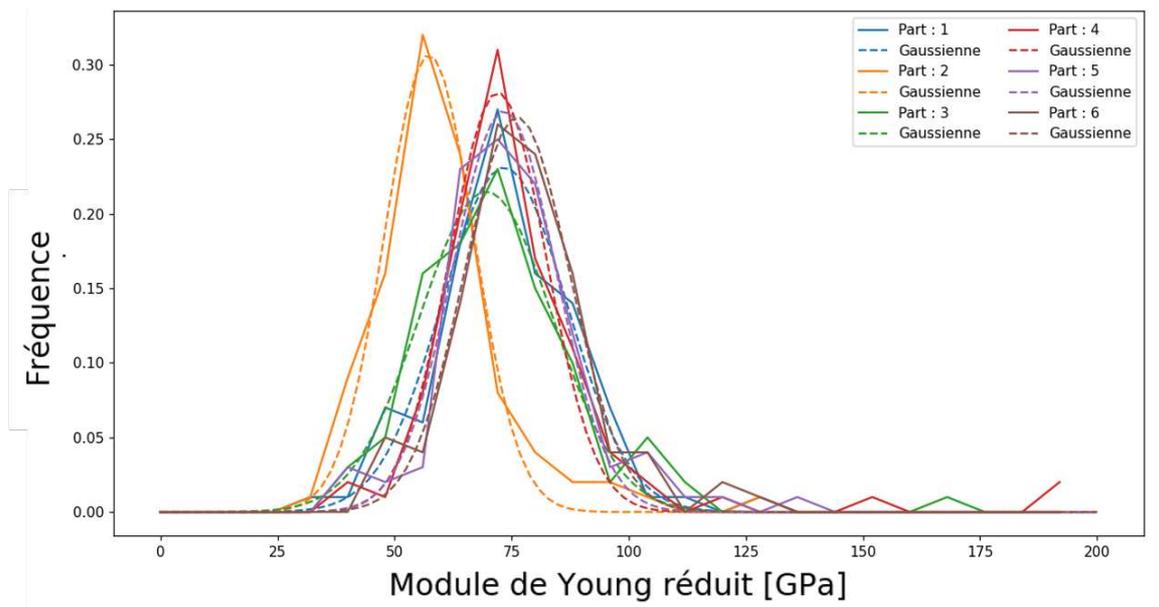


Figure 9 : Histogrammes et ajustement gaussien pour le module de Young réduit pour chaque particule de la poudre A 1070 40-B5 à 50 μN .

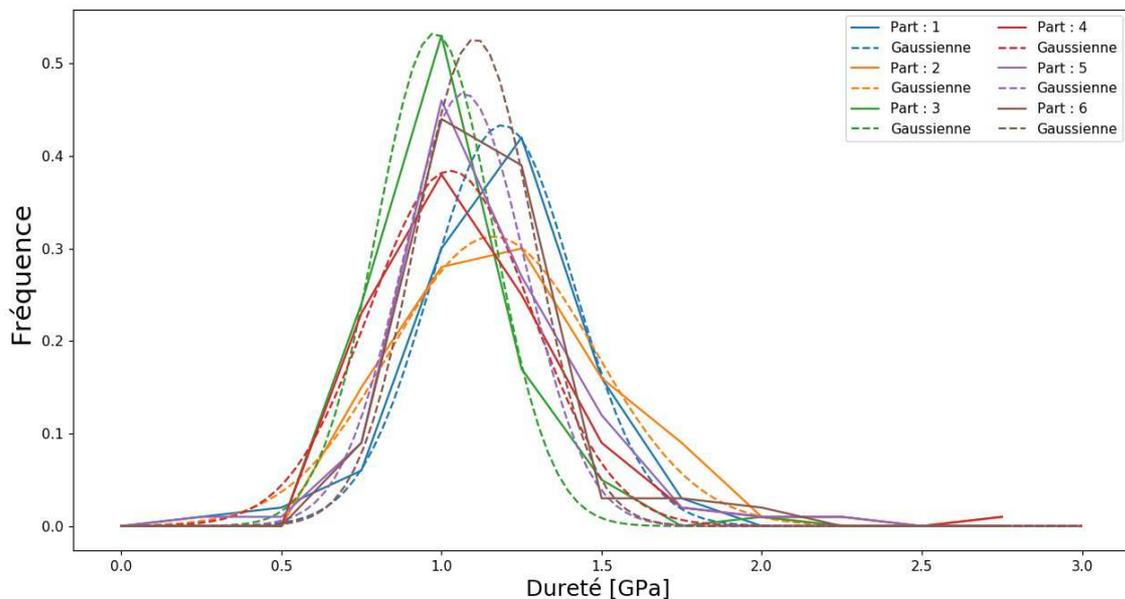


Figure 10 : Histogrammes et ajustement gaussien pour la dureté pour chaque particule de la poudre A 1070 40-B5 à 50 μN .

La Figure 11 montre, pour chaque particule étudiée, les valeurs caractéristiques des gaussiennes utilisées pour l'ajustement des données expérimentales. Le décalage du pic de la particule 2 est bien sûr également observable ici à 57,4 GPa, ce qui est très significativement plus faible que les moyennes pour les autres particules, proches de 70 GPa, soit la valeur de l'aluminium massif. Ce décalage est très étonnant mais pourrait s'expliquer par la présence de porosité ou un relâchement de contraintes qui augmenterait la taille de l'empreinte et donc la mesure. Les moyennes de dureté sont comprises entre 0.98 et 1.19 GPa, ce qui correspond à 100 et 120 HV. Ces valeurs sont près de trois fois supérieures à la dureté de l'A 1070 corroyé massif. Il faut ajouter que les mesures obtenues par nanoindentation sont très locales et sont réalisées avec

ÉTUDE DES CARACTÉRISISTIQUE INTRINSÈQUES DES POUDRES

une faible force d'indentation, ce qui a pour conséquence d'augmenter l'erreur de mesure par rapport aux essais de micro-indentation classiques ainsi que d'augmenter les effets d'écroutissage de surface sur les résultats.

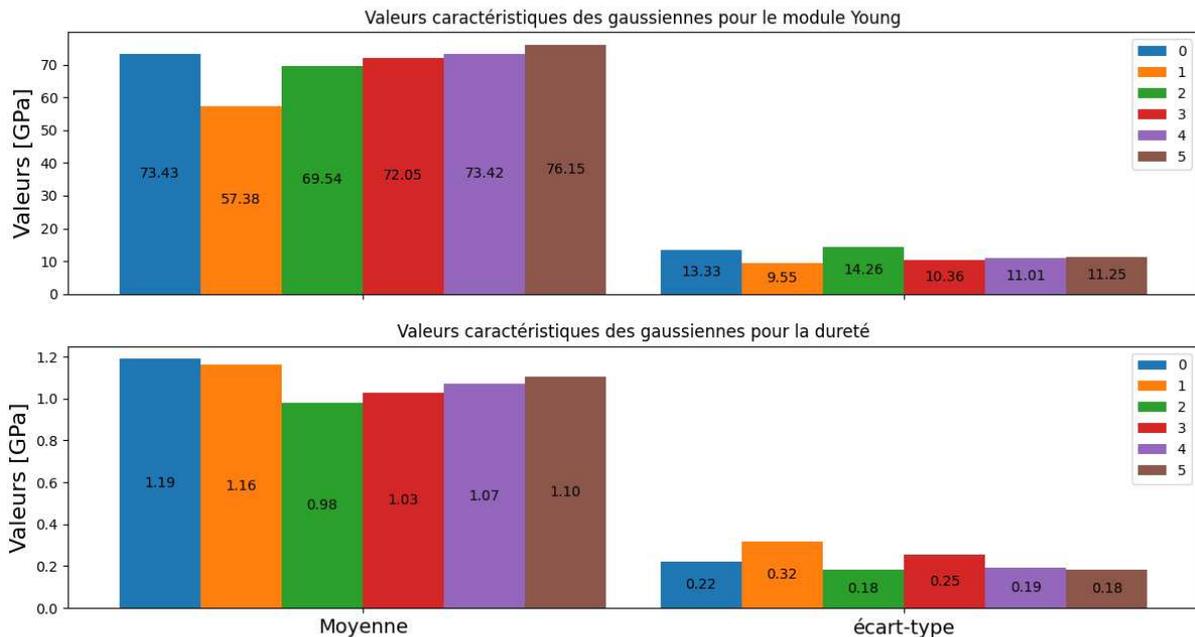


Figure 11 : Valeurs caractéristiques des gaussiennes pour les particules de A 1070-B5 à 50 μN avec en haut le module de Young et en bas la dureté

Essais à 100 μN

Les distributions du module de Young sont ici aussi centrées sur 70 GPa, à l'exception de la particule 2. Que cet écart à la moyenne intervienne de nouveau pour une particule labellisée « 2 » est seulement dû au hasard car les analyses sont ici faites sur d'autres particules que celles qui ont fait l'objet de l'essai à 50 μN . Ce qu'il faut juste retenir ici, c'est que là encore une particule présente un module de Young significativement inférieur à la valeur moyenne très proche de 70 GPa pour les autres particules, écart qui n'est pas expliqué à ce stade.

La hauteur des pics des gaussiennes pour la dureté est supérieure à celles des pics expérimentaux, ce qui est une conséquence de la géométrie symétrique d'une gaussienne et du fait qu'elle se construit sur l'interpolation des deux points les plus hauts des courbes expérimentales ; son maximum est donc supérieur en ordonnée à ces deux points, et est situé entre ces deux valeurs en abscisse. Une interpolation par convolution de deux gaussiennes a été tentée sans que le résultat final en ait été amélioré.

A l'exception de la particule 4, les oscillations à droite des pics ont fortement diminué. L'augmentation de la force d'indentation a eu pour conséquence, comme attendu, de diminuer les incertitudes de mesure, car rendant les mesures moins affectées par tout effet de surface et

sont faites sur un plus grand volume de matière, souvent présents lors du polissage de l'aluminium.

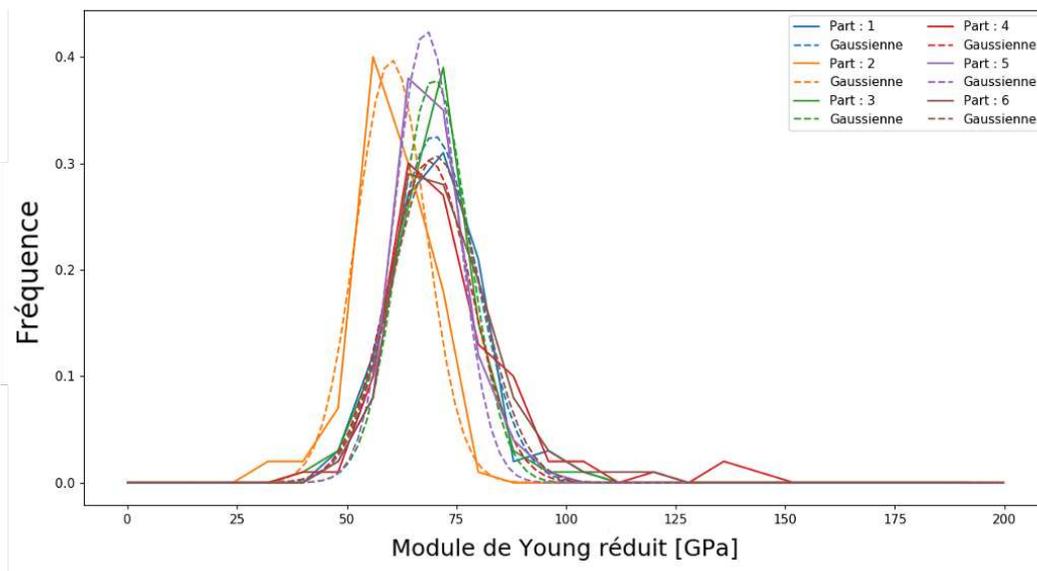


Figure 12 : Histogrammes et ajustement gaussien pour le module de Young réduit pour chaque particule de la poudre A 1070 40-B5 à 100 μN .

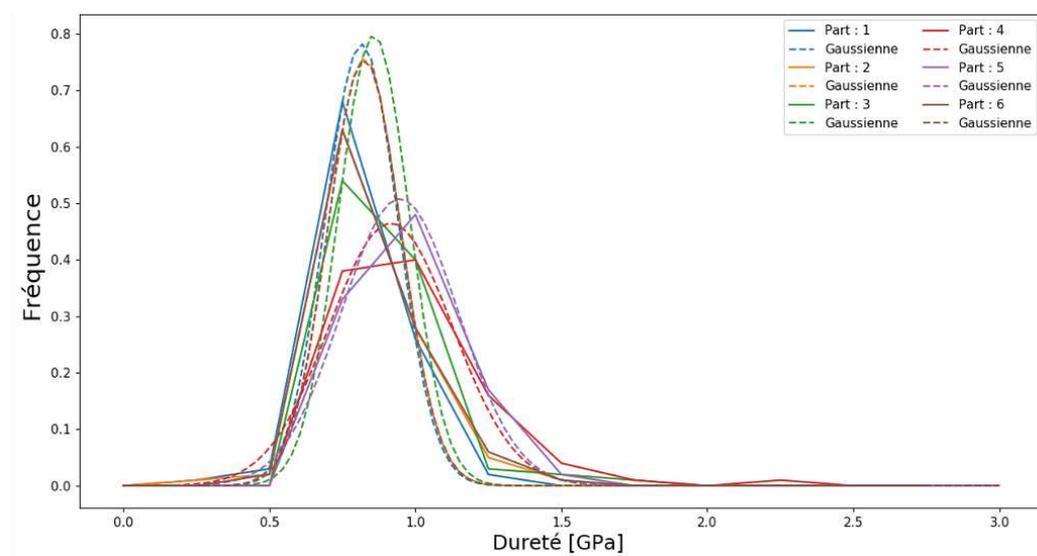


Figure 13 : Histogrammes et ajustement gaussien pour la dureté pour chaque particule de la poudre A 1070 40-B5 à 100 μN .

La Figure 14 présente les données caractéristiques des gaussiennes pour la dureté et le module de Young. Les moyennes de ce dernier sont équivalentes à celles des essais à 50 μN et restent proches des valeurs de d'aluminium massif, hormis l'écart déjà signalé pour l'une des particules. Néanmoins, à 100 μN , les écarts-type sont plus faibles. Les valeurs moyennes de dureté et les écarts associés sont plus faibles que ceux obtenus à 50 μN , mais toujours bien supérieurs à la dureté du Al 1070 massif.

ÉTUDE DES CARACTÉRISISTIQUE INTRINSÈQUES DES POWDRES

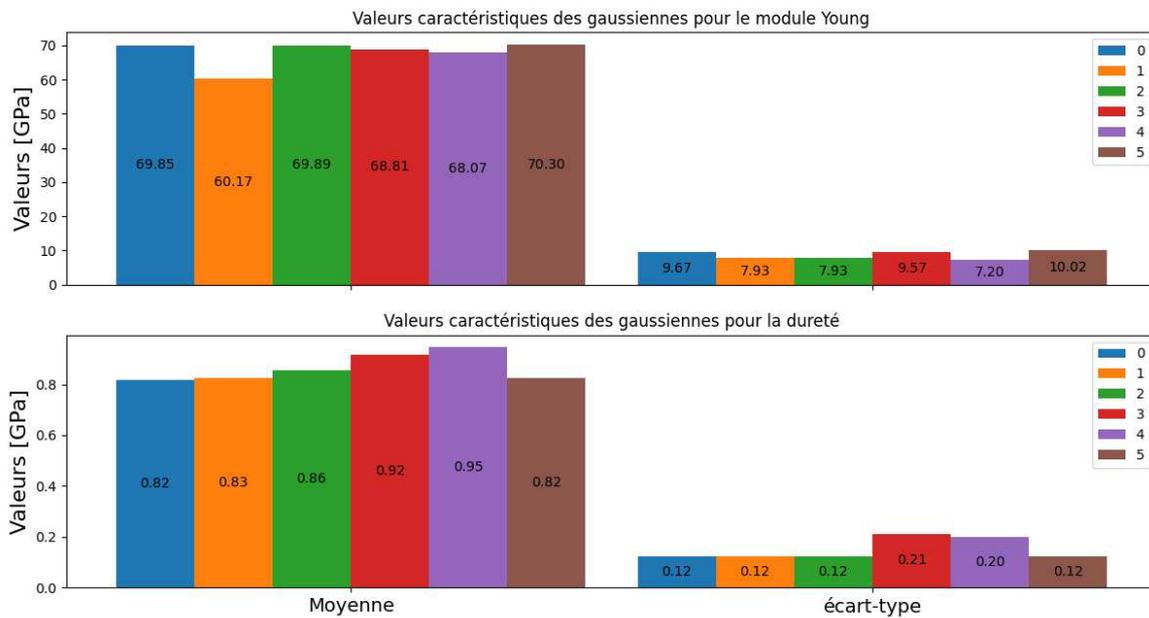


Figure 14 : Valeurs caractéristiques des gaussiennes pour les particules de A 1070-B5 à 100 µN avec en haut le module de Young et en bas la dureté

Comparaison des essais à 50 et 100 µN

Les résultats des essais effectués sont regroupés en faisant la somme de toutes les valeurs en fonction de la force, et la même méthode de traitement est appliquée. La Figure 15 présente les résultats obtenus pour le module Young (A) et pour la dureté (B).

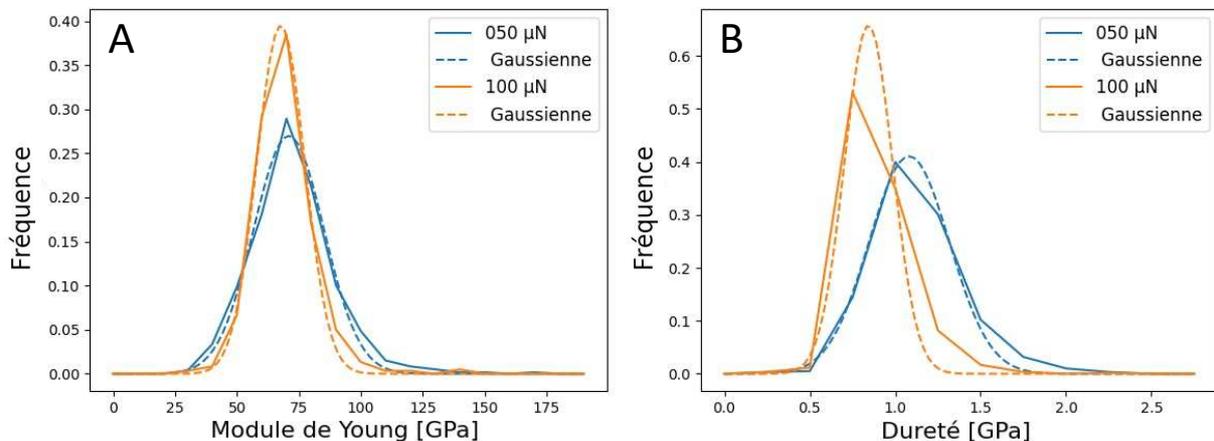


Figure 15 : Comparaison de l'ensemble des mesures pour la poudre 1070 40-B5 : A le module de Young et B la dureté. Les valeurs du module Young sont très proches pour les deux forces, ce qui est satisfaisant car ce dernier ne dépend théoriquement pas de l'effort appliqué ; notons que les écarts observés précédemment ne sont plus guère visibles ici. Les essais à 50 µN, en revanche, donnent des duretés plus élevées. Pour une analyse plus fine, les courbes sont ajustées avec des gaussiennes dont les valeurs caractéristiques sont affichées sur la Figure 16.

Pour les deux grandeurs, la moyenne et l'écart type sont plus élevées pour les essais à 50 μN qu'à 100 μN . L'écart de module de Young entre les deux forces apparait faible ; associé à un fort écart-type, cette variation relève sans doute plutôt d'une incertitude de mesure liée au faible volume sollicité. En revanche, les résultats sont bien plus tranchés pour la dureté, significativement plus importante pour 50 μN . Outre l'effet lié au volume sollicité, volume plus important pour une force plus élevée, et donc conduisant à une erreur de mesure moindre, un essai opéré avec une force supérieure conduit à une pénétration plus importante, s'affranchissant d'autant des effets de surface qui sont souvent liés, pour l'aluminium, à un écrouissage en peau associé au polissage, la dureté en peau étant généralement plus forte que la dureté à cœur. Plus généralement, cet effet qui va toujours dans le sens d'une augmentation de dureté pour un volume sollicité plus petit, est bien connu depuis longtemps : « le plus petit, le plus dur » [17], sans que l'origine de ce phénomène soit bien identifié ; les explications font appel aux relations entre la géométrie de l'indenteur et le gradient de déformation plastique créé, ou au besoin d'une plus forte contrainte seuil de nucléation des dislocations.

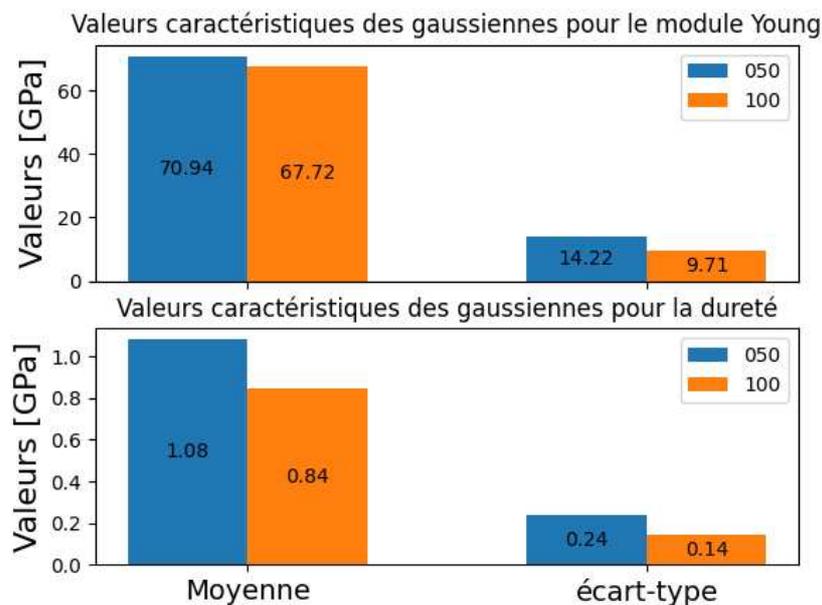


Figure 16 : Valeurs caractéristiques des gaussienne pour les particules de A 1070-B5 à 50 μN et 100 μN avec, en haut, le module de Young et, en bas, la dureté.

2.3.2.2. Poudre 10-60 UPS

Les essais ont été réalisés sur 8 particules de la poudre 10-60 UPS, avec différentes forces (50, 100, 250 et 500 μN). Pour chaque essai, un nombre d'indents variable compris entre 36 et 244 ont été réalisés, en fonction de la taille des particules, comme pour les poudres précédentes. Le faible nombre de particules pour une force donnée ne permet pas d'étudier l'effet de la force d'indentation, comme pour la poudre A 1070-B5. Les données sont donc exploitées

indépendamment de la force maximale utilisée. Les mêmes méthodes d'analyse utilisées pour la poudre A 1070 40-B5 sont mises en œuvre ici.

La Figure 17 présente les distributions du module de Young réduit pour les différentes particules. Les distributions sont assez larges et sont dispersées autour de 70 GPa avec deux populations, une autour de 57 GPa et l'autre autour de 75 GPa. Ce qui est beaucoup hétérogène que pour la poudre précédente. Les courbes sont ajustées ici aussi avec des gaussiennes. Les courbes expérimentales ne sont pas toutes symétriques, sans qu'à ce stade cela soit attribuable avec certitude à une réelle inhomogénéité des propriétés, comme discuté dans la partie 2.3.1, ou bien à un nombre d'indentations insuffisant.

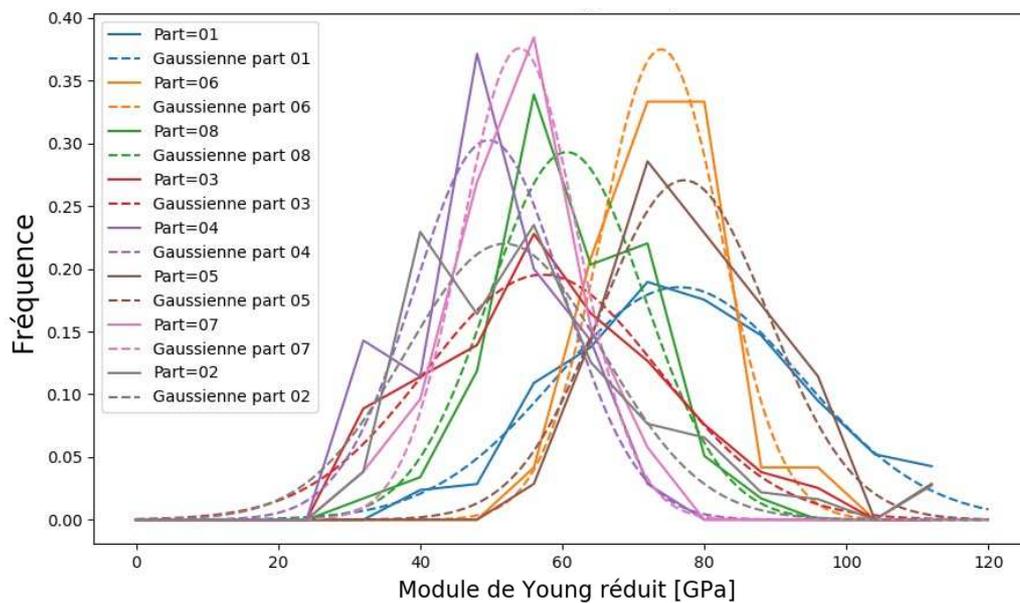


Figure 17 : Histogrammes et ajustement gaussien pour le module de Young réduit pour chaque particule de la poudre 10-60 UPS.

Les distributions sont assez serrées pour la dureté, à l'exception de la particule 1, en bleu sur la Figure 18. Les moyennes sont, en revanche, très dispersées. L'ajustement avec des gaussiennes est de meilleure qualité que pour le module de Young. La partie droite des courbes expérimentales contient plus de points d'essai que la partie gauche, il y a alors une dissymétrie par rapport à la moyenne de la gaussienne.

Les données caractéristiques des gaussiennes sont présentées sur la Figure 19. Les moyennes de la dureté et du module de Young sont très variables.

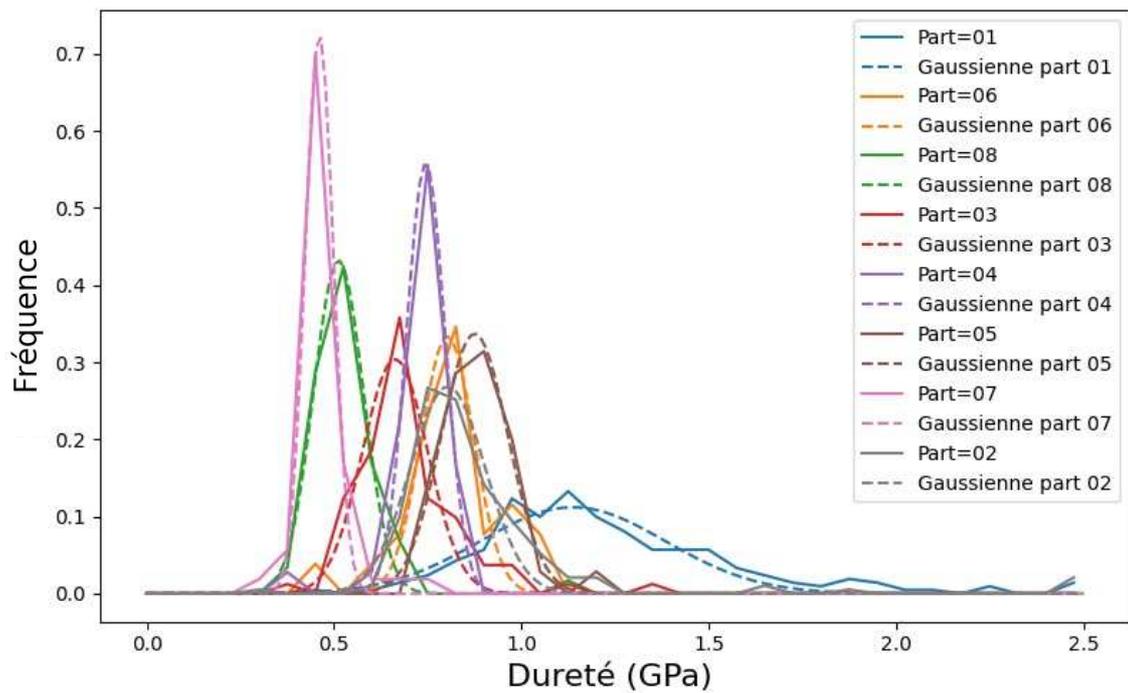


Figure 18 : Histogrammes et ajustement gaussien pour la dureté pour chaque particule de la poudre 10-60 UPS.

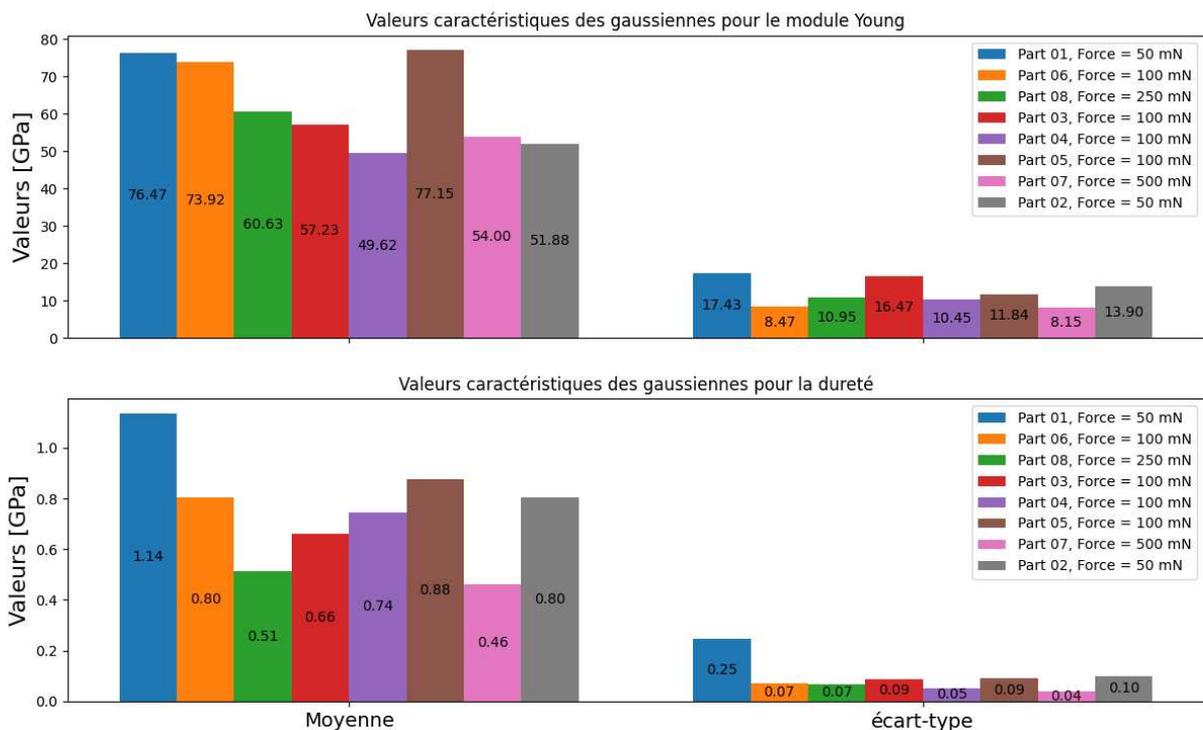


Figure 19 : Valeurs caractéristiques des gaussiennes pour les particules de 10-60 UPS avec en haut le module de Young et en bas la dureté

2.3.2.3. Comparaison A 1070 40-B5 et 10-60 UPS

Afin de comparer les poudres entre elles, toutes les données sont regroupées par type de poudre. La Figure 20 présente la distribution du module de Young pour chacune des poudres. La poudre A 1070 40-B5 est caractérisée par une distribution plus resserrée que la 10-60 UPS. L'ajustement par une gaussienne de la première n'est pas parfait, notamment en raison d'une

certaine asymétrie entre la gaussienne et la courbe expérimentale apparaissant aux alentours de 90 GPa qui est probablement due aux variations de propriétés et de microstructure, comme la présence de précipités contenant du Fe et Si. Au vu du grand nombre de points, la piste de l'erreur de mesure est à écarter : la courbe est construite sur 1200 points d'indentation, ce qui permet une analyse statistique correcte.

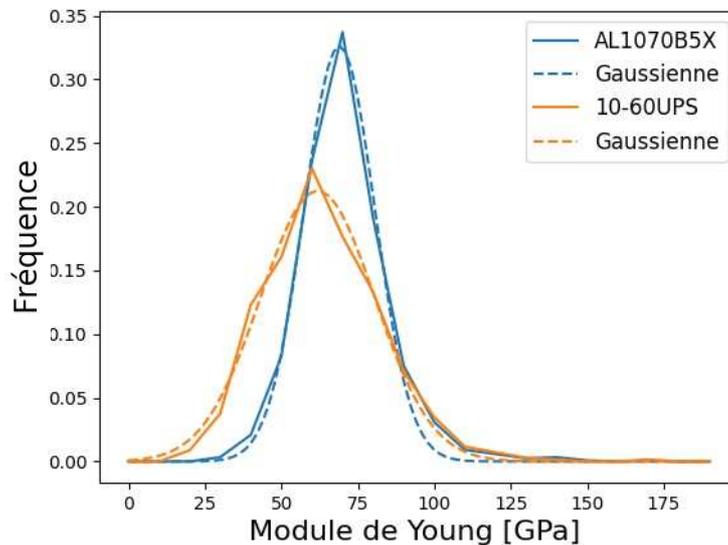


Figure 20 : Histogrammes et ajustement gaussien pour le module de Young des poudres A 1070 40-B5 et 10-60 UPS. La distribution de la dureté locale des poudres est présentée sur la Figure 21. La dissymétrie observée jusqu'ici est particulièrement forte pour la poudre 10-60 UPS. La variabilité des propriétés matériaux avec la présence de points « durs » ne peut être écarté mais ne peut être expliquée à ce stade.

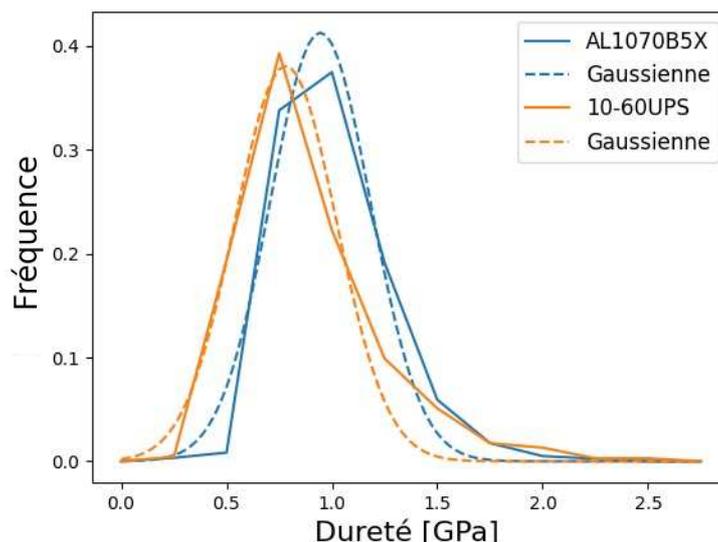


Figure 21 : Histogrammes et ajustement gaussien pour la dureté des poudres A 1070 40-B5 et 10-60 UPS. La Figure 22 présente les valeurs caractéristiques des gaussiennes pour la dureté et le module de Young, et synthétise les propriétés obtenues par nanoindentation sur des deux poudres. La A 1070 40-B5 affiche des propriétés mécaniques significativement supérieures à celles de la

10-60-UPS. Le module de Young réduit de la première est très proche de celui du matériau massif, alors que celui de la poudre UPS n'atteint que 88% du module de Young du massif. Les coefficients de variabilité sont respectivement de 17 et 30 % pour la poudre B5 et UPS. La dureté est, quant à elle, supérieure à celle de l'aluminium massif pour les deux poudres. La UPS est 17% moins dure que la B5. De plus, la variabilité de la poudre UPS est légèrement plus importante, avec un coefficient de variabilité de 31%, contre 26% pour la B5.

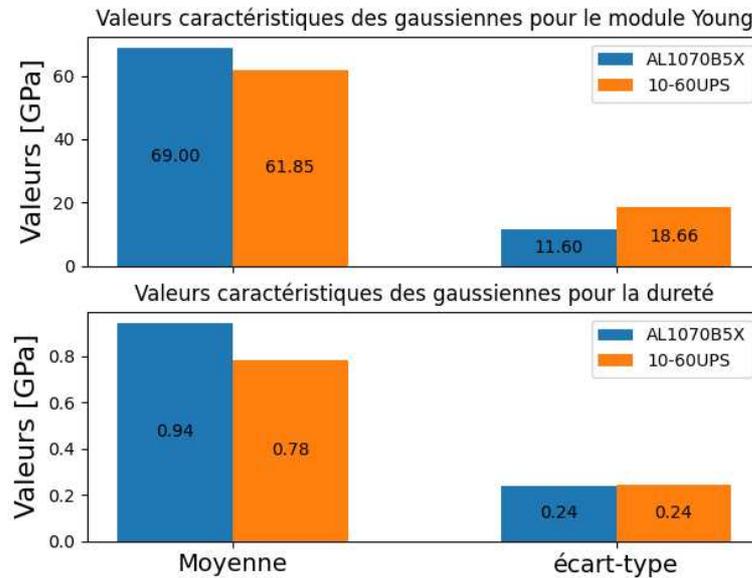


Figure 22 : Valeurs caractéristiques des gaussienne pour les poudres A 1070 40-B5 et 10-60 UPS avec, en haut, le module de Young et, en bas, la dureté

2.3.3. Pop-in

Un phénomène a été observé lors des expérimentations sur les poudres d'aluminium pur. Lors de certaines indentations, des dérives de déplacement à force constante sont visibles sur les courbes, comme le montre la Figure 23. Ce phénomène est décrit comme « pop-in » dans la bibliographie [18]–[20].

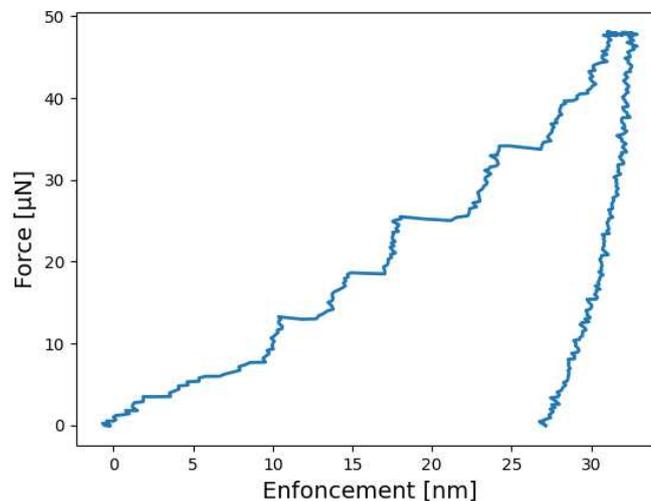


Figure 23 : Exemple de courbe force-enfoncement obtenue par nanoindentation, avec des pop-ins.

Dans l'article de A. Barnoush et al. [18], l'origine des « pop-ins » est étudiée par la combinaison de nano-indentation et d'imagerie par contraste de canalisation des électrons, qui permet de visualiser les bandes de dislocations par traitement d'image. Deux échantillons d'aluminium pur (99.9 w.%) préparés dans les mêmes conditions sont comparés, l'un traité à 600°C sous vide avec une faible densité de dislocation (A) et l'autre issu d'une barre sollicitée en fatigue uni-axiale jusqu'à fissuration, avec une forte densité de dislocation (B). Les échantillons ont été indentés sous une force de 500 μN . L'échantillon A présente systématiquement un pop-in à chaque indentation et l'échantillon B n'en présente aucun. Les auteurs expliquent que la présence des pop-ins est due à la nucléation de dislocations dans le matériau. L'article de F. Pöhl [19] s'attaque à l'étude des pop-ins dans du fer pur polycristallin. Différentes hypothèses de formation de pop in y sont présentées, dont la nucléation homogène de dislocations ainsi que le déverrouillage et la mise en mouvement des dislocations aux joints de grains. Les deux mécanismes sont schématisés sur la Figure 24.

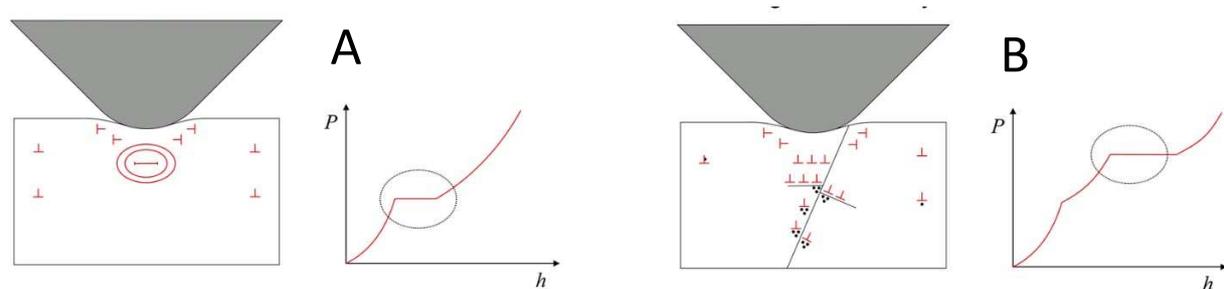


Figure 24 : Schéma de deux mécanismes possibles, à l'origine des pop-ins issu de [19]. A) Nucléation homogène des dislocations ; B) le déverrouillage et la mise en mouvement des dislocations aux joints de grains. Les dislocations sont représentées sous la forme d'un 'T' rouge inversé.

Cet article s'intéresse au nombre de pop-ins présent dans chaque courbe d'indentation mais également à l'ordre d'apparition des pop-ins. Il regarde d'abord le nombre de courbes avec ayant 0,1, 2 ou 3 pop-in dans la Figure 25 A. Il étudie également, la force critique ou force d'apparition et la longueur des pop-ins selon si c'est le premier, le second ou le troisième à apparaître. La Figure 25 A et B présente les résultats de ce travail.

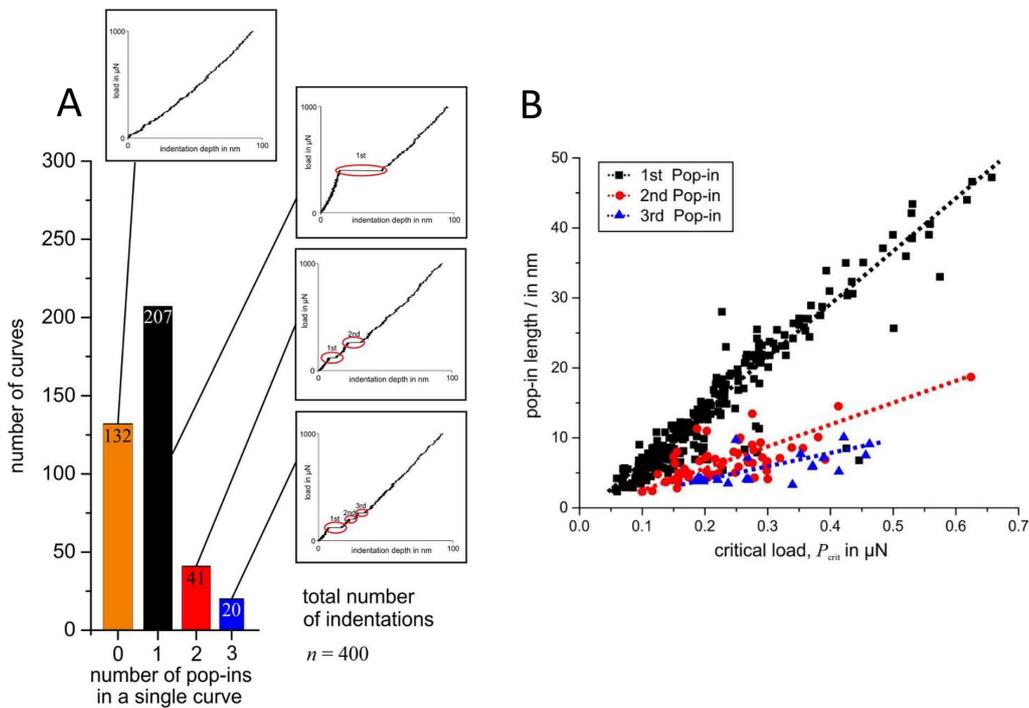


Figure 25 : Figures issues de [19], avec A) la répartition du nombre de pop-ins successifs dans 400 courbes d'indentation et B) la longueur de pop-ins en fonction de la charge critique.

La même analyse a été mise en œuvre sur les poudres de l'étude, afin d'essayer d'identifier l'origine et les conditions d'apparition des pop-ins. Un algorithme a été construit pour extraire les pop-ins des courbes force-déplacement (F-D dans la suite). Pour limiter la détection de faux pop-in, une valeur seuil de 1,5 nm a été arbitrairement fixée comme longueur minimale associée à un pop-in, ce qui est proche de la bibliographie et est un bon compromis avec les faux négatifs.

2.3.3.1. Al 1070 40-B5

Les essais sur la poudre 1070 40-B5 montrent des pop-ins lors des essais à 50 et 100 μN . Les deux cas sont analysés séparément dans la suite.

Essai à 50 μN

Sur la Figure 26 A, les longueurs des pop-ins sont tracées en fonction de la force à laquelle ils se produisent. La Figure 26 B montre la distribution des longueurs des pop-ins, par tranches de 0,5 nm. Pour les deux figures, les pop-ins sont labélisés par leur numéro d'apparition dans les courbes F-D. Par exemple, les points regroupés sous le numéro '1' sont les premiers pop-in étant apparus dans un essai, et sous le numéro '2' tous ceux apparaissant en second, et ainsi de suite jusqu'à 4.

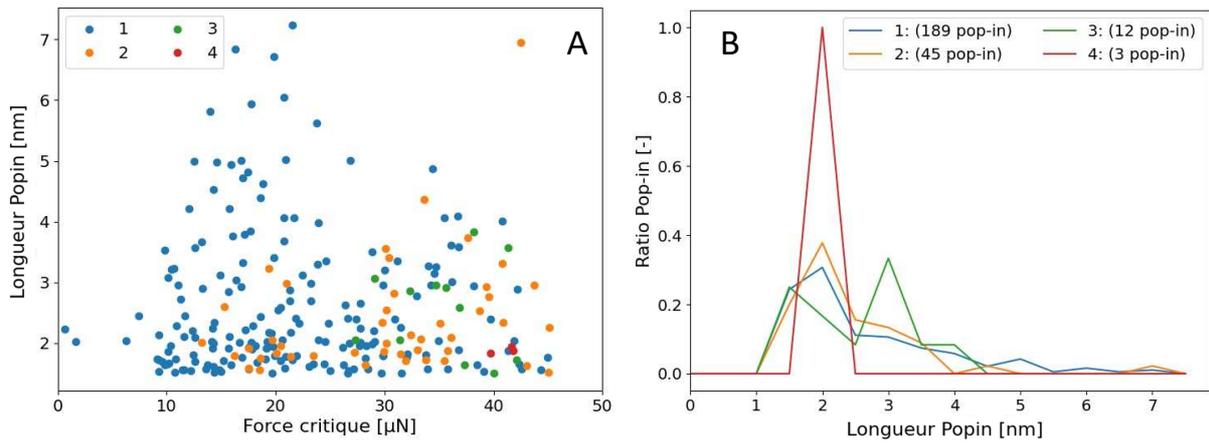


Figure 26 : Étude des pop-ins issus des essais sur la poudre 1070 40-B5 à 50 µN. A) Longueur des pop-ins en fonction de la force critique ; B) distribution des longueurs de pop-ins selon leur ordre d'apparition

Contrairement aux données de [19] sur le fer pur, aucun lien ne peut être fait ici entre la longueur et la force critique. De même, l'ordre d'apparition n'est pas lié à la force critique ou à la longueur. Les 3^{ème} ou 4^{ème} pop-ins apparaissent nécessairement à des forces plus élevées car 1^{er} et 2^{ème} pop-in doivent déjà apparaître lors de la même indentation. La figure B montre que l'ordre d'apparition n'a pas d'effet sur la longueur. Les pop-ins sont majoritairement d'environ 1,5 à 2 nm, et plus ils sont longs et plus ils sont rares. Pour les 3^{ème} et 4^{ème} pop-ins, les populations devraient tendre vers celle du 1^{er} pop-ins avec un nombre d'évènements suffisant.

Essai à 100 µN

Les essais à 100 µN sont traités de la même manière que ceux à 50 µN, et sont présentés Figure 27. Les tendances obtenues sont identiques à celles observées pour les essais à 50 µN, à savoir ; pas de lien entre la longueur et la force critique et une majorité des pop-ins de 1,5-2 nm, et des probabilités d'un plus long pop-in qui diminue avec la longueur.

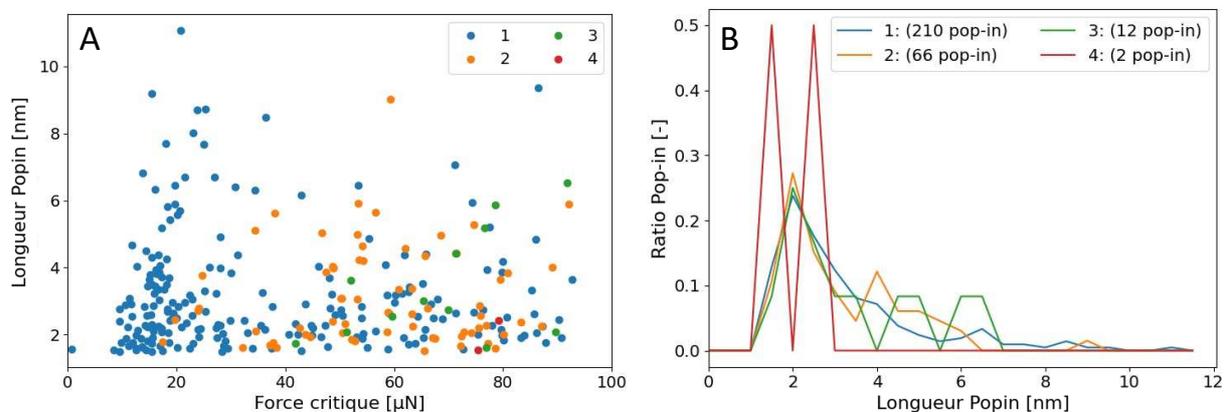


Figure 27 : Étude des pop-ins issus des essais sur la poudre 1070 40-B5 à 100 µN A) longueur des pop-ins en fonction de la force critique, B) Population de longueurs de pop-ins selon leur ordre d'apparition

2.3.3.2. 10-60 UPS

La même méthode est appliquée à la poudre 10-60 UPS sur la Figure 28. Comme pour la poudre B5, les pop-ins ont une longueur indépendante de la force critique et la longueur la plus probable tourne autour de 2 nm. Le plus grand nombre d'évènements pop-ins de cette courbe confirme que, que cela soit le premier pop-in ou pas, les pop-ins sont de 2 nm, et plus ils sont longs plus ils sont rares.

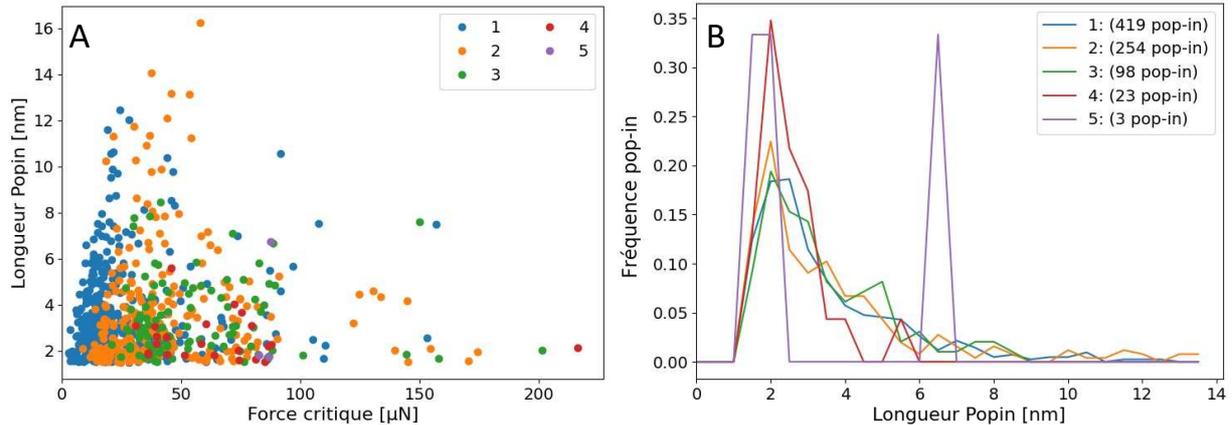


Figure 28 : Étude des pop-ins issus des essais sur la poudre 10-60 UPS ; A) longueurs des pop-ins en fonction de la force critique, B) Population de longueurs de pop-ins selon leur ordre d'apparition

2.3.3.3. Comparaison des poudres

On cherche ici à comparer les évènements pop-in en fonction de la poudre ; au vue des tendances observées précédemment, ils ont tous été regroupés par matériaux indépendamment de leur ordre d'apparition. L'aire sous la courbe en correspondance du pop-in est un estimateur indirect de l'énergie libérée lors des pop-ins. La Figure 29 présente la répartition des sommes des aires sous les pop-ins. Pour chaque courbe d'indentation, l'aire sous les pop-ins est calculée de la façon suivante : puisque, par définition de pop-in, la force est constante sur toute la longueur du pop-in, l'aire est égale au produit de la longueur du pop-ins par la force critique. Dans le cas de plusieurs pop-ins sur la même courbe, il suffit d'additionner les aires de chaque pop-in. La taille des classes de l'histogramme en Figure 29 est de 20 nm.µN.

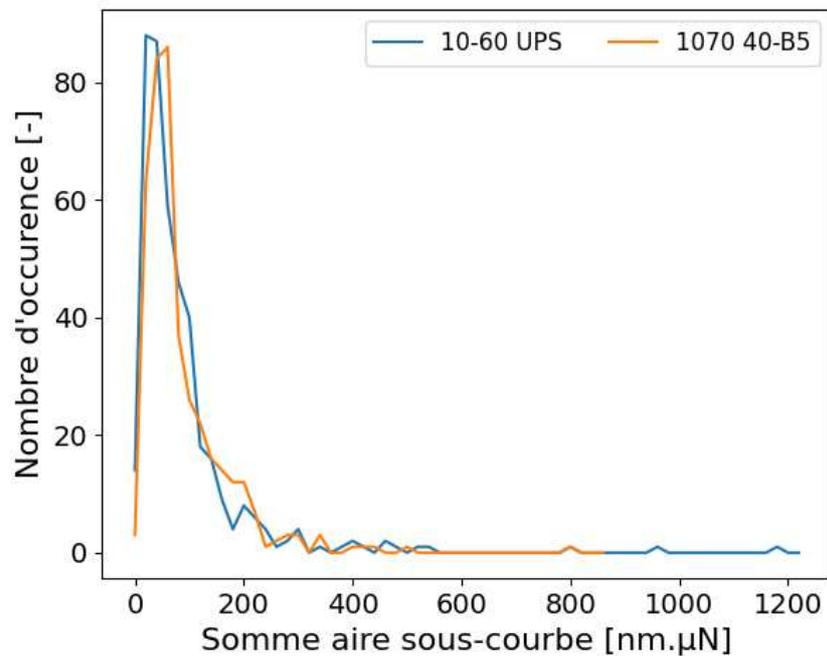


Figure 29 : Répartition de la somme des aires sous les pop-ins pour les deux poudres A 1070 40-B5 et 10-60 UPS.

Les résultats obtenus sont identiques pour les deux poudres : le pic de la distribution se situe autour de 40 nm.µN.

Une autre comparaison entre les deux poudres est donnée par la répartition du nombre de pop-ins par courbe d'indentation, comme c'est montré sur la Figure 30. Le même type de graphique était proposé dans l'article de Pöhl [19], Figure 25 A.

Pour la poudre B5, 67% des courbes n'ont pas de pop-ins et 33% en ont (24% en ont 1, 7% en ont 2, 2% en ont 3 et moins de 1% en ont 4). La poudre UPS quant à elle, en présente une proportion bien différente : 39% n'ont pas de pop-ins et 61% en ont (24% pour 1 pop-ins, 23% pour 2, 11% pour 3, 3% pour 4 et moins de 1% en ont 5). L'origine de cette différence résiderait, selon la littérature, dans le fait que la poudre UPS possède plus de zones à faible concentration de défauts que la poudre B5, ce qui serait cohérent avec la différence de dureté qui est de 0,94 GPa pour la poudre B5 et 0,78 GPa pour la poudre UPS. Ce résultat est en accord avec l'article de Pöhl, qui explique les pop-ins par la manifestation du mouvement des dislocations lors de l'indentation, plus le matériau est mou et plus la mobilité des dislocations est simplifiée. Cependant, ces analyses seraient à compléter par une analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés sur les particules indentées pour vérifier, avec la position des indents, s'il y a un effet de l'orientation cristalline sur les événements pop-ins.

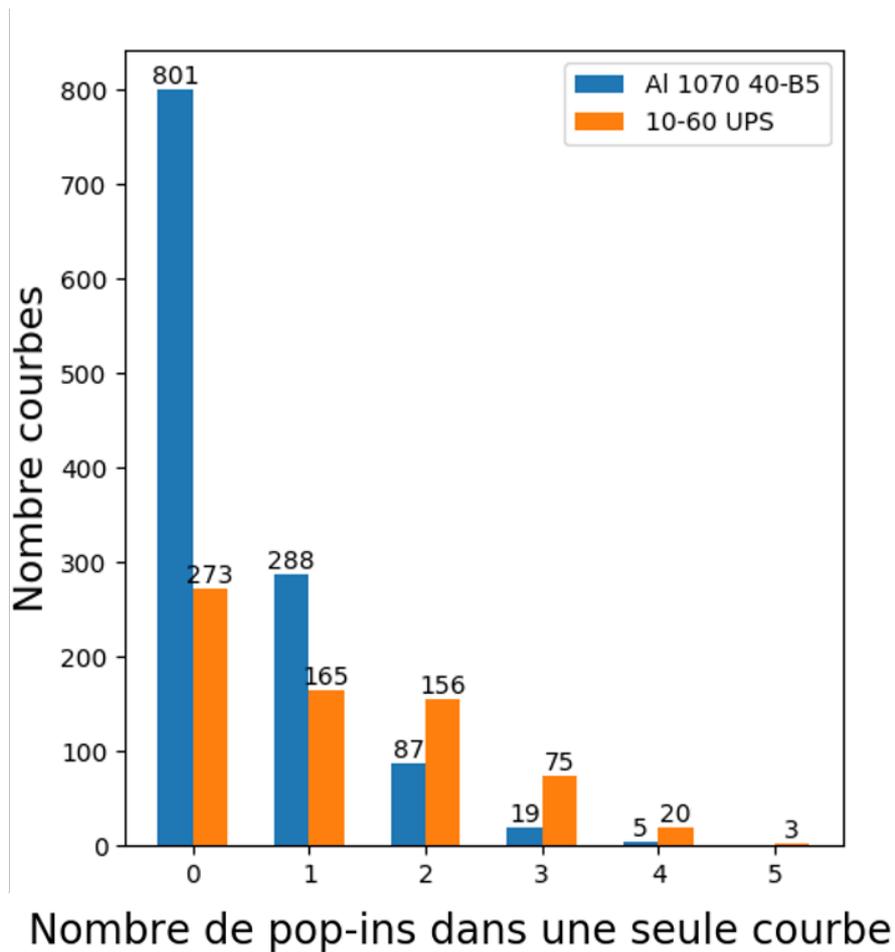


Figure 30 : Histogramme du nombre de pop-ins observés dans 1200 courbes pour la poudre Al 1070 40-B5 et 692 courbes pour la poudre 10-60 UPS.

D'autres analyses pourraient être menées à partir de ces nombreux résultats, comme la modélisation numérique de l'essai, ou encore la recherche du lien entre le nombre de pop-ins et le module de Young réduit local. Ces axes de recherche n'ont pas pu être explorés dans le cadre de ce travail par manque de temps.

2.3.4. Conclusion

Les essais sur les particules de poudre Al 1070 40-B5 donnent des résultats relativement proches pour les différentes particules. Les modules de Young mesurés par nanoindentation sont proches de celui du matériau massif, hormis un écart constaté sur 2 particules. En revanche, la dureté de la poudre, quelle que soit la particule, est bien supérieure. La force maximale d'indentation a un effet sur la valeur de la dureté : plus elle est faible, plus la dureté est élevée. La poudre de 10-60 UPS donne des résultats plus variables que la B5. Le module de Young moyen est plus faible que celui de l'aluminium massif, mais la dureté est plus importante. La poudre B5 est plus dure que la poudre UPS (0,94 contre 0,78 GPa).

Des pop-ins ont été détectés sur les courbes force/déplacement. Pour les deux poudres, aucun lien entre leur longueur et la force critique n'a été observé. L'ordre d'apparition des pop-ins sur

une même courbe n'a pas d'effet sur les longueurs. La majorité des pop-ins mesure environ 2 nm. La distribution des énergies libérées lors d'un pop-in est la même pour les deux poudres. Pour la poudre UPS, 61% des courbes présentent des pop-ins, alors que pour la B5 seulement 33% en ont. Le nombre de pop-ins semble être inversement proportionnel à la dureté.

2.4. Conclusion aluminium pur

Il a été observé, avec l'analyse en diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD, que la poudre A 1070 40-B5 présente une microstructure constituée de gros grains, régulièrement monocristalline, avec une sous structure cellulaire de sous-joints héritée de son atomisation. La poudre 10-60 UPS est polycristalline sans sous-structure, et donc relevant d'une solidification planaire.

L'analyse par DRX a montré que la poudre B5 possède la microstructure la moins hors d'équilibre, avec de faibles microdéformations et un grand domaine diffractant. Les poudres de la gamme UPS présentent quant à elles de grands domaines diffractants, sauf pour la granulométrie 20-50 qui est moyenne. Leurs microdéformations sont les plus importantes parmi les poudres étudiées, mais plus la granulométrie est serré autour de 30-40 μm , plus les microdéformations sont faibles.

La nanoindentation montre que la poudre B5 est plus dure que la poudre UPS (0,94 contre 0,78 GPa). Une dissymétrie vers les grandes valeurs de dureté et de module de Young est présente pour toutes les courbes de population. Des évènements de pop-in ont également été observés, généralement d'une longueur de 2 nm, et plus fréquents pour la poudre UPS, est plus tendre que la poudre B5.

3. Poudres d'alliages d'aluminium

Dans cette partie les poudres A 2024 40-A5 et son équivalente ultra sphérique A 2024 40-B5 sont comparées via la diffraction des électrons rétrodiffusés EBSD, l'analyse DRX par la méthode de Williamson-Hall, et la nanoindentation. On rappelle que la poudre B5 a subi un traitement supplémentaire pour améliorer sa sphéricité. La poudre 7050-UA est également analysée par DRX.

3.1. Diffraction des électrons rétrodiffusés

Les paramètres d'acquisition et la préparation des échantillons sont décrits dans le chapitre 2. L'acquisition d'une grande zone est difficile pour les poudres d'alliage d'aluminium de par la faible diffraction de l'aluminium préparé du à l'érouissage de surface, la microstructure fine et la présence de la résine non conductrice, ainsi que la difficulté du polissage de ce matériau.

3.1.1. Résultats

Une seule cartographie correcte a pu être réalisée sur la poudre 2024 40-B5, pour permettre l'observation d'un total de 7 particules. Cette cartographie est présentée à la Figure 31 avec, de la gauche vers la droite, la figure inverse de pole (IPF), la carte d'indice de qualité (IQ) et la superposition de ces deux dernières.

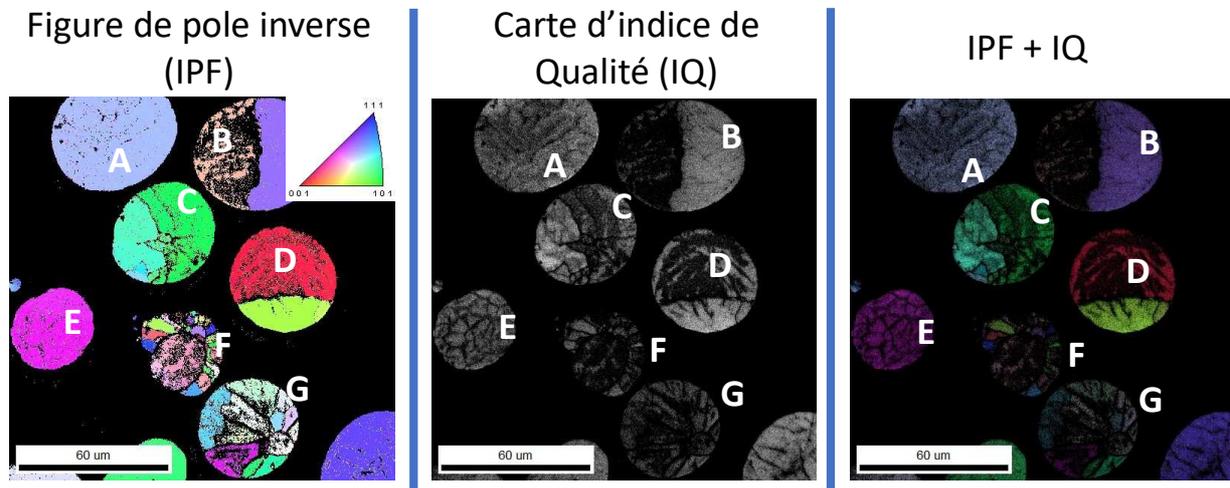


Figure 31 : Cliché EBSD de particules de la poudre A 2024 40-B5 avec, de gauche à droite, la figure inverse de pole, la carte d'indice qualité et leur superposition.

Une hétérogénéité de microstructure est observée parmi les particules, car certaines apparaissent monocristallines tandis que d'autres sont polycristallines sur la tranche analysée. L'observation d'un petit nombre de particules en coupe ne permet pas d'évaluer la taille de grains, ni de préciser la microstructure de ces derniers, en raison de biais géométriques et statistiques.

Dans la carte des IQ, des lignes noires, et dans certains cas des bandes, sont visibles à l'intérieur des particules. Corréliées aux IPF, elles suggèrent une microstructure de type cellulaire pour les particules A, E et G. Les particules B, C, D et, en partie, G présentent des lignes et bandes plus diffuses et très sombres dans les cartographies IQ, indiquant une mauvaise cristallinité de ces zones, suggérant possiblement une microstructure dendritique. Les données de la particule F sont trop bruitées pour être analysées. Le contraste très sombre de la cartographie IQ indique un écart à la cristallinité idéale généralisé de l'ensemble des particules, suggérant fortement un fort taux de microdéformation.

La superposition de l'IPF et l'IQ apporte peu, en raison d'un contraste très sombre, évoquant bien un écart à la cristallinité idéale. Il apparaît cependant montre que la grande majorité des lignes et bandes restent cantonnées à l'intérieur des grains, et relèvent plus d'une sous-structure que de joints de grains, à l'exception toutefois des grains F et G où joints de grains et sous-joints cellulaires cohabitent. L'analyse EBSD, quoique partielle ici statistiquement, révèle une

microstructure des particules de poudres complexe et diverses, de cellulaire à dendritique, cette dernière étant cohérente avec l'observation au MEB de la surface des particules (Figure 32). La rugosité de peau des particules, très fine, en cohérence avec la taille des sous-structures et cristallites dendritiques mises en évidence en EBSD, apparaît plutôt représentative de celles-ci plutôt que des grains à proprement parlé, bien plus étendus.

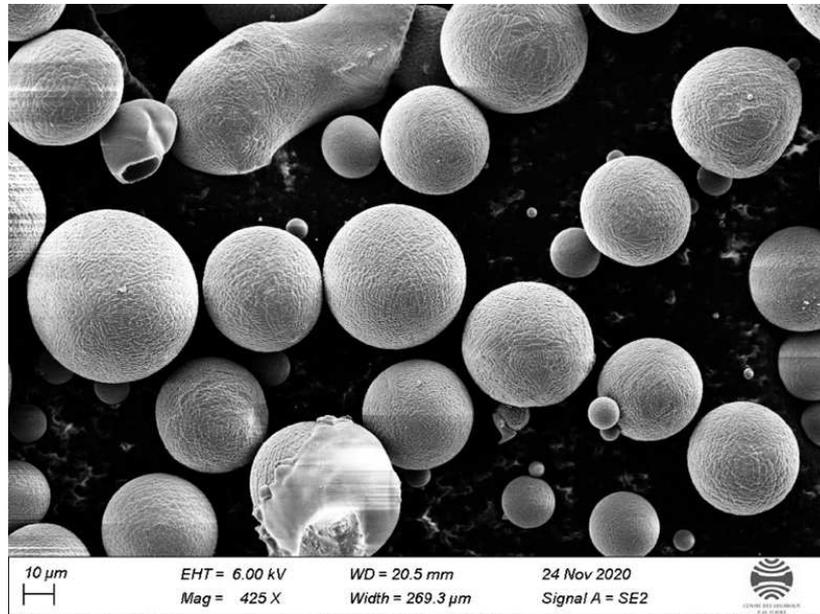


Figure 32 : Image MEB en électrons secondaires de poudre libre A 2024 40-B5.

Plusieurs tentatives de cartographie EBSD ont été réalisées sur la poudre A5. L'indexation est encore plus mauvaise que pour la poudre B5, malgré toutes les précautions prises lors de la préparation des échantillons et de l'acquisition. Seulement les deux meilleurs résultats, malheureusement très bruités, sont présentés sur la Figure 33.

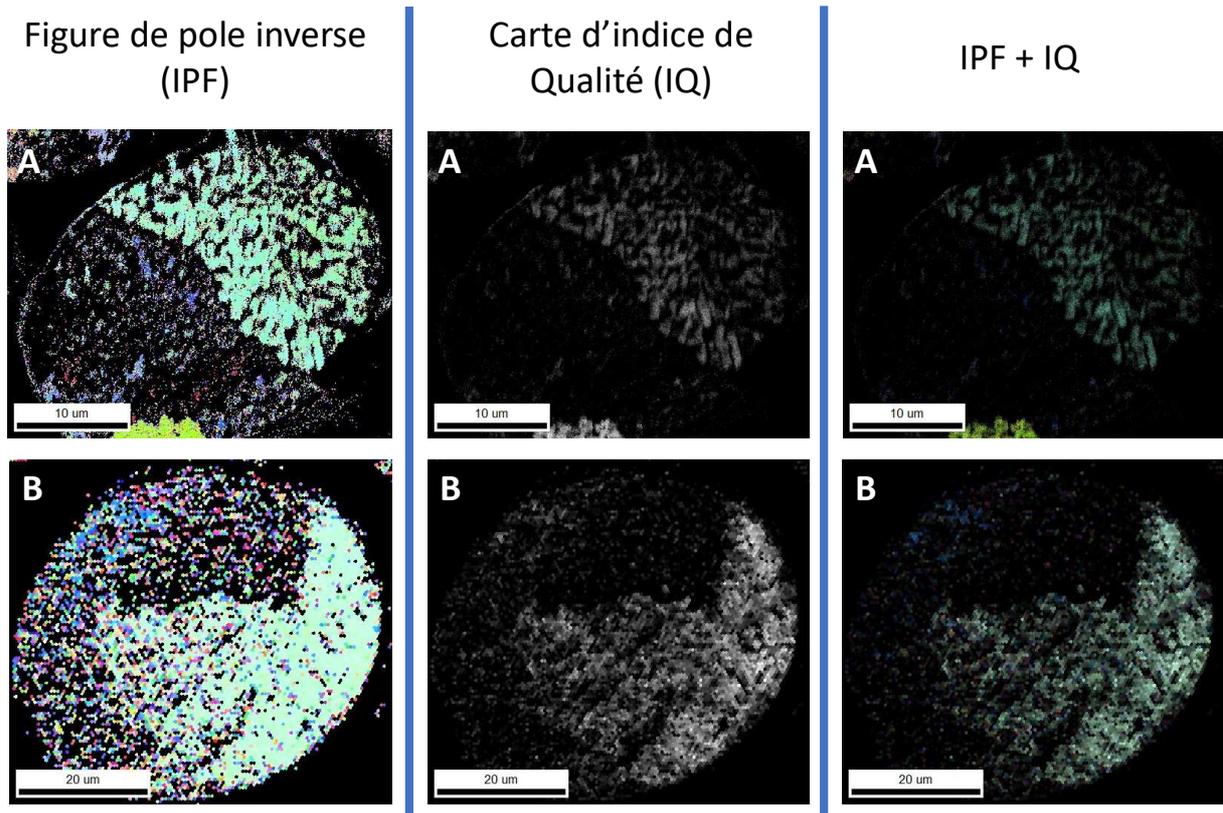


Figure 33 : cartographies EBSD de deux particules de la poudre A 2024 40-A5 avec, de gauche à droite : les figures inverses de pole IPF, les cartes d'indice de qualité IQ et la superposition de ces dernières.

Malgré un contraste très bruité, les IPF montrent que chacune des deux particules observées est constituée de deux grains, dont la cristallinité n'apparaît pas irréprochable, ce qui est confirmé par les cartographies IQ. L'échelle de couleur est la même que pour la poudre B5.

Ce contraste bruité peut provenir de sous-structures fines et nombreuses, ce qui rapprocherait cette poudre de la B5.

3.1.2. Analyse

La bibliographie indique que les particules de poudres affichant une microstructure monocristalline ou avec un faible nombre de grains ne sont pas communes pour les poudres d'alliages d'aluminium. En effet, les travaux de Sabard et Hussain [4], [21] montrent que les poudres d'alliage d'aluminium présentent une microstructure fine, c'est-à-dire polycristalline à grains fins. Cependant, la sous-structure cellulaire à dendritique est commune pour les matériaux alliés obtenues par solidification ultra-rapide, fabrication additive par fusion ou atomisation [22], [23]. Selon la théorie de la solidification rapide, l'instabilité du front de solidification est amplifiée par la présence d'éléments d'alliage [22]. Cette instabilité conduit à l'affinement de la sous-structure, soit la diminution de la taille des cellules ou des dendrites. Lors de la solidification, les éléments d'alliage n'entrant pas en solution sont poussés par le front de solidification et ségrègent finalement aux joints de grains, aux sous-joints des cellules

ou encore dans les espaces inter-dendritiques, qui sont autant de lieu de faiblesse de la structure. Dans notre cas, c'est majoritairement le cuivre qui va se ségréger aux joints de grains.

La poudre A5 apparaît posséder une sous-structure plus fine que la B5. Ceci peut s'expliquer par les différentes histoires thermiques subies par les deux poudres, la poudre B5 étant identique à la poudre A5 à laquelle on a fait subir un traitement additionnel pour en augmenter la sphéricité. Ce traitement apporte de l'énergie thermique qui permet au matériau de favoriser la coalescence des cellules et dendrites. Ceci a pour effet d'augmenter la taille des cellules et des dendrites. Cette analyse s'appuie sur un nombre d'observations assez réduit, et donc statistiquement questionnable, en raison de la difficulté à réaliser des acquisitions EBSD de qualité sur ce matériau divisé dont la préparation est très délicate. Il serait donc nécessaire de rendre cette analyse plus robuste par un plus grand nombre d'analyses sur une quantité plus importante de particules.

3.1.3. Conclusion

L'analyse des scans EBSD, bien que parcellaire et de qualité médiocre, indique que les poudres alliées présentent un faible nombre de grains par particule. Une sous-structure cellulaire à dendritique, due à l'effet de la solidification rapide et des éléments d'alliage, a été observée. Le traitement supplémentaire subi par la poudre B5 apparaît apporter suffisamment d'énergie pour provoquer la coalescence des cellules.

3.2. Diffraction aux rayons X

La diffraction aux rayons X est, comme pour les poudres pures, utilisée pour étudier les microdéformations et, de manière indirecte, pour évaluer les tailles des domaines diffractants. Ces analyses ont été réalisés lors de la campagne dédiée aux poudres d'aluminium pur.

Les poudres analysées ici sont :

- A 2024 40-B5
- A 2024 40-A5
- A 7050-UA

3.2.1. Résultats

La Figure 34 présente les diffractogrammes tronqués des 8 pics de diffraction les plus importants, afin de simplifier la lecture.

La poudre 2024 40-B5 affiche les pics de diffraction les plus hauts. Ceux de la 2024 40-A5 ont une forme similaire, mais ils sont légèrement plus étalés. Ceci indique que la cristallinité de la poudre B5 est de meilleure qualité, avec moins de défauts de structure.

ÉTUDE DES CARACTÉRISISTIQUE INTRINSÈQUES DES POUDRES

La poudre 7050-UA montre un décalage systématique des pics vers la gauche, ce qui peut indiquer que son paramètre de maille est légèrement plus grand. Il peut aussi être du à la présence de différents éléments d'alliages, ce point ne sera pas approfondi mais sera pris en compte dans les analyses. La forme des pics de la poudre de 7050-UA est similaire à la poudre de 2024-A5 et donc plus élargie que la poudre B5.

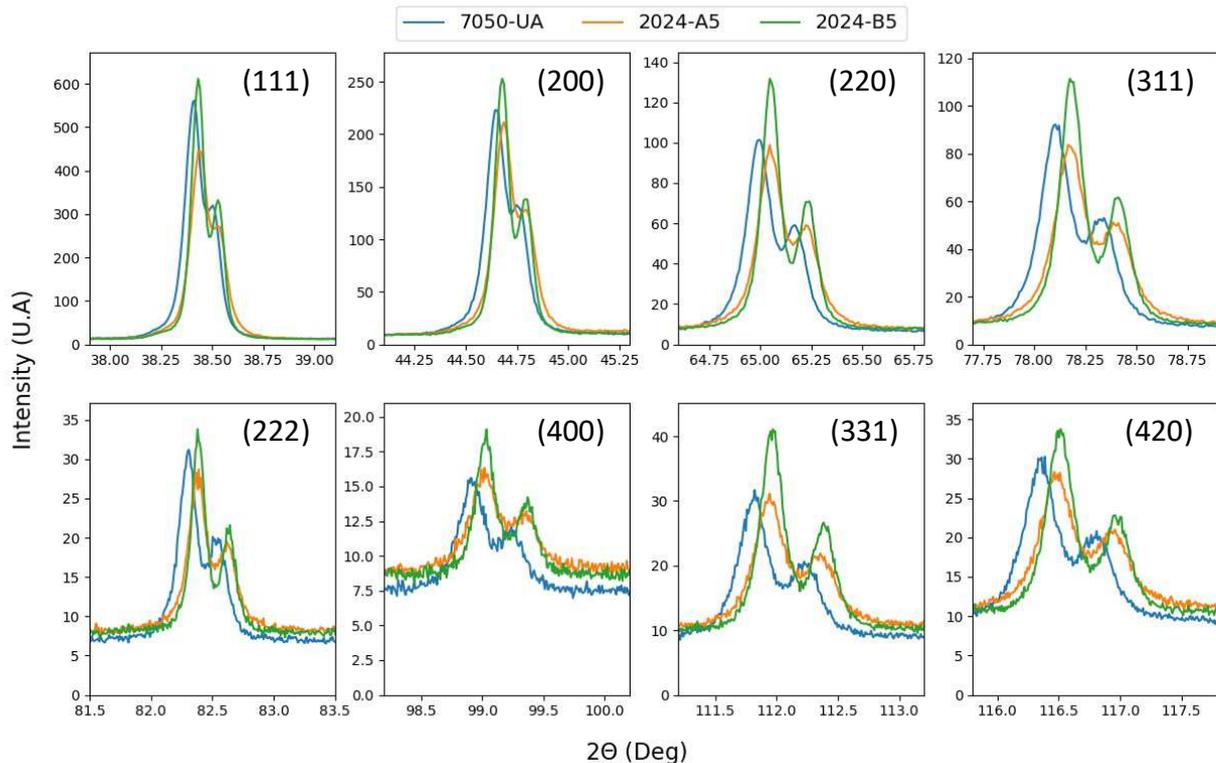


Figure 34 : Diffractogrammes des huit pics les plus intenses des poudres d'aluminium allié

Pour étudier les différences de microdéformations entre les poudres, une analyse de Williamson-Hall est effectuée, avec les mêmes hypothèses que pour les poudres d'aluminium pur. La Figure 35 présente le diagramme de Williamson-Hall : $\Delta K(K)$ est formaté de la même manière que pour l'aluminium pur. La poudre 2024 40-B5 présente la pente et l'ordonnée à l'origine les plus faibles. Les poudres 2024 40-A5 et 7050-UA sont proches et au-dessus de la précédente. Comme pour les poudres d'aluminium pur, aucun facteur de correction n'a été appliqué pour obtenir ces droites. Les déformations plastiques sont donc considérées comme étant négligeables.

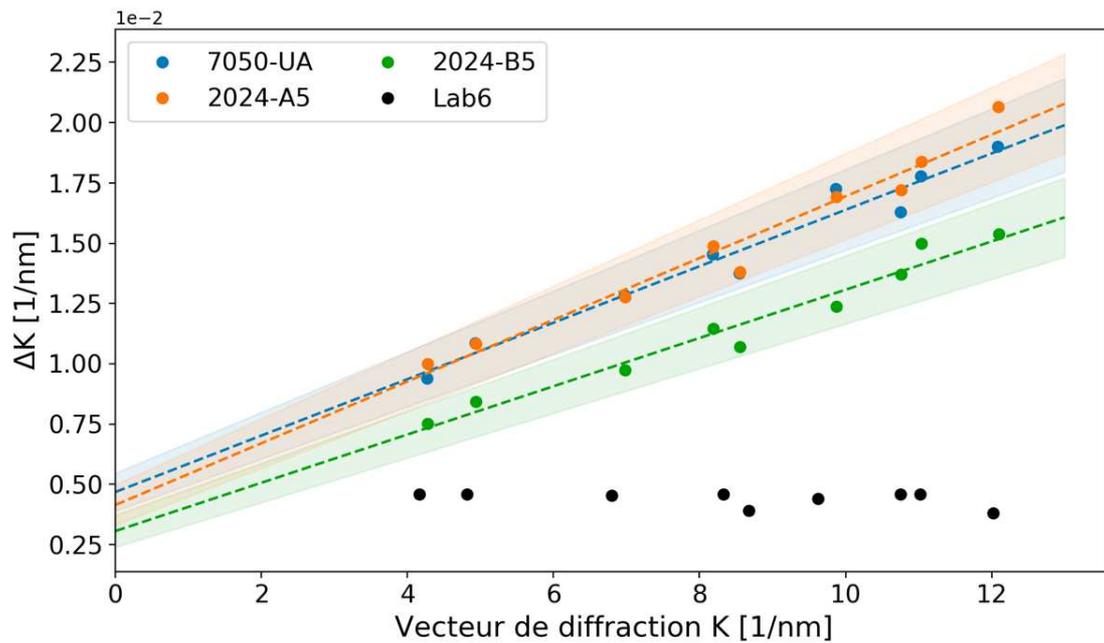


Figure 35 : Diagramme de Williamson-Hall pour les poudres alliées. Les points correspondent aux mesures expérimentales (les huit pics de la Figure 34 et les lignes en pointillés aux interpolations linéaires.

Les pentes et les ordonnées à l'origine des interpolations $\Delta K(K)$ sont présentées dans les histogrammes de la Figure 36. Les poudres sont classées de gauche à droite par ordre croissant de pentes.

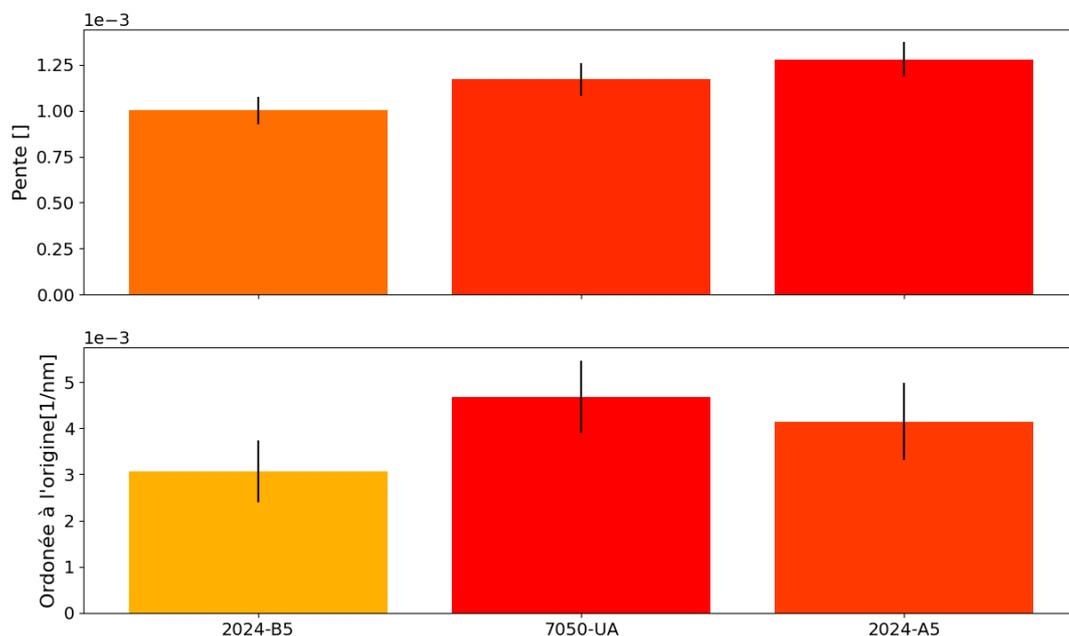


Figure 36 : Diagrammes à barres des valeurs caractéristique des interpolations du diagramme de Williamson-Hall. En haut la pente de l'interpolation et en bas son ordonnée à l'origine

L'analyse de la figure n'est pas quantitative ; elle peut cependant être comparative dans la mesure où les acquisitions ont été réalisées dans les mêmes conditions. La comparaison est

d'autant plus pertinente entre les poudres de 2024 car elles ont exactement la même composition chimique.

La poudre B5 présente la pente la plus faible et la poudre A5 la plus élevée, signe de plus de microdéformations pour cette dernière. La 7050 est, quant à elle, située entre les deux. Si l'on élargit la comparaison aux poudres d'aluminium pur, il peut être noté que la poudre alliée avec le moins de microdéformations (2024 40-B5) a malgré tout une pente plus raide à la poudre d'aluminium pur (07-25 UPS) avec la pente la plus élevé (1.10^{-3} contre $8,5.10^{-4}$).

Pour ce qui concerne l'ordonnée à l'origine, nous avons déjà vu que son inverse est proportionnel au domaine diffractant. La méthode choisie ne permet pas de le quantifier, mais il est possible d'effectuer une comparaison entre les différentes poudres étudiées. La poudre B5 est également avec l'ordonnée à l'origine la plus faible, et donc le domaine diffractant le plus grand, suivit de la A5 et enfin la poudre de 7050.

L'état ou la qualité de microstructure des poudres est fonction d'une combinaison qualitative des microdéformations et de la taille du domaine diffractant. Ainsi la poudre 2024-40 B5 apparaît être la plus stable. Il serait hasardeux de classer les deux autres car la poudre A5 est plus déformée mais présente un plus grand domaine diffractant, et c'est l'inverse pour la poudre de 7050. Toutes les poudres d'alliages ont cependant des microdéformations plus grandes et un domaine diffractant plus petit que n'importe quelles poudres d'aluminium pur étudiées précédemment.

3.2.2. Discussion et conclusion

L'analyse DRX sur les poudres alliées a permis de comparer les microdéformations créées par l'atomisation, ainsi que la taille de des domaines diffractants.

La poudre 2024-B5 présente le moins de déformations et les plus grands domaines diffractants, apparaissant donc comme étant la poudre la plus à l'équilibre. En comparaison, la poudre A5 a le taux de microdéformations le plus important. Le traitement supplémentaire de la B5 diminue le taux de déformation en plus d'augmenter la sphéricité des particules. Cet adoucissement s'accompagne d'une augmentation de la taille de grains. En ajoutant les analyses EBSD de la partie 3.1.3, l'hypothèse de l'augmentation de la taille des cellules, ou de passage de dendrites à des cellules par le traitement B5, est cohérente avec l'analyse DRX.

La poudre 7050-UA à un taux de microdéformation compris entre les celui des deux poudres 2024. Cette poudre est, comme pour la A5, brute d'atomisation. L'alliage 7050 est plus fortement allié que le 2024, ce qui devrait conduire à une microstructure plus fine et à des

déformations plus importantes à l'atomisation. Cependant, l'élément d'alliage majoritaire dans le 7050 est le zinc, qui a un point de fusion plus faible que l'aluminium (419,5 °C contre 660 °C) et toutes les combinaisons d'aluminium-zinc ont une température de fusion inférieure à l'aluminium pur, ce qui pourrait expliquer pourquoi les déformations sont plus faibles que pour la poudre A5.

3.3. Nanoindentation

Des essais de nanoindentation ont été réalisés sur les poudres A 2024 40-B5 et A5, afin d'en évaluer ici aussi le module de Young réduit et la dureté locale. La méthode de préparation des échantillons est décrite au chapitre 2.

3.3.1. Résultats

L'indentation a été effectuée sous deux forces maximales (50 et 100 μN) et, pour chaque poudre, six particules ont été cartographiées. On a donc réalisé une succession de 100 indentations réparties sur une grille régulière de 10 x 10 indents, soit un total de 1200 indents par poudre. Ainsi, des cartographies de module de Young réduit et de dureté peuvent être construites, comme l'exemple présenté Figure 37 pour la poudre B5. La cartographie montre bien la variabilité des mesures au sein d'une même particule. Cet exemple est représentatif des autres particules indentées, qui affichent toutes une forte variabilité.

Certains indents ont mordu dans la résine d'enrobage ; les points présentant un module de Young inférieur à 20 GPa sont considérés comme étant dans la résine et ont été exclus des analyses successives.

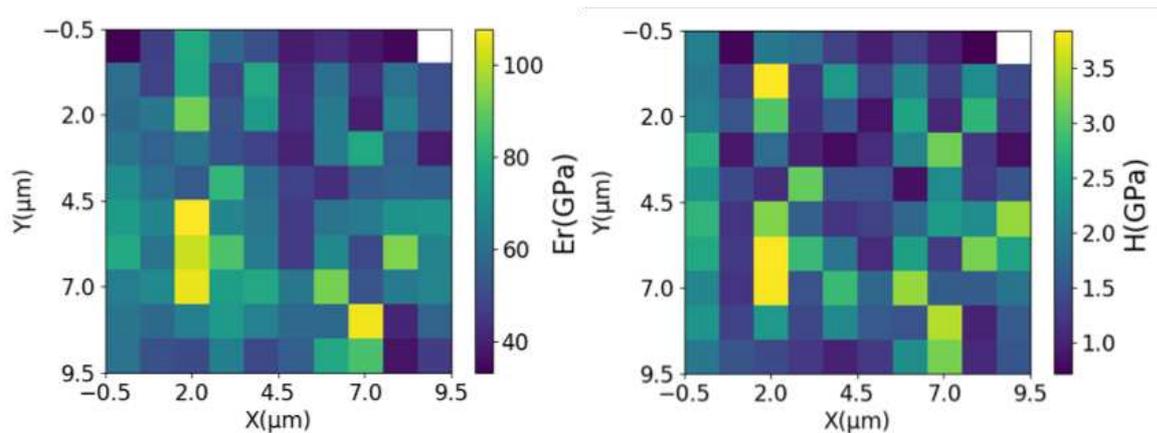


Figure 37 : Exemple des cartographies du module de Young réduit, à gauche, et de dureté, à droite, pour une particule de 2024 40-B5

3.3.2. Analyse

Dans cette partie, on se focalise sur l'analyse statistique des mesures, particule par particule d'abord et ensuite sur l'ensemble des mesures, sans plus s'intéresser à la distribution spatiale

des données. On a choisi d'étudier la population d'indents en fonction des valeurs de module Young et de dureté correspondantes. L'ensemble des mesures est présenté par histogramme. La largeur des classes a été choisie après une étude empirique ayant pour but de trouver le meilleur compromis entre définition et lissage de courbe. Les largeurs sont de 10 GPa et de 0,45 GPa pour, respectivement, le module de Young et la dureté. Les fréquences sont ensuite normalisées par le nombre total d'indents.

Les histogrammes obtenus sont ajustés par la somme pondérée de deux gaussiennes (voir Équation 2).

Équation 2 : Équation de la somme pondérée de deux gaussiennes

$$G(x) = k_1 \left(\frac{1}{\sigma_1 \sqrt{2\pi}} \times \exp \left(-\frac{(x-\mu_1)^2}{2\sigma_1^2} \right) \right) + k_2 \left(\frac{1}{\sigma_2 \sqrt{2\pi}} \times \exp \left(-\frac{(x-\mu_2)^2}{2\sigma_2^2} \right) \right)$$

Avec k_1 et k_2 les coefficients d'ajustement de l'aire sous les courbes ; σ_1 et σ_2 les écarts types ; μ_1 et μ_2 les moyennes ou espérances.

Seulement deux exemples de courbes sont présentés Figure 38 par soucis de clarté. Les exemples choisis sont issus des essais sur la poudre A5 à 50 μ N ; ils illustrent deux cas rencontrés, pour les deux poudres, qui justifient l'ajustement par une somme de gaussiennes :

- particule 3 : la courbe expérimentale a une forme bimodale ;
- particule 4 : la courbe expérimentale a une forme de gaussienne dissymétrique.

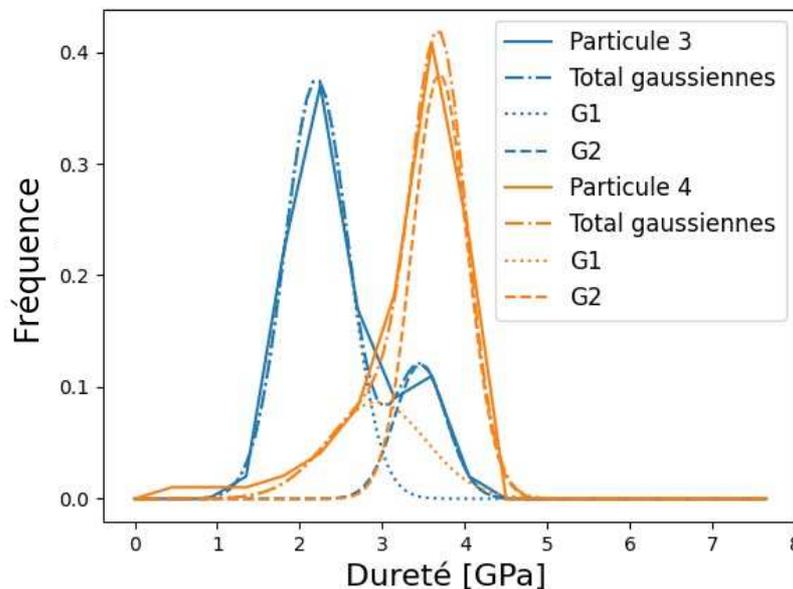


Figure 38 : Exemple d'histogrammes pour deux particules de la poudre 2024 40-A5, avec l'ajustement par la somme pondérée de deux gaussiennes

Une fois l'ajustement fait, les paramètres des deux gaussiennes sont extraits et utilisés pour la comparaison entre les différentes particules au sein d'une même poudre, en premier lieu pour une force maximale donnée, puis en second lieu pour comparer l'effet des deux forces et, enfin, pour la comparaison globale des poudres entre elles.

Essais à 50 μ N

Cette partie compile les résultats obtenus par l’ajustement de la somme pondérée de deux gaussiennes sur 6 particules avec 100 indents chacune, soit 600 indents au total. La gaussienne de gauche est nommée G1, celle de droite G2. Sur la Figure 39 sont représentées, à gauche, les moyennes des deux gaussiennes avec leurs écarts types et, à droite, le rapport des aires des deux gaussiennes, G1/G2. Si ce rapport est supérieur à 1, cela signifie qu’une plus grande partie des indents appartient à la gaussienne G1, sinon à la gaussienne G2 dans le cas contraire. Ces résultats sont présentés pour le module de Young et la dureté Figure 39.

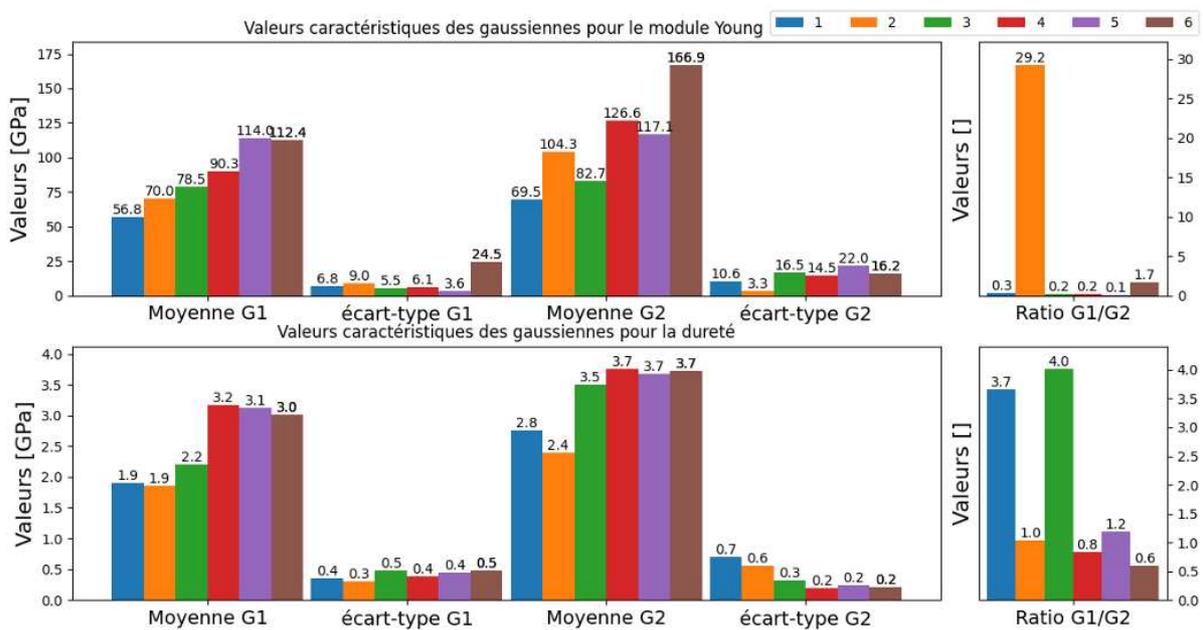


Figure 39 : Graphique à barres des paramètres des gaussiennes G1 et G2 et le rapport des aires G1/G2, pour la poudre A 2024 40-A5 avec une charge maximale de 50 μ N

Le module Young est très variable d’une particule à l’autre, ce qui, on l’a vu, n’est pas clairement interprétable théoriquement sauf à faire appel à des variations de composition chimique et/ou de phases significatives ou à un certain niveau de porosité. A l’exception des particules 2 et 6, la gaussienne G2 affiche une contribution beaucoup plus forte que G1. Ainsi, les particules 1 et 2 ont un module de Young moyen proche de celui de l’aluminium massif, 70 GPa. Un très grand nombre d’indents sur les autres particules conduisent à un module de Young plus élevé que celui de l’aluminium massif. Les valeurs moyennes du module de Young sur l’ensemble des points pour chaque particule sont de 80 GPa pour la particule 3, et d’environ 126 GPa pour chacune particules 4, 5 et 6.

Pour les particules 1 et 3, la dureté affiche une plus forte contribution de la gaussienne G1, pour les particules 2, 4 et 5 une contribution équivalente de G1 et G2, et pour la particule 6 une

contribution plus importante de G2. Ainsi, les particules 1, 2 et 3 ont une dureté proche de 2 GPa, alors que celle des particules 4, 5 et 6 est supérieure à 3 GPa. La dureté est très largement supérieure à la dureté du 2024-T4 corroyé massif.

On observe que les particules 1 à 3 et 4 à 6 ont des caractéristiques mécaniques locales différentes, en particulier la dureté. Cette différence marquée peut provenir de l'échantillonnage car les essais relatifs aux particules 1 à 3 ont été effectués sur des coupes de particules avec une taille apparente supérieure à 50 μm , et les autres sur des coupes avec une taille apparente inférieure à 50 μm . S'agissant d'un échantillonnage de sections d'un faible nombre de particules, il n'est pas possible statistiquement de savoir si cela correspond à une analyse de petites ou de grandes particules, ou si un effet cœur/peau est à l'œuvre ici.

Essais à 100 μN

La même méthode d'analyse des essais à 50 μN a été appliquée pour les essais à 100 μN . Les trois premières particules sollicitées ont un diamètre apparent supérieur à 50 μm et les autres un diamètre inférieur à cette valeur. La Figure 40 présente les paramètres des gaussiennes obtenus avec les essais à 100 μN , avec une présentation comparable à celle de la Figure 39.

Pour le module de Young, seule la particule 3 affiche une contribution plus importante de G1. Les particules 1 à 3 ont une valeur proche de celle de l'aluminium massif. Pour les autres particules, le module de Young est très élevé, supérieur à 120 GPa.

Pour la dureté, la contribution de G1 est plus forte, à l'exception de la particule 6 et de la particule 5 pour qui la contribution de G1 et G2 est équivalente. Les résultats obtenus ici sont proches de ceux obtenus avec une force de 50 μN , à savoir que les trois premières particules ont une dureté légèrement supérieure à 2 GPa (les deux premières dans le cas d'une force de 50 μN) et les autres une dureté supérieure à 3 GPa (les quatre dernières dans le cas d'une force de 50 μN).

ÉTUDE DES CARACTÉRISISTIQUE INTRINSÈQUES DES POUDRES

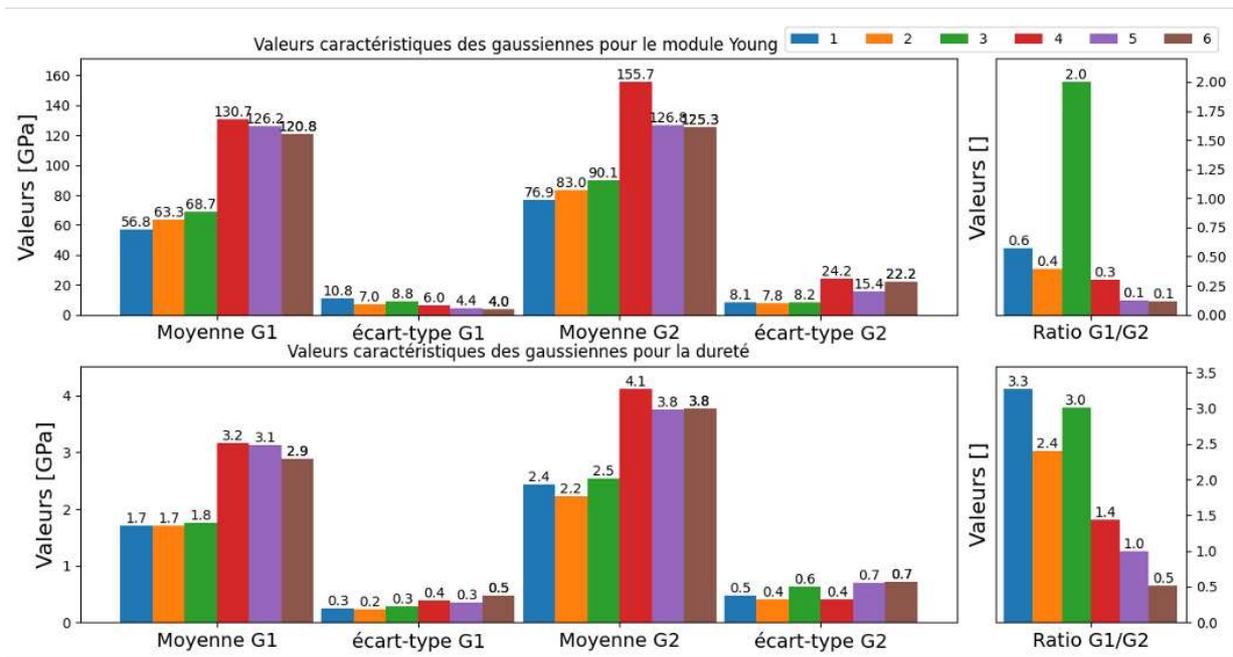


Figure 40 : Graphique à barres des valeurs caractéristiques des gaussiennes G1 et G2 et le ratio de l'aire sous courbe de G1 et G2 pour la poudre A 2024 40-A5 à 100 µN

Influence de la force d'essais

Pour évaluer l'effet de la force maximale d'indentation, les données de toutes les particules ont été regroupées. La Figure 41 montre les résultats pour les deux forces maximales explorées (50 et 100 µN). La sous-figure A contient les résultats sur le module de Young et la B ceux relevant de la dureté. Les quatre distributions sont clairement bimodales et l'ajustement de la somme pondérée de deux gaussiennes reproduit correctement les histogrammes.

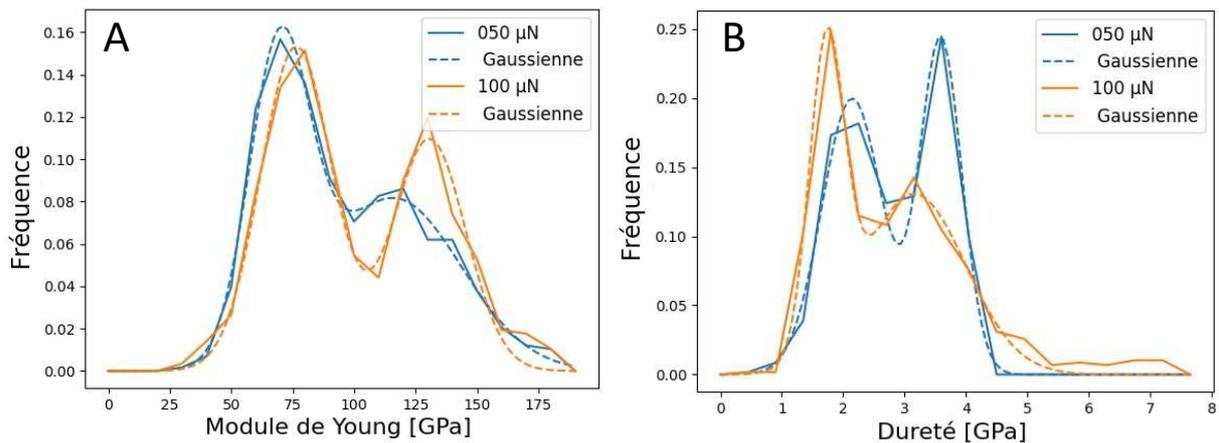


Figure 41 : Histogramme avec l'ensemble des résultats pour une force donnée, pour la poudre 2024 40-A5, avec A module de Young et B dureté.

Les essais à 50 µN donnent des modules de Young légèrement plus faibles que ceux opérés à 100 µN. En particulier, le deuxième pic est plus marqué pour les essais à 100 µN. La dureté montre une tendance inverse. Les essais à 50 µN donnent une dureté moyenne plus élevée et

un deuxième pic plus marqué que les essais à 100 μN . La Figure 42 montre les paramètres des gaussiennes.

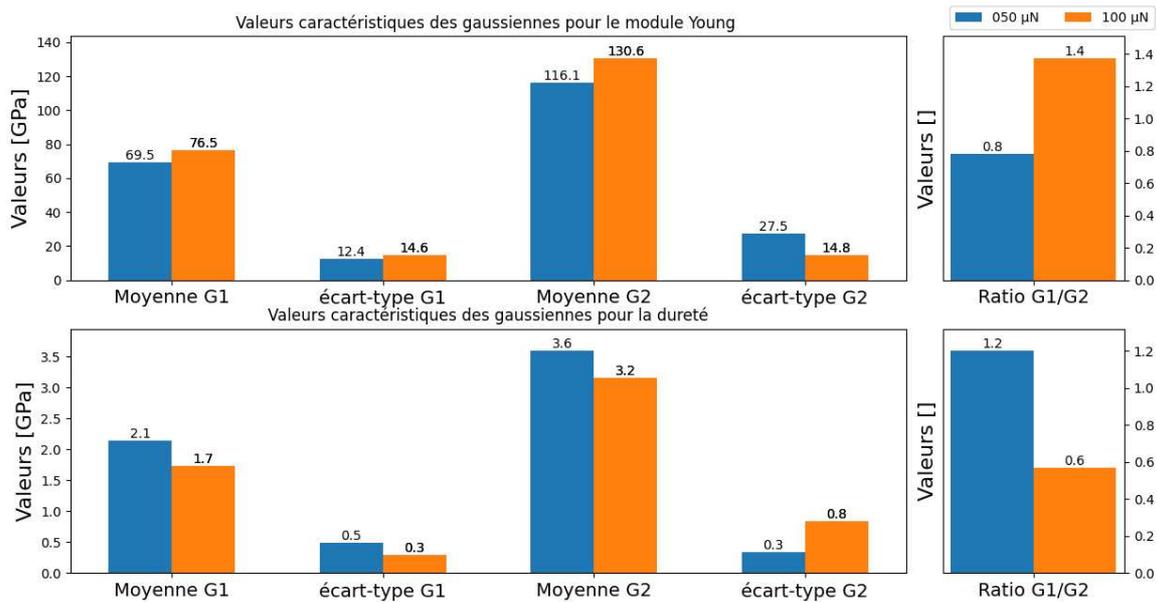


Figure 42 : Graphique à barres des valeurs caractéristiques des gaussiennes G1 et G2 et le ratio de l'aire sous courbe de G1 et G2 pour la poudre A 2024 40-A5

Pour le module de Young, à 50 μN , la proportion de G1 est moins importante que G2 et c'est l'inverse à 100 μN . Néanmoins, cet effet est compensé par le décalage des valeurs moyennes, plus élevées à 100 μN . Le module de Young moyen est donc égal pour les deux forces. En revanche, pour la dureté, G1 et G2 ont des moyennes plus élevées à 50 μN et, malgré la différence de rapport des aires, les essais à 50 μN donnent une dureté moyenne supérieure. Cela est comparable à ce qui est observé pour la poudre Al 1070-B5, et est cohérent avec un effet de peau.

Les résultats pour les deux forces restent suffisamment proches pour être exploités ensemble.

3.3.2.2. A 2024 40-B5

Les essais ont été réalisés dans les mêmes conditions que pour la poudre A 2024-A5, à savoir 600 indents et 6 particules par force maximale imposée.

Essais à 50 μN

Dans ces essais les coupes de particules les plus petites sont, dans l'ordre, les particules 2, 3 et 4. La Figure 43 compile les valeurs obtenues par l'ajustement des histogrammes par une somme pondérée de gaussiennes, comme précédemment discutée.

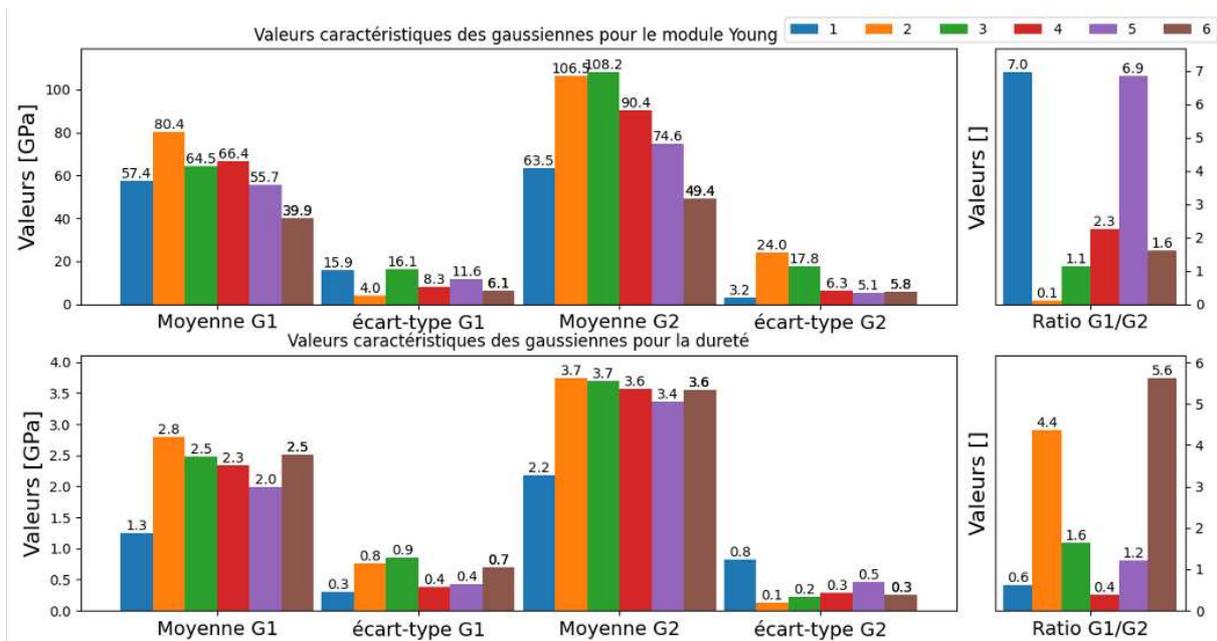


Figure 43 : Graphique à barres des valeurs caractéristiques des gaussiennes G1 et G2 et le ratio de l'aire sous courbe de G1 et G2 pour la poudre A 2024 40-B5 à 50 µN

Dans les résultats concernant le module de Young, seulement la particule 2 présente une contribution de G2 plus importante que G1. Si l'on compare les modules de Young moyens par particule à la valeur du matériau massif, trois groupes se distinguent :

- les particules 1 et 6 ont un module de Young inférieur à celui du massif,
- les particule 4 et 5 sont proches du massif,
- les particule 2 et 3 ont un module supérieur à celui du massif.

Les mesures de dureté sont moins dispersées, et les valeurs moyennes se situent autour de 2 GPa, à l'exception de la dureté des particules 2 et 4, plus proche de 3 GPa.

Essais à 100 µN

Les essais à 100 µN sont présentés à la Figure 44 ; ils donnent des résultats proches de ceux obtenus à 50 µN. Cependant, les modules de Young sont tous proches ou supérieurs à la valeur du massif (70 GPa), aux alentours de 80 GPa. Les valeurs sont moins dispersées que pour les essais à 50 µN, ce qui s'explique par l'enfoncement supplémentaire qui permet de faire la mesure sur un plus grand volume de matière et qui minimise donc l'erreur de mesure total.

Les moyennes de dureté sont également plus contenues entre 2 GPa et 3GPa, sauf pour la particule 4 pour laquelle elle est légèrement supérieur à 3GPa.

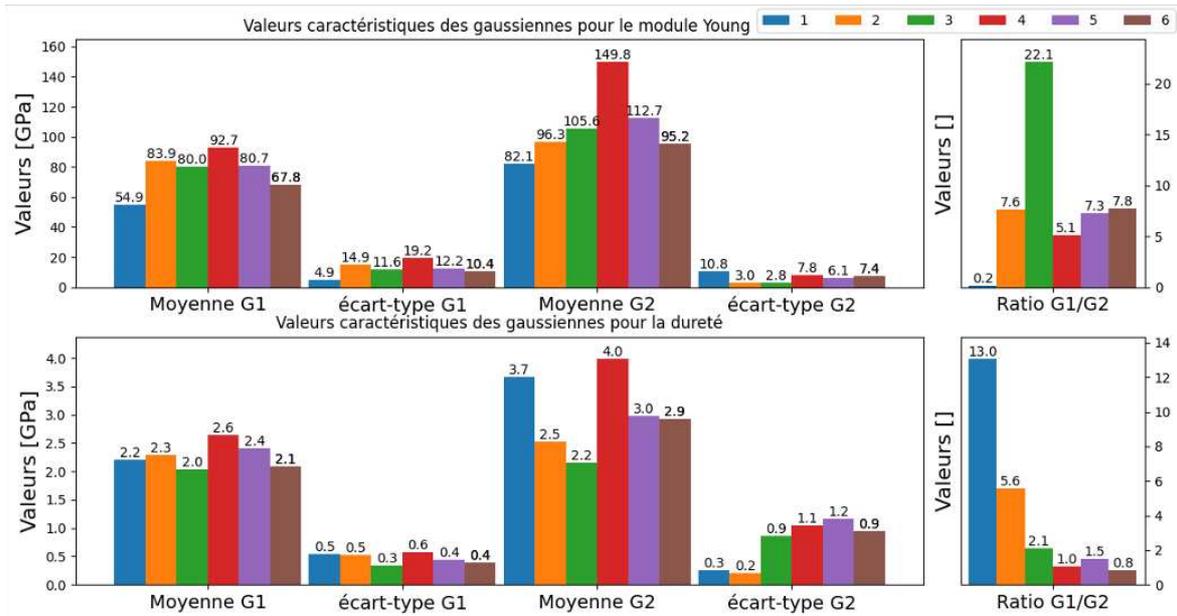


Figure 44 : Graphique à barres des valeurs caractéristiques des gaussiennes G1 et G2 et le ratio de l'aire sous courbe de G1 et G2 pour la poudre A 2024 40-B5 à 100 µN

Influence de la force maximale

Comme pour les autres poudres, l'influence de la force maximale d'indentation a été étudiée en regroupant les résultats obtenus pour une même force d'essai. Ceci est présenté Figure 45. Les résultats suivent la même tendance que ceux observés pour la poudre A5. Les essais à 50 µN donnent un module de Young plus faible et une dureté plus élevée. Comme pour les autres poudres, les essais à 100 µN présentent moins de dispersion. Il est notable que l'histogramme du module de Young à 100 µN pourrait être représenté par une seule gaussienne, ce qui n'a pas été fait pour unifier la méthode de traitement. Les paramètres des gaussiennes sont rassemblés Figure 46. Les résultats pour les deux forces sont suffisamment proches pour être conservés toutes les deux.

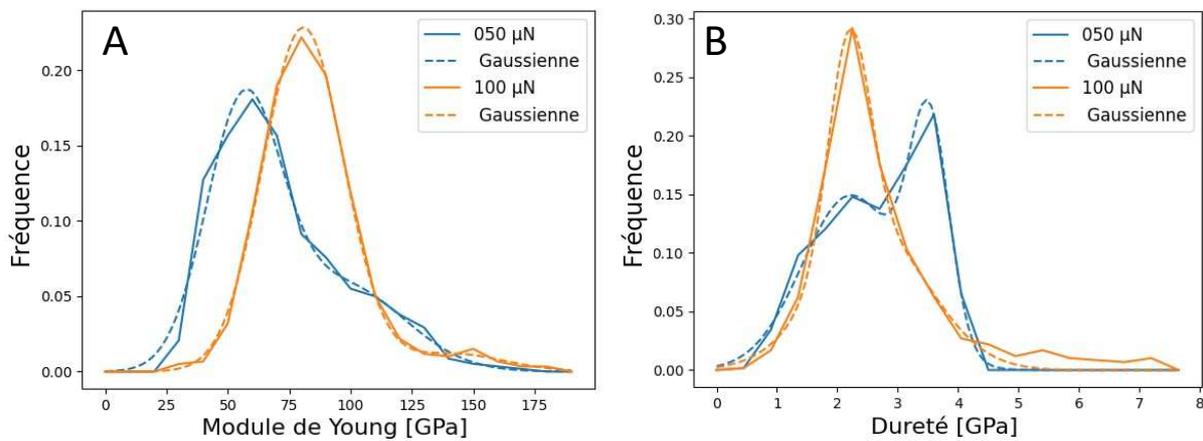


Figure 45 : Comparaison de l'effet « force » pour la poudre 2024 40-B5 avec A) les populations de module de Young et B) les populations de dureté.

ÉTUDE DES CARACTÉRISISTIQUE INTRINSÈQUES DES POUDRES

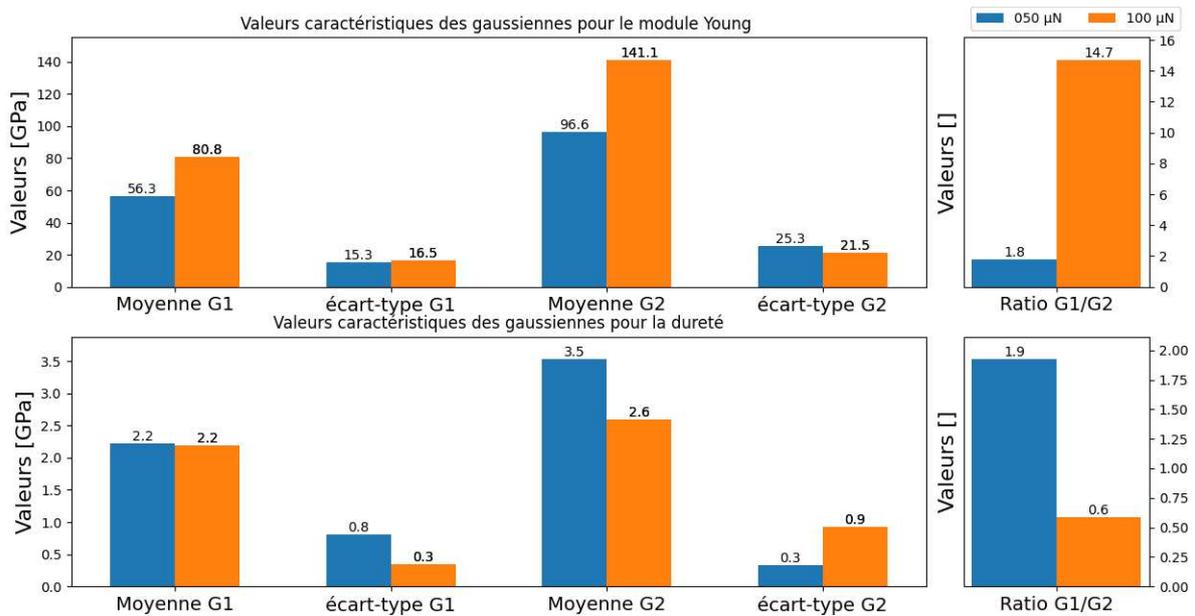


Figure 46 : Graphique à barres des valeurs caractéristiques des gaussiennes G1 et G2 et le ratio de l'aire sous courbe de G1 et G2 pour la poudre A 2024 40-B5

3.3.2.3. Comparaison des matériaux

Pour comparer les deux poudres A 2024 A5 et B5, l'ensemble des résultats est maintenant présenté par matériau. Les 2400 indents effectués par poudre sont donc regroupés, indépendamment de la force d'essai ou de la particule en question. La Figure 47 présente les deux histogrammes et leur ajustement par somme pondérée de deux gaussiennes, pour le module de Young.

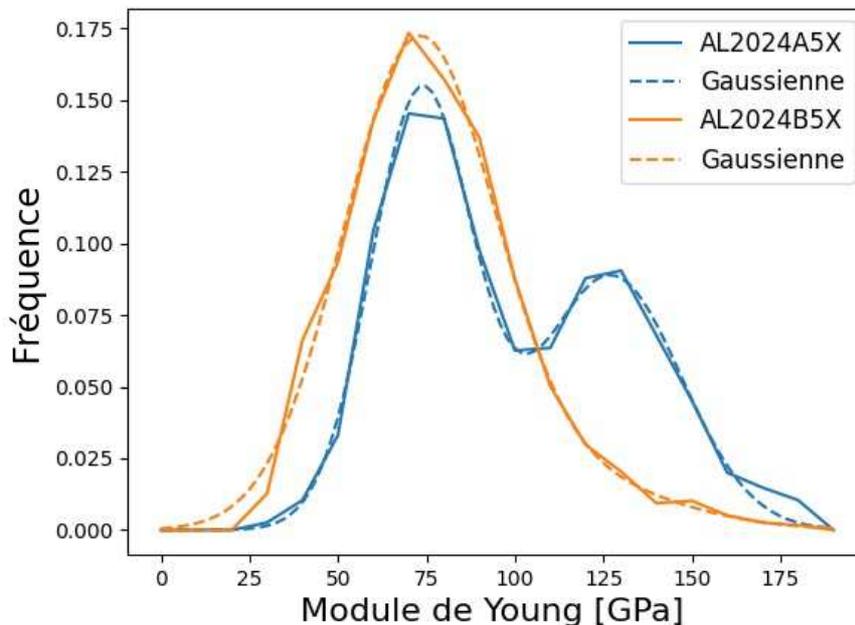


Figure 47 : Courbes de population du module de Young des poudres A 2024 40-A5 et B5

Le module de Young de la poudre 2024 40-A5 montre une répartition bimodale franche. Le pic de gauche est proche du module de Young du massif, alors que celui de droite indique la

présence d'une phase plus dure. Les points les plus à droite n'ont pas pu être expliqués, mais peuvent être dus à des résidus de media de polissage.

Le module de Young de la poudre B5 est, quant à elle, plus proche d'une simple gaussienne, même si une légère asymétrie apparaît, avec un plus grand nombre de points à droite. Cela peut s'interpréter par la présence de la phase dure soupçonnée pour la poudre A5, mais en proportions plus faibles ici. La première gaussienne a une moyenne également proche de la valeur du massif.

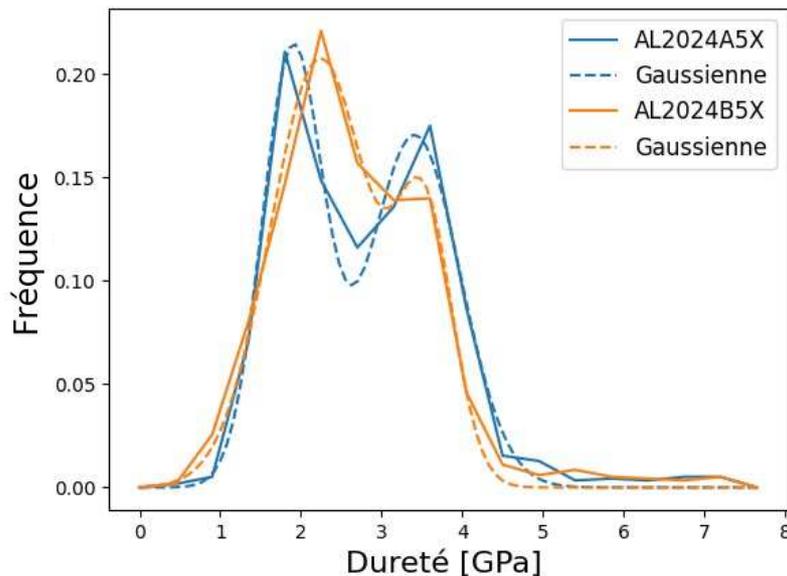


Figure 48 : Histogrammes de la dureté des poudres A 2024 40-A5 et B5

La bimodalité de la poudre A5 se retrouve également dans les valeurs de dureté, comme le montre la Figure 48. La dureté de la poudre B5 présente également une distribution bimodale, moins marquée que pour l'A5. De plus, le pic de droite de l'A5 est légèrement plus élevé que celui de la B5, suggérant que cette dernière présente moins de points durs.

La Figure 49 montre les paramètres de la somme pondérée de deux gaussiennes utilisées pour l'ajustement des histogrammes.

La distribution du module de Young pour la poudre A5 affiche des contributions presque égales de G1 et G2, avec un ratio G1/G2 égal à 1,2, alors que pour B5 la contribution de G1 est beaucoup plus forte, près de 7 fois celle de G2. Les moyennes de G1 pour les deux poudres sont équivalentes et très proches du module du matériau massif. Cependant, l'écart type pour la poudre B5 est plus élevé, ce qui donne un coefficient de variabilité de 29% pour B5, contre 19% pour A5. Les moyennes de G2 sont de 126,8 et 112,6 GPa, avec des coefficients de variabilité de 17 et 26%, pour, respectivement, A5 et B5.

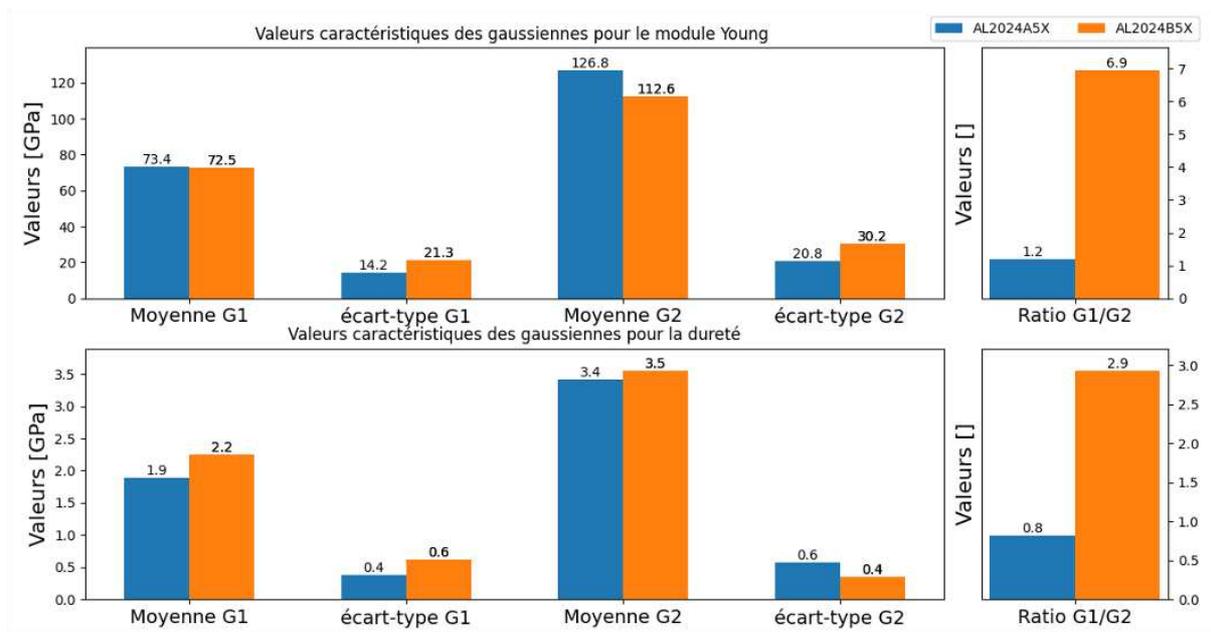


Figure 49 : Valeurs caractéristiques des gaussiennes pour les poudres A 2024 40-A5 et B5 avec, en haut, le module de Young et, en bas, la dureté

La distribution de la dureté pour la poudre A5 affiche des contributions équivalentes de G2 et G1. Celle de la poudre B5 présente, quant à elle, près de trois fois plus de points dans G1. La dureté moyenne est de 1,89 et 2,24 GPa pour A5 et B5, ce qui est plus importante que l'alliage de 2024 T4 de +37 % et +47% respectivement. Les points durs, caractérisés par la contribution à G2, sont trop importants pour être ceux d'un aluminium allié stable y compris avec la présence de phase durcissante. Les moyennes sont 3,41 et 3,54 GPa avec des coefficients de variabilité de 17% et 10% pour A5 et B5. Le plus grand coefficient de variabilité explique pourquoi les deux pics G1 et G2 de B5 sont contenus dans l'intervalle de G1 et G2 de A5, dans la Figure 48, malgré une moyenne plus élevée pour B5.

La composition de la seconde phase potentielle de plus forte dureté n'est pas connue par manque de données EDS sur les échantillons indentés. On suspecte cependant qu'il s'agit de Mg_2Si , bien que cette phase ne soit pas normalement présente dans le 2024 massif. La dureté en nano indentation de cette phase est comprise, selon les sources, entre $2,5 \pm 0,9$ GPa [24] et $6,27 \pm 0,09$ GPa [25]. Les valeurs mesurées ici se situent entre les deux références bibliographiques. Le module de Young mesuré dans cette étude est, quant à lui, proche des valeurs issues du module de Young du Mg_2Si présent dans la bibliographie, à savoir, $116,38 \pm 4,06$ GPa [25] et 113.5 GPa [26].

3.3.3. Conclusion

Les essais de nano-indentation sur les poudres de 2024 montrent une variabilité importante d'une particule à l'autre. Des effets dus à la taille des particules ont pu être observés, mais ne

pas peuvent être directement reliés au diamètre des particules, et donc à un possible gradient de propriétés entre le cœur et la peau par exemple, pour des effets statistiques liés à la géométrie des coupes de l'échantillonnage.

La comparaison entre les deux poudres montre une différence notable des caractéristiques. La présence de deux phases est mise en évidence par l'analyse de la dureté ; une première phase, présentant un module de Young proche du matériau massif et une dureté plus élevée que ce dernier due à l'échelle de l'essais et à l'état hors d'équilibre de la poudre. Une seconde phase affichant une dureté et un module de Young beaucoup plus élevés. Il est probable que cette seconde phase soit Mg_2Si , phase dont la présence est possible car l'atomisation produit un matériau hors d'équilibre avec une forte concentration de Mg et Si dans l'espace interdendritique ou cellulaire. Le traitement permettant de transformer la poudre B5 en poudre A5 a permis, par apport d'énergie thermique, une modification de la microstructure, mais cependant pas suffisante pour pouvoir grossir la sous-structure de manière notable et remettre en solution totalement Mg_2Si , et ainsi faire disparaître son effet sur les essais de nanoindentation. Il est difficile de savoir la diminution constatée est liée à une diminution en nombre des précipités/phases mais qu'ils coalescent pour augmenter en taille et donc apparaître moins souvent en indentation ou alors si les éléments sont diffusés dans la matrice.

3.4. Essais échelle fine

Les résultats présentés dans cette partie sont issus des travaux de Margaux Bunel, ancienne doctorante au Centre des Matériaux. Lors de sa thèse sur la projection *Cold Spray* de poudres d'aluminium base 2024, elle a été confrontée à des rendements très faibles, ce qui a été résolu par un traitement thermique. Dans son manuscrit de thèse, des observations réalisées au MEB avec un détecteur d'électrons rétrodiffusés sont présentées. En complément, des acquisitions MET ont été réalisées pendant la thèse de M.Bunel, mais elles n'ont été ni présentées ni même exploitées dans la thèse. Dans cette partie, l'analyse de ces résultats sera faite dans le but d'améliorer la compréhension des phénomènes observés en EBSD et nanoindentation.

La poudre en question est produite par atomisation par la société chinoise Chengdu Best Materials et est fournie par HTC (High Tech Company, Saint Jean de Braye, France). La poudre est observée dans deux états : brute d'atomisation et après traitement thermique à 300°C pendant 2h. Bien que ces poudres soient différentes de celles à l'étude ici, les compositions sont très proches et l'analyse MET offre des informations précieuses pour mieux comprendre les différences observées entre la A5 et la B5.

3.4.1. Observations au MEB

Les échantillons ont été réalisés par enrobage des poudres dans de la résine époxy, puis par polissage jusqu'au feutre diamanté 1 μm . Les observations ont été effectuées avec un MEB Nova 450.

La Figure 50 montre deux clichés obtenus avec le détecteur à électrons rétrodiffusés (BSE), pour une particule brute d'atomisation et une particule traitée thermiquement.

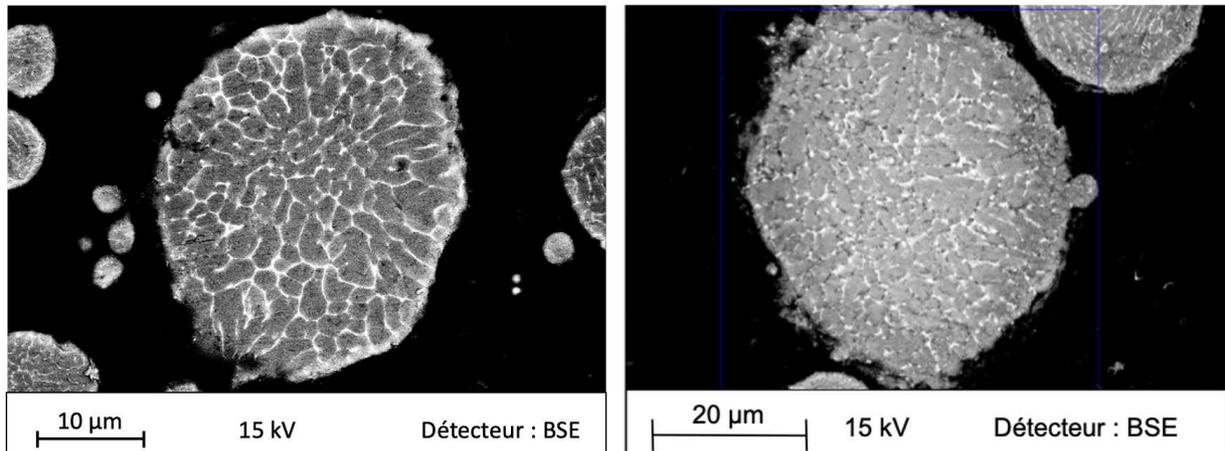


Figure 50 : Image MEB avec un détecteur d'électrons rétrodiffusés de la poudre HTC ; à gauche, particule brute d'atomisation et, à droite, particule traitée à 300 °C pendant 2h.

La poudre brute montre des petits grains ou cellules en gris sombre avec, en gris clair, les joints de grains avec une forte présence d'éléments d'alliage ségrégués. La largeur des ségrégations est relativement uniforme sur toute la tranche de la particule observée, à l'exception des zones de connexion de plus de deux cellules.

La poudre traitée thermiquement présente également un contraste entre des zones sombres et claires. La largeur des bandes de ségrégation est hétérogène. Certaines zones ont presque disparu. La disposition des cellules est moins régulière, ainsi que leur taille. Le traitement thermique a activé la mobilité des éléments d'alliage qui semblent avoir coalescé pour former de plus gros intermétalliques dans les joints de cellules.

3.4.2. MET

Les lames observées ont été prélevées par FIB pour obtenir des tranches de particules de 300 nm d'épaisseur. Le microscope utilisé est un Tecnai F20-ST (San Martino Buon Albergo, Italie) avec une tension d'accélération de 200 KV et un courant de faisceau de 1 nA.

Des zones noires ont été observées et analysés par pointés EDX au MET pour en chercher la composition chimique. La Figure 51 présente des images MET réalisées aux joints de cellules avec, à gauche, la poudre brute et, à droite, la poudre traitée. Les pointés EDX sont localisés par des points rouges. Le Tableau 2 présente les compositions chimiques en pourcentage

atomique des zones analysé par EDX. Pour les deux poudres, brute et traitée, la phase beta (Mg_2Si) est observée aux joints de grains.

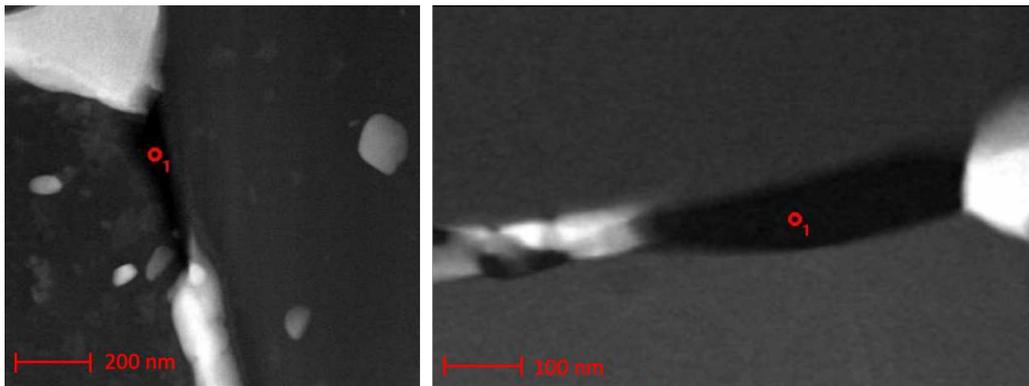


Figure 51 : Cliché STEM aux joints de grains/cellules de la poudre HTC brute d'atomisation, à gauche, et traitée thermiquement, à droite. Les pointés EDX sont montrés en rouge.

Tableau 2 : Résultats des pointés EDX

At %	O	Mg	Al	Si	Fe	Cu
Brute	8,0	56,6	3,5	31,5	0,1	0,3
TTh	3,4	58,8	3,2	33,7	-	0,9

D'autres phases ont été observées aux joints de grains/cellules. Ces zones sont indiquées en rouge sur la micrographie de la Figure 52. Dans la poudre brute, la phase Θ (Al_2Cu) apparaît être présente aux joints d'interphases d'espaces interdendritique.

Pour la poudre traitée, on peut retrouver aux joints de cellules également la phase Θ , pointé 2 (TTh2), ainsi que la phase S combinée à des zones de Guinier-Preston. Ces zones avec de forte concentrations d'alliage peuvent également être appelés SSSS, une solution solide super saturée en éléments d'alliage selon [27], ou la phase Q selon [28][29].

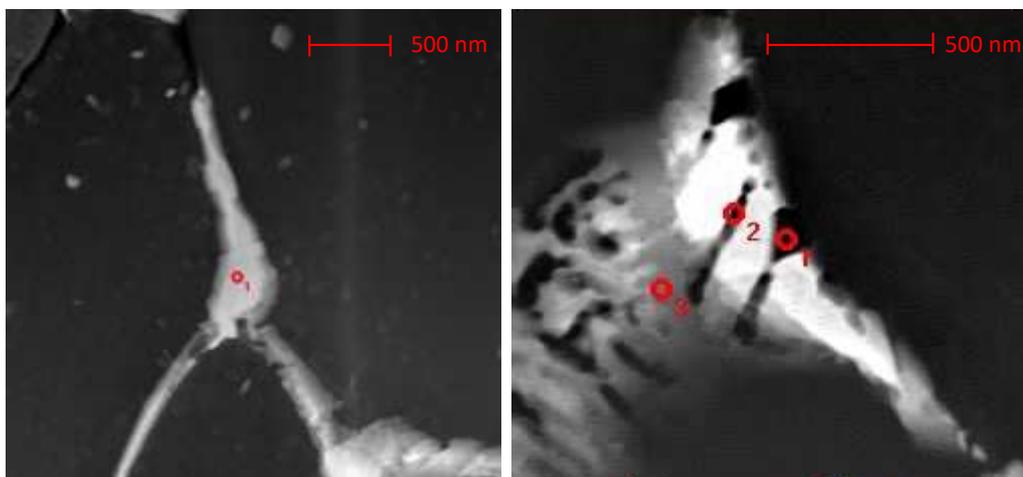


Figure 52 : Cliché STEM au joints de grains/cellules de la poudre HTC brute d'atomisation, à gauche, et traitée thermiquement, à droite. Les pointées EDX sont en rouge.

Tableau 3 : Pointés EDX sur poudres de 2024 HTC brute et traitée thermiquement

At %	O	Mg	Al	Si	Cu
Brute	-	3,1	60,4	-	36,4
TTh 1	4,7	58,2	6,1	28,8	2,1
TTh 2	0,3	5,7	61,0	4,9	28,2
TTh 3	2,4	14,2	51,3	0,1	31,9

Bien que les poudres HTC et Toyal soient différentes, les analyses MET effectuées sur la première montrent la présence de Mg₂Si dans 2024, qui est une phase métastable. La forte ségrégation d'éléments d'alliage en joints de cellules donne donc une concentration locale de ces derniers suffisamment importante pour que des phases ou précipités puissent être stables, c'est pour cette raison que l'on trouve du Mg₂Si dans la poudre de 2024. Malgré le traitement thermique à 300 °C pendant 2h, il n'y a pas eu de remise en solution significative et les ségrégations d'éléments d'alliage sont toujours présentes aux joints de grains.

3.4.1. DRX

Il n'y a pas que pour l'atomisation que l'on trouve des vitesses de refroidissement de 10^6 s^{-1} ; la fabrication additive présente aussi de très forte cinétiques thermiques, et connaît de forts développements ces dernières années, notamment dans les études de métallurgie. Il y a déjà des études sur la microstructure de l'aluminium 2024 fabriqué additivement, et il est possible de comparer les microstructures des échantillons à celles des poudres. La Figure 53, issue de [30], montre la présence de phases riches en éléments d'alliage pour du 2024 fabriqué par LPBF (*Laser Powder Bed Fusion* ou Fusion laser sur lit de poudre) brut et traité, comparé à du 2024 massif avec et sans traitement thermique. Le traitement thermique correspond à une remise en solution à 793 K pendant 1 h puis trempé à l'eau, puis à un vieillissement à 463 K pendant 10 h et enfin un refroidissement à l'air libre.

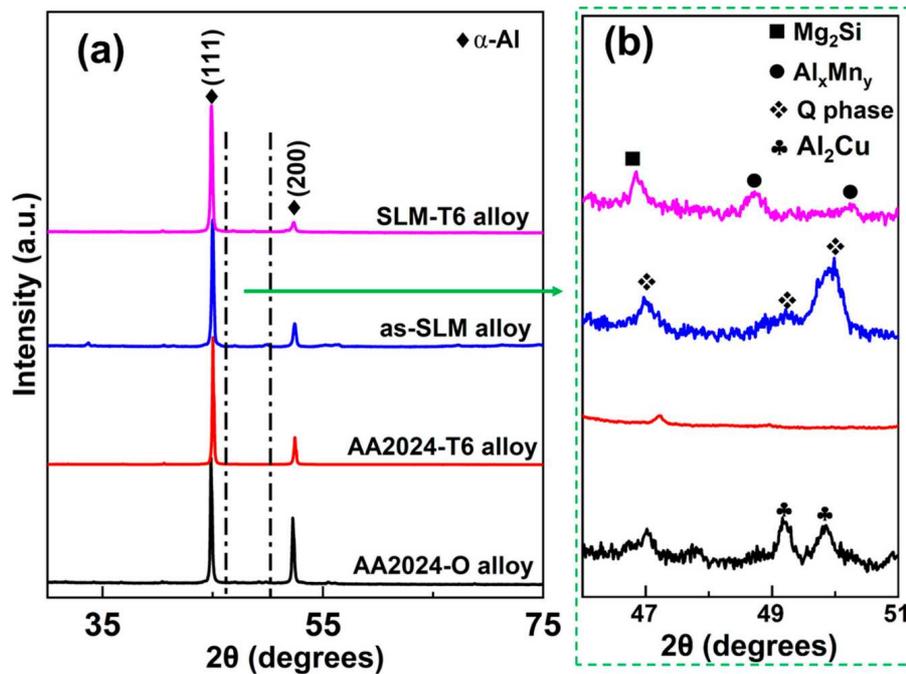


Figure 53 : diffractogramme pour un alliage de 2024 SLM et pour des alliages de 2024 massif, issu de [30]

On s'intéresse ici aux résultats des échantillons issus de la fabrication SLM sur la Figure 53 et l'on cherche à comparer ces résultats à ceux concernant nos poudres. La Figure 54 présente le diffractogramme dans la même zone que l'article pour la poudre 2024 A5 et B5. En croisant les deux figures, un pic est observé à 47° pour la poudre B5, semblable à celui qui est observé dans l'échantillon de 2024 *SLM-T6* et identifié comme Mg₂Si, ou l'échantillon de *as-SLM* identifié comme la phase Q. L'auteur suppose que leur traitement labélisé T6 conduit à la transformation de la phase Q en Mg₂Si.

Le diffractogramme de la poudre B5 présente un second pic à 47,7° qui n'est pas identifié. Celui de la poudre A5 affiche un très léger pic à 47°, mais moins intense que pour la poudre B5. La raison pour laquelle la poudre A5 conduit à un pic moins prononcé pourrait être liée à la taille de la phase ou des intermétalliques qui, si de volume trop faible, diffractera plus faiblement. Cela permet de répondre à la question que l'on se posait précédemment sur l'effet du traitement B5. On peut s'attendre à ce que ce traitement favorise la coalescence de ces phases plutôt qu'à une remise en solution dans la matrice.

Avec ces données il est difficile de caractériser précisément ce qui se cache dans ces espaces inter-cellulaires ou dendritiques. En revanche, la ségrégation d'éléments d'alliages dans ces espaces conduit à la présence de phases spécifiques à la solidification rapide.

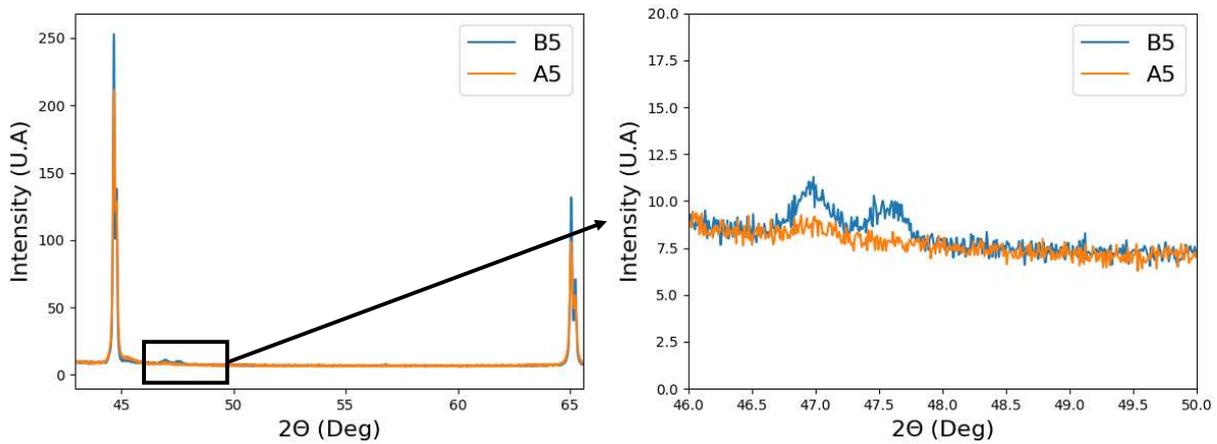


Figure 54 : diffractogramme sur les poudres Al 2024 40-A5 et B5

3.4.2. Conclusion

Ces trois analyses fines tendent vers une réponse, nous avons la présence de phase difficilement identifiable mais saturé en élément d’alliage. Ils sont peut-être des phases Q (riche en Al, Cu, Mg, et Si), du Mg_2Si ou des phases S (Al_2CuMg)s. C’est peut-être la combinaison de ces phases, que l’on pourrait appelé des phases super saturé en élément d’Alliage. Le traitement B5 semble faire coalescer ces phases et ainsi les faire grossir plutôt que les faire diffuser dans la matrice ce qui indiquerait que le traitement est relativement court. Il est également fort probable que la composition de ces phases soit très localisées et non-homogène d’une poudre à l’autre.

Ce type de microstructure hors d’équilibre est typique de la solidification rapide et la compréhension des cinétiques et des compositions à une échelle n’est pas parfaite. Cependant, la multiplication de la recherche autour des procédés additifs pour les alliages d’aluminium devrait conduire à des avancées sur la compréhension de ces matériaux uniques.

3.5. Conclusion des poudres d’alliages

Dans le cas des poudres d'aluminium alliées, différentes caractéristiques distinctes ont été observées, déterminées par l'atomisation et la composition chimique des alliages et particulièrement du 2024. Les analyses en diffraction des électrons rétrodiffusés ont révélé un faible nombre de grains par particule, ainsi qu'une sous-structure allant de cellulaire à dendritique, attribuable à la solidification rapide et aux éléments d'alliage.

Le traitement supplémentaire subi par la poudre B5 semble fournir suffisamment d'énergie pour provoquer la coalescence des cellules, augmentant ainsi leur taille. L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) a montré que la poudre 2024-B5 présente les plus faibles déformations et le plus grand domaine diffractant, suggérant qu'elle est la plus saine parmi les poudres alliées

étudiées. En revanche, la poudre A5 présente un taux de microdéformations plus élevé, et un domaine diffractant. Ce qui confirme l'effet du traitement B5.

Les essais de nanoindentation sur les poudres de 2024 ont révélé une variabilité significative entre les particules. Deux phases distinctes ont été identifiées, une avec un module de Young proche du matériau massif et une dureté plus élevée, et une autre avec une dureté et un module de Young nettement plus élevés. Il est possible que cette seconde phase soit du Mg_2Si , produit par l'atomisation.

Les analyses fines ont révélé la présence de phases difficilement identifiables mais saturées en éléments d'alliage, qui pourraient être des phases Q, du Mg_2Si , ou des phases S. Le traitement B5 semble provoquer la coalescence de ces phases, augmentant leur taille plutôt que de favoriser leur diffusion dans la matrice, ce qui suggère que le traitement est relativement court.

En conclusion, les poudres d'alliage d'aluminium présentent une microstructure complexe et hors d'équilibre typique de la solidification rapide. La compréhension précise de ces matériaux uniques reste un défi, mais les avancées dans la recherche sur les procédés de fabrication additive devraient permettre des progrès significatifs dans la compréhension de ces matériaux.

4. Conclusion et perspectives

4.1. Conclusion

Cette étude métallurgique des poudres d'aluminium a été réalisée pour mieux comprendre les résultats observés lors de l'étude mécanique. Un certain nombre de caractéristiques distinctes ont été observées pour les poudres d'aluminium pures et alliées.

Pour les poudres d'aluminium, il a été constaté que la microstructure de ces poudres étaient largement déterminée par le processus d'atomisation. Nous avons observé une microstructure polycristalline avec des gradients d'orientation au sein d'un même grain pour la poudre UPS, et une microstructure souvent monocristalline cellulaire pour la poudre A 1070 40-B5. L'analyse des spectres DRX a révélé que la poudre A 1070 40-B5 a la microstructure la moins hors d'équilibre, tandis que les poudres UPS montrent le plus de microdéformations. La nanoindentation a révélé que la poudre B5 est plus dure que la poudre UPS.

En ce qui concerne les poudres d'aluminium alliées, les scans EBSD ont révélé une sous-structure allant de cellulaire à dendritique, attribuable à la solidification rapide et aux éléments d'alliage. Le traitement supplémentaire subi par la poudre B5 semble introduire suffisamment d'énergie pour provoquer la coalescence des cellules, augmentant ainsi leur taille. L'analyse DRX a indiqué que la poudre 2024-B5 présente les plus faibles déformations et le plus grand domaine diffractant, suggérant qu'elle est la plus saine parmi les poudres alliées étudiées. Cependant, la poudre A5 présente un taux de microdéformations plus élevé. Les essais de nanoindentation sur les poudres de 2024 ont révélé une variabilité significative entre les particules. Deux phases distinctes ont été identifiées, une avec un module de Young proche du matériau massif et une dureté plus élevée, et une autre avec une dureté et un module de Young nettement plus élevés. Cette seconde phase a une composition saturée en éléments d'alliage et atteste de l'état hors d'équilibre produit par l'atomisation.

Dans tous ces essais, nous avons observé une variabilité des caractéristiques d'intérêt et cela rejoint les conclusions faites lors de l'étude mécanique. L'atomisation est un procédé qui intrinsèquement aléatoire qui va générer des microstructures variables d'une particule à une autre. La variation de microstructure explique la variation des propriétés mécanique, que nous avons déterminée avec des essais statiques et en dynamique rapide. En revanche par manque de données, l'effet du diamètre sur les propriétés mécanique n'a pu être mis en lumière.

En conclusion, les poudres d'aluminium et d'aluminium alliées présentent des microstructures complexes et hors d'équilibre, typiques de la solidification rapide. La compréhension précise de ces matériaux uniques reste un défi, mais les avancées dans la recherche sur les procédés de fabrication additive devraient permettre des progrès significatifs dans la compréhension de ces matériaux et sur la maîtrise de la microstructure.

4.2. Perspectives

L'amélioration du choix des poudres pour le *Cold Spray* passera par une meilleure compréhension de leurs états microstructuraux. Peu de travaux dans la communauté du *cold spray* sur regroupe l'étude fine de la microstructure de poudre et des propriétés mécanique. En appliquant les méthodes de caractérisation des chapitre 3 et 4 à des analyses spécifiques, on pourrait identifier plus précisément les caractéristiques microstructurales les plus influentes sur la poudre projection *Cold Spray*. Voici une liste des études qui pourraient être réalisées en ce sens :

- **Étude de la relation entre les paramètres d'atomisation et la microstructure** : Une compréhension plus approfondie de la manière dont les paramètres d'atomisation affectent la morphologie, la structure interne et les propriétés des poudres serait très bénéfique. Notamment en faisant l'acquisition des conditions de solidification et en le couplant à de modèles numériques.
- **Analyse des effets des traitements thermiques** : Pour connaître la microstructure cible à atteindre pour avoir les meilleurs rendements de projections par exemple, il serait possible de partir d'une poudre brute d'atomisation, de faire sa caractérisation microstructurale et mécanique et puis de faire varier la microstructure avec différents traitements thermiques en répétant la même caractérisation. Cette étude peut s'appliquer aux poudres pures, mais est particulièrement d'intérêts pour les alliages qui ont une microstructure d'autant plus complexe et sont connues pour mal se déposer.
- **Comparaison à d'autres types d'alliages** : Une comparaison des poudres d'aluminium avec d'autres types de poudres métalliques pourrait aider à mettre en évidence les caractéristiques uniques des poudres d'aluminium, et à comprendre comment ces caractéristiques sont liées à leur composition et à leur méthode de production.

5. Références bibliographiques :

-
- [1] C. J. Kong, P. D. Brown, S. J. Harris, and D. G. McCartney, "Analysis of microstructure formation in gas-atomised Al-12 wt.% Sn-1 wt.% Cu alloy powder," *Mater. Sci. Eng. A*, pp. 252–259, 2007, doi: 10.1016/j.msea.2006.11.050.
- [2] H. Assadi, H. Kreye, F. Gärtner, and T. Klassen, "Cold spraying – A materials perspective," *Acta Mater.*, vol. 116, pp. 382–407, Sep. 2016, doi: 10.1016/j.actamat.2016.06.034.
- [3] A. Sabard and T. Hussain, "Bonding mechanisms in cold spray deposition of gas atomised and solution heat-treated Al 6061 powder by EBSD," *arXiv*, 2018.
- [4] A. Sabard, H. L. de Villiers Lovelock, and T. Hussain, "Microstructural Evolution in Solution Heat Treatment of Gas-Atomized Al Alloy (7075) Powder for Cold Spray," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 27, no. 1–2, pp. 145–158, 2018, doi: 10.1007/s11666-017-0662-2.
- [5] M. R. Rokni, C. A. Widener, and V. R. Champagne, "Microstructural evolution of 6061 aluminum gas-atomized powder and high-pressure cold-sprayed deposition," *J. Therm. Spray Technol.*, vol. 23, no. 3, pp. 514–524, 2014, doi: 10.1007/s11666-013-0049-y.
- [6] E. Broitman, "Indentation Hardness Measurements at Macro-, Micro-, and Nanoscale: A Critical Overview", doi: 10.1007/s11249-016-0805-5.

- [7] H. Jones, “Microstructure of rapidly solidified materials,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. 65, no. 1, pp. 145–156, 1984, doi: 10.1016/0025-5416(84)90208-8.
- [8] S. Özbilen, “Satellite formation mechanism in gas atomized powders,” *Powder Metall.*, vol. 42, no. 1, pp. 70–78, 1999, doi: 10.1179/pom.1999.42.1.70.
- [9] Y. H. Su and C. Y. A. Tsao, “Modeling of solidification of molten metal droplet during atomization,” *Metall. Mater. Trans. B Process Metall. Mater. Process. Sci.*, vol. 28, no. 6, pp. 1249–1255, 1997, doi: 10.1007/s11663-997-0080-9.
- [10] G. M. N. Nowotnik and J. Sieniawski, “Analysis of intermetallic phases in 2024 aluminium alloy,” *Solid State Phenom.*, vol. 197, pp. 238–243, 2013, doi: 10.4028/www.scientific.net/SSP.197.238.
- [11] A. Fardan, C. C. Berndt, and R. Ahmed, “Numerical modelling of particle impact and residual stresses in cold sprayed coatings: A review,” *Surface and Coatings Technology*, vol. 409. Elsevier B.V., Mar. 15, 2021. doi: 10.1016/j.surfcoat.2021.126835.
- [12] P. Gravereau, “Introduction à la pratique de la diffraction des rayons X par les poudres,” 2011. doi: <https://cel.archives-ouvertes.fr/cel-00671294>.
- [13] T. Ungar, “The Effect of Dislocation Contrast on X-Ray Line Profiles in Untextured Polycrystals,” *phys. stat. sol.*, vol. 171, pp. 425–434, 1999.
- [14] T. Ungár, I. Dragomir-Cernatescu, D. Louër, and N. Audebrand, “Dislocations and crystallite size distribution in nanocrystalline CeO₂ obtained from an ammonium cerium(IV)-nitrate solution,” *J. Phys. Chem. Solids*, vol. 62, no. 11, pp. 1935–1941, 2001, doi: 10.1016/S0022-3697(01)00029-4.
- [15] J. Gubicza, G. Ribárik, A. Borbély, and T. Ungár, “Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: principles and practical application to cubic and hexagonal crystals research papers Crystallite size distribution and dislocation structure determined by,” *J. Appl. Crystallogr.*, pp. 298–310, 2001.
- [16] M. Jeandin, G. Rolland, L. L. Descurninges, and M. H. Berger, “Which powders for cold spray?,” *Surf. Eng.*, vol. 30, no. 5, pp. 291–298, 2014, doi: 10.1179/1743294414Y.0000000253.
- [17] D. TABOR, *The Hardness of Metals*, Press, Oxf. 2000.
- [18] A. Barnoush, M. T. Welsch, and H. Vehoff, “Correlation between dislocation density and pop-in phenomena in aluminum studied by nanoindentation and electron channeling contrast imaging,” *Scr. Mater.*, vol. 63, no. 5, pp. 465–468, 2010, doi: 10.1016/j.scriptamat.2010.04.048.

- [19] F. Pöhl, “Pop-in behavior and elastic-to-plastic transition of polycrystalline pure iron during sharp nanoindentation,” *Sci. Rep.*, vol. 9, no. 1, pp. 1–12, 2019, doi: 10.1038/s41598-019-51644-5.
- [20] J. R. Morris, H. Bei, G. M. Pharr, and E. P. George, “Size effects and stochastic behavior of nanoindentation pop in,” *Phys. Rev. Lett.*, vol. 106, no. 16, pp. 1–4, 2011, doi: 10.1103/PhysRevLett.106.165502.
- [21] A. Sabard and T. Hussain, “Inter-particle bonding in cold spray deposition of a gas-atomised and a solution heat-treated Al 6061 powder,” *J. Mater. Sci.*, vol. 54, no. 18, pp. 12061–12078, 2019, doi: 10.1007/s10853-019-03736-w.
- [22] D. M. Stefanescu, *Science and engineering of casting solidification: Third edition*. Springer, 2015. doi: 10.1007/978-3-319-15693-4.
- [23] Y. Abe, K. I. Miyazawa, and M. Nakamura, “Solidification phenomena in formation process of rapidly solidified metallic wire,” *Mater. Sci. Eng.*, vol. 98, no. C, pp. 351–355, 1988, doi: 10.1016/0025-5416(88)90185-1.
- [24] Y. Shen *et al.*, “Etude de l’anisotropie d ’endommagement de l’alliage d’aluminium 6061-T6,” in *MATERIAUX 2010 – 18-22 octobre 2010 – Nantes, France Etude*, 2010.
- [25] X. Lan *et al.*, “Preparation of millimeter scale second phase particles in aluminum alloys and determination of their mechanical properties,” *J. Alloys Compd.*, vol. 784, pp. 68–75, 2019, doi: 10.1016/j.jallcom.2018.12.395.
- [26] J. ichi Tani and H. Kido, “Lattice dynamics of Mg₂Si and Mg₂Ge compounds from first-principles calculations,” *Comput. Mater. Sci.*, vol. 42, no. 3, pp. 531–536, 2008, doi: 10.1016/j.commatsci.2007.08.018.
- [27] C. Zhu, K. Lv, and B. Chen, “On the S-phase precipitates in 2024 aluminum alloy: An atomic-scale investigation using high-angle annular dark-field scanning transmission electron microscopy,” *J. Mater. Res.*, vol. 35, no. 12, pp. 1582–1589, 2020, doi: 10.1557/jmr.2020.74.
- [28] Q. Yang *et al.*, “Microstructure evolution of the rapidly solidified alloy powders and composite powders,” *Mater. Des.*, vol. 182, p. 108045, Nov. 2019, doi: 10.1016/j.matdes.2019.108045.
- [29] H. Lianxi, L. Zuyan, and W. Erde, “Microstructure and mechanical properties of 2024 aluminum alloy consolidated from rapidly solidified alloy powders,” *Mater. Sci. Eng. A*, vol. 323, no. 1–2, pp. 213–217, 2002, doi: 10.1016/S0921-5093(01)01348-X.
- [30] P. Wang *et al.*, “Wear behavior of a heat-treatable al-3.5cu-1.5 mg-1Si alloy manufactured by selective laser melting,” *Materials (Basel)*, vol. 14, no. 22, Nov. 2021, doi: 10.3390/MA14227048.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Le travail de cette thèse a permis de mettre en place un protocole expérimental et numérique pour la caractérisation mécanique des poudres. Deux essais, applicables à des particules individuelles de la poudre, ont été développés pour cette caractérisation : la micro-compression et l'impact dynamique par choc laser (LASHPOL). Leurs homologues numériques ont été utilisés pour ajuster les paramètres de Johnson-Cook par la méthode inverse, à l'aide de méta-modèles de Krigeage. L'analyse globale des résultats de cette optimisation permet de tirer deux conclusions majeures. En premier lieu, il est évident que les propriétés mécaniques des poudres diffèrent sensiblement de celles du matériau massif correspondant. Ce constat remet en question les résultats quantitatifs des études de simulation numérique qui se basent sur des données issues de matériaux massifs. Cependant, il est important de souligner que ces études ne sont pas à rejeter, car de nombreux résultats qualitatifs demeurent valides. Cela met en évidence la nécessité d'utiliser des méthodes de caractérisation adaptées pour obtenir des simulations plus représentatives de la réalité du procédé. La deuxième conclusion majeure réside dans l'existence d'une variation significative des propriétés mécaniques entre les particules au sein d'un même lot de poudre. Bien que certaines tendances en fonction de la taille des particules aient été identifiées, telles que la diminution du paramètre A avec l'augmentation du diamètre, une dispersion qualifiable d'aléatoire persiste au sein du lot de poudre, malgré le processus de sphéroïdisation qui minimise cet effet. Afin de commencer à élucider les raisons de cette dispersion des propriétés mécaniques, une analyse des caractéristiques intrinsèques des particules de poudre a été réalisée à l'aide de la microscopie électronique et d'essais de nano-indentation. La variabilité des caractéristiques étudiées est également observée au sein d'un même lot de poudre. Nous en avons conclu que le processus d'atomisation des poudres entraîne des conditions de solidification hétérogènes, ce qui explique les variations observées dans les microstructures et les comportements mécaniques des poudres.

L'hétérogénéité est observée à chaque étape du procédé *Cold Spray*. Les poudres sont principalement produites par atomisation, comme discuté dans le manuscrit, ce qui crée des conditions thermiques localisées et génère des microgouttelettes de tailles et de formes variées. Ces conditions aboutissent à des particules de poudre de différentes tailles et dotées de propriétés mécaniques variables. De plus, la phase de projection en elle-même est caractérisée

par une grande hétérogénéité. Les différentes buses utilisées induisent des champs de vitesse et de température des gaz qui présentent une anisotropie. Combinée à la distribution granulométrique des poudres, cela conduit à des conditions d'impact des particules très diverses. De plus, l'interaction entre les particules pendant la projection ajoute une composante aléatoire au processus.

L'histoire de la vitesse critique révèle une tentative initiale de tenir compte de l'hétérogénéité du procédé. À l'origine, la vitesse critique était définie comme la vitesse à partir de laquelle le rendement atteignait 50 %, c'est-à-dire que la moitié des particules adhérait au substrat tandis que l'autre rebondissait (rapport des masses). Cette vitesse était mesurée en prenant la moyenne des vitesses de chaque particule à l'aide de systèmes tels que le DPV 2000, développés à la même époque. Ce concept était fortement axé sur le côté opérationnel du procédé, permettant de régler les paramètres de l'installation en fonction de la poudre et du substrat.

Par la suite, ce concept a été largement développé pour tenir compte des propriétés mécaniques de la poudre. L'introduction du banc LIPIT a permis de simuler expérimentalement un impact unitaire avec des conditions d'essai contrôlées. Cette avancée a rendu possible la mesure précise de la vitesse d'impact des particules et la confirmation de leur adhérence au substrat. Cela a conduit à une définition plus précise de la vitesse critique. Les travaux utilisant cette méthode ont exploré les vitesses critiques pour différents couples de matériaux. Cependant, dans ces études, la distribution granulométrique naturelle des poudres a souvent été masquée en choisissant des particules de tailles similaires, ce qui a occulté une partie de la réalité du procédé *Cold Spray*. Par ailleurs, les variations observées dans les mesures de vitesses critiques n'ont généralement pas fait l'objet d'une discussion approfondie.

Avec l'introduction du banc LASHPOL et l'ensemble de la méthodologie de caractérisation mécanique développée dans cette thèse, il a été démontré que la vitesse critique ne pouvait pas être réduite à une seule valeur par couple de poudre-substrat. Le facteur déterminant était l'hétérogénéité des propriétés mécaniques d'une particule à l'autre, ainsi que l'impact de la taille des particules sur ces propriétés. Malheureusement, l'hétérogénéité des propriétés est rarement discutée dans la littérature consacrée au *Cold Spray*. Cependant, il apparaît crucial de prendre en compte cette variabilité inhérente lors de l'évaluation et de la modélisation des performances des poudres. Cela ne remet pas en question la pertinence de la vitesse critique en tant qu'outil pour appréhender le *Cold Spray*, mais cela soulève des questions quant à son évolution et à son adaptation aux caractéristiques intrinsèques des poudres.

Il serait judicieux d'adopter une approche statistique pour modéliser le comportement mécanique à l'échelle des lots de poudres. Dans cette optique, la moyenne ne serait pas l'unique valeur prise en compte, mais plutôt une distribution statistique. Bien que cela représente un défi considérable nécessitant un grand nombre d'essais, les résultats pourraient offrir une meilleure compréhension de la construction des dépôts par *Cold Spray* et de son rendement global. En envisageant chaque particule comme un facteur de variation, certaines particules plus molles pourraient adhérer au substrat, tandis que les particules plus dures pourraient rebondir, contribuant ainsi à la densification du dépôt. En associant cette approche à la vitesse critique, on pourrait tendre vers une définition d'une plage de vitesses critiques pondérées par une distribution statistique. Cette distribution résulterait de la combinaison des différentes sources d'hétérogénéités telles que les propriétés mécaniques, les vitesses et les températures. Il resterait un certain niveau d'aléatoire, attribuable à de nombreuses variables locales influençant l'adhérence, telles que la topologie de surface ou l'épaisseur de la couche d'oxyde, pouvant être modélisé par un bruit statistique.

Du point de vue de la modélisation, cette approche statistique pourrait être intégrée de manière relativement aisée dans les routines de calcul. De nombreux procédés induisent des variations des propriétés mécaniques des matériaux, à l'instar des traitements thermo-chimiques tels que la cémentation, qui durcit la surface sans altérer le cœur du matériau. Dans ce cas, les propriétés sont déterminées en fonction d'un axe, une grandeur physique des procédés, et permettent aux fabricants de prédire la dureté et la limite élastique en fonction de la profondeur. Dans le contexte du *Cold Spray* et de la simulation d'impact, les valeurs pourraient être calculées en fonction d'une distribution statistique plutôt que de la distance à la surface.

En conclusion, cette thèse ouvre la voie à des perspectives passionnantes pour le domaine du *Cold Spray* ainsi que pour d'autres procédés dépendant de la microstructure d'origine des poudres brutes d'atomisation comme le frittage de poudres. En intégrant l'hétérogénéité au cœur des études sur l'influence des poudres sur les performances des procédés, de nouvelles avancées pourraient être réalisées. Les technologies comme le *Cold Spray* ne se contentent pas de projeter de la poudre, elles projettent aussi de nouveaux concepts pour explorer les propriétés des matériaux.

RÉSUMÉ

La projection dynamique par gaz froid est l'un des procédés de projection thermique les plus innovants. Dans cette dernière décennie, elle s'est considérablement développée dans l'industrie. Des progrès considérables sont, cependant, encore à attendre d'une meilleure adéquation entre les caractéristiques des poudres utilisées et celles du procédé au travers des mécanismes dynamiques de dépôt et de densification qu'il impose. Jusqu'alors, le plus souvent, les poudres employées en cold spray sont choisies parmi celles commercialisées pour la projection thermique à chaud (plasma, flamme, etc.) dont les principes sont bien différents de celui du cold spray. La particule de poudre en cold spray reste, en particulier, à l'état solide, alors qu'elle passe à l'état fondu (au moins partiellement) et s'homogénéise en projection à chaud. L'objectif scientifique de la thèse est de déterminer les caractéristiques des poudres (à base d'Al dans l'étude) sur lesquelles agir pour les rendre propres à favoriser les mécanismes d'adhésion entre particules et d'empilement de ces mêmes particules au cours d'un dépôt cold spray. Ce type d'approche étant relativement récent dans ce procédé, l'objectif de la thèse a été de développer les essais et méthodes de calculs nécessaires à la détermination de ses caractéristiques. Elles sont d'ordre : métallurgique, physico-chimique, et mécanique. Les principaux points abordés sont les suivants :

- Création d'un banc expérimentale d'impact unitaire de particules et les méthodes de calculs associées
- Réalisation d'essais de microcompression sur des particules isolées avec la simulation de l'essai
- Études des caractéristiques métallurgiques (EBSD, DRX)
- Étude des propriétés mécaniques locales de la poudre par nano-indentation

MOTS CLÉS

Aluminium, microcompression, choc laser, poudre, Cold spray

ABSTRACT

Cold Spray is one of the most innovative thermal spraying processes. In the last decade, it has developed considerably in the industry. However, considerable progress is still to be expected from a better match between the characteristics of the powders used and those of the process through the dynamic mechanisms of deposition and densification that it involves. Up to now, the powders used in cold spray are most often chosen from those tailored for hot thermal spraying (plasma, flame, etc.), the principles of which are quite different from those of cold spray. The powder particle in cold spray remains, in particular, in the solid state, whereas it passes to the molten state (at least partially) and is homogenised in hot spray processes. The scientific objective of the thesis is to determine the characteristics of the powders (based on Al in the study) on which to act in order to make them suitable for promoting the adhesion mechanisms between particles and the stacking of these same particles during a cold spray deposit. This type of approach being relatively recent in this process, the objective of the thesis was to develop the tests and calculation methods necessary to determine those characteristics. They are of a metallurgical, physico-chemical and mechanical nature. The main points addressed are the following:

- Creation of an experimental unitary particle impact bench and associated calculation methods
- Carrying out micro-compression tests on isolated particles with his simulation
- Study of the metallurgical characteristics (EBSD, DRX)
- Study of the local mechanical properties of the powder by nano-indentation

KEYWORDS

Aluminum, microcompression, laser shock, powder, Cold Spray