

Application de dépôts d'alliages d'aluminium par projection à froid assistée par lasers

par

Luna LEGRAND

MÉMOIRE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE
LA MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE DE LA PRODUCTION
AUTOMATISÉE
M. Sc. A

MONTRÉAL, LE 16 AOÛT 2026

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Luna Legrand, 2026



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY
CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ
PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Philippe Bocher, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Lucas Hof, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Ricardo J.Zednik, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

Mme Alena Kreitchberg, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

ELLE A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 11 AOÛT 2026

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier sincèrement Philippe Bocher et Lucas Hof, mes directeurs de recherche, pour leur accompagnement et leurs conseils tout au long de ce projet, mais aussi pour la confiance qu'ils m'ont accordée. Je remercie le Conseil National de Recherches Canada (CNRC) pour leur soutiens sur ce projet qui a été très stimulant et enrichissant pour moi. Un grand merci à Clément Pot et Yasser Zedan pour leur aide au quotidien et leur bonne humeur au laboratoire. Je tiens à remercier tout particulièrement Jagannadh Sripada Venkata Sai Naveen pour son immense aide, sa patience et tout ce qu'il m'a appris durant cette recherche. Son soutien a été essentiel à mon apprentissage et à l'avancée de ce projet. Enfin, merci du fond du cœur à ma famille et à mon compagnon pour leurs encouragements et leur soutien sans faille, surtout dans les moments plus difficiles et surtout à distance. Ils ont été une très grande source de motivation.

Application de Dépôts d'Alliages d'Aluminium par Projection à Froid Assistée par Lasers

Luna LEGRAND

RÉSUMÉ

La projection dynamique par gaz froid est une technologie de dépôt à l'état solide permettant l'élaboration de revêtements métalliques denses. Appliquée à l'alliage Al6061, cette technique présente un fort potentiel pour le renforcement local de profilés extrudés dans l'industrie routière. Toutefois, les dépôts bruts se caractérisent par une microstructure sévèrement déformée, riche en dislocations et en contraintes résiduelles ce qui limite leur ductilité et leur fiabilité en service.

Ce travail vise à caractériser l'influence de traitements thermiques post-dépôt sur l'évolution microstructurale et mécanique de ces revêtements. L'objectif principal est d'identifier les mécanismes de restauration et de recristallisation activés thermiquement, ainsi que leurs différents impacts sur la densité de dislocations, la taille de grains et les performances mécaniques globales.

La méthodologie repose sur des expériences incluant des traitements thermiques (200 °C à 300 °C) et un cycle complet de durcissement structural T6. Les caractérisations intègrent la microscopie optique et électronique, des analyses EBSD (taille de grains, KAM, fraction de joints LAGBs/HAGBs) ainsi que la diffraction des rayons X (DRX) utilisant la largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic (222) comme indicateur de la densité de dislocations. L'évolution des propriétés mécaniques des dépôts a été suivie grâce aux essais de dureté et de micro traction, révélant les transitions entre écrouissage, restauration et précipitation.

Les analyses démontrent que les traitements thermiques favorisent une relaxation progressive de la microstructure initialement écrouie. L'optimisation des paramètres permet d'identifier l'impact des conditions de restauration sur la résistance mécanique en comparaison au cycle T6 qui assure une homogénéisation structurelle complète du revêtement. Enfin, les travaux révèlent une hétérogénéité spatiale marquée au sein du dépôt, l'évolution microstructurale étant tributaire de l'historique local de déformation des particules. L'ensemble de ces observations fournit des repères clés pour adapter les traitements thermiques et garantir la performance et la durabilité des pièces en Al6061 utilisées dans l'industrie routière.

Mots-clés : Projection à froid, Traitements thermiques, Restauration, Recristallisation, Propriétés mécaniques

Application of Aluminum Alloy Coatings by Laser-Assisted Cold Spraying

Luna LEGRAND

ABSTRACT

Cold gas dynamic spraying is a solid-state deposition technology that enables the fabrication of dense metallic coatings. Applied to the Al6061 alloy, this technique shows strong potential for the local reinforcement of extruded profiles in the road transportation industry. However, as-sprayed deposits are characterized by a severely deformed microstructure, rich in dislocations and residual stresses, which limits their ductility and service reliability.

This work aims to characterize the influence of post-deposition heat treatments on the microstructural and mechanical evolution of these coatings. The primary objective is to identify the thermally activated recovery and recrystallization mechanisms, as well as their respective impacts on dislocation density, grain size, and overall mechanical performance.

The methodology is based on experiments including heat treatments (200 °C to 300 °C) and a full T6 aging cycle. Characterization techniques include optical and electron microscopy, EBSD analyses (grain size, KAM, LAGB/HAGB fraction), and X-ray diffraction (XRD), using the full width at half maximum (FWHM) of the (222) peak as an indicator of dislocation density. The evolution of the coatings mechanical properties was monitored via hardness and micro-tensile tests, revealing transitions between work hardening, recovery and precipitation.

The analyses demonstrate that heat treatments promote a progressive relaxation of the initially work-hardened microstructure. Parameter optimization allows assessing the impact of recovery conditions on mechanical strength, in comparison with the T6 cycle, which ensures full structural homogenization of the coating. Finally, the study reveals a marked spatial heterogeneity within the deposit, as microstructural evolution is influenced by the local deformation history of the particles. Overall, these observations provide key guidelines for adapting heat treatments to ensure the performance and durability of Al6061 components used in the road transportation industry.

Keywords : Cold spraying, Heat treatments, Recovery, Recrystallization, Mechanical properties

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE	3
1.1 Principe de la projection dynamique par gaz froid assistée par laser	4
1.1.1 Mécanismes de projection dynamique à froid.....	4
1.1.2 Paramètres influençant la projection dynamique par gaz froid.....	6
1.1.2.1 Buse et distance de projection	6
1.1.2.2 Nature du gaz porteur et pression	9
1.1.2.3 Température et débit du gaz	10
1.1.2.4 Vitesse des particules et efficacité de dépôt	10
1.1.2.5 Avantages et limites de la projection dynamique à froid	12
1.1.2.6 Étude de cas : résultats d'Alexis Thibault	14
1.2 Matériau étudié pour nos applications	16
1.2.1 Introduction générale sur l'aluminium	16
1.2.2 Propriétés des alliages de la série d'alliage d'aluminium 6xxx	16
1.2.3 Comportements microstructuraux dans les dépôts de cold spray.....	21
1.2.3.1 Caractéristiques des poudres utilisées	21
1.2.3.2 Microstructure typique des dépôts Al6061 en CS	22
1.3 Procédés de traitements thermiques des alliages d'aluminium	24
1.3.1 Principes généraux des traitements thermiques.....	24
1.3.2 Effets des cycles thermiques sur les alliages Al-6xxx.....	28
1.3.3 Autres phénomènes thermiques pour les Al-6xxx.....	32
1.4 Traitements thermiques couplés au Cold Spray	34
1.4.1 Effets des traitements thermiques sur la microstructure du dépôt.....	35
1.4.2 Évolution des propriétés mécaniques	40
1.4.3 Compromis dureté/ductilité.....	42
1.4.4 Optimisation des paramètres de traitement thermique	46
1.4.5 Traitements thermiques assistés par laser	47
1.5 Problématique	50
CHAPITRE 2 MATERIEL ET METHODOLOGIE	53
2.1 Objectif et approche générale	53
2.2 Matériaux et préparation des échantillons.....	54
2.2.1 Composition et propriétés générales du substrat	54
2.2.2 Dépôt par projection à froid	54
2.2.2.1 Dispositif expérimental	54
2.2.2.2 Paramètres de projection	55
2.2.3 Traitements thermiques post-dépôt	56
2.2.3.1 Conditions thermiques testées	57
2.2.4 Préparation métallographique	58
2.3 Diffraction des rayons X et analyse cinétique	60

2.3.1	Analyse XRD et largeur de pic.....	60
2.3.2	Analyse cinétique.....	61
2.3.2.1	Approche isochrone.....	62
2.3.2.2	Approche isotherme.....	62
2.3.2.3	Energie d'activation.....	63
2.4	Propriétés microstructurales	64
2.4.1	Microscopes.....	64
2.4.2	Analyses EBSD	64
2.4.3	Tomographie.....	67
2.5	Propriétés mécaniques	69
2.5.1	Dureté.....	69
2.5.2	Micro-traction	70
2.6	Analyses statistiques et numériques.....	74
2.6.1	Traitement des données de tomographie.....	74
2.6.2	Traitement des données EBSD	77
CHAPITRE 3 CARACTÉRISATIONS EXPÉRIMENTALES DES DÉPÔTS		
	TRAITÉS THERMIQUEMENT	81
3.1	Caractérisation cristallographique.....	81
3.2	Caractérisation microstructurale	82
3.3	Analyse de la porosité	84
3.3.1	Influence des choix opérateur.....	85
3.3.2	Premier échantillon : effet de l'homogénéisation.....	87
3.3.3	Deuxième analyse : homogénéisation/T6 complet sur 2 échantillons différents.....	90
3.3.4	Morphologie des pores.....	92
3.4	Propriétés mécaniques	93
3.4.1	Dureté.....	93
3.4.2	Micro traction	95
3.4.2.1	Analyse des champs de déformation – Étude des masques	95
3.4.2.2	Apparition des fissures et analyse des faciès	100
3.4.2.3	Comparaison des courbes contrainte–déformation	104
3.5	Corrélation microstructure – propriétés mécaniques	107
3.5.1	Évolution microstructurale : de l'état écroui vers la restauration.....	107
3.5.2	Hétérogénéité microstructurale et dispersion mécanique.....	108
3.5.3	Rôle déterminant des défauts géométriques.....	109
3.5.4	Interface dépôt/substrat : maillon faible du système.....	110
CHAPITRE 4 DISCUSSION DES MÉCANISMES THERMIQUES ET		
	ÉVOLUTIONS	113
4.1	Influence des traitements thermiques sur la microstructure	113
4.2	Cinétique de transformations et Arrhenius	119
4.2.1	Analyse isochrone.....	120
4.2.2	Analyse isotherme.....	121
4.3	Discussion.....	126

4.3.1	Discussion des mécanismes thermiques et de l'évolution du dépôt.....	126
4.3.2	Analyse cinétique et interprétation des mécanismes	127
RECOMMANDATIONS		129
CONCLUSION		131
ANNEXE I	ALGORITHMES UTILISÉS POUR L'ANALYSE ET LE TRAITEMENT DES DONNÉES ISSUES DE LA TOMOGRAPHIE ET EBSD.....	135
ANNEXE II	ANALYSES DES CHAMPS DE DEFORMATIONS POUR TOUTES LES CONDITIONS DE TRAITEMENTS THERMIQUES	145
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES		151

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Composition chimique d'un alliage Al-Mg-Si (en at.%) Tiré de Hamdi et al. (2017, p. 156)16
Tableau 1.2	Composition chimique typique de l'alliage d'aluminium 6061 (en % massique) Tiré de Christy, Murugan, & Kumar (2010, p. 58).....20
Tableau 2.1	Paramètres de projection utilisés Tiré de Thibault (2023, p. 43)56
Tableau 2.2	Conditions thermiques appliquées aux échantillons.....57
Tableau 4.1	Résultats des tests KS pour les distributions de KAM et de taille des grains.....116
Tableau 4.2	Valeurs des températures estimées pour atteindre des fractions restaurées calculées sur des temps choisis125

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Schéma de fonctionnement du cold spray Tirée de Jeandin & Ducos (2020, p. 3) 4
Figure 1.2	Évolution de la pression (p), de la température (T) et de la vitesse du gaz (v) dans une buse de Laval en fonction de sa géométriezo Tirée de Wikipédia (2025) 8
Figure 1.3	Influence de la vitesse d'impact des particules sur le rendement de dépôt en projection dynamique à froid Tirée de Jeandin & Ducos (2020, p. 15)11
Figure 1.4	Effet du recouvrement laser sur l'adhérence en traction d'un revêtement Al6061 projeté à froid Tirée de Thibault (2023, p. 75)15
Figure 1.5	Évolution de la cohérence des précipités lors du durcissement structural des alliages Al-Mg-Si Tirée de Reboul (2005, p. 4)19
Figure 1.6	Morphologie et microstructure des poudres d'Al6061 utilisées en Cold Spray : (a) morphologie générale (SEM), (b) structure de surface des particules (SEM), (c) sous-grains et dislocations internes (TEM) Tirée de Rokni et al. (2014, p. 483)22
Figure 1.7	Exemple de microstructures typiques observées dans des dépôts Cold Spray Tirée de Wang et al. (2023, p. 5).....24
Figure 1.8	Diagramme de phases pseudo-binaire du système Al–Mg ₂ Si centré sur la composition de l'alliage 6061 (≈1,6 wt.% Mg ₂ Si) Tirée de Sarkar et al. (2015, p. 5).....28
Figure 1.9	Évolution de la recristallisation au cours du recuit : effet de la température sur la cinétique de transformation Tirée de Kamali et al. (2019, p. 5)31
Figure 1.10	Schématisation des trois principaux mécanismes de recristallisation dynamique : discontinue (DDR _X), continue (CDR _X) et géométrique (GDR _X) Tirée de Huang & Logé (2016, p. 548)34
Figure 1.11	Cartes EBSD et distributions d'angles de désorientation de dépôts de cuivre Cold Spray : (a, e) état as-sprayed, (b, f) après traitement thermique, (c, g) après impulsions électriques et (d, h) après friction stir processing Tirée de Li et al. (2021, p. 4)36

Figure 1.12	Évolution de la microstructure d'un dépôt CS d'Al6061 après traitements thermiques successifs : (a) état as-sprayed, (b) 100 °C, (c) 150 °C, (d) 200 °C, (e) 300 °C, (f) 400 °C et (g) 450 °C Tirée de Rokni et al. (2014, p. 487)	39
Figure 1.13	Surface de rupture avec cupules d'un métal ductile causée par une localisation de la déformation plastique Tirée de P. Mouritz (2012, p. 434).....	42
Figure 1.14	Surface de rupture métallique à l'aspect lisse, caractéristique d'une rupture fragile (clivage) Tirée de P. Mouritz (2012, p. 437).....	43
Figure 1.15	Réponse en traction de l'Al6061 substrat et des dépôts cold spray en conditions as-deposited (AD), stress-relieved (SR) et T6 Tirée de Rokni et al. (2017, p. 647).....	44
Figure 1.16	Schéma des relations entre le comportement des fissures à l'interface revêtement-substrat et la force d'adhérence Tirée de Sample et al. (2020, p. 13).....	46
Figure 1.17	Schéma du procédé Cold Spray assisté par double laser Tirée de Danlos et al. (2010, p. 1056)	50
Figure 2.1	Schéma de principe du dispositif EBSD Tirée de Barbier (2010, p. 2)	65
Figure 2.2	Schéma d'une éprouvette de micro traction (les dimensions sont en mm).....	71
Figure 2.3	Exemple de zones d'intérêts en bleu a) gauche, b) milieu global, c) droite, définie pour l'analyse DIC sur un des échantillons testé	73
Figure 2.4	Histogrammes de la taille de grains a) et du KAM b) de l'échantillons 300°C 1H pour deux cartes EBSD différentes	78
Figure 3.1	Résultats FWHM pour les différents états de traitement des dépôts d'Al6061.....	81
Figure 3.2	Images microscopiques LEXT de a) poudre d'Al6061, b) dépôt sans traitement, c) dépôt après traitement T6.....	83
Figure 3.3	Images microscopiques LEXT des dépôts pour les différents traitements thermiques	84
Figure 3.4	Comparaison des CDF pour les 5 configurations de segmentation appliquées à l'échantillon tel que déposé.....	86

Figure 3.5	Comparaison des $-\log(1-\text{CDF})$ pour les différentes configurations de segmentation appliquées à l'échantillon tel que déposé sans traitement thermique appliqué.....	87
Figure 3.6	CDF des volumes de pores obtenues pour les scans des dépôts de l'échantillon sans traitement thermique puis après homogénéisation	88
Figure 3.7	Représentation de la fonction $-\log(1 - \text{CDF})$ des pores extrêmes (méthode POT) pour l'échantillon sans traitement et après homogénéisation.....	89
Figure 3.8	CDF des volumes de pores obtenues pour les scans des dépôts de l'échantillon traité jusqu'à homogénéisation et celui traité T6 complet.....	90
Figure 3.9	Représentation de la fonction $-\log(1 - \text{CDF})$ des pores extrêmes (méthode POT) pour l'échantillon traité jusqu'à homogénéisation et celui traité T6 complet	91
Figure 3.10	Valeurs d'aspect ratio des 100 plus grands pores selon leur diamètre équivalent	92
Figure 3.11	Évolution de la dureté de Vickers pour une charge de 100gf	94
Figure 3.12	Cartes de champs de déformations longitudinales observées pour l'échantillon sans traitement thermique appliqué selon les différents masques	96
Figure 3.13	Courbes de contrainte/déformation de l'échantillon sans traitement thermique appliqué pour les différents masques	97
Figure 3.14	Cartes de champs de déformations longitudinales observées à l'apparition de la 1 ^{ère} fissure pour l'échantillon sans traitement thermique appliqué selon les différents masques	98
Figure 3.15	Courbes de contrainte/déformation de l'échantillon sans traitement thermique appliqué pour les différents sous masques	99
Figure 3.16	Coupe des échantillons de traction selon l'axe Y pour observation des fissures	100
Figure 3.17	Faciès de fissuration dans les dépôts projetés à froid selon la condition tel que projeté sans traitement	100
Figure 3.18	Faciès de fissuration dans les dépôts : a) état sans traitement, b) traitement à 200 °C pendant 1h, c) 250°C 1h, d) 300°C 30 min, e) 300°C 1h et f) traitement T6	102

Figure 3.19	Éprouvette de micro-traction sans traitement thermique appliqué avec dépôt projeté à froid séparé du substrat.....	103
Figure 3.20	Observation de l'interface après délamination pour l'état sans traitement thermique et T6	104
Figure 3.21	Courbes de contrainte/déformation des différentes éprouvettes traitées thermiquement	105
Figure 4.1	Figures de pôles inverses dans la direction de projection (Y) au CS du a) état sans traitement thermique, b) état T6 complet.....	114
Figure 4.2	Figures de pôles inverses dans la direction de projection (Y) au CS des dépôts pour les différents traitements thermiques.....	114
Figure 4.3	Test KS - comparaisons cumulatives des résultats de KAM pour différents états traités	115
Figure 4.4	Courbes cumulatives des valeurs du KAM des différents états de dépôt	117
Figure 4.5	Évolution de la nature des joints de grains pour les différents états de dépôt	118
Figure 4.6	Courbes cumulatives de la taille des grains pour différents états de dépôt	119
Figure 4.7	Isochrones pour des durées fixes de 30 minutes et 1 heure	121
Figure 4.8	Représentation de $\ln(k)$ en fonction de l'inverse de T en fonction des différentes constante k obtenues pour les isothermes à température fixée	122
Figure 4.9	Isochrones estimées pour différentes durée de traitement	124

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

ASTM	American Society for Testing and Materials
CFC	Cubique à Faces Centrées
CS	Projection dynamique par gaz froid (<i>Cold Spray</i>)
DIC	Corrélation d'images numériques (<i>Digital Image Correlation</i>)
DRX	Recristallisation dynamique
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage (<i>Differential Scanning Calorimetry</i>)
EBSD	Diffraction des électrons en rétrodiffusion (<i>Electron Backscatter Diffraction</i>)
FWHM	Largeur à mi-hauteur (<i>Full Width at Half Maximum</i>)
GP	Zones de Guinier–Preston
HAGB	Joint de grain à fort angle de désorientation (<i>High-Angle Grain Boundary</i>)
IPF	Figure de pôles inverse (<i>Inverse Pole Figure</i>)
KAM	Kernel Average Misorientation
KS	Kolmogorov–Smirnov
LAGB	Joint de grain à faible angle de désorientation (<i>Low-Angle Grain Boundary</i>)
PPBs	Interfaces entre particules initiales (<i>Prior Particle Boundaries</i>)
Nd-YAG	Néodyme-dopé Yttrium Aluminium Grenat
ROI	Region Of Interest
TEM	Microscopie électronique en transmission (<i>Transmission Electron Microscopy</i>)
UTS	Résistance ultime à la traction (<i>Ultimate Tensile Strength</i>)
XRD	Diffraction des rayons X (<i>X-Ray Diffraction</i>)
ZAT	Zone Affectée Thermiquement

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

m	Mètre
cm	Centimètre
mm	Millimètre
µm	Micromètre
nm	Nanomètre
h	Heure
m	Minute
s	Seconde
kg	Kilogramme
g	Gramme
HV	Dureté Vickers
MPa	Mega Pascal
GPa	Giga Pascal
gf	Gramme-force
W	Watt
°C	Celsius
K	Kelvin
M	Nombre de Mach
J	Joule
V	Volt
mol	Mole
(°)	Degré
mL	Millilitre
Al	Aluminium
Cu	Cuivre
Fe	Fer
Mg	Magnésium
Si	Silicium

INTRODUCTION

Dans le secteur du transport lourd, réduire le poids des structures est un enjeu important pour améliorer l'efficacité énergétique tout en conservant une bonne capacité de charge. L'alliage d'aluminium 6061 est aujourd'hui largement utilisé pour la fabrication de châssis de semi-remorques et de composants ferroviaires car il combine une faible masse avec de bonnes propriétés mécaniques après traitement thermique. Cependant, les procédés de mise en forme classiques comme l'extrusion, imposent généralement des profils à section constante. Dans les zones fortement sollicitées, cela conduit souvent à surdimensionner l'ensemble de la pièce et limite l'optimisation de la masse.

Pour répondre à cette problématique, la projection dynamique par gaz froid apparaît comme une solution prometteuse. Ce procédé de fabrication additive permet d'ajouter localement de la matière afin de renforcer des zones spécifiques ou de créer des pièces à section variable. Pour cette technique, l'adhérence du dépôt repose sur l'impact de particules projetées à très grande vitesse qui se déforment fortement lors du choc. Cependant, ce mode de dépôt laisse le matériau dans un état fortement écroui. À l'état brut de projection les revêtements présentent une microstructure très fine, une forte densité de dislocations et une ductilité limitée. Ceci peut poser problème pour des applications en conditions de service réelles. Il est donc nécessaire de contrôler l'évolution microstructurale du matériau après projection afin d'améliorer ses performances. C'est ce qui a pu faire l'objet d'études récentes notamment celle d'Alexis Thibault (Thibault, 2023).

L'enjeu principal du développement de cette technologie réside dans l'optimisation des propriétés mécaniques des dépôts par l'application de traitements thermiques adaptés. L'apport de chaleur permet d'activer des mécanismes de restauration, améliorant certaines propriétés du matériau et répondant ainsi aux exigences de durabilité et de résistance de l'industrie routière. Dans ce contexte, l'objectif de cette étude est de caractériser de manière systématique l'effet de différents cycles thermiques sur les propriétés microstructurales et mécaniques des dépôts d'Al6061, afin de mieux comprendre la cinétique des transformations et d'identifier des

paramètres de chauffe optimaux garantissant l'intégrité et la fiabilité des composants ainsi réalisés.

Le présent mémoire est structuré en plusieurs chapitres. Le premier chapitre expose la revue de littérature sur la projection à froid et les alliages d'aluminium. Le second définit la méthodologie de recherche. Le troisième chapitre détaille les caractérisations expérimentales obtenues, tandis que le quatrième chapitre discute des mécanismes thermiques et cinétiques régissant l'évolution du matériau.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

La projection dynamique par gaz à froid (*Cold Spray*) est un procédé récent qui attire l'attention dans le domaine des alliages légers, notamment pour les applications de transport. Cette méthode permet de déposer des particules métalliques à grande vitesse sans fusion, tout en limitant l'oxydation et en conservant de bonnes propriétés mécaniques. Ces caractéristiques expliquent son utilisation croissante dans des contextes variés, allant de la réparation de composants corrodés à la réalisation de dépôts fonctionnels conducteurs, en passant par la protection de substrats sensibles ou le remplacement de revêtements traditionnels comme le chrome dur (Villafuerte, 2010). Ce procédé permet d'obtenir des dépôts solides et bien adhérents, sans fusion du matériau. Il trouve ainsi de plus en plus d'applications, que ce soit pour réparer des pièces que pour la fabrication additive de pièces à haute valeur ajoutée.

Pourtant, un des problèmes majeurs de cette technologie reste l'adhérence entre le dépôt et le substrat, en particulier pour l'aluminium 6061. Plusieurs études ont montré que des oxydes demeurent présents en surface et limitent la qualité de la liaison métallurgique. Dans ce contexte, l'utilisation d'un prétraitement comme l'ablation laser a été proposée afin d'améliorer la cohésion et la continuité du dépôt à l'interface (Thibault, 2023). Cependant, même si l'ablation laser offre des résultats encourageants pour renforcer l'adhérence, elle ne permet pas à elle seule à répondre aux enjeux liés aux propriétés mécaniques globales du dépôt. Les travaux existants restent souvent centrés sur l'étape de déposition elle-même, sans toujours considérer l'effet des traitements thermiques sur la microstructure et le comportement mécanique. Or les alliages d'aluminium sont sensibles aux cycles thermiques, qui influencent directement la formation de précipités, la dureté ou encore la ductilité. Étudier ces effets apparaît donc essentiel pour comprendre comment optimiser les performances des dépôts réalisés par projection à froid assistée par laser.

1.1 Principe de la projection dynamique par gaz froid assistée par laser

1.1.1 Mécanismes de projection dynamique à froid

Commençons par comprendre comment fonctionne le procédé de projection dynamique par gaz froid. Il consiste à accélérer des particules solides à grande vitesse au moyen d'un gaz comprimé et modérément chauffé, qui est ensuite détendu dans une buse convergente-divergente comme présenté sur la Figure 1.1. Les particules atteignent ainsi des vitesses supersoniques, généralement comprises entre 300 et 1200 m/s, et viennent impacter la surface du substrat. Contrairement aux techniques thermiques de projection (plasma spray, HVOF), le cold spray opère à des températures inférieures au point de fusion des matériaux. Ce fonctionnement à l'état solide permet de limiter l'oxydation, d'éviter les transformations de phases et de réduire les contraintes thermiques induites sur le substrat. Le principe du procédé repose donc sur un dépôt essentiellement cinétique, où l'énergie du jet gazeux est transférée en vitesse d'impact des particules (Jeandin & Ducos, 2020).

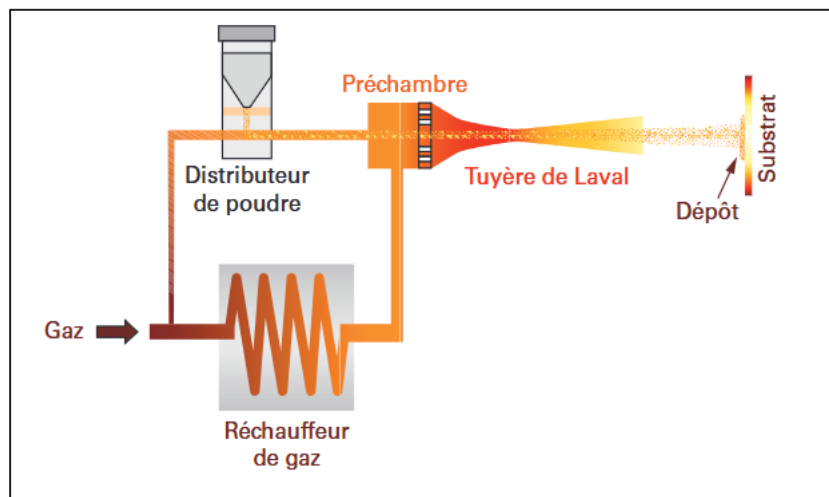


Figure 1.1 Schéma de fonctionnement du cold spray
Tirée de Jeandin & Ducos (2020, p. 3)

Le rôle du gaz porteur et de la buse est déterminant dans le procédé de projection dynamique par gaz froid. Le choix du gaz, généralement l'hélium ou l'azote, conditionne directement la vitesse atteinte par les particules : l'hélium, plus léger et doté d'une conductivité thermique

supérieure, permet des vitesses d'accélération plus élevées que l'azote, mais son coût limite son usage industriel. Par ailleurs, la buse convergente-divergente de type De Laval constitue l'élément clé du dispositif car sa géométrie contrôle la détente du gaz et la transformation de l'énergie de pression en énergie cinétique. Ainsi, l'association gaz-buse détermine la dynamique d'accélération des particules et leur capacité à franchir la vitesse critique nécessaire à l'adhésion (Champagne, Ozdemir, & Nardi, 2021).

L'adhésion des particules en projection dynamique par gaz froid est gouvernée par la notion de vitesse critique. Lorsque les particules impactent le substrat avec une vitesse inférieure à ce seuil, leur énergie cinétique est insuffisante et elles rebondissent sans se fixer. En revanche, lorsque la vitesse dépasse la valeur critique, la déformation plastique intense qui en résulte favorise la rupture des couches d'oxyde et le contact métal-métal propre, permettant ainsi l'adhésion solide. Cette vitesse critique n'est pas universelle : elle dépend à la fois des propriétés intrinsèques des particules (densité, limite d'élasticité, température de fusion) et des conditions de projection, notamment la nature et la température du gaz utilisé ainsi que la géométrie de la buse (Champagne et al., 2021).

La formation du dépôt en projection dynamique par gaz froid se fait par empilement successif de particules plastiquement déformées lors de leur impact. Chaque particule, en se fixant sur le substrat ou sur les particules déjà déposées, contribue à la croissance du revêtement. La plasticité intense induite par les vitesses d'impact supersoniques favorise la compaction du matériau, entraînant une densification progressive. Ce mécanisme conduit généralement à des dépôts à la fois denses et cohésifs, présentant une porosité réduite par rapport aux procédés thermiques traditionnels (Champagne et al., 2021). Les dépôts obtenus par projection dynamique par gaz froid conservent globalement la microstructure de la poudre initiale en raison de l'absence de fusion durant le procédé. Toutefois, des modifications locales apparaissent à l'échelle microscopique. La déformation plastique sévère induite par l'impact entraîne la génération de défauts caractéristiques tels que des dislocations et des contraintes résiduelles, qui influencent ensuite les propriétés mécaniques et thermiques du dépôt (Jeandin & Ducos, 2020). Dans certaines zones, cette plasticité extrême peut même initier une

recristallisation dynamique localisée. Ces phénomènes doivent être pris en compte lors de l'évaluation des performances et des applications du procédé, car ils conditionnent en partie la tenue mécanique des dépôts et représentent un paramètre clé dans le choix des applications de la projection dynamique par gaz froid.

Au-delà de ces contraintes microstructurales, le CS présente un atout décisif : son fonctionnement à l'état solide, qui empêche la fusion des particules et limite la formation d'oxydes ou de phases fragiles, assurant ainsi la préservation des propriétés métallurgiques initiales. En contrepartie, la technologie impose certaines contraintes de mise en œuvre, notamment la nécessité d'utiliser des poudres capables d'atteindre la vitesse critique, ce qui peut constituer un facteur limitant pour certains matériaux. La compréhension de ces mécanismes fondamentaux conduit naturellement à s'interroger sur les paramètres opératoires qui gouvernent l'efficacité du procédé et la qualité des dépôts obtenus, tels que la nature du gaz, la température, la pression ou encore la conception de la buse (Champagne et al., 2021).

1.1.2 Paramètres influençant la projection dynamique par gaz froid

Le procédé de projection à froid est particulièrement sensible aux conditions opératoires. Chaque paramètre, qu'il s'agisse du gaz, de la température, du débit ou de la buse, influence directement l'efficacité de la projection et la qualité du dépôt obtenu. Nous allons donc voir dans quelle mesure chaque paramètre influe sur les performances de cette technologie.

1.1.2.1 Buse et distance de projection

Le recours à une buse de De Laval comme expliqué plus tôt, de type convergente-divergente, est indispensable pour permettre la détente du gaz jusqu'au régime supersonique et permettre l'accélération efficace des particules. Le diamètre du col et la longueur de la partie divergente déterminent ensuite la vitesse atteinte par le jet et sa stabilité. L'écoulement gazeux dans la buse peut être décrit par la relation de Mach qui relie le rapport des sections de la buse au nombre de Mach M et aux propriétés thermodynamiques du gaz :

$$\left(\frac{A}{A^*}\right)^2 = \frac{1}{M^2} \left[\frac{2}{\gamma + 1} \left(1 + \left(\frac{\gamma - 1}{1} \right) M^2 \right) \right]^{\frac{\gamma + 1}{\gamma - 1}} \quad (1.1)$$

Tirée de Jeandin & Ducos (2020, p. 7)

Où A et A^* en m^2 représentent les aires des sections de la buse à une position donnée et au niveau du col. On note γ le rapport des capacités thermiques massiques (Jeandin & Ducos, 2020). Le nombre de Mach peut également se calculer selon l'équation suivante :

$$M = \frac{\text{Vitesse du gaz } (v_G)}{\text{Vitesse du son } (a)} \quad (1.2)$$

Tirée de Champagne et al. (2021, p. 41)

Il est souvent utilisé afin de quantifier la vitesse des gaz compressibles. En effet, pour qu'un gaz atteigne des vitesses supersoniques, il est d'abord accéléré dans une section convergente jusqu'à atteindre Mach 1 au niveau du col de la tuyère comme l'illustre la Figure 1.2. L'élargissement progressif de la section dans la partie divergente permet alors de poursuivre l'accélération et de franchir le régime supersonique. Le fonctionnement de la tuyère de Laval repose donc sur cette condition : le gaz doit atteindre Mach 1 au col pour que la détente soit amorcée. Cette transition dépend du rapport de pression entre l'amont et l'aval : pour l'air, il faut que la pression de sortie soit environ deux fois plus faible que la pression d'entrée pour que la tuyère fonctionne correctement. Si la pression de sortie est trop élevée, le gaz reste subsonique ; si elle est trop basse, l'efficacité diminue. Le meilleur rendement est obtenu lorsque la pression de sortie correspond à la pression ambiante (Wikipédia, 2025).

L'équation (1.1) permet ainsi d'associer un nombre de Mach à toute position sur l'axe de la buse et de décrire l'évolution de la vitesse, de la température et de la pression du gaz comme on peut l'observer sur la Figure 1.2 ci-dessous.

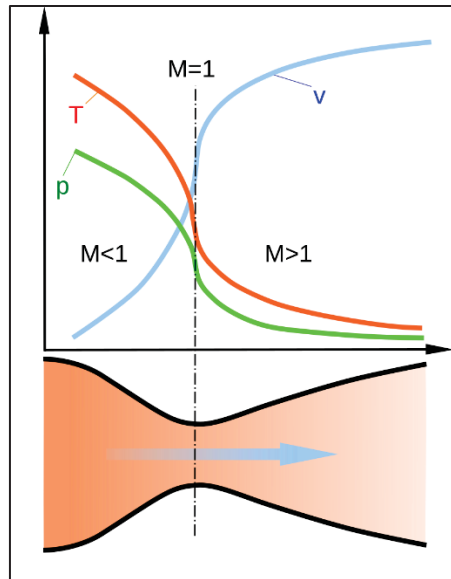


Figure 1.2 Évolution de la pression (p), de la température (T) et de la vitesse du gaz (v) dans une buse de Laval en fonction de sa géométriezo
Tirée de Wikipédia (2025)

Hormis la conception de la buse, la distance de projection entre la sortie et le substrat conditionne également la qualité du dépôt. Une distance trop courte peut engendrer un jet instable et provoquer un échauffement local excessif, tandis qu'une distance trop longue réduit la vitesse des particules par frottement avec l'air ambiant limitant leur capacité d'adhésion. L'efficacité de dépôt évolue donc de manière caractéristique en fonction de la distance, avec une zone optimale correspondant à un compromis entre stabilité du jet et énergie cinétique des particules (Jeandin & Ducos, 2020).

La distance buse-substrat (stand-off) doit elle aussi être optimisée : trop courte, le jet devient instable et l'échauffement local augmente ; trop longue, les particules perdent de la vitesse et l'adhésion diminue. Au voisinage de la surface se forme une zone de stagnation (bow shock) qui réduit légèrement la vitesse des particules tout en élevant leur température, ce qui peut favoriser l'adhésion ; l'optimum résulte d'un équilibre entre énergie cinétique et stabilité du jet. Enfin, la géométrie de la buse influence la précision du dépôt : le diamètre de sortie fixe la largeur minimale de la trace ($\approx 1,5$ à 8 mm en pratique) (Champagne et al., 2021).

En résumé, ces paramètres doivent être bien réglés, car un mauvais équilibre peut réduire l'adhésion ou la régularité du revêtement. Bien maîtrisés, ils permettent au contraire d'obtenir des dépôts denses, adhérents et précis.

1.1.2.2 Nature du gaz porteur et pression

La nature et la pression du gaz porteur constituent des paramètres déterminants du procédé de projection dynamique par gaz froid. L'hélium et l'azote sont les gaz les plus couramment utilisés : le premier, en raison de sa faible masse molaire et de sa conductivité thermique élevée qui permet d'atteindre des vitesses d'accélération supérieures ; tandis que le second, moins performant, reste privilégié pour des raisons économiques (Jeandin & Ducos, 2020). En effet, l'hélium présente une constante des gaz plus élevée $R_{He} = 2077 \frac{J}{kg \cdot K}$ par rapport à l'azote $R_{N_2} = 297 \frac{J}{kg \cdot K}$. Pour une même température, la vitesse du son est donc presque trois fois plus élevée dans l'hélium ce qui conduit à des vitesses de gaz supérieures à Mach identique (Champagne et al., 2021). Cela explique que l'hélium permette d'atteindre plus facilement la vitesse critique des particules, bien qu'il reste limité par son coût. La pression d'entrée dans la buse influe directement sur la vitesse d'écoulement du jet, qui peut atteindre le régime supersonique comme décrit par l'équation (1.1).

Un autre paramètre important est l'effet de couche limite. Lorsque le gaz s'écoule dans la buse, il frotte contre les parois internes ce qui crée une zone de ralentissement au voisinage de la paroi. Cette couche limite réduit l'efficacité de la détente et fait que la vitesse réelle du gaz en sortie est plus faible que celle prédite par la seule géométrie idéale de la buse. On estime que l'épaisseur de cette couche croît d'environ 0,007 à 0,010 mm pour chaque millimètre de longueur de buse. L'impact est significatif : pour l'azote par exemple, la vitesse théorique calculée sans tenir compte de la couche limite est d'environ $977 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$, mais elle chute à $941 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ si l'on prend en compte ce phénomène (Champagne et al., 2021, tbl. 2.1). Cette observation montre que la nature du gaz, sa pression et la conception de la buse doivent être envisagées de manière conjointe pour optimiser les conditions d'accélération dans le procédé de projection à froid.

1.1.2.3 Température et débit du gaz

La température et le débit du gaz porteur constituent également des paramètres essentiels du procédé. Le chauffage du gaz en amont de la buse permet, d'une part, d'abaisser la vitesse critique nécessaire à l'adhésion des particules en augmentant leur ductilité, et d'autre part, d'accroître la vitesse atteinte à la sortie de la buse (Jeandin & Ducos, 2020). Toutefois, la température de fonctionnement reste inférieure au point de fusion du matériau projeté, ce qui distingue fondamentalement le cold spray des procédés thermiques et garantit la préservation de la microstructure initiale. Des puissances de l'ordre de 20 à 30 kW sont nécessaires pour porter le flux à environ 800 °C, avec des débits compris entre 80 et 160 m³/h selon qu'il s'agisse d'hélium ou d'azote (Champagne et al., 2021).

Un débit insuffisant conduit à un jet instable et à des dépôts hétérogènes, tandis qu'un débit trop élevé peut générer des turbulences et réduire l'efficacité de projection. Ces paramètres influencent donc directement la régularité du dépôt et l'uniformité de ses propriétés.

1.1.2.4 Vitesse des particules et efficacité de dépôt

Les premières expériences menées à l'ITAM par Papyrin et ses collaborateurs ont montré que l'adhésion des particules en projection à froid n'est possible qu'au-delà d'une vitesse critique. En dessous de ce seuil, les particules ne s'ancrent pas dans le substrat et provoquent essentiellement de l'érosion ; au-dessus, elles subissent une déformation plastique sévère qui conduit à la formation d'un dépôt cohésif et dense. Pour des matériaux métalliques tels que l'aluminium, le cuivre, le nickel ou le zinc, cette vitesse critique se situe typiquement entre 500 et 700 m·s⁻¹, avec des efficacités de dépôt pouvant atteindre 50 à 70 % (Papyrin, Kosarev, Klinkov, Alkhimov, & Fomin, 2007).

Cette vitesse critique n'est pas universelle, puisqu'elle dépend directement des propriétés du matériau projeté, telles que la densité, la limite d'élasticité ou encore la température de fusion. On distingue également une vitesse optimale, supérieure au seuil critique mais inférieure à une

valeur limite : au-delà de cette zone, l'excès d'énergie conduit à la fragmentation des particules ou à des défauts d'adhésion, ce qui détériore la qualité du dépôt. L'efficacité de dépôt suit ainsi une évolution caractéristique en fonction de la vitesse, illustrée par la Figure 1.3 en trois zones : rebond, adhésion et fragmentation (Jeandin & Ducos, 2020).

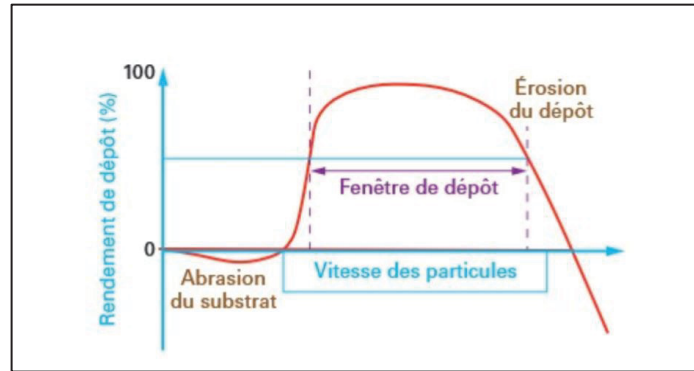


Figure 1.3 Influence de la vitesse d'impact des particules sur le rendement de dépôt en projection dynamique à froid
Tirée de Jeandin & Ducos (2020, p. 15)

La vitesse critique peut être estimée de plusieurs manières, par exemple à partir de mesures du rendement de dépôt ou par modélisation de l'impact des particules. Dans ce cadre, Jeandin & Ducos (2020) proposent des relations analytiques reliant la vitesse critique v_c aux propriétés thermomécaniques du matériau projeté. Une formulation théorique est donnée par l'équation (1.3) :

$$v_c = \sqrt{a \frac{\sigma}{\rho} + b C_p (T_f - T)} \quad (1.3)$$

Tirée de Jeandin & Ducos (2020, p. 15)

où σ est la contrainte d'écoulement dépendante de la température, ρ la densité, C_p la capacité thermique massique, T_f la température de fusion et T la température de la particule à l'impact. Une expression empirique alternative donnée par l'équation (1.3) intègre également la limite d'élasticité R_e :

$$v_c = 667 - 0,014(T_f - T_0) + 10^{-7} \cdot R_e - 0,4(T - T_0) \quad (1.4)$$

Tirée de Jeandin & Ducos (2020, p. 15)

Ces équations mettent en évidence que la vitesse critique diminue avec l'élévation de la température de la particule (favorisant sa ductilité), mais augmente avec la limite d'élasticité et la contrainte d'écoulement, ce qui explique la forte dépendance du procédé à la nature du matériau projeté. Ainsi, les valeurs rapportées dans la littérature varient fortement selon les matériaux : environ $339 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ pour le zinc, $451 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ pour le cuivre, $482 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ pour l'aluminium, $556 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ pour l'alliage d'aluminium 6061 et jusqu'à $1013 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ pour les alliages TA6V. Cette diversité illustre le rôle majeur des propriétés métallurgiques dans la maîtrise du procédé (Jeandin & Ducos, 2020).

Ces paramètres montrent combien le procédé est sensible aux conditions opératoires. Cette dépendance explique à la fois ses avantages, comme la préservation des propriétés, et ses limites, notamment l'adhérence parfois insuffisante sur l'aluminium.

1.1.2.5 Avantages et limites de la projection dynamique à froid

Le procédé de projection dynamique par gaz froid présente plusieurs avantages majeurs par rapport aux techniques thermiques classiques de dépôt. Le premier s'explique par son fonctionnement à l'état solide : les particules projetées ne subissent pas de fusion, ce qui évite la formation d'oxydes, de phases intermétalliques fragiles ou encore de contraintes thermiques associées aux gradients de solidification (Jeandin & Ducos, 2020). Cette particularité permet de mieux conserver les propriétés métallurgiques initiales de la poudre, avec des dépôts présentant généralement une forte densité, une bonne adhérence mécanique et une microstructure comparable à celle du matériau d'origine. De plus, les contraintes thermiques étant limitées, le procédé est particulièrement adapté aux matériaux sensibles à la chaleur tels que les alliages d'aluminium, de magnésium ou de titane, qui peuvent ainsi être déposés sans dégradation significative de leurs propriétés (Champagne et al., 2021).

Un autre avantage notable du cold spray réside dans la possibilité d’obtenir des dépôts épaissis rapidement, avec des taux de projection élevés et une efficacité de dépôt pouvant atteindre 50 à 70 % pour certains matériaux, dès lors que la vitesse critique est dépassée (Papyrin et al., 2007). Enfin, le procédé permet d’éviter de nombreux défauts typiques des procédés thermiques, tels que la porosité liée à l’emprisonnement de gaz, les fissures de solidification ou la dégradation chimique des surfaces.

Cependant, malgré ces atouts le procédé de projection à froid présente également plusieurs limites. La principale concerne l’adhésion au substrat, souvent insuffisante en particulier pour les alliages d’aluminium. En effet même si la déformation plastique des particules permet la rupture locale des films d’oxyde, une partie de ces oxydes subsiste à l’interface et réduit la qualité de la liaison métallurgique (Thibault, 2023). Ce phénomène est particulièrement marqué dans le cas de l’aluminium 6061, où la couche d’oxyde native constitue une barrière importante à l’adhésion. De plus, l’absence de fusion, qui constitue un avantage pour la préservation des propriétés métallurgiques, peut aussi se révéler un inconvénient : contrairement aux procédés par fusion, aucun “pont liquide” ne vient compléter la liaison et compenser les défauts d’interface (Champagne et al., 2021).

Le procédé est également limité par la nécessité d’atteindre une vitesse critique élevée pour assurer l’adhésion. En pratique, cela restreint le champ des matériaux utilisables aux poudres capables de supporter une accélération suffisante dans le jet supersonique. Les alliages à haute résistance mécanique, qui nécessitent des vitesses critiques très élevées, peuvent s’avérer difficiles à déposer de manière efficace (Papyrin et al., 2007).

Enfin, d’un point de vue économique et pratique, le procédé présente aussi des contraintes : l’utilisation de l’hélium reste limitée par son coût élevé et par les infrastructures nécessaires pour maintenir des pressions et des températures de fonctionnement élevées (Champagne et al., 2021). En résumé, la projection à froid permet de conserver la microstructure et les propriétés des matériaux tout en évitant les défauts liés à la fusion. Mais elle reste limitée par une adhérence souvent insuffisante, surtout sur l’aluminium, et par la nécessité d’atteindre des

vitesse critiques élevées dans des conditions de procédé exigeantes. Dans ce contexte, certains travaux ont exploré l'association de la projection à froid avec l'ablation laser notamment dans l'objectif d'améliorer l'adhérence et la qualité des interfaces.

1.1.2.6 Étude de cas : résultats d'Alexis Thibault

Le mémoire de maîtrise d'Alexis Thibault (2023) s'inscrit dans la continuité des recherches visant à améliorer l'adhésion des dépôts obtenus par projection à froid. Ses travaux portaient plus spécifiquement sur l'utilisation de l'ablation laser comme procédé de préparation de surface, afin d'en étudier le couplage avec le cold spray. L'objectif principal était de déterminer dans quelle mesure le laser pouvait supprimer la couche d'oxydes présente en surface et modifier la rugosité du substrat, deux paramètres essentiels pour favoriser la liaison entre le revêtement et le matériau de base (Thibault, 2023).

L'étude a porté principalement sur la fluence (J/cm^2), la fréquence de répétition, la vitesse de balayage ainsi que la longueur d'onde du faisceau. Ces paramètres ont été analysés afin de déterminer leur influence sur l'efficacité du nettoyage des oxydes, la morphologie de la surface traitée et la qualité de l'ancrage mécanique du revêtement. L'approche méthodologique visait donc à identifier des conditions opératoires optimales permettant de tirer profit du couplage laser-cold spray pour des substrats en aluminium. Thibault (2023) a observé qu'une fluence de $1,55 \text{ J}/\text{cm}^2$ associée à un taux de recouvrement de 8,4x permet d'obtenir une rugosité moyenne de $R_a \approx 2,5 \text{ }\mu\text{m}$, associée à une amélioration de l'adhérence d'environ 30 % par rapport à un substrat grenaillé. Toutefois, la Figure 1.4 montre que les variations d'adhérence en fonction du taux de recouvrement restent globalement limitées, avec des différences principalement observées entre conditions laser et référence grenaillée plutôt qu'entre niveaux de recouvrement eux-mêmes. Dans ces conditions, l'amélioration de l'adhérence semble davantage liée à la modification globale de l'état de surface induit par le traitement laser qu'à une évolution monotone avec le taux de recouvrement. L'adhérence mesurée selon la norme ASTM C633 met ainsi en évidence certaines conditions optimisées (notamment 8,4x et 13,7x),

présentant des performances légèrement supérieures à la référence grenaillée (ASTM International, 2021).

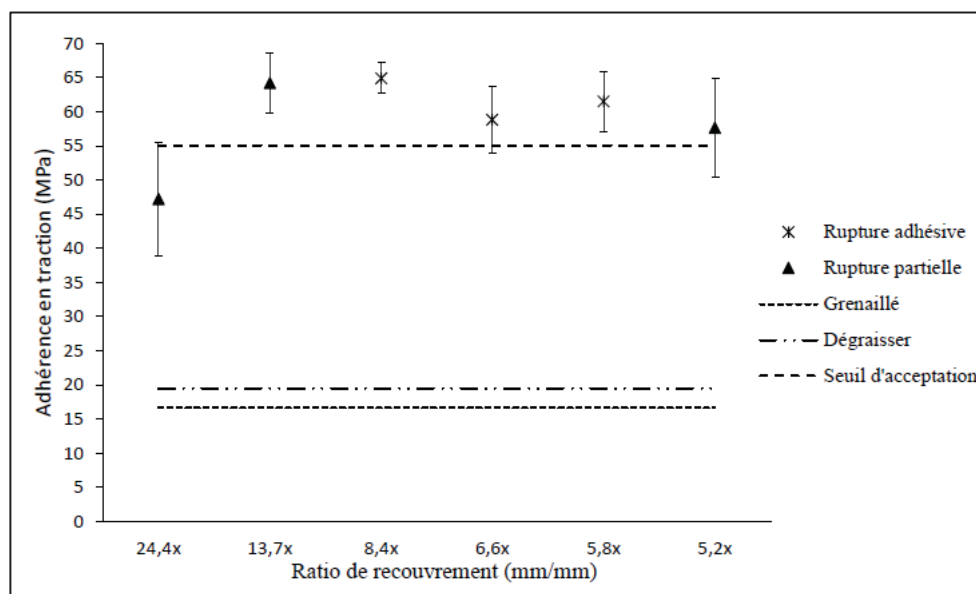


Figure 1.4 Effet du recouvrement laser sur l'adhérence en traction d'un revêtement Al6061 projeté à froid
Tirée de Thibault (2023, p. 75)

Cependant, les résultats indiquent également que l'intensité excessive de la fluence peut provoquer une formation accrue d'oxydes à l'interface, réduisant l'efficacité de l'adhérence. Ainsi, malgré les avancées réalisées dans l'optimisation des paramètres cold spray et laser, des limitations subsistent. L'une des principales lacunes est la persistance d'oxydes résiduels à l'interface des dépôts, qui peut réduire l'adhérence à long terme. Après avoir présenté les travaux d'Alexis Thibault (2023) sur l'ablation laser couplée au cold spray, il est pertinent de replacer cette approche dans un cadre plus large en la comparant aux autres procédés de préparation de surface existants (Thibault, 2023).

Toutefois, l'apport de l'ablation laser abordé dans des études précédentes, ne sera pas détaillé dans ce travail. L'objectif est ici de se concentrer sur l'influence des traitements thermiques post-projection afin de mieux comprendre les mécanismes microstructuraux et mécaniques des états intermédiaires.

1.2 Matériau étudié pour nos applications

1.2.1 Introduction générale sur l'aluminium

L'aluminium est un métal très utilisé grâce à sa légèreté (densité de 2,7 g/cm³), sa bonne conductivité et sa résistance naturelle à la corrosion. Cette dernière vient d'une fine couche d'oxyde qui se forme spontanément à sa surface et protège le matériau (Vargel, 2005). À l'état pur, l'aluminium n'est pas très résistant mécaniquement, mais ses propriétés peuvent être nettement améliorées lorsqu'il est allié à d'autres éléments et soumis à des traitements thermiques. Il a aussi l'avantage d'être recyclable de façon quasi illimitée sans perte de propriétés, ce qui en fait un matériau stratégique dans un contexte de développement durable. Grâce à cet ensemble de propriétés, l'aluminium est présent dans de nombreux domaines, allant des transports (avion, automobile, train) au bâtiment, en passant par l'emballage, l'électronique ou encore l'énergie.

Toutefois les performances de ce métal dépendent fortement de sa composition en éléments d'alliage, qui lui confèrent des caractéristiques mécaniques et microstructurales spécifiques. Le Tableau 1 illustre, à titre d'exemple, la composition chimique d'un alliage Al-Mg-Si étudié par Hamdi, Boumerzoug et Chabane (2017), représentatif des alliages de la série 6xxx dont les caractéristiques sont abordés dans la partie suivante (Hamdi, Boumerzoug, & Chabane, 2017).

Tableau 1.1 Composition chimique d'un alliage Al-Mg-Si (en at.%)
Tiré de Hamdi et al. (2017, p. 156)

Elements	Al	Mg	Si	Cu	Fe
at.%	98.45	0.653	0.595	0.014	0.215

1.2.2 Propriétés des alliages de la série d'alliage d'aluminium 6xxx

Les alliages de la série 6xxx, à base aluminium-magnésium-silicium, sont réputés pour leur bon compromis entre résistance mécanique, durabilité, soudabilité et résistance à la corrosion.

Ils se distinguent ainsi des alliages de la série 1xxx (constitués d'aluminium presque pur et excellents conducteurs mais mécaniquement faibles) et des alliages des séries 2xxx et 7xxx, très résistants mais plus sensibles à la corrosion et difficiles à souder. Comparés aux alliages de la série 5xxx, reconnus pour leur excellente tenue en milieu marin, les 6xxx offrent une meilleure résistance mécanique, même si leur résistance à la corrosion est légèrement inférieure (Vargel, 2005).

Aussi, le comportement des alliages est fortement influencé par les traitements thermiques. Ils conduisent notamment aux états métallurgiques **T4** et **T6**, qui présentent des microstructures distinctes. L'état **T4**, obtenu après mise en solution et trempe suivie d'un vieillissement naturel, correspond à une solution solide sursaturée contenant principalement des zones de Guinier-Preston et des débuts de précipitation. Il présente une résistance mécanique modérée mais une bonne ductilité. L'état **T6**, obtenu par mise en solution suivie d'une trempe et d'un vieillissement artificiel, favorise la formation de précipités fins de type β'' . Cet état conduit donc à une résistance mécanique nettement plus élevée, les précipités bloquant efficacement le mouvement des dislocations. Ainsi, la différence entre T4 et T6 repose principalement sur le degré d'évolution de la précipitation et l'efficacité du renforcement associé .

Les propriétés mécaniques des alliages en état T4 ou T6 peuvent être nettement améliorées grâce à la précipitation de phases telles que Mg_2Si , qui jouent un rôle central dans leur durcissement structural. Ces transformations se traduisent aussi dans leur microstructure : la répartition des précipités et la visibilité des joints de grains diffèrent selon l'état métallurgique, ce qui reflète directement l'évolution entre un matériau mis en solution et un matériau revenu (Davis & ASM International, 2007).

Parmi ces alliages, l'Al6061 est l'un des plus utilisés. Il combine de bonnes propriétés mécaniques, une soudabilité correcte et une résistance satisfaisante à la corrosion, ce qui le rend adapté aux applications de transport (aéronautique, automobile, ferroviaire), mais aussi à la construction et aux profils extrudés. Ces propriétés trouvent en partie leur origine dans la microstructure issue de la solidification.

En effet, la microstructure des alliages 6xxx se forme dès la solidification et influence directement leurs caractéristiques. Comme dans la plupart des alliages d'aluminium, on observe une structure en dendrites, dont la finesse dépend de la vitesse de refroidissement : plus le refroidissement est rapide, plus la structure est homogène. À l'inverse, un refroidissement lent provoque une ségrégation des éléments d'alliage dans certaines zones et la formation de particules grossières riches en fer, magnésium ou silicium, qui peuvent fragiliser le matériau. Pour corriger ces hétérogénéités, on applique souvent un traitement d'homogénéisation, qui dissout une partie de ces phases et assure une répartition plus uniforme des éléments (Davis & ASM International, 2007). Ces caractéristiques de solidification constituent l'état de départ de l'alliage, sur lequel vont ensuite agir les traitements thermiques et la formation des précipités responsables du durcissement structural.

En particulier, le comportement des alliages 6xxx est marqué par leur durcissement structural, directement lié à l'évolution des précipités issus de la mise en solution et du revenu. Comme illustré à la Figure 1.5, ceux-ci apparaissent d'abord sous une forme cohérente avec la matrice : leur réseau cristallin s'aligne presque parfaitement avec celui de l'aluminium. Cette continuité crée des contraintes internes importantes qui bloquent efficacement le mouvement des dislocations, à l'origine de l'augmentation de la résistance mécanique (Reboul, 2005). Avec la croissance des précipités, une partie de cette correspondance se perd : on parle alors de précipités semi-cohérents où certaines zones du réseau restent alignées mais d'autres présentent des discontinuités, souvent compensées par des réseaux de dislocations. Leur efficacité en tant qu'obstacles diminue, même s'ils continuent à gêner partiellement le glissement. Enfin, lorsque les précipités deviennent incohérents, leur structure cristalline n'a plus rien de commun avec celle de la matrice. Ils se comportent alors comme de simples obstacles de type particule-dureté, beaucoup moins efficaces pour bloquer les dislocations. Dans le cas des alliages Al-Mg-Si, cette séquence suit un chemin bien défini illustré par l'équation (1.8) : après la solution solide sursaturée (SSSS), apparaissent d'abord les zones Guinier-Preston (GP) et les précipités cohérents de type β'' , puis des formes plus stables et semi-cohérentes comme β' , avant d'évoluer vers la phase d'équilibre β (Mg_2Si), incohérente

avec la matrice. Cette succession explique pourquoi les alliages 6xxx présentent un durcissement maximal au stade β'' et une perte progressive de résistance lorsque la microstructure évolue vers des précipités plus gros et incohérents (Marioara et al., 2024).

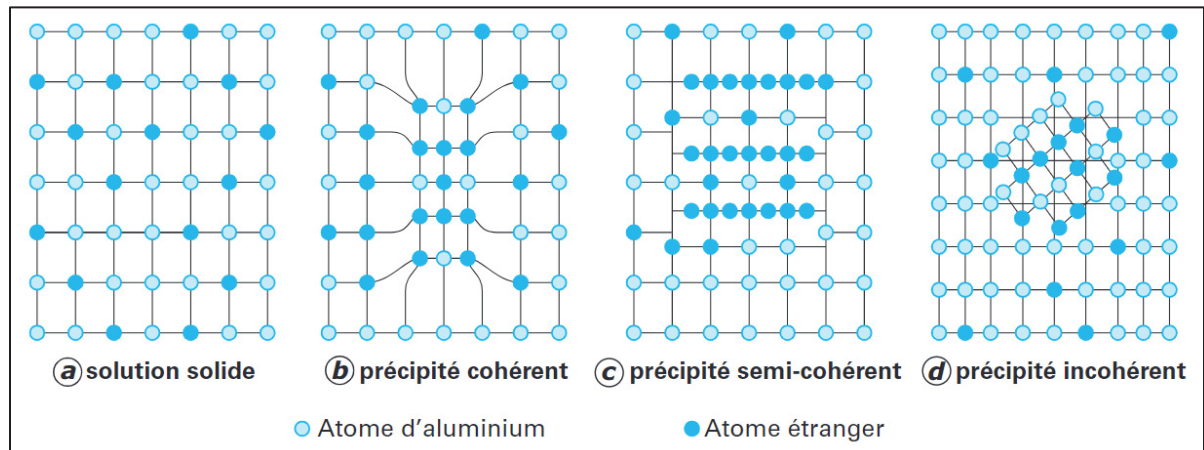


Figure 1.5 Évolution de la cohérence des précipités lors du durcissement structural des alliages Al-Mg-Si
Tirée de Reboul (2005, p. 4)

Au-delà de cette séquence classique, la toute première étape (la formation des zones de GP) joue un rôle décisif. Ces zones agissent comme un point de départ structuré qui facilite la mise en place de la phase β'' , responsable du durcissement maximal. Leur réseau cristallin reste proche de celui de l'aluminium ce qui les rend faciles à intégrer, et dans leur composition (riche en magnésium et silicium) préfigure déjà celle de β'' . Lors du revenu, elles servent ainsi de guide pour la diffusion des atomes, ce qui accélère la formation de β'' et renforce efficacement l'alliage. Leur efficacité dépend cependant de l'histoire thermique : après un pré-vieillissement, elles sont bien ordonnées et favorisent une transformation rapide, tandis qu'un vieillissement naturel conduit à des amas plus désordonnés, qui retardent la précipitation et limitent le gain de dureté. Ces effets liés aux différents cycles thermiques seront détaillés plus en profondeur dans une sous-partie ultérieure (Marioara et al., 2024).

$$(SSSS) \rightarrow G.P. \text{ zones} \rightarrow \beta'' \rightarrow \beta' \rightarrow \beta \quad (1.5)$$

Tirée de Marioara et al. (2024, p. 1)

En plus des précipités qui assurent le durcissement, les alliages de la série 6xxx présentent aussi des phases secondaires telles que des composés riches en fer ($\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$, $\text{Fe}_2\text{Si}_2\text{Al}_9$). Lorsque l'alliage contient du manganèse ou du chrome, on observe aussi la formation de dispersoïdes stables de type $(\text{Fe,Mn,Cr})_3\text{SiAl}_{12}$ (Davis & ASM International, 2007). La quantité de Mg_2Si joue également un rôle important : dans un alliage plus dilué comme le 6063, il peut être totalement dissous lors de la mise en solution. En revanche dans le 6061, plus chargé en éléments d'alliage, un excès de Mg_2Si persiste et peut précipiter sous forme de structures grossières de type Widmanstätten si le refroidissement est lent. Ces hétérogénéités compromettent l'homogénéité de la microstructure et influencent directement les propriétés mécaniques.

La composition chimique typique de l'Al6061 est présentée au Tableau 1-2. On remarque que le magnésium et le silicium constituent les principaux éléments d'alliage, avec environ 1,7 % au total, favorisant ainsi la formation de la phase durcissante Mg_2Si . La présence de fer et de cuivre même en faible quantité, peut entraîner la formation de phases secondaires telles que $\text{Fe}_3\text{SiAl}_{12}$ ou Al_2Cu . Enfin, des éléments comme le manganèse et le titane participent à l'affinage de la taille des grains et à la stabilisation de dispersoïdes contribuant ainsi à la robustesse et à la stabilité microstructurale de l'alliage (Christy, Murugan, & Kumar, 2010).

Tableau 1.2 Composition chimique typique de l'alliage d'aluminium 6061 (en % massique)
Tiré de Christy, Murugan, & Kumar (2010, p. 58)

Element	Mg	Fe	Si	Cu	Mn	V	Ti	Al
Weight %	1.08	0.17	0.63	0.32	0.52	0.01	0.02	Remainder

Ces qualités expliquent pourquoi l'Al6061 est largement utilisé dans l'industrie. Mais lorsqu'il est déposé par projection dynamique à froid, il ne réagit pas tout à fait de la même manière que sous forme massive. La question de sa microstructure, de la porosité ou encore de l'adhésion du dépôt devient alors centrale, ce qui fera l'objet de la partie suivante.

1.2.3 Comportements microstructuraux dans les dépôts de cold spray

1.2.3.1 Caractéristiques des poudres utilisées

En projection dynamique à froid, la microstructure de départ des alliages d'aluminium influence fortement le comportement des poudres et, par conséquent, la qualité du dépôt. La taille des grains, la présence de particules grossières ou encore la porosité héritée de la solidification conditionnent la façon dont les particules se fragmentent et s'ancrent sur le substrat. Dans le cas de l'Al6061, ces caractéristiques expliquent en partie l'adhésion finale et la densité du dépôt (Davis & ASM International, 2007).

La poudre utilisée présente généralement une taille comprise entre 5 et 100 μm . En dessous de ce seuil, les particules manquent d'inertie pour traverser le jet gazeux et atteindre efficacement le substrat ; au-delà, elles nécessitent plus d'énergie pour franchir la vitesse critique d'adhésion. Cette vitesse détaillée précédemment, dépend à la fois des paramètres opératoires (pression, température et nature du gaz porteur) et des propriétés intrinsèques de la poudre (densité, limite d'élasticité, morphologie). La fenêtre d'adhésion résulte ainsi d'un équilibre délicat entre le gaz, la buse et les caractéristiques de la poudre, et doit être maîtrisée pour obtenir un dépôt dense et cohésif (Champagne et al., 2021).

La morphologie et l'état interne des particules constituent également des paramètres essentiels. Comme le montre la Figure 1.6, les poudres d'Al6061 atomisées présentent une morphologie généralement sphérique et une distribution variée de tailles (a). Certaines particules révèlent en surface une structure granulaire marquée (b), tandis que des observations en TEM mettent en évidence la présence de sous-grains et de nombreuses dislocations (c). Ces particularités traduisent une microstructure ultrafine et un état de déformation interne élevé, qui favorisent à la fois la fragmentation des particules lors de l'impact et leur capacité à s'accommoder plastiquement pour former des dépôts denses et cohésifs (Rokni, Widener, & Champagne, 2014).

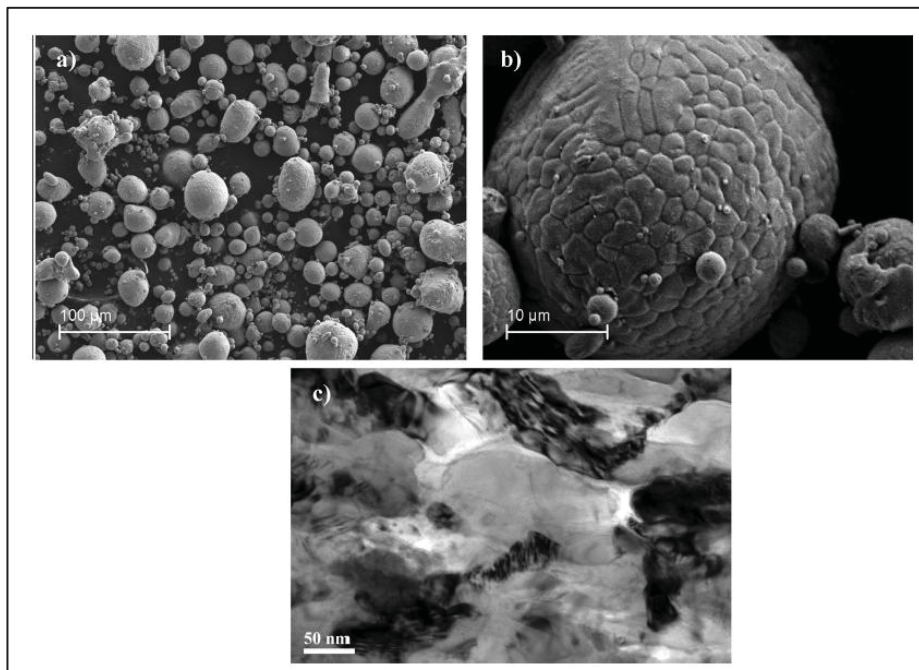


Figure 1.6 Morphologie et microstructure des poudres d'Al6061 utilisées en Cold Spray : (a) morphologie générale (SEM), (b) structure de surface des particules (SEM), (c) sous-grains et dislocations internes (TEM)
Tirée de Rokni et al. (2014, p. 483)

La taille et la morphologie des poudres influencent directement leur accélération dans le jet : des particules sphériques atteignent plus facilement des vitesses élevées, tandis que des formes irrégulières subissent davantage de traînée ce qui peut provoquer des écarts de vitesse allant jusqu'à $\pm 50\%$ (Champagne et al., 2021). Ces différences conditionnent la manière dont les particules interagissent avec le substrat et participent à la formation du dépôt. Ainsi, une fois projetées et consolidées, elles donnent naissance à une microstructure caractéristique, propre aux dépôts d'alliages d'aluminium comme l'Al6061, qui sera abordée dans la section suivante.

1.2.3.2 Microstructure typique des dépôts Al6061 en CS

Les dépôts obtenus par projection dynamique à froid présentent une microstructure très hétérogène. Selon les conditions locales de déformation et de température, différentes zones peuvent coexister : grains recristallisés, zones très déformées ou encore bandes de cisaillement. Liu et al. (2020) ont montré à partir d'une étude sur des dépôts de cuivre que cette variabilité

pouvait être prédite en utilisant le paramètre de Zener-Hollomon (Z) combiné au niveau de déformation plastique. À haute température la recristallisation dynamique continue est dominante, tandis qu'à plus basse température apparaissent plutôt des macles, des bandes de cisaillement et même des nanograins. Bien que ces résultats concernent le cuivre, ils mettent en évidence un phénomène générique du procédé Cold Spray : la microstructure dépend fortement des conditions locales générées lors de l'impact des particules (Liu et al., 2020).

Dans les alliages d'aluminium, cette hétérogénéité se traduit par d'autres particularités : la présence de porosité et d'oxydes résiduels accentue la variabilité interne et complique la cohésion entre particules. Des études sur l'Al7075 confirment ces tendances : Wang et al. (2023) rapportent des dépôts présentant environ 2–3 % de porosité et une microstructure dominée par des grains fragmentés et déformés. Ces résultats montrent que les signatures microstructurales observées dans le cuivre se retrouvent également dans les alliages d'aluminium comme l'Al6061 (K. Wang et al., 2023). La Figure 1.7 illustre bien cette hétérogénéité : selon les conditions de dépôt, les microstructures observées passent de dépôts fissurés et poreux à des dépôts denses contenant des précipités fins et seulement de petites porosités résiduelle.

Ces différences traduisent le caractère local du procédé, où chaque particule subit des conditions de déformation et de température spécifiques lors de l'impact. Au-delà de la microstructure interne, la qualité des dépôts dépend aussi de nombreux paramètres de procédé, qui contrôlent directement l'adhésion des particules au substrat. Ces éléments conduisent naturellement à s'intéresser aux procédés thermiques appliqués aux alliages d'aluminium de la série 6xxx, qui jouent un rôle central dans le contrôle de leur microstructure et de leurs propriétés.

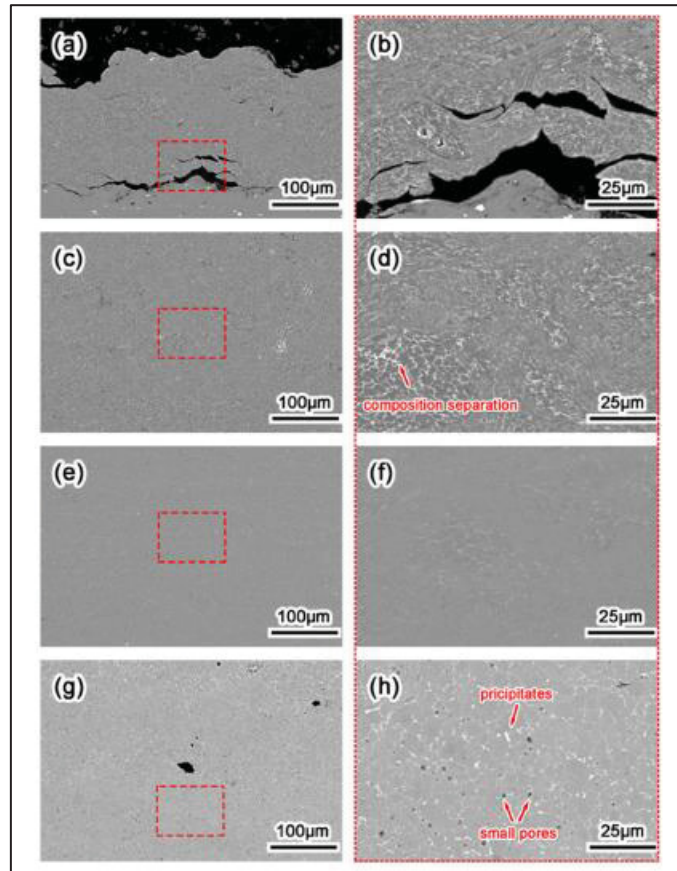


Figure 1.7 Exemple de microstructures typiques observées dans des dépôts Cold Spray
Tirée de Wang et al. (2023, p. 5)

1.3 Procédés de traitements thermiques des alliages d'aluminium

1.3.1 Principes généraux des traitements thermiques

Les alliages d'aluminium peuvent voir leurs propriétés nettement améliorées grâce à des traitements thermiques adaptés. L'objectif est d'obtenir un compromis entre résistance mécanique, ductilité, résistance à la corrosion et stabilité dimensionnelle. Pour cela plusieurs types de traitements sont utilisés : les recuits, qui servent à homogénéiser la composition ou à restaurer une microstructure stable ; la trempe, qui consiste à chauffer puis refroidir rapidement l'alliage afin de piéger les éléments en solution ; et enfin les vieillissements, qui permettent la formation contrôlée de précipités renforçant le matériau, soit à température ambiante (vieillissement naturel), soit à température plus élevée (vieillissement artificiel). Selon la

combinaison choisie on définit différents états dits normalisés (T4, T5, T6, T7), chacun correspondant à un cycle particulier. Dans le cas des alliages de la série 6xxx, la mise en solution se fait généralement entre 500 et 540 °C, suivie d'une trempe rapide puis d'un vieillissement adapté (Stucky, 2011).

La cinétique des transformations thermiquement activées telles que la diffusion atomique, la précipitation ou la recristallisation, est couramment décrite par la loi d'Arrhenius :

$$k = k_0 e^{\left(-\frac{E_a}{RT}\right)} \quad (1.6)$$

où k_0 est un facteur pré-exponentiel, E_a l'énergie d'activation, R la constante des gaz parfaits et T la température absolue. Sous forme logarithmique cette équation permet, en traçant $\ln(k)$ en fonction de $1/T$, de déterminer E_a expérimentalement à partir de la pente. Dans les alliages d'aluminium les phénomènes de diffusion et de précipitation nécessitent une certaine énergie pour se produire, appelée donc énergie d'activation. Pour les Al-6xxx elle se situe généralement entre 20 et 200 kJ·mol⁻¹.

Toutefois, les valeurs d'énergie d'activation obtenues expérimentalement ne traduisent pas toujours un mécanisme unique et bien défini. Il faut donc distinguer deux cas. L'énergie d'activation dite **apparente** E_{aapp} qui est calculée directement à partir des données expérimentales. Ainsi que l'énergie d'activation **réelle** E_{a0} qui est associée à un mécanisme physique fondamental.

L'énergie apparente est généralement déterminée à partir de relations de type Arrhenius (1.6) ou Zener–Hollomon. Elle prend en compte les phénomènes de diffusion, mais aussi l'influence de la microstructure comme la présence de précipités, de particules intermétalliques ou d'une forte densité de dislocations. Dans les alliages Al-6xxx, elle peut ainsi atteindre des valeurs élevées de l'ordre de 200 à 275 kJ·mol⁻¹ en particulier dans des états renforcés ou fortement écrouis (Y. Li & Langdon, 1997). Elle dépend aussi fortement de l'état initial du matériau. Par

exemple, pour l'alliage 6082, l'énergie apparente est de l'ordre de $200 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ à l'état brut de coulée mais chute à environ $116 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ après homogénéisation (Schindler et al., 2019).

À l'inverse, l'énergie d'activation réelle correspond à l'énergie nécessaire à des mécanismes élémentaires comme la diffusion du magnésium ou du silicium dans la matrice $\alpha\text{-Al}$, ou la montée des dislocations. Ces valeurs d'énergie d'activation réelle peuvent toutefois couvrir une plage relativement large car elles correspondent à des mécanismes distincts intervenant à différents stades de l'évolution microstructurale. Aux tout premiers stades de la restauration, les phénomènes sont principalement contrôlés par la migration des lacunes et la formation d'amas lacunes-solutés associés à des énergies d'activation plus faibles de l'ordre de 60 à $65 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ (S. P. Chen, Mussert, & Van Der Zwaag, 1998). Lorsque la restauration progresse, les mécanismes sont dominés par la montée des dislocations qui est contrôlée par diffusion avec des énergies d'activation proches de 130 – $150 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, comparables à l'autodiffusion de l'aluminium ($\approx 143 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$) ou encore la diffusion du magnésium dans l'aluminium ($\approx 130 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$). Dans des états plus homogénéisés ou faiblement écrouis, des valeurs intermédiaires, de l'ordre de 100 à $120 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, sont couramment rapportées. Elles correspondent à des situations où la restauration devient progressivement plus facile à activer et contrôlée par des mécanismes diffusifs. Les valeurs d'énergie d'activation rapportées dans la littérature reflètent principalement l'état microstructural du matériau et le mécanisme dominant à la température considérée (Spigarelli, Evangelista, Cerri, & Langdon, 2001).

Ainsi, la différence entre les deux types d'énergie d'activation est directement liée à l'influence de la microstructure. À basse température, les précipités et les défauts microstructuraux limitent fortement le déplacement des dislocations. Lorsque la température augmente, ces obstacles deviennent moins contraignants, ce qui facilite les mécanismes de restauration ou de déformation. Si cette évolution microstructurale n'est pas prise en compte, son effet est confondu avec celui de la diffusion, ce qui conduit à une énergie d'activation apparente plus élevée que la valeur réelle (Y. Li & Langdon, 1997).

Ces valeurs aident à comprendre pourquoi la température et la durée d'un cycle thermique influencent directement la vitesse de précipitation ou de recristallisation. Pour guider ces choix en pratique, les ingénieurs s'appuient aussi sur des courbes de transformation (TTT ou CCT), qui indiquent à quelles vitesses et à quelles températures apparaissent les différentes phases (Stucky, 2011). Au-delà des classifications normalisées, Develay (1986) insiste sur l'importance de prendre en compte les conditions réelles de mise en œuvre telles que la vitesse de montée en température ou l'homogénéité du refroidissement. Ces paramètres influencent directement la distribution des contraintes internes et la stabilité microstructurale. Si les traitements thermiques sont mal contrôlés, ils peuvent provoquer la formation de précipités en bord de grains rendant l'alliage plus sensible à la corrosion intergranulaire, ou encore générer des défauts de trempe qui se traduisent par des variations locales de propriétés mécaniques (Develay, 1986).

La compréhension des traitements thermiques appliqués aux alliages Al-Mg-Si repose donc sur leur comportement dans le système Al-Mg₂Si. Les alliages de la série 6xxx, dont l'Al6061 situé autour de 1,7 % massique Mg₂Si, se trouvent dans le domaine hypoeutectique. Lors de la solidification, la matrice α -Al précipite en premier, suivie de la formation de la phase Mg₂Si aux interfaces comme observé sur la Figure 1.8. Après une mise en solution à 540–580 °C, il est possible de dissoudre la majorité des phases secondaires riches en Mg₂Si et de piéger les éléments en solution solide. La trempe rapide qui suit permet de conserver cet état sursaturé, point de départ de la séquence de durcissement définie par l'équation (1.8). Cette représentation montre le lien entre la composition chimique de l'Al6061 et les conditions optimales de traitement thermique permettant d'exploiter son potentiel mécanique (Assaad, 2016 ; Sarkar, Bhattacharya, Mandal, Nitesh Kumar Mishra, & Nitish Kumar Singh, 2015).

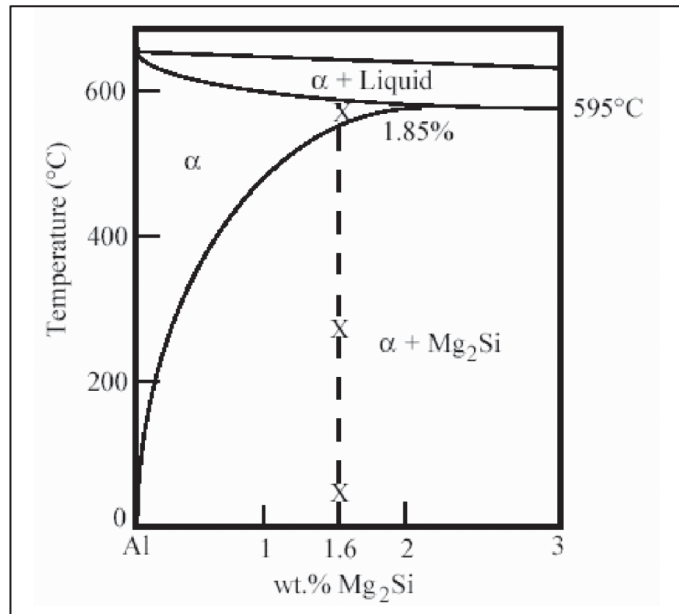


Figure 1.8 Diagramme de phases pseudo-binaire du système Al–Mg₂Si centré sur la composition de l’alliage 6061 (≈1,6 wt.% Mg₂Si)
Tirée de Sarkar et al. (2015, p. 5)

Si ces notions générales permettent de comprendre les mécanismes en jeu, l’enjeu principal réside dans l’analyse des effets réels des cycles thermiques sur les alliages 6xxx, en termes de précipitation, recristallisation et évolution microstructurale.

1.3.2 Effets des cycles thermiques sur les alliages Al-6xxx

Dans les alliages Al-Mg-Si, les cycles thermiques influencent directement la microstructure et donc les propriétés mécaniques finales. Après une mise en solution et une trempe, la microstructure devient très sensible aux conditions de vieillissement, dont la température et la durée déterminent l’équilibre entre durcissement et adoucissement. Un traitement de type T6 conduit généralement à un renforcement marqué grâce à la précipitation de phases métastables, tandis qu’un recuit prolongé ou un état T7 favorise au contraire le sur-vieillissement, la recristallisation et parfois la croissance des grains, ce qui entraîne une diminution de la dureté et une perte de résistance mécanique (Stucky, 2011).

Les études calorimétriques confirment que la phase β'' reste le principal agent de durcissement. Elles montrent également que l'histoire thermique de l'alliage influence fortement la séquence de précipitation. Dans un alliage trempé, toutes les étapes classiques apparaissent suivant l'équation (1.8). En revanche, après un vieillissement naturel, la précipitation démarre directement par la phase β'' car les zones GP se dissolvent dès le chauffage. Ce vieillissement naturel a aussi pour effet d'augmenter l'énergie d'activation nécessaire à la formation de β'' et β , retardant leur apparition et favorisant la formation de β' (Hamdi et al., 2017). Des travaux plus récents montrent que ce phénomène s'accroît avec le temps : après 8 à 24 mois de stockage, l'énergie d'activation continue de croître et la dureté maximale atteinte au revenu artificiel diminue traduisant une perte progressive du potentiel de durcissement (Hamdi & Boumerzoug, 2023).

Ces évolutions ne concernent pas seulement les précipités, mais aussi l'organisation des grains. Hirsch (2016) rappelle que les traitements thermiques appliqués aux alliages d'aluminium incluent des recuits visant à corriger les effets de l'écrouissage et à restaurer la ductilité. Ces traitements se déroulent en trois étapes : d'abord la restauration, où les dislocations se réorganisent et réduisent l'énergie interne accumulée ; ensuite la recristallisation, avec la nucléation et le développement de nouveaux grains ; enfin la croissance des grains qui se produit lors de maintiens prolongés à plus haute température (Hirsch, 2016). Dans les alliages industriels d'aluminium la recristallisation commence en général autour de 250 °C et sa cinétique dépend de la composition de l'alliage et de la présence de dispersoïdes (par ex. Mg, Mn), qui freinent la mobilité des joints de grains. Un chauffage rapide favorise par ailleurs la formation de grains plus fins et limite la croissance anormale.

Develay (1986) souligne que les cycles thermiques prolongés qui entraînent des phénomènes de recristallisation et de croissance des grains, ont une ampleur dépendant à la fois de la température et de la durée d'exposition. Ces transformations modifient la densité de dislocations et la texture cristallographique (textures cube et R), ce qui influence à la fois la cinétique de précipitation et l'anisotropie des propriétés (Develay, 1986).

L'évaluation quantitative de la recristallisation repose souvent sur l'analyse des frontières de grains. Jazaeri et Humphreys (2004) ont montré que l'augmentation de la proportion de frontières de grains à haute désorientation ($HAGB$, $>15^\circ$) constitue un indicateur fiable de l'avancement de la recristallisation. Leur approche permet d'estimer la fraction recristallisée grâce à la relation :

$$Rex\% = \frac{HAGB_T - HAGB_S}{HAGB_F - HAGB_S} \times 100 \quad (1.7)$$

Tirée de Jazaerie et Humphreys (2004, p. 244)

où $HAGB_S$ correspond à la fraction initiale avant recuit, $HAGB_F$ à la fraction après recristallisation complète, et $HAGB_T$ à la fraction mesurée à une température donnée. Kamali et al. (2019) confirment cette tendance en montrant sur un alliage Fe–Co–V que la recristallisation suit une cinétique en S : lente au départ (nucléation), rapide lors de la croissance des grains recristallisés, puis stabilisée lorsque la transformation est complète (Jazaeri & Humphreys, 2004). La Figure 1.9 illustre cette évolution, où l'augmentation de la température de recuit accélère fortement la recristallisation avec un décalage des courbes vers des temps plus courts. Bien que menée sur un autre système, cette étude met en évidence un principe transposable aux Al–Mg–Si où la vitesse et l'homogénéité de la recristallisation dépendent de la microstructure initiale et des conditions de cycle thermique (Kamali et al., 2019).

Un autre paramètre critique est la vitesse de refroidissement après mise en solution. Dans l'étude d'Assaad (2016), l'ajout d'éléments tels que le Cr ou le Mn, bien qu'ils contribuent au contrôle de la recristallisation via la formation de dispersoïdes, tend à augmenter la sensibilité à la trempe. Ces dispersoïdes deviennent en effet des sites privilégiés de précipitation prématurée de Mg_2Si lors du refroidissement, réduisant la quantité de solutés disponibles pour la précipitation durcissante. L'auteur souligne que les alliages pauvres en Cr, comme l'Al6063, conservent jusqu'à 90 % de leur résistance maximale même après une trempe à l'air ($\sim 0,8$ °C/s). Tandis que des compositions enrichies en Cr et Mg nécessitent des vitesses beaucoup plus élevées ($\geq 25\text{--}30$ °C/s) pour maintenir des performances équivalentes. Ces résultats

illustrent la compétition entre cinétique de précipitation et vitesse de refroidissement, qui conditionne directement l'efficacité du vieillissement artificiel (T6) (Assaad, 2016).

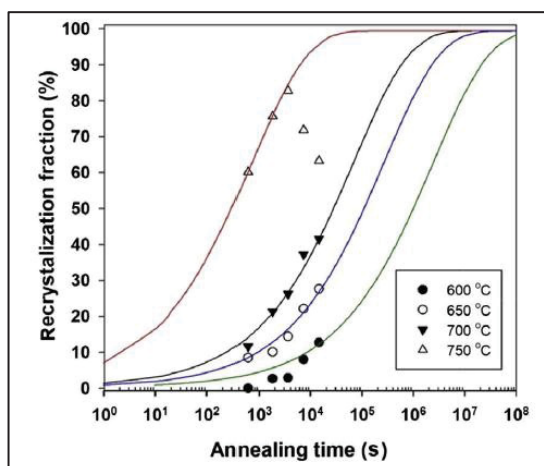


Figure 1.9 Évolution de la recrystallisation au cours du recuit : effet de la température sur la cinétique de transformation
Tirée de Kamali et al. (2019, p. 5)

Enfin, la calorimétrie différentielle à balayage (DSC) fournit une méthode rapide pour caractériser les transformations thermiques. Plus particulièrement, les courbes DSC mettent en évidence la séquence de précipitation : dissolution partielle des zones GP et phases métastables entre 250 et 300 °C, précipitation de la phase β'' (durcissante) entre 300 et 350 °C, puis transformation vers la phase β stable au-delà de 400 °C correspondant au sur-vieillissement (Z. Chen, 2019). L'intensité et la position de ces pics varient selon la vitesse de chauffage, ce qui illustre le rôle de la cinétique thermiquement activée (loi d'Arrhenius). Ces résultats confirment l'importance des conditions de cycle thermique dans la maîtrise du durcissement et soulignent l'intérêt de la DSC pour optimiser les traitements des alliages Al-6xxx. Ces résultats mettent en évidence la complexité des transformations thermiques ; d'autres aspects plus spécifiques aux conditions industrielles et microstructurales existent et sont à prendre en compte.

1.3.3 Autres phénomènes thermiques pour les Al-6xxx

Ainsi, au-delà des mécanismes classiques de précipitation, de restauration et de recristallisation, plusieurs facteurs liés aux conditions industrielles influencent l'efficacité des traitements thermiques. Les hétérogénéités de température ou les vitesses de refroidissement non uniformes peuvent générer des microstructures inhomogènes, avec des zones différemment durcies au sein d'une même pièce. Ces disparités favorisent notamment l'apparition de précipités en bord de grains, susceptibles de provoquer de la corrosion intergranulaire ainsi que le sur-vieillissement de certaines régions, entraînant une perte progressive de résistance mécanique. La géométrie des pièces joue également un rôle majeur : les fortes épaisseurs ou la présence de gradients thermiques limitent l'efficacité de la trempe et peuvent induire d'importantes contraintes résiduelles. Dans certains cas, celles-ci nécessitent des traitements de détente afin de rétablir une homogénéité des propriétés (Develay, 1986 ; Stucky, 2011).

L'influence de la microstructure initiale est un autre paramètre déterminant. En effet, le mode de recristallisation dépend fortement de la taille de grain et du niveau de déformation préalable. Dans les matériaux faiblement écrouis ou à grains initiaux grossiers, la recristallisation est discontinue avec nucléation et croissance de nouveaux grains (hausse marquée des HAGB). En revanche, dans les matériaux fortement écrouis ou à grains fins l'évolution se fait progressivement par réorganisation des sous-grains, correspondant à une recristallisation continue (Jazaeri & Humphreys, 2004). Ce résultat souligne que l'efficacité d'un cycle thermique ne dépend pas seulement des conditions appliquées, mais aussi de l'histoire antérieure du matériau.

Comme expliqué dans la partie précédente, les précipités peuvent être cohérents, semi-cohérents ou incohérents selon leur interaction avec la matrice. Lors du vieillissement prolongé ils grossissent et perdent progressivement cette cohérence, ce qui entraîne une augmentation de l'énergie interfaciale. Ceux-ci deviennent alors moins efficaces pour renforcer l'alliage, ce qui explique la perte de dureté observée lors du sur-vieillissement (état T7). Cette évolution

illustre le lien étroit entre diffusion atomique, conditions thermiques et propriétés mécaniques : à mesure que les précipités grossissent, la densité d'interfaces actives diminue, traduisant la transition d'un durcissement optimal (T6) vers un affaiblissement progressif des performances mécaniques. D'autres phénomènes complémentaires sont mis en avant par Hirsch (2016), notamment la formation de textures cristallographiques (cube, R) lors de la recristallisation, qui modifient l'anisotropie mécanique et peuvent influencer le comportement en formage. L'auteur met aussi en évidence le risque de croissance anormale des grains lors de recuits prolongés ou à trop haute température ($>400\text{ }^{\circ}\text{C}$), qui diminue la ténacité et compromet la stabilité microstructurale (Hirsch, 2016). Ces observations rappellent que l'efficacité des traitements thermiques varie en fonction de la cinétique de précipitation, mais aussi de la maîtrise de la texture et de la taille des grains.

Enfin au-delà de ces mécanismes statiques observés lors des recuits, il existe des mécanismes de recristallisation dynamique (DRX) qui se produisent directement pendant la déformation à chaud. Huang et Logé (2016) distinguent trois modes principaux : la DRX discontinue (nucléation localisée aux joints de grains en forme de "collier"), la DRX continue (transformation progressive des sous-grains en grains équiaxes stables), et la DRX géométrique (apparition lorsque l'amincissement atteint une taille critique, $\sim 1-2$ sous-grains). Ces processus, bien que caractéristiques du formage à chaud (extrusion, laminage, forgeage), montrent que la recristallisation peut également résulter d'une interaction directe entre déformation mécanique et température. Ces mécanismes sont schématisés à la Figure 1.10 ci-dessous. Bien que ces processus concernent principalement les procédés de mise en forme à chaud (forgeage, extrusion, laminage), ils soulignent que la recristallisation n'est pas uniquement un phénomène induit par un cycle thermique externe, mais qu'elle peut aussi résulter de l'interaction entre déformation mécanique et température. Cette distinction entre recristallisation statique et dynamique est essentielle pour comprendre l'évolution microstructurale des alliages d'aluminium dans des conditions industrielles complexes (Huang & Logé, 2016).

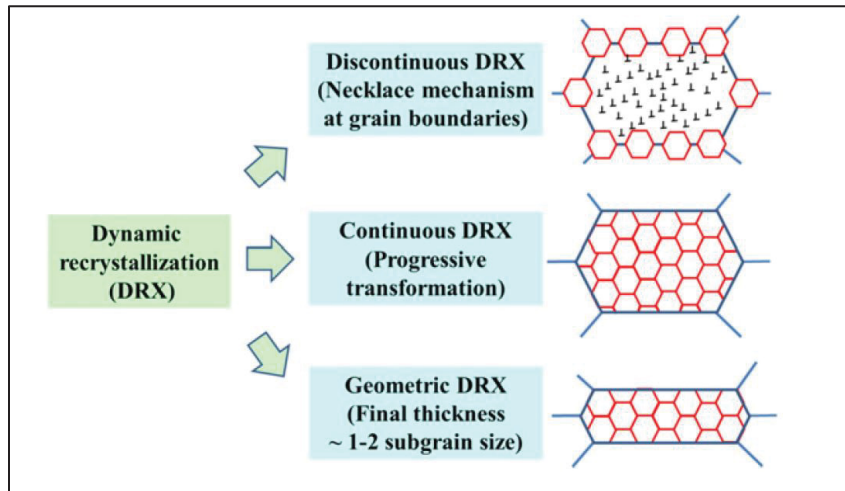


Figure 1.10 Schématisation des trois principaux mécanismes de recristallisation dynamique : discontinue (DDRX), continue (CDRX) et géométrique (GDRX)
Tirée de Huang & Logé (2016, p. 548)

Enfin, des travaux plus récents confirment et précisent ces mécanismes dans les alliages de la série 6xxx. Zhang et al. (2025) ont étudié le comportement de l'Al6061 en compression à chaud et montrent que la recristallisation dynamique continue (CDRX) intervient dès les premiers stades de déformation, avant de saturer lorsque la densité de dislocations et de joints de faible désorientation diminue. La recristallisation géométrique (GDRX) apparaît quant à elle à des niveaux de déformation plus élevés, générant des grains fins et équiaxes qui deviennent prédominants à forte déformation. Ces observations montrent que le mécanisme de recristallisation activé influence directement l'évolution microstructurale de l'alliage et la morphologie finale des grains. (Zhang et al., 2025).

Après avoir exploré les effets des traitements thermiques appliqués seuls, il est maintenant intéressant de voir comment ces phénomènes interviennent lorsqu'ils sont associés à la projection à froid assistée par laser.

1.4 Traitements thermiques couplés au Cold Spray

Après avoir vu les mécanismes des traitements thermiques lorsqu'ils sont appliqués seuls, il est naturel de se demander ce qui se passe quand on les combine avec la projection à froid. Le

dépôt issu du CS n'a pas la même histoire que le matériau de base : il est fortement déformé, comprend des dislocations et est marqué par des contraintes résiduelles. Sa réaction à un traitement thermique est donc particulière, et c'est justement ce qui en fait l'intérêt. Dans cette partie on s'intéresse à la façon dont ces traitements modifient la microstructure, comment ils influencent les propriétés mécaniques (comme la dureté, la fatigue ou la corrosion) et comment trouver le bon équilibre entre résistance et ductilité. On terminera enfin avec les pistes les plus récentes comme l'utilisation du laser non plus seulement pour texturer la surface, mais aussi pour jouer le rôle de traitement thermique localisé.

1.4.1 Effets des traitements thermiques sur la microstructure du dépôt

Les dépôts obtenus par projection à froid présentent une microstructure très particulière : forte densité de dislocations, interfaces incomplètement soudées et grains fortement déformés par l'impact supersonique. La Figure 1.11 illustre, par cartographies EBSD, l'évolution de cette microstructure après différents traitements post-déposition (Wenya Li et al., 2021). L'état as-sprayed (a, e) montre un réseau de grains hétérogènes et de nombreuses sous-structures. Après traitement thermique conventionnel (b, f) les joints deviennent plus nets ce qui peut traduire une recristallisation aux interfaces, avec une croissance des grains déjà perceptible. Le traitement par impulsions électriques (c, g) entraîne une transformation plus sélective : les dislocations sont activées et certaines interfaces se réorganisent en macles, tout en conservant une partie des hétérogénéités initiales. Enfin le friction stir processing (d, h) modifie beaucoup plus profondément le dépôt : l'agitation mécanique provoque une recristallisation dynamique complète et la formation de grains fins et équiaxes, effaçant presque totalement la structure héritée de la projection.

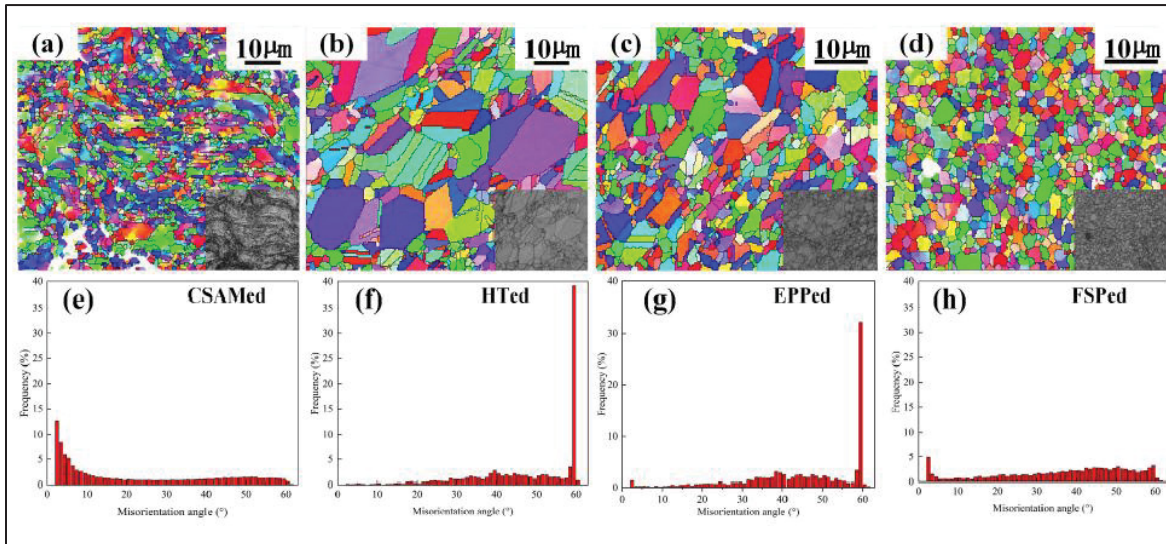


Figure 1.11 Cartes EBSD et distributions d'angles de désorientation de dépôts de cuivre Cold Spray : (a, e) état as-sprayed, (b, f) après traitement thermique, (c, g) après impulsions électriques et (d, h) après friction stir processing
Tirée de Li et al. (2021, p. 4)

Après ces résultats sur le cuivre, il est intéressant de voir comment d'autres procédés de fabrication influencent la microstructure des alliages d'aluminium. Dans le cas d'un alliage Al-Mg₂Si fabriqué par fusion laser sur lit de poudre, Yang et al. (2023) ont montré que la solidification extrêmement rapide conduit à une structure très fine : de petits grains d'aluminium sont entourés d'eutectiques Mg₂Si organisés de manière beaucoup plus régulière qu'en métallurgie classique. Ce type de structure issu des procédés laser est donc très compact et homogène ce qui contraste avec les dépôts Cold Spray, où la limite principale reste le manque de cohésion entre particules (Yang et al., 2023).

Ce manque de cohésion s'accompagne généralement d'une porosité localisée aux interfaces interparticulaires. En effet, le dépôt s'effectue entièrement à l'état solide : les particules se déforment fortement à l'impact sans fondre, ce qui peut laisser subsister des zones de contact imparfaites. Cette porosité interfaciale se distingue donc de celle observée dans les procédés laser, où la fusion et la solidification conduisent à des structures plus continues. L'effet des traitements thermiques post-déposition est le suivant. Sous l'effet de la diffusion atomique et de la tension superficielle, les pores tendent à adopter une forme plus proche de la sphère

thermodynamiquement plus stable. Cette évolution s'accompagne généralement d'une diminution de leur taille et d'un renforcement des interfaces entre particules ce qui amène à une densification globale du dépôt (Zhou et al., 2019). Toutefois, la relaxation des contraintes résiduelles de compression introduites lors de la projection peut également provoquer l'ouverture de certaines interfaces faiblement liées, générant localement de nouveaux vides visibles en observation en coupe. Au-delà de la fraction volumique totale de porosité, l'organisation spatiale des pores constitue un paramètre déterminant. La connectivité des pores, c'est-à-dire leur capacité à former des chemins continus à travers le dépôt, est fortement influencée par le traitement thermique (Ren et al., 2017). La réduction de cette interconnectivité contribue généralement à améliorer l'étanchéité des dépôts projetés à froid, même lorsque la porosité totale n'est pas complètement éliminée.

L'évolution de la porosité lors des traitements thermiques dépend néanmoins du matériau considéré. Dans le cas du titane et de ses alliages les modifications microstructurales restent limitées à basse température, tandis que la recristallisation devient significative à des températures plus élevées. Lorsque le dépôt initial est fortement poreux et soumis à des températures très élevées, des pores voisins peuvent se regrouper et former des pores plus gros, ce qui conduit à une augmentation locale de leur taille (Zhou et al., 2019). Pour les aciers inoxydables la porosité initiale est généralement très faible et les pores ne sont pas connectés entre eux. Cependant, il peut exister un léger gradient de porosité : la zone proche du substrat où le métal est en contact avec des couches d'oxydes peut être un peu plus poreuse que le reste du dépôt. Enfin, pour d'autres métaux tels que le cuivre, l'argent, le zinc ou encore le niobium et le tantale, le traitement thermique contribue principalement à réduire les discontinuités inter-particulaires et à améliorer la cohésion globale du dépôt (Y. Wang, Adrien, & Normand, 2018). L'aluminium quant à lui, est un métal cubique à faces centrées (CFC) et très ductile, il se déforme facilement à l'impact ce qui permet de mieux compacter les particules et conduit à des dépôts initialement plus denses, c'est-à-dire moins poreux.

Ces variations de comportement selon le matériau illustrent que les effets du traitement thermique ne sont pas universels. Cette question devient encore plus complexe dans le cas de

dépôts bimétalliques, où l'interface entre deux métaux différents joue un rôle déterminant. Li et al. (2024) ont étudié des dépôts de cuivre projetés sur un substrat en aluminium. Juste après la projection on observe déjà une réorganisation partielle des grains due aux fortes déformations, mais c'est surtout après recuit que l'évolution devient marquée : le cuivre et l'aluminium diffusent l'un dans l'autre et forment progressivement des composés intermétalliques (CuAl_2 puis CuAl et Cu_9Al_4) (Weiwei Li et al., 2024). Ici le traitement thermique transforme donc une interface initialement "collée mécaniquement" en une véritable liaison métallurgique, bien plus stable et durable.

Dans le cas de composites renforcés, les observations sont encore différentes. Phua et al. (2023) montrent que l'ajout de nanoparticules (nB_4C ou BNNP) limite fortement la mobilité des joints de grains, ce qui empêche la recristallisation complète même après des recuits prolongés (Phua, Stapel, & Ansell, 2023). De même, Al-Hamdani et al. (2019) ont démontré que l'introduction de TiC surtout lorsqu'il est satellisé sur les particules de poudre d'Al6061, permet d'obtenir une dispersion homogène et de réduire la porosité initiale. Après recuit la diffusion de l'aluminium comble encore les cavités, renforçant la densification et la stabilité de l'interface Al-TiC (Al-Hamdani, Murray, Hussain, & Clare, 2019). Ces exemples montrent que l'ajout de phases secondaires peut profondément modifier la façon dont les dépôts réagissent aux traitements thermiques.

Enfin, Rokni et al. (2014) se sont intéressés à la stabilité des structures ultrafines produites par CS. En chauffant progressivement des dépôts d'Al6061 tout en les observant au microscope électronique, ils ont montré que la finesse des grains est préservée dans la direction perpendiculaire au jet, même à des températures proches du recuit (Rokni et al., 2014). La Figure 1.12 illustre cette évolution : la microstructure change peu jusqu'à 150 °C, puis les sous-grains commencent à se réorganiser vers 200 °C, avant qu'une recristallisation partielle et des précipitations apparaissent entre 300 et 400 °C. À 450 °C, les grains deviennent plus homogènes mais restent fins dans l'ensemble. En revanche dans la direction parallèle au dépôt, la croissance des grains est facilitée car les joints y sont moins stabilisés par les solutés. Ce

comportement met en évidence une anisotropie héritée du procédé, rappelant que la réponse à un traitement thermique dépend étroitement de l'état initial du matériau.

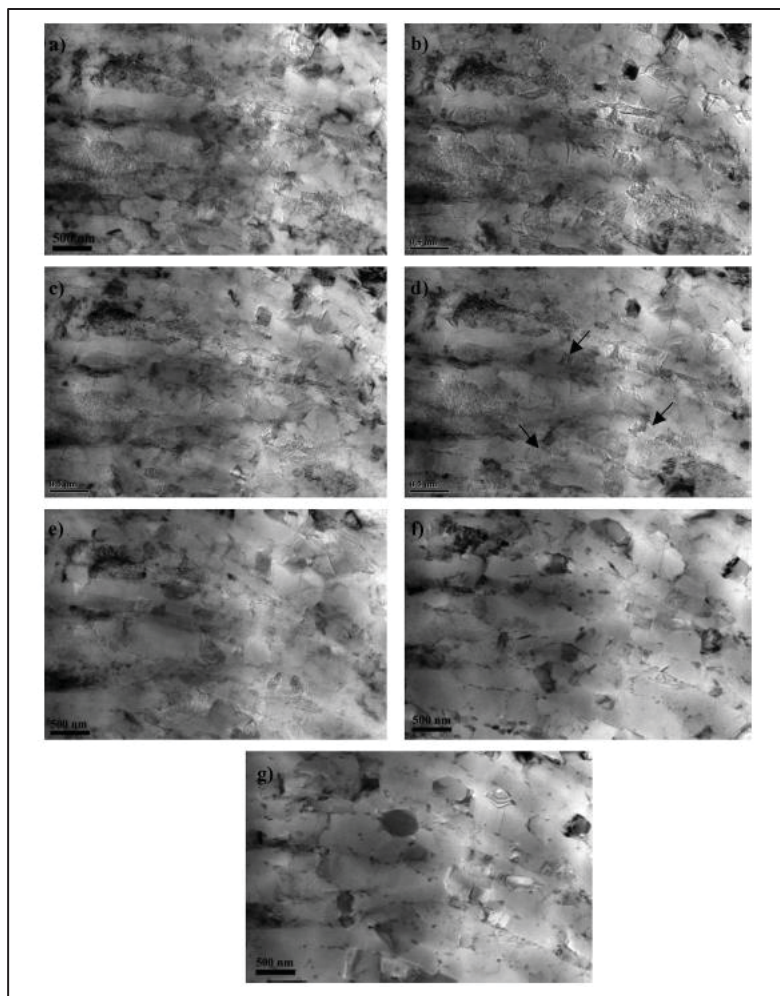


Figure 1.12 Évolution de la microstructure d'un dépôt CS d'Al6061 après traitements thermiques successifs : (a) état as-sprayed, (b) 100 °C, (c) 150 °C, (d) 200 °C, (e) 300 °C, (f) 400 °C et (g) 450 °C

Tirée de Rokni et al. (2014, p. 487)

Ces exemples montrent que les traitements thermiques transforment la microstructure des dépôts CS de multiples façons : recristallisation, diffusion interfaciale, précipitation ou encore stabilisation par renforts. Or ces évolutions internes ne restent pas sans conséquence : elles modifient directement la dureté, la résistance mécanique ou encore la ductilité des matériaux.

1.4.2 Évolution des propriétés mécaniques

Les transformations microstructurales décrites précédemment ne sont pas seulement visibles au microscope : elles se traduisent directement dans les propriétés mécaniques des dépôts. Dans l'état brut, les dépôts CS sont durs mais fragiles, avec une résistance mécanique limitée et une ductilité quasi nulle, conséquence du grand nombre de dislocations et de la cohésion imparfaite entre particules. Dans cet état, ces dépôts présentent une faible résistance et une ductilité quasi nulle due à la faible cohésion entre particules et de la forte densité de défauts internes. La densité de défauts se reflète également dans les mesures de dureté. Pour les alliages d'aluminium notamment l'Al6061, l'état brut présente une dureté typique de $99 \pm 10 \text{ HV}_{0.3}$ (Mangalarapu, Kumar, Ramakrishna, Gandham, & Suresh, 2022).

Cette dureté élevée n'est toutefois pas uniforme à l'échelle microscopique. Les interfaces entre particules souvent désignées comme *Prior Particle Boundaries* (PPBs), présentent une dureté significativement plus élevée que le cœur des particules avec un écart de l'ordre de 0,4 GPa (environ 1,77 GPa aux interfaces contre 1,43 GPa dans les cœurs). Cette hétérogénéité est directement liée aux conditions extrêmes de déformation subies lors de l'impact à haute vitesse. Lors de la projection, les zones de contact entre les particules subissent une déformation très intense et un échauffement local. Ce qui entraîne la formation de grains très fins aux interfaces, tandis que le cœur des particules reste moins déformé. Ces zones interfaciales sont donc plus dures ce qui explique que la dureté du dépôt soit variable d'un endroit à l'autre (Rokni, Widener, Ozdemir, & Crawford, 2017).

Les traitements thermiques modifient fortement le comportement mécanique des dépôts. Lors d'un recuit, le matériau peut se réorganiser : les contraintes internes diminuent, les particules se lient mieux entre elles et le matériau devient moins dur mais plus ductile. Pour l'alliage Al6061 deux types de traitements sont principalement utilisés : le traitement T6 et le vieillissement direct du dépôt. Le traitement T6 complet commence par une étape de mise en solution qui entraîne une baisse importante de la dureté jusqu'à environ 70 HV, car les défauts internes sont en grande partie éliminés. L'étape de vieillissement artificiel permet ensuite à la

dureté de remonter progressivement pour atteindre des valeurs comprises entre 101 et 107 $HV_{0.3}$ après environ 8 heures, grâce à la précipitation de phases durcissantes de type β'' dans la matrice (Mangalarapu et al., 2022).

L'approche alternative consiste donc à appliquer un vieillissement direct sur le dépôt tel que projeté sans passer par une mise en solution préalable. Cette stratégie permet d'atteindre une dureté maximale comparable de l'ordre de 107 $HV_{0.3}$ mais sur des temps beaucoup plus courts, typiquement 2 heures, contre les 8 heures environ du traitement T6 complet. Toutefois, les mécanismes mis en jeu diffèrent. Dans le cas du DA l'augmentation de la dureté est principalement liée à la réorganisation de la microstructure initiale, notamment à la recristallisation et à la relaxation de l'énergie stockée lors de la projection. Plusieurs études suggèrent que, lors du vieillissement direct, la précipitation des phases β'' peut être partiellement limitée par l'état microstructural hérité de la projection. Cela indique que la réponse au vieillissement des dépôts CS dépend non seulement de la composition de l'alliage, mais aussi de la microstructure fortement hors équilibre induite par le procédé (Mangalarapu et al., 2022).

Des comportements similaires sont observés dans les composites à matrice aluminium. L'ajout de particules de renfort dans des matrices Al6061 conduit généralement à une augmentation de la dureté et à une accélération de la cinétique de vieillissement. Ces effets sont attribués à la formation locale de dislocations autour des particules qui facilitent la formation des précipités durcissants (Sharma & Ramesh, 2000). Ces différents exemples montrent que, pour les dépôts projetés à froid et en particulier pour l'Al6061, la dureté ne peut pas être considérée comme un paramètre isolé. Elle résulte de plusieurs mécanismes tels que l'écrouissage, la recristallisation, la précipitation et les hétérogénéités microstructurales héritées de la projection. L'objectif des cycles thermiques est donc de trouver un compromis adapté entre dureté, résistance mécanique et ductilité, en fonction des performances recherchées. De plus la littérature fournit encore peu de données sur l'effet d'autres traitements thermiques appliqués à des alliages d'aluminium similaires, en particulier pour les dépôts élaborés par cold spray ce qui limite les comparaisons directes entre différentes stratégies de traitement.

1.4.3 Compromis dureté/ductilité

Nous venons ainsi de voir qu'au-delà des évolutions propres à chaque traitement, l'enjeu central reste de trouver un compromis entre dureté et ductilité. Un dépôt trop dur reste vulnérable aux fissures, tandis qu'un dépôt trop adouci perd sa résistance mécanique. Et donc comme mentionné précédemment, cet équilibre est particulièrement critique dans les dépôts élaborés par cold spray puisque le procédé génère initialement des matériaux fortement écrouis et fragiles.

Une **rupture ductile** se caractérise par une déformation plastique significative au cours du chargement. À l'échelle microscopique : de petites cavités se forment généralement autour des précipités, des inclusions ou d'autres particules présentes dans le matériau. Soit parce qu'elles se détachent de la matrice, soit parce qu'elles se cassent. Sous l'effet de la déformation, ces cavités grandissent puis finissent par se rejoindre ce qui entraîne la rupture du matériau. La surface de rupture présente alors des cupules (*dimples*), caractéristiques d'une rupture ductile, comme illustré en Figure 1.13.

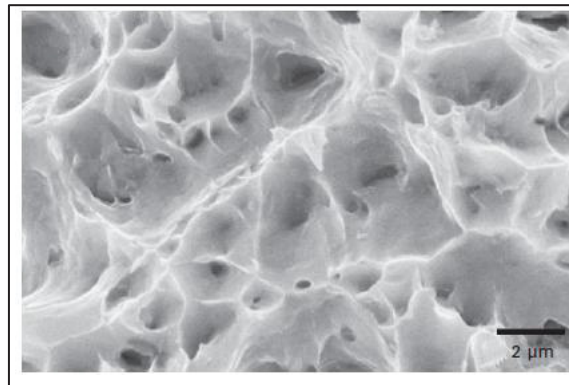


Figure 1.13 Surface de rupture avec cupules d'un métal ductile causée par une localisation de la déformation plastique
Tirée de P. Mouritz (2012, p. 434)

À l'inverse, une **rupture fragile** se produit avec peu ou pas de déformation plastique préalable. La propagation est rapide, instable et survient sans signe précurseur visible ni localisation de

la déformation. Le faciès est alors plus lisse et souvent associé à un clivage ou à une décohésion interparticulaire comme présenté sur la Figure 1.14 (P. Mouritz, 2012).

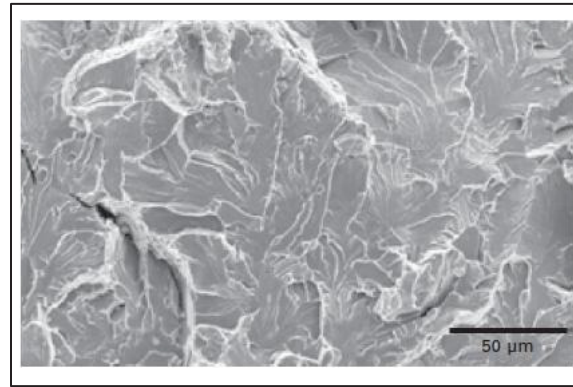


Figure 1.14 Surface de rupture métallique à l'aspect lisse, caractéristique d'une rupture fragile (clivage)

Tirée de P. Mouritz (2012, p. 437)

À l'état brut de projection les alliages d'aluminium tels que l'Al6061 peuvent présenter une résistance à la traction très élevée, avec des valeurs d'UTS (Ultimate Tensile Strength) de l'ordre de 430 à 460 MPa comme présenté sur la Figure 1.15. Cette résistance s'accompagne toutefois d'une ductilité très limitée inférieure à 3 % d'allongement. Ces résultats ont été obtenus à partir d'essais de micro traction réalisés sur des éprouvettes usinées dans le dépôt présentant une section utile de $6,0 \times 1,0 \text{ mm}^2$ et une épaisseur finale de 1,0 mm. Ce comportement est dû à l'affinement marqué des grains et de la densité élevée de dislocations induits par la déformation plastique sévère lors de l'impact. Cependant, les vides entre les particules et la faible cohésion aux interfaces rendent le matériau fragile et difficilement exploitable dans cet état (Rokni et al., 2017). Quelques zones locales de déformation plastique peuvent apparaître (cupules et crêtes de déchirement), mais elles restent minoritaires. La microstructure hétérogène (composée de particules fortement déformées entourées de zones ultrafines aux interfaces), favorise la concentration des contraintes et la localisation de la déformation. Sous fortes sollicitations, la fissuration suit préférentiellement les chemins de moindre résistance le long des interfaces et des phases fragiles (Boruah, Zhang, McNutt, Khan, & Begg, 2022).

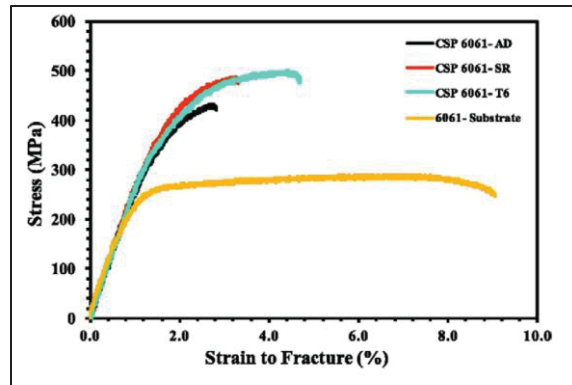


Figure 1.15 Réponse en traction de l'Al6061 substrat et des dépôts cold spray en conditions as-deposited (AD), stress-relieved (SR) et T6
Tirée de Rokni et al. (2017, p. 647)

Les traitements thermiques permettent d'ajuster cet équilibre entre résistance et capacité de déformation. Un traitement de relaxation des contraintes à basse température (176 °C pendant 1 h, SR) conduit à la résistance ultime la plus élevée (~490 MPa) tout en améliorant légèrement la ductilité. Un vieillissement plus prolongé menant à l'état T6 maintient une résistance élevée (~463 MPa), mais la ductilité reste limitée (< 4 %) et bien inférieure à celle de l'Al6061 massif. À l'inverse, des traitements plus poussés comme un traitement à 300°C peuvent conduire à des matériaux très ductiles mais ayant une résistance mécanique plus basse on pourrait dire qu'ils mécaniquement plus « mous » (Naronikar, Jamadagni, Simha, & Saikiran, 2018).

Cette évolution des propriétés mécaniques s'accompagne d'une transformation progressive du mode de rupture. Après traitement thermique, la cohésion métallurgique aux interfaces s'améliore et la proportion de traits ductiles augmente. Le faciès de rupture montre davantage de dimples, traduisant une capacité accrue d'absorption d'énergie. Toutefois, la rupture reste partiellement contrôlée par l'hétérogénéité initiale du dépôt, la présence de porosités et l'écrouissage résiduel. Les précipités durcissants peuvent également agir comme sites d'amorçage de fissures, notamment en fatigue sous fortes contraintes (Rokni et al., 2017).

Plus généralement, la fissuration des dépôts projetés à froid ne correspond pas à une rupture brutale mais à un processus progressif. Sous sollicitation mécanique, des fissures transversales apparaissent lorsque les contraintes locales dépassent la résistance du revêtement (en

particulier aux interfaces interparticulaires). La présence de porosités et l'hétérogénéité microstructurale du dépôt favorisent la concentration des contraintes et l'amorçage des fissures (Zaman, Hazrati, Rooij, & Den Boogaard, 2020). À mesure que la déformation augmente, la densité de fissures tend à se stabiliser, tandis que la déformation se poursuit par des mécanismes de cisaillement et de fissuration inclinée qui peuvent conduire à la délamination ou à l'écaillage du revêtement. Ce comportement explique la forte sensibilité des dépôts CS à la fissuration malgré leur résistance élevée, celle-ci restant étroitement contrôlée par la microstructure héritée de la projection et la qualité des interfaces (B. F. Chen, Hwang, Yu, & Huang, s.d.).

La stabilité de la fissuration à l'interface dépôt/substrat peut être interprétée à l'aide du modèle énergétique présenté en Figure 1.16. Ce modèle repose sur la comparaison entre le taux de restitution de l'énergie de déformation disponible à la pointe de fissure (noté G) et l'énergie d'adhésion de l'interface (notée W_c). Le paramètre G représente l'énergie mécaniquement disponible pour permettre la propagation de la fissure, tandis que W_c correspond à l'énergie nécessaire pour rompre la liaison entre le revêtement et le substrat. Deux scénarios sont alors possibles. Si $G < W_c$, l'énergie disponible est insuffisante pour provoquer la décohésion interfaciale : la fissure traverse l'interface et se propage dans le substrat ce qui traduit une adhésion stable. En revanche, si $G \geq W_c$, la fissure trouve un chemin énergétiquement plus favorable le long de l'interface, entraînant une délamination du revêtement. Cette approche explique pourquoi la qualité de l'adhésion interfaciale et les contraintes résiduelles jouent un rôle déterminant dans la fiabilité des dépôts projetés à froid, en particulier sous sollicitations mécaniques élevées ou en fatigue (Sample, Champagne, Nardi, & Lados, 2020).

Dans ce contexte, la dureté et la résistance mécanique ne peuvent pas être considérées indépendamment de la ductilité. L'enjeu n'est donc pas de maximiser un paramètre isolé, mais de définir un équilibre cohérent entre résistance et formabilité adapté aux conditions d'application. Atteindre cet équilibre nécessite une maîtrise fine des paramètres de traitement thermique incluant la température, la durée et l'état initial du dépôt afin d'améliorer les performances globales sans introduire de nouvelles sources de fragilisation.

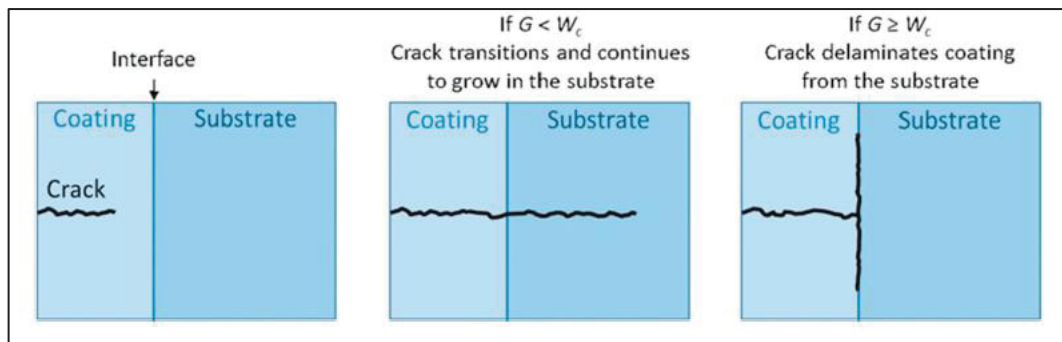


Figure 1.16 Schéma des relations entre le comportement des fissures à l'interface revêtement-substrat et la force d'adhérence
Tirée de Sample et al. (2020, p. 13)

1.4.4 Optimisation des paramètres de traitement thermique

L'évaluation des post-traitements appliqués aux dépôts de Cold Spray ne peut pas se limiter aux propriétés finales : elle doit aussi considérer leur efficacité pratique. Le traitement thermique conventionnel reste une méthode de référence, mais il exige plusieurs heures de maintien et une consommation énergétique importante ce qui le rend peu adapté aux grandes pièces (Wenya Li et al., 2021). Plusieurs stratégies d'optimisation sont proposées dans la littérature afin de dépasser l'opposition classique entre résistance et ductilité. Un premier levier consiste à ajuster la durée et la température du vieillissement artificiel. Par exemple, un traitement à 120 °C pendant 6 heures comme cité précédemment. Ce type de paramétrage intermédiaire améliore ainsi la ductilité par rapport à l'état T6 standard, sans entraîner une perte excessive de résistance.

La température de vieillissement apparaît comme le paramètre le plus influent sur la réponse mécanique. Une augmentation de la température entre 145 °C et 165 °C conduit généralement à une augmentation de la dureté et de la résistance. En revanche lorsque cette température devient trop élevée, un phénomène de sur-vieillessement peut apparaître entraînant une dégradation progressive des propriétés mécaniques (Naronikar et al., 2018).

Il convient toutefois de souligner que la littérature reste limitée concernant l'effet de traitements thermiques à des températures plus élevées typiquement 200°C ou plus, appliqués sur des durées plus courtes (30 minutes à 2 heures). Ce qui correspond à des états intermédiaires entre l'état brut et le T6. Les données disponibles sont encore peu nombreuses et ne permettent pas d'établir des tendances claires sur l'évolution de la dureté, de la résistance et de la ductilité dans ces conditions ainsi que sur les optimisations des paramètres de traitements concernant les effets des durées de traitements comparés aux changements de températures.

En résumé, l'optimisation des traitements thermiques pour l'Al6061 repose sur un choix raisonné des paramètres temps/température. Des températures modérées telles que 120 °C, appliquées sur des durées suffisantes permettent de préserver une bonne formabilité tout en maintenant un niveau de résistance adapté. Cette approche est particulièrement pertinente pour les dépôts élaborés par cold spray dont la microstructure initiale fortement déformée influence fortement la réponse au vieillissement. Toutefois, dans un contexte industriel, ces traitements nécessitent des temps de maintien longs ce qui constitue une contrainte en termes de productivité et de consommation énergétique. Ces limitations motivent l'exploration de solutions alternatives. Une approche aujourd'hui de plus en plus explorée, consiste à utiliser le laser non seulement pour le dépôt ou la texturation mais également comme source de chauffage localisée afin d'appliquer un traitement thermique. Cette stratégie d'assistance laser offre la possibilité d'ajuster localement les propriétés des dépôts et d'améliorer l'adhésion, tout en contournant certaines limites des traitements thermiques conventionnels notamment en termes de durée et de consommation énergétique.

1.4.5 Traitements thermiques assistés par laser

Au-delà des approches classiques, le laser peut être utilisé non seulement pour préparer la surface avant projection, mais aussi comme source de traitement thermique localisé. L'idée est de profiter du chauffage rapide et contrôlé du faisceau pour modifier sélectivement la microstructure d'un dépôt Cold Spray, sans devoir soumettre l'ensemble de la pièce à un cycle

long et énergivore. Cette stratégie permet de cibler des zones critiques ou d'ajuster localement les propriétés tout en limitant les contraintes liées à la taille des fours et aux temps de maintien. Comparé à un recuit conventionnel, le traitement thermique assisté par laser se distingue par sa rapidité : les vitesses de chauffage et de refroidissement limitent la croissance excessive des grains et peuvent maintenir des microstructures plus fines. Il offre aussi une grande précision spatiale puisque l'énergie est déposée uniquement là où elle est nécessaire. Ces avantages s'accompagnent toutefois de défis : un échauffement trop localisé peut créer des gradients thermiques importants et générer des contraintes résiduelles, tandis que l'homogénéité du traitement sur de larges surfaces reste difficile à garantir.

L'intérêt de cette approche est d'autant plus clair lorsque l'on considère les résultats obtenus par des procédés lasers comme le LPBF. L'alliage Al-Mg₂Si fabriqué par LPBF présente une microstructure ultrafine avec une forte fraction de précipités Mg₂Si nanométriques, très sensibles aux cycles thermiques (Yang et al., 2023). Cela suggère que des chauffages rapides et localisés pourraient transformer sélectivement ces phases fragiles et améliorer le compromis entre résistance et ductilité, là où un recuit global risquerait de fragiliser l'ensemble de la pièce. La même logique s'applique aux systèmes bimétalliques. Li et al. (2024) ont mis en avant le fait que dans des dépôts Cu/Al soumis à un recuit conventionnel, l'apparition de composés intermétalliques dès 300 °C est bénéfique pour l'adhésion, mais qu'à 500 °C leur croissance excessive fragilise l'interface. Ces résultats soulignent l'importance d'un contrôle précis du temps et de la température (Weiwei Li et al., 2024). Dans ce contexte, l'usage du laser apparaît comme une piste prometteuse : un chauffage court et ciblé permettrait de déclencher la diffusion nécessaire au renforcement de l'interface tout en évitant l'épaississement de phases fragiles.

Le même raisonnement vaut pour les dépôts renforcés par nanoparticules. En particulier, un recuit prolongé à 500 °C améliore la redistribution des renforts et réduit l'usure mais au prix d'un adoucissement de la matrice (Phua et al., 2023). L'avantage du laser serait alors de reproduire ces effets bénéfiques avec des cycles plus courts et plus ciblés, ce qui permettrait de limiter la perte de dureté et de préserver la microstructure fine. Dans ce cas le laser pourrait

devenir un outil d'optimisation supplémentaire, ajustant finement le compromis entre dureté, ductilité et résistance à l'usure. D'autres travaux confirment que l'assistance thermique par laser peut modifier profondément l'interaction énergie–matière. En effet, le préchauffage d'un substrat d'Al6061 avant texturation laser réduit le seuil d'ablation (de $0,505 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ à $0,414 \text{ J}\cdot\text{cm}^{-2}$ entre $25 \text{ }^{\circ}\text{C}$ et $200 \text{ }^{\circ}\text{C}$) et multiplie par quatre la profondeur des micro-grooves à $300 \text{ }^{\circ}\text{C}$. Cette amélioration est liée à une absorption accrue du rayonnement grâce à la formation d'oxydes et à une surface plus rugueuse (Yuan, Liang, & Lin, 2020). Le revers de la médaille est une oxydation plus marquée, qui doit être maîtrisée pour éviter une fragilisation. Ces résultats montrent toutefois que le couplage laser et chauffage préalable constitue un levier efficace pour renforcer le dépôt d'énergie et accélérer le traitement.

Enfin, une approche originale consiste à associer deux lasers : l'un dédié à l'ablation et l'autre au chauffage de surface, utilisés en synergie avant la projection. L'utilisation d'ablation laser élimine efficacement la couche d'oxyde et les polluants, tandis que le chauffage homogénéise la topographie et stabilise thermiquement le substrat (Danlos, Costil, Guo, Liao, & Coddet, 2010). La combinaison des deux conduit à une interface plus régulière et plus favorable au contact métal–métal que le sablage ou le dégraissage. Les essais d'adhésion ont confirmé l'efficacité de cette approche, l'adhérence obtenue étant la plus élevée et proche de la limite de l'essai (ASTM International, 2021). La Figure 1.17 illustre ce dispositif expérimental, où les deux faisceaux sont combinés à la buse de projection pour traiter la surface en continu avant impact. Ce schéma met en évidence l'intérêt du laser non seulement comme outil de nettoyage, mais aussi comme moyen de chauffage localisé pour optimiser l'adhésion dépôt–substrat.

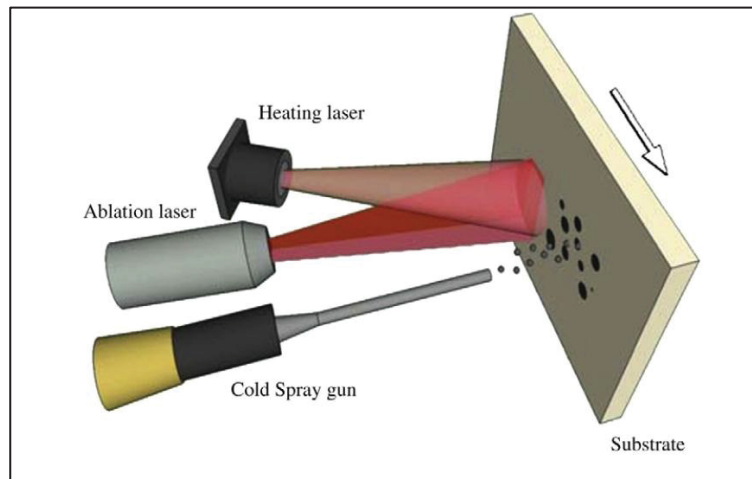


Figure 1.17 Schéma du procédé Cold Spray assisté par double laser
Tirée de Danlos et al. (2010, p. 1056)

La revue de littérature a mis en évidence plusieurs constats majeurs. D'une part, la projection à froid constitue une alternative prometteuse aux procédés thermiques classiques mais les dépôts obtenus restent limités par une cohésion interparticulaire imparfaite et une forte hétérogénéité microstructurale. D'autre part, les alliages d'aluminium comme l'Al6061, largement utilisés dans les transports, présentent une grande sensibilité aux cycles thermiques ce qui complique l'optimisation simultanée de leur résistance et de leur ductilité. Les traitements thermiques post-déposition qu'ils soient conventionnels (recuit, revenu) ou innovants (Electro-Pulsing Processing, Friction Stir Processing), apportent chacun des améliorations partielles mais aucun ne parvient à concilier de manière optimale performances mécaniques, stabilité microstructurale et faisabilité industrielle. Enfin, l'assistance laser, qu'elle soit utilisée pour la préparation de surface, pour un chauffage localisé ou en synergie avec le dépôt, ouvre de nouvelles perspectives en termes de sélectivité et de contrôle, mais son potentiel reste encore peu exploré et mal caractérisé.

1.5 Problématique

La projection à froid offre une alternative prometteuse aux procédés thermiques classiques mais les dépôts obtenus présentent une microstructure hétérogène marquée par une forte densité de dislocations et une faible cohésion interparticulaire. Ces caractéristiques entraînent

une fragilité intrinsèque qui **limite la tenue mécanique des revêtements** en conditions de service. Des traitements thermiques post-déposition ont été proposés pour corriger ces défauts, mais leur efficacité reste partielle et s'accompagne de contraintes énergétiques et temporelles importantes.

Plusieurs approches récentes ont cherché à pallier ces limites. Le traitement par impulsions électriques permet d'obtenir un chauffage ultrarapide et localisé, mais il ne supprime pas toujours l'ensemble des défauts d'interface. Le friction stir processing offre une amélioration notable de la microstructure et des propriétés mécaniques, mais sa mise en œuvre reste contraignante en raison des efforts mécaniques requis et des limitations géométriques. Ces méthodes montrent que des gains sont possibles, mais qu'aucune solution n'apporte à elle seule un compromis satisfaisant entre performance, coût et faisabilité industrielle.

La littérature se concentre principalement sur **les traitements T6**, correspondant à des états où la **microstructure initiale** du dépôt est largement **transformée (états recristallisés)**. En revanche, les effets de traitements à **températures intermédiaires** et sur des durées modérées restent peu connus. Cela correspond à des **états de restauration** où la microstructure est partiellement **conservée** et les défauts partiellement corrigés. La compréhension de ces états transitoires est essentielle avant d'envisager des procédés plus avancés, comme l'utilisation du laser pour un chauffage localisé.

Enfin, un défi majeur persiste : trouver un **compromis entre dureté et ductilité** pour obtenir des dépôts résistants et tenaces adaptés aux contraintes industrielles. Les conditions optimales permettant de concilier ces paramètres n'ont pas été clairement établies, et l'absence de données systématiques sur les effets microstructuraux et mécaniques limite aujourd'hui la compréhension et l'optimisation de ce procédé alors même que son potentiel industriel est considérable.

Il apparaît donc nécessaire d'appréhender les mécanismes de transformation des dépôts lors des traitements thermiques, tant sur le plan microstructural que mécanique.

L'objectif principal de ce projet de recherche est d'évaluer l'effet de différents traitements thermiques sur l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques de dépôts d'aluminium 6061 obtenus par projection à froid assistée par ablation laser.

Pour atteindre cet objectif, plusieurs objectifs secondaires ont été définis :

- caractériser l'évolution de la microstructure des dépôts après traitement thermique, notamment en termes de géométrie des grains, d'orientation cristallographique et d'état interne du matériau ;
- analyser l'effet des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques, en particulier la dureté et la ductilité ;
- établir des corrélations entre les évolutions microstructurales observées et les comportements mécaniques mesurés.

CHAPITRE 2

MATERIEL ET METHODOLOGIE

2.1 Objectif et approche générale

Ce chapitre rassemble l'ensemble des étapes qui ont permis de mener cette étude : le choix des matériaux, la préparation des échantillons, puis les différentes techniques utilisées pour analyser leur microstructure et leurs propriétés mécaniques. L'objectif est de présenter la démarche, les outils employés et les conditions expérimentales retenues. Il pose ainsi le cadre expérimental du projet et permet de situer précisément la suite des résultats.

Une première partie du travail concerne la microstructure, étudiée grâce à la diffraction des rayons X, à l'EBSD, à la microscopie optique et électronique, ainsi qu'à la tomographie X. Une seconde partie porte sur les propriétés mécaniques évaluées par des essais de micro-traction et des mesures de dureté. Enfin, des outils statistiques et numériques permettent d'interpréter l'ensemble des données, de comparer les conditions expérimentales et de quantifier les variations observées. Dans ce projet, chaque méthode apporte un éclairage différent sur l'évolution du revêtement, et c'est leur combinaison qui permet d'en avoir une vision complète. Les traitements thermiques modifient d'abord l'état interne du matériau ; les observations microstructurales montrent ce qui change réellement dans la structure ; et les essais mécaniques permettent de voir comment ces transformations influencent son comportement. Les analyses cinétiques et statistiques viennent ensuite mettre ces résultats en perspective et renforcer leur interprétation. On cherche à comprendre comment le matériau réagit lorsque ses conditions internes évoluent.

Les différentes étapes de la méthodologie ont été réalisées dans plusieurs environnements expérimentaux : le Conseil National de Recherches Canada (CNRC) pour la projection à froid et l'ablation laser ainsi que l'École de technologie supérieure (ÉTS) pour les analyses EBSD, XRD, les essais mécaniques, la dureté et la tomographie. Pour situer correctement la suite du travail, il est d'abord nécessaire de présenter les matériaux utilisés ainsi que la manière dont

les échantillons ont été préparés, puisque ces éléments constituent la base de toute la démarche expérimentale.

2.2 Matériaux et préparation des échantillons

2.2.1 Composition et propriétés générales du substrat

Les substrats utilisés dans ce projet sont en alliage d'aluminium Al6061, un alliage de la série 6xxx usuellement employé pour sa bonne combinaison de résistance mécanique, de soudabilité et de résistance à la corrosion. Sa composition typique est dominée par l'aluminium comme expliqué dans le chapitre précédent, avec du magnésium et du silicium comme éléments principaux de durcissement. Les profilés d'Al6061 utilisés dans ce travail ont été fournis à l'état T4, c'est-à-dire mis en solution, trempés puis vieillis naturellement. Cet état correspond à la condition de service la plus répandue pour cet alliage, offrant un compromis entre ductilité et résistance mécanique. Les profilés utilisés présentaient des dimensions nominales 76,2 mm de largeur et 76,2 mm de longueur, avant redimensionnement pour répondre aux besoins expérimentaux.

Maintenant que les substrats sont définis, on peut passer à la manière dont le revêtement a été fabriqué. Le dépôt par projection à froid est le point de départ de toutes les conditions étudiées dans ce projet.

2.2.2 Dépôt par projection à froid

2.2.2.1 Dispositif expérimental

Le principe de la projection à froid (Cold Spray) a été détaillé dans le chapitre précédent, mais rapidement il s'agit d'un procédé de dépôt solide basé sur l'accélération de particules métalliques à grande vitesse au moyen d'un gaz comprimé chauffé. Les particules atteignent des vitesses supérieures à la vitesse critique d'impact et s'ancrent à la surface du substrat par déformation plastique sévère, sans fusion du matériau. Dans le cadre de cette étude, le choix

du procédé Cold Spray est basé sur sa capacité à limiter les réactions thermiques indésirables et à produire des revêtements cohérents permettant ensuite d'étudier l'effet de différents traitements thermiques sur l'évolution microstructurale et mécanique du matériau.

Le dépôt des revêtements étudiés dans ce projet a été réalisé au CNRC à l'aide du même montage que celui utilisé par Thibault (2023), afin d'assurer une continuité expérimentale entre les deux études. L'installation repose sur un système de projection dynamique par gaz froid Giken PCS-100, équipé d'un mécanisme de chauffe du gaz permettant d'atteindre les températures nécessaires à l'accélération des particules. Le doseur de poudre, un modèle Giken BWS-20 assure une alimentation stable du jet, tandis que la buse PNDP-012-20 (A0010) est conçue pour optimiser la vitesse et la focalisation des particules en sortie. L'ensemble est manipulé par un robot industriel Yaskawa Motoman, qui garantit un contrôle précis de la trajectoire, de la vitesse de balayage et de la distance buse-substrat. Cette configuration robotisée permet de répéter fidèlement les conditions de dépôt et de maîtriser l'uniformité des surfaces projetées (Thibault, 2023, p. 43).

Le revêtement a été déposé à partir d'une poudre d'aluminium provenant du fabricant Valimet, de grade V-61. Cette poudre est composée à 99,7 % d'aluminium en masse, avec une distribution granulométrique centrée autour de 52 μm . Elle est produite par atomisation gazeuse, ce qui garantit des particules régulières et une granulométrie stable, compatibles avec le procédé Cold Spray (Thibault, 2023, p. 37).

2.2.2.2 Paramètres de projection

Les paramètres utilisés pour réaliser les dépôts sont résumés dans le tableau ci-dessous.

Tableau 2.1 Paramètres de projection utilisés
Tiré de Thibault (2023, p. 43)

Nature du gaz	Azote
Température	600 °C
Pression	6 MPa
Distance de la buse	25 mm
Rpm du chargeur de poudre	0,5
Angle du substrat	90°
Vitesse	300 mm/s
Pas	1 mm

Ces paramètres sont réglés de manière à produire un revêtement dense et uniforme. L'accélération des particules dépend principalement de la pression et de la température du gaz, tandis que la distance de 25 mm entre la buse et le substrat garantit un impact efficace sans dispersion excessive du jet. Un pas de 1 mm assure la continuité des passes, et la vitesse de balayage permet d'ajuster l'épaisseur de 500 μm et la régularité du dépôt. Avant utilisation, chaque revêtement a été inspecté et mesuré. Les dépôts non conformes ont été écartés pour garantir la qualité des données. Après avoir détaillé la fabrication des échantillons, il est maintenant nécessaire de présenter les traitements thermiques qui leur ont été appliqués et qui conditionnent une grande partie des résultats observés.

2.2.3 Traitements thermiques post-dépôt

L'objectif des traitements thermiques est d'observer comment le revêtement projeté à froid évolue lorsqu'il est exposé à différentes températures. Dans un projet futur, un chauffage laser rapide sera couplé au procédé, mais pour l'instant, il était nécessaire de travailler avec des conditions plus classiques afin de comprendre la cinétique d'évolution du matériau. L'idée n'est pas d'amener le revêtement jusqu'à une recristallisation complète (un état qui transformerait trop profondément la microstructure héritée du Cold Spray) mais plutôt de trouver un compromis intéressant : une microstructure qui se détend, qui se réorganise, qui précipite partiellement, et surtout qui gagne en ductilité tout en conservant de bonnes propriétés mécaniques. Pour explorer cette zone « intermédiaire », plusieurs combinaisons de

températures et de durées ont été testées. Ces essais servent à mesurer la vitesse à laquelle la microstructure évolue, et permettent ensuite d'alimenter une analyse de la cinétique d'évolution reposant sur la loi d'Arrhénius. Grâce à cela, on pourra estimer le comportement attendu lors de chauffages beaucoup plus courts et plus intenses, comme celles qu'un laser pourrait produire.

Pour garder des repères, deux états de référence ont également été inclus :

- un échantillon T0, simplement projeté et non traité, qui représente l'état initial ;
- un échantillon T6, obtenu par un cycle industriel (solution à 530 °C, trempe, puis vieillissement à 180 °C), qui sert de référence mécanique.

Les dimensions des échantillons découpés pour être traités et pour les différentes expériences sont de 3,2 mm d'épaisseur qui comprend un dépôt de 500 µm pour 25,4 mm de largeur et 25,4 mm de longueur.

2.2.3.1 Conditions thermiques testées

Le choix des températures testées a été guidé par le diagramme de phase pseudo-binaire de l'Al6061 (Figure 1.8), qui indique que des changements microstructuraux peuvent être initiés dès environ 185 °C. Pour cette raison, les essais ont débuté à 200 °C. Ainsi, les conditions expérimentales couvrent trois niveaux de température (200 °C, 250 °C et 300 °C) chacun associé à un ou plusieurs paliers de durée comme résumé dans le tableau suivant :

Tableau 2.2 Conditions thermiques appliquées aux échantillons

État	Température	Durées
T0	—	—
T6	530°C + 180°C	40 min + 5h vieillissement
200°C	200 °C	30 min, 1 h, 2 h
250°C	250 °C	30 min, 1 h
300°C	300 °C	30 min, 1 h

Ces températures correspondent à celles généralement utilisées pour étudier les premières évolutions d'un matériau sans atteindre un stade de recristallisation complète. Elles offrent ainsi une base de comparaison cohérente pour analyser la réponse microstructurale et mécanique du revêtement avant d'envisager des chauffes plus courtes et plus intenses. La variation des durées permet, quant à elle, d'obtenir une idée de la cinétique des transformations.

Les traitements thermiques ont été réalisés dans un four programmable permettant de maintenir un palier stable pour chacune des conditions définies. Afin de suivre précisément l'évolution de la température au cours du cycle, un thermocouple a été placé au contact de l'échantillon. La mesure était enregistrée en continu à l'aide d'un enregistreur **Graphtec midi logger GL900**, qui offre une acquisition sur plusieurs voies isolées. Cet enregistrement permettait de vérifier la montée en température, la stabilité du palier et le respect de la durée de traitement afin d'assurer que chaque condition thermique était appliquée de manière reproductible. Les échantillons ont ensuite été retirés du four et refroidis à l'air libre, sauf pour l'état T6 qui suit son propre protocole de trempe et de vieillissement. L'ensemble des courbes de température enregistrées a été conservé pour vérifier le respect des paliers et des durées, et pour alimenter l'analyse cinétique présentée dans les chapitres suivants. Les échantillons ont ensuite été préparés pour les analyses microstructurales. La procédure inclut l'enrobage, le polissage mécanique et électrolytique, ainsi qu'une attaque chimique destinée à révéler les principaux constituants du matériau.

2.2.4 Préparation métallographique

La préparation métallographique des échantillons a été réalisée afin d'obtenir des surfaces adaptées aux observations optiques au LEXT et aux analyses EBSD. Toutes les étapes ont été effectuées en veillant à préserver l'orientation des échantillons, en particulier la direction de projection et la direction d'extrusion afin de conserver la cohérence entre les différentes conditions comparées.

Une fois les échantillons découpés, ils ont ensuite été enrobés. Un enrobage à froid avec de la résine a été utilisé afin d'éviter toute élévation de température susceptible de modifier la microstructure induite par les traitements thermiques. Le polissage mécanique a été réalisé en plusieurs étapes successives en utilisant des papiers abrasifs au carbure de silicium (SiC) à grains décroissants, suivis d'un polissage aux suspensions diamantées. L'objectif est d'obtenir une surface parfaitement plane sans rayures profondes afin de pouvoir réaliser les observations en microscopie électronique, confocale ou EBSD. Le polissage a été réalisé à l'aide de papiers abrasifs SiC à grains décroissants, depuis les grains les plus grossiers jusqu'au P1200, puis complété par un polissage aux suspensions diamantées (3 μm puis 1 μm). Un polissage électrolytique a ensuite été réalisé à l'aide du **système Struers**, pour éliminer la couche de déformation introduite lors du polissage mécanique. Cette étape est particulièrement importante pour les alliages d'aluminium, car elle permet d'obtenir une surface compatible avec les analyses EBSD en révélant clairement les joints de grains, les sous-structures et les orientations cristallographiques. La **solution électrolytique A3** composée d'acide perchlorique (60ml), de méthanol (600ml) et de butoxyéthanol (360ml) ainsi que les paramètres (tension, durée) ont été choisis selon les recommandations usuelles de la norme (ASTM E1558-09, 2021) pour les alliages de la série 6xxx.

De plus, une attaque chimique au réactif de **Keller** (190 mL d'eau distillée, 5 mL d' HNO_3 , 3 mL d' HCl et 2 mL d' HF) a été appliquée pendant environ 15 à 20 secondes. Ce réactif, largement utilisé pour les alliages Al-Mg-Si et conforme aux recommandations de la norme (ASTM E407-07, 2015), permet de révéler efficacement les contrastes de microstructure. Après rinçage à l'eau, les surfaces ont été observées aux différents microscopes pour pouvoir documenter l'évolution de la microstructure en fonction des différents traitements thermiques.

Une fois les échantillons préparés, il a été nécessaire de suivre plus précisément l'évolution interne du matériau après les différents traitements thermiques. La diffraction des rayons X s'y prête particulièrement bien, car elle permet d'observer des changements qui ne sont pas visibles à l'œil nu, notamment l'élargissement des pics de diffraction et ce de manière non destructive pour les échantillons. La section suivante présente donc les conditions d'acquisition

XRD et la méthode utilisée pour analyser le pic (222), avant d'introduire l'approche cinétique de type Arrhenius employée pour interpréter l'évolution du matériau en fonction du temps et de la température.

2.3 Diffraction des rayons X et analyse cinétique

2.3.1 Analyse XRD et largeur de pic

La diffraction des rayons X a été utilisée ici pour suivre l'évolution interne du revêtement en fonction des différents traitements thermiques. L'idée n'était pas d'effectuer une analyse complète des contraintes résiduelles ni de reconstruire l'ensemble des déformations cristallines, mais de se concentrer sur un indicateur simple : l'élargissement à mi-hauteur du pic de diffraction (FWHM, pour *Full Width at Half Maximum*). Comme l'objectif principal était de suivre la manière dont la microstructure se détend ou se réorganise avec le traitement thermique, la largeur de pic fournissait une première indication quantitative de l'évolution de la densité de dislocations, sans recourir à des modèles plus complexes ou multi-pics.

Les mesures de diffraction ont été réalisées à l'aide du système **μ-X360 (Pulstec)**, un appareil portable permettant d'obtenir directement un spectre XRD localisé sur la surface du revêtement. Le dispositif utilise un rayonnement Cr K α ($\lambda = 2,2909 \text{ \AA}$). Les acquisitions ont été réalisées avec un collimateur de 1 mm pour analyser une zone suffisante pour limiter le bruit tout en restant localisée dans le revêtement. Le tube opère à 30 kV et 1 mA, ce qui fournit un flux de rayons X adapté à la largeur du collimateur et à l'aluminium. L'acquisition comprend une courte phase de stabilisation avant la mesure, puis une irradiation totale d'environ 100 secondes. Le logiciel interne du μ-X360 réalise automatiquement l'ajustement du pic et fournit directement la valeur du FWHM. L'intervalle angulaire utilisé pour reconstruire le pic s'étend typiquement d'environ 18° à 90° pour garantir une mesure stable. Dans cette étude, seules les valeurs du FWHM du pic (222) ont été retenues car elles constituent l'indicateur le plus sensible pour l'aluminium. Chaque mesure est effectuée à un angle d'incidence de 35°, configuration standard recommandée pour ce matériau. Dans cette étude, l'incertitude retenue correspond à la dispersion des mesures répétées qui intègre de

manière globale ces différentes contributions expérimentales. Cette approche est jugée adaptée dans la mesure où l'objectif est de comparer l'évolution relative du FWHM entre différents états de traitement thermique plutôt que d'extraire une valeur absolue de densité de dislocations.

L'évolution de la largeur du pic XRD (FWHM) obtenue pour chaque traitement thermique a été utilisée pour suivre la vitesse d'évolution de la microstructure. Comme cette largeur est directement liée à la densité de dislocations, elle constitue un indicateur simple et répétitif de la manière dont le matériau se détend ou se réorganise lors d'un traitement thermique.

2.3.2 Analyse cinétique

L'objectif de cette analyse est d'obtenir une estimation de la cinétique de transformation du revêtement. Deux approches complémentaires ont été utilisées : une approche isochrone où le temps est fixé, et une approche isotherme où la température est constante. Ces deux méthodes permettent ensuite d'estimer des durées pour des températures données ou inversement des températures pour des durées imposées, ce qui est particulièrement utile dans la perspective d'un futur chauffage laser beaucoup plus rapide.

Pour appliquer ces approches, la largeur du pic a été convertie en une variable de transformation notée X , qui évolue de 0 à 1 entre l'état non traité (T_0) et l'état traité comme présenté dans l'équation ci-dessous :

$$X = \frac{FWHM(t, T) - FWHM_0}{FWHM_{final} - FWHM_0} \quad (2.1)$$

où :

- $FWHM_0$ est la valeur à l'état initial (T_0),
- $FWHM_{final}$ correspond à un état traité choisi comme référence,
- X varie entre 0 et 1.

Cette normalisation permet de comparer directement des traitements de nature différente et de tracer l'évolution de la transformation indépendamment de l'unité de mesure du FWHM.

2.3.2.1 Approche isochrone

Dans l'approche isochrone, la durée de traitement est fixée et seule la température varie. Les valeurs de X obtenues à différentes températures permettent ensuite de déterminer un coefficient cinétique k associé à chaque point.

Le système est supposé suivre une cinétique de type Arrhenius selon l'équation (1.6) donnée dans le chapitre précédent. Ainsi en prenant le logarithme de cette équation on obtient :

$$\ln(k) = \ln(k_0) - \frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T} \quad (2.2)$$

La représentation classique consiste ensuite à étudier l'évolution de k en fonction de $1/T$ pour obtenir les paramètres cinétiques liés à l'équation d'Arrhenius. Cette méthode permet en particulier d'estimer la température nécessaire pour atteindre un état donné du matériau en un temps fixé.

2.3.2.2 Approche isotherme

Dans l'approche isotherme, la température est cette fois fixée et ce sont différentes durées de traitement qui sont comparées. On se place alors dans un modèle de type Johnson–Mehl–Avrami :

$$X = 1 - e^{-(kt)^n} \quad (2.3)$$

où :

- n est l'exposant d'Avrami (lié au mécanisme),
- k suit une loi d'Arrhenius identique à celle de l'approche isochrone.

En linéarisant l'expression :

$$\ln[-\ln(1 - X)] = n \ln(t) + n \ln(k) \quad (2.4)$$

Ce tracé, à température constante, permet : d'estimer n (mécanisme cinétique), d'en déduire k pour cette température puis d'utiliser k dans l'équation d'Arrhenius pour remonter à l'énergie

d'activation. L'approche isotherme permet donc d'estimer le temps nécessaire pour atteindre un degré de transformation donné à une température fixe.

2.3.2.3 Energie d'activation

Dans les deux approches, l'énergie d'activation E_a est obtenue à partir de la pente des représentations linéarisées. Cette valeur permet ensuite : de comparer les mécanismes dominants selon les traitements thermiques, d'estimer les durées nécessaires pour des températures non testées et d'anticiper des cycles très rapides (chauffage laser) à partir de traitements plus lents. Les résultats expérimentaux et l'extraction précise de E_a seront présentés dans le chapitre dédié aux résultats et à la discussion.

Comme les analyses XRD constituent la base de l'ensemble de l'étude cinétique, il est important de préciser les incertitudes associées aux valeurs de FWHM utilisées. Dans cette analyse, ces incertitudes se répercutent sur la valeur normalisée de la transformation X et donc sur la pente des linéarisations Arrhenius. Plusieurs mesures ont été faites pour chaque échantillons afin de tenir compte des variations expérimentales et d'estimer les incertitudes associées. Cette source d'incertitudes a été prise en compte lors de la représentation graphique des données. L'énergie d'activation extraite doit ainsi être considérée comme une valeur estimative dépendante du modèle choisi et des incertitudes instrumentales et expérimentales, plutôt que comme une valeur absolue.

Ainsi grâce à l'analyse cinétique, nous aurons une première vision de la manière dont le matériau évolue en profondeur lors des traitements thermiques. Cependant, pour comprendre ce qui se passe réellement dans le revêtement (comment les grains se réorganisent, comment les sous-structures se détendent, comment la porosité évolue) il est nécessaire de compléter ces résultats par une étude microstructurale plus détaillée. C'est l'objectif de la section suivante qui combine différentes techniques d'observation et d'analyse.

2.4 Propriétés microstructurales

2.4.1 Microscopes

Avant de réaliser les analyses microstructurales poussées, plusieurs microscopes ont été utilisés afin d'obtenir une première lecture qualitative de l'effet des traitements thermiques sur le revêtement. Ces observations préliminaires avaient pour but d'identifier d'éventuelles différences visibles entre les conditions thermiques et de repérer les zones pertinentes pour les analyses EBSD et tomographiques. Elles ont été effectuées au microscope confocal **Olympus LEXT OLS4100** mais suite à un arrêt imprévu de l'appareil, les observations optiques ont été poursuivies au microscope **Nikon LV150N** qui a permis d'essayer de comparer l'aspect des différentes conditions thermiques. Pour des observations plus fines, notamment l'étude des faciès de fissures après essais de micro-traction, les **microscopes électroniques à balayage Hitachi SU70** et **Hitachi TM3000** ont ensuite été utilisés. Ces observations préliminaires ont servi de base pour orienter la suite de la caractérisation et d'établir un lien entre la microstructure le traitement thermique et le comportement mécanique observé, en particulier via l'analyse EBSD présentée dans la section suivante.

2.4.2 Analyses EBSD

L'analyse EBSD (Electron Backscatter Diffraction) repose sur la formation de bandes de Kikuchi lorsque le faisceau d'électrons interagit avec une surface inclinée à 70° . Ces motifs diffractés enregistrés par une caméra placée dans la chambre du microscope permettent d'identifier l'orientation cristallographique locale, la taille des grains, la déformation interne ou encore la nature des joints de grains. La Figure 2.1 illustre le principe général du dispositif : le faisceau d'électrons frappe l'échantillon incliné, les électrons rétrodiffusés forment des cônes de diffraction et leurs intersections génèrent les bandes observées sur l'écran phosphorescent (Barbier, 2010).

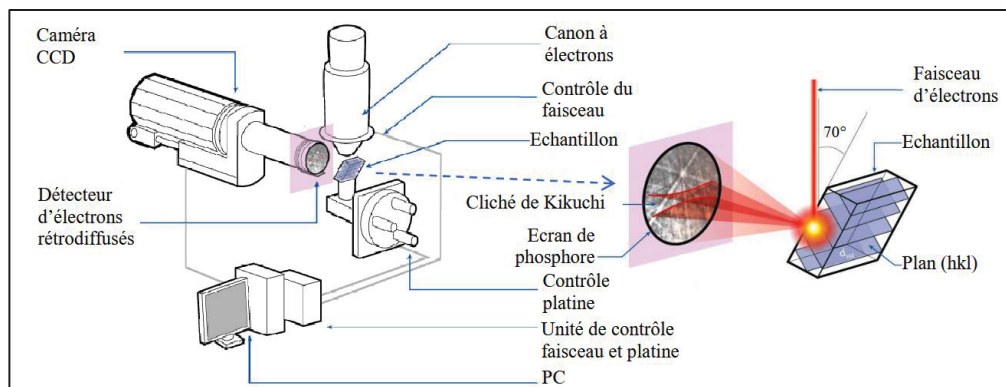


Figure 2.1 Schéma de principe du dispositif EBSD
Tirée de Barbier (2010, p. 2)

On peut résumer l'EBSA comme un outil qui « lit » la manière dont les atomes sont arrangés et orientés dans chaque petit grain du matériau, un peu comme une carte d'identité cristallographique pixel par pixel. Ces cartographies ont été réalisées dans le microscope électronique à balayage **Hitachi SU70**, équipé d'une caméra EBSD dédiée disponible à l'ÉTS. Les conditions courantes d'acquisition (tension entre 15 et 20 kV, distance de travail autour de 15–20 mm) ont été ajustées pour obtenir des motifs suffisamment contrastés, tout en maintenant une vitesse de cartographie acceptable.

À l'ÉTS, les cartographies ont été acquises avec une taille de pas de 0,3 μm , une résolution de 423×317 pixels et un grossissement de $\times 1000$. La taille de pas a été choisie en fonction de la finesse attendue de la microstructure, en particulier dans les zones fortement déformées du revêtement issu de la projection à froid. Le seul échantillon non traité thermiquement a été analysé séparément à Metz (France) en 2023 dans le cadre d'une précédente étude. Les conditions d'acquisition sont différentes avec une taille de pas de 0,1 μm , une résolution de 1327×1037 pixels et un grossissement de $\times 524$. Ces paramètres plus fins ont permis une description détaillée de l'état initial du matériau. Malgré les conditions d'acquisition différentes de celles utilisées à l'ÉTS, cet échantillon a été conservé comme état de référence pour l'analyse microstructurale, dans la mesure où les comparaisons portent principalement sur des grandeurs relatives plutôt que sur des valeurs absolues directement dépendantes de la résolution spatiale.

Les données obtenues ont ensuite été analysées avec le logiciel **ATEX**. Il permet de nettoyer les données brutes en supprimant les pixels non indexés ou incohérents, puis de reconstruire automatiquement les grains à partir d'un critère de désorientation entre voisins. Ce processus inclut également une fermeture des grains dans les zones où la déformation est très élevée. Une fois les grains correctement reconstruits, ATEX calcule l'ensemble des grandeurs microstructurales utilisées dans cette étude qui sont les suivants :

- Les cartes IPF (Inverse Pole Figure) donnent l'orientation cristallographique locale et permettent de visualiser d'éventuelles textures ou des orientations privilégiées. Ici, la direction de projection du revêtement sur le substrat correspond à la normale à l'interface revêtement/substrat. Sur la coupe analysée l'interface est orientée horizontalement, et le repère EBSD défini est tel que $X = [100]$ vers la gauche, $Y = [010]$ vers le bas et $Z = [001]$ sortant de l'écran. La normale à l'interface est alignée avec l'axe Y de l'échantillon, ce qui justifie l'utilisation de l'IPF Y pour analyser la texture du revêtement dans sa direction de projection.
- Le KAM (Kernel Average Misorientation) est un indicateur local du niveau de déformation : plus le KAM est élevé, plus le matériau contient de désorientations internes associées aux dislocations.
- Enfin, l'analyse des joints de grains séparés entre LAGBs (Low-Angle Grain Boundaries) et HAGBs (High-Angle Grain Boundaries) permet de suivre l'évolution de la microstructure. Les LAGBs, associés à la formation de sous-grains peuvent diminuer lors des phénomènes de restauration, tandis que l'apparition ou l'augmentation de HAGBs montre une transformation plus profonde de la structure voire l'amorce d'une recristallisation.

Pour permettre la comparaison entre tous les états, des grandeurs quantitatives ont été extraites de chaque carte : taille moyenne des grains, répartition des orientations, distribution du KAM, et ratio LAGBs/HAGBs. Pour les échantillons acquis à l'ÉTS, ces mesures ont été réalisées

avec des paramètres identiques, pour que les variations observées reflètent l'effet des traitements thermiques et non des différences d'acquisition.

Comme pour toute technique de microscopie, la qualité des résultats dépend fortement de l'état de surface de l'échantillon et des conditions d'indexation. Les zones très déformées du revêtement (typiques du procédé de projection à froid), peuvent produire des motifs moins nets et donc plus difficiles à indexer. Pour limiter au maximum ces effets, les échantillons ont été soumis à un polissage vibratoire sur **Buehler Vibromet 2** après polissage mécanique (avec une suspension colloïdale de silice de $0,05\ \mu\text{m}$). L'EBSD ne permettant pas d'accéder à la porosité interne du dépôt, une analyse par tomographie X a été employée pour compléter la caractérisation microstructurale.

2.4.3 Tomographie

Les analyses ont été réalisées avec un système **Nikon XTH-225** qui utilise une source de rayons X pour traverser l'échantillon et reconstruire numériquement son volume interne. La taille du spot de la source est inférieure à $3\ \mu\text{m}$, ce qui permet d'atteindre une résolution spatiale comprise entre 3 et $5\ \mu\text{m}$ suffisante pour détecter les pores caractéristiques des dépôts Cold Spray. Lors de l'acquisition, l'échantillon est placé sur une platine rotative et soumis à une rotation complète. À chaque angle de rotation, un radiogramme est acquis : les rayons X traversant l'échantillon sont atténués en fonction de la densité locale du matériau puis convertis en images numériques par un capteur photographique de type CCD.

Pour cette étude des échantillons a été scanné deux fois : une première fois dans leur état initial avant tout traitement thermique, puis à nouveau après application du traitement T6 pour l'un et d'un traitement d'homogénéisation (530°C pendant 40 minutes) pour l'autre. Le but était de comparer directement l'évolution des pores sans introduire de variabilité liée à un changement d'échantillon.

Après acquisition, les projections ont été reconstruites à l'aide du logiciel associé au système Nikon. Cette étape permet de réduire le bruit et de transformer la série de radiogrammes en une succession de coupes internes du revêtement. Pour un même échantillon, les acquisitions avant et après traitement ont été réalisées avec la même résolution et des paramètres de reconstruction similaires (temps d'exposition, réglages généraux) afin de garantir la comparabilité des résultats.

Les volumes reconstruits ont ensuite été analysés dans le logiciel **Dragonfly**. Les fichiers d'un même échantillon avant et après traitement ont été importés dans une session commune afin de comparer directement l'évolution des défauts. La première étape de l'analyse a consisté à séparer le matériau et les pores par une segmentation à seuil automatique proposée par le logiciel, ajustée ensuite par des opérations booléennes afin de délimiter au mieux les pores internes du dépôt. Après segmentation, un filtrage complémentaire a été appliqué afin de supprimer les très petits objets issus du bruit de reconstruction. Les pores ont été identifiés selon un critère de connectivité dit *6-connected*, ce qui signifie que deux voxels sont considérés comme appartenant au même pore uniquement s'ils partagent une face commune. Les objets composés de moins de trois voxels ont ensuite été supprimés. Avec une taille de voxel de 4,996 μm , un objet inférieur à trois voxels correspond à un volume extrêmement faible, fortement influencé par les incertitudes liées à la résolution du scan. Il s'agit d'un filtrage volontairement léger, visant à améliorer la fiabilité des mesures sans modifier significativement la distribution réelle des tailles de pores.

Seules les porosités internes ont été prises en compte, les porosités débouchantes ayant été exclues de l'analyse. Des régions d'intérêt (ROI) ont été définies dans les zones de dépôt, puis regroupées en multi-ROI afin de traiter simultanément plusieurs zones comparables. Les mesures ont été calculées à l'aide de la fonction « Compute Measurement », en tenant compte de la taille des voxels afin de relier les données issues de la segmentation aux dimensions réelles des pores. Les paramètres extraits comprennent notamment le taux total de porosité, la taille des pores, ainsi que des indicateurs de forme tels que leur degré d'arrondissement ou leur caractère allongé.

Ces données ont ensuite été traitées pour pouvoir comparer les différents états des dépôts afin d'évaluer l'évolution éventuelle de la porosité interne du revêtement. Le traitement des données sera décrit plus précisément un peu plus loin.

Les analyses microstructurales (réalisées de manière non destructives) ont permis d'observer comment le revêtement réagit aux traitements thermiques. L'étape suivante consiste à mesurer l'impact de ces transformations sur ses propriétés mécaniques.

2.5 Propriétés mécaniques

2.5.1 Dureté

Les mesures de dureté ont été réalisées à l'aide d'un micro-duromètre **Clemex**, en mode Vickers avec une charge appliquée de 100 gf. Cette charge correspond à un essai HV0.1 suffisamment faible pour sonder de manière ciblée le revêtement sans être significativement influencée par le substrat et pouvoir réaliser plusieurs mesures sur des échantillons avec des dimensions limitées. Pour chaque condition étudiée, une vingtaine d'empreintes ont été réalisées selon une matrice régulière de points distribués dans la zone utile du revêtement. Les valeurs ont été mesurées automatiquement grâce au logiciel Clemex qui calcule la dureté Vickers à partir des diagonales de l'empreinte laissée par l'indenteur. Les données obtenues permettent de suivre l'évolution de la résistance locale du revêtement en fonction des différentes conditions thermiques. Comme la dureté est fortement corrélée à la densité de dislocations, à la taille des grains et à l'état de précipitation, ces mesures constituent un indicateur complémentaire pour relier les transformations microstructurales observées aux propriétés mécaniques mesurées par micro-traction.

En parallèle, des micro traction ont été effectuées pour quantifier localement les capacités de déformation du revêtement et observer comment elle évolue après traitement thermique.

2.5.2 Micro-traction

Les essais de micro-traction ont été réalisés afin d'étudier la réponse mécanique et l'initiation de l'endommagement du système constitué du revêtement projeté à froid sur le substrat du même alliage, après différents traitements thermiques. La faible épaisseur du revêtement et la rigidité nettement supérieure du substrat ont nécessité la conception d'éprouvettes spécifiques. L'objectif était d'obtenir une zone utile suffisamment fine pour concentrer la déformation dans le revêtement, tout en veillant à rester en dessous de la charge maximale supportable par la machine de micro-traction qui est de 5000 N. Pour cette raison chaque géométrie a été modélisée sur CATIA avant usinage, en s'inspirant de la géométrie des éprouvettes miniatures de type "dog-bone" de la norme (ASTM E8/E8M-22, 2024) mais adaptées aux très petites dimensions imposées par l'épaisseur du dépôt. La géométrie de la zone utile a donc été définie en partant d'une estimation prudente de la résistance mécanique du matériau. Pour l'alliage Al6061 une contrainte maximale de 450 MPa a été retenue comme valeur de sécurité. À partir de l'expression de la force :

$$F = \sigma \cdot A \quad (2.5)$$

La largeur maximale admissible a été déterminée en imposant la condition :

$$\sigma \cdot e \cdot L < F_{max} \quad (2.6)$$

Dans notre cas, l'épaisseur totale de l'éprouvette était de 3,2 mm, on détermine donc la largeur utile :

$$L < \frac{F_{max}}{\sigma \cdot e} \quad (2.7)$$

D'où :

$$L < \frac{5000}{450 \cdot 3} \approx 3,5 \text{ mm} \quad (2.8)$$

Cette contrainte a guidé la conception du modèle final d'éprouvette sous CATIA en veillant à ce que la zone utile ne dépasse pas cette valeur afin d'éviter tout dépassement de charge

pendant l'essai. Les éprouvettes ont été usinées dans les plaques rectangulaires fournies pour l'étude, en conservant soigneusement la direction d'extrusion du matériau dans l'axe de traction. Ce choix permet d'éviter l'introduction d'un effet d'anisotropie lié au laminage du substrat. L'ensemble des éprouvettes présentait ainsi une géométrie standardisée, compatible avec la capacité de la machine et fidèle à l'orientation métallurgique du matériau comme sur la Figure 2.2.

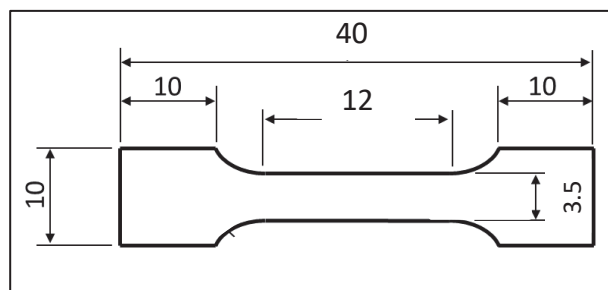


Figure 2.2 Schéma d'une éprouvette de micro traction (les dimensions sont en mm)

La zone réduite des éprouvettes présente une longueur utile fixée à 12 mm. Cette valeur a été retenue car elle assure une région de déformation stable et homogène suffisamment éloignée des zones de serrage pour éviter les effets parasites liés au contact avec les mors. Une longueur de 12 mm permet aussi d'obtenir un champ de déformation clairement exploitable par la méthode de suivi de points (DIC simplifiée). Enfin, cette dimension reste compatible avec les contraintes d'usinage et avec les dimensions des plaques revêtues utilisées pour préparer les éprouvettes.

Les essais mécaniques ont été réalisés à l'aide du module de traction-compression **Kammrath & Weiss 5000 N** qui est adapté aux éprouvettes de très petite taille. La machine permet un contrôle très précis du déplacement imposé, avec des vitesses situées entre 0,5 et 25 $\mu\text{m/s}$. Dans cette étude la vitesse de déplacement a été fixée à 3 $\mu\text{m/s}$, ce qui correspond à un taux de déformation d'environ $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour une longueur utile de 12 mm. Cette valeur se situe dans l'ordre de grandeur recommandé par la norme ASTM E8 pour les essais quasi-statiques sur alliages d'aluminium (méthode B) et est cohérente avec les vitesses utilisées dans la littérature pour des essais de micro-traction sur Al6061. Lors de l'essai, la force est appliquée

à l'ensemble de l'éprouvette, composée du substrat et du revêtement. La contrainte macroscopique est donc calculée à partir de la force mesurée par la machine et de la section initiale totale de l'échantillon (revêtement + substrat). Tant que le revêtement est intact, l'effort est réparti sur l'ensemble de la section. Dès l'apparition de la première fissure traversante dans le revêtement, celui-ci ne participe plus intégralement au transfert de charge donc la répartition de l'effort évolue progressivement vers le substrat seul. La contrainte calculée reste cependant basée sur la section globale de l'éprouvette et doit donc être interprétée comme une contrainte apparente du système revêtement–substrat.

Pour permettre le suivi local de la déformation, un mouchetis noir a été appliqué sur la zone utile avant la réalisation des essais, de manière à produire un contraste adapté à l'analyse par corrélation d'images. La finesse du motif est de l'ordre de quelques dizaines de micromètres et le mouchetis a surtout une répartition aléatoire. Pendant l'essai le module enregistre en continu la force et le déplacement, tandis qu'une caméra haute résolution acquiert une image par seconde. Les essais de micro traction ont été interrompu avant la rupture, au moment où la charge commence à décroître ce qui indique que le stade de striction avait été atteint. Ceci permet d'atteindre la charge maximale et d'observer les modes de fissuration globaux du système revêtement–substrat.

L'analyse par corrélation d'images numériques (DIC) a été utilisée pour étudier la déformation locale dans le revêtement. Pour évaluer le comportement du revêtement, différentes zone d'intérêts (ROI) ont été définies au sein de ce dernier, en évitant les régions où des fissures ou une délamination apparaissaient au cours de l'essai. Ainsi, le traitement des images est réalisé avec le logiciel **OpenDIC**, intégré à la plateforme RML-Image. Après une étape de pré-traitement permettant de recadrer et d'aligner les images, une zone d'intérêt (masque) est définie afin de restreindre l'analyse à la portion utile de l'éprouvette. Le logiciel compare ensuite, pour chaque point de cette zone, la modification locale du motif entre l'image initiale et les images successives enregistrées pendant l'essai. Cette comparaison fournit les champs de déplacement puis les champs de déformation associés (ϵ_{xx} , ϵ_{yy} , ϵ_{xy}). Ces opérations s'appuient sur l'algorithme de corrélation normalisée et sur les paramètres définis dans le guide

d'utilisation d'OpenDIC. Ainsi, la déformation représentative du revêtement est déterminée en calculant la moyenne spatiale de ϵ_{xx} sur la zone du masque.

Plusieurs configurations de masques ont été étudiées comme le montre un exemple sur une éprouvette dans les conditions initiales (sans traitement appliqué) de la Figure 2.3 :

- un masque central et assez large, pour lequel l'analyse est arrêtée dès l'apparition de la première fissure dans le revêtement ;
- plusieurs masques latéraux, positionnés dans des zones ne présentant pas de fissuration jusqu'à la fin de l'essai afin d'évaluer si le revêtement continue localement à se déformer après l'endommagement global.

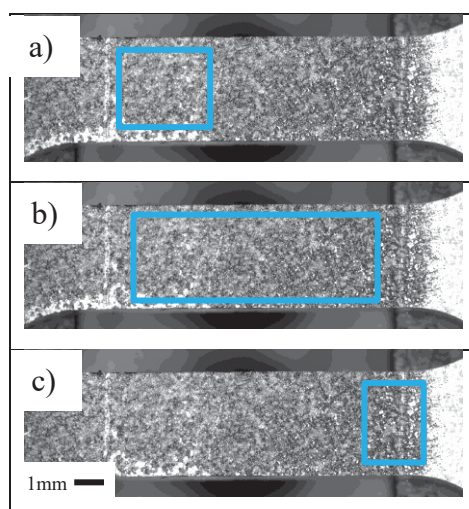


Figure 2.3 Exemple de zones d'intérêts en bleu a) gauche, b) milieu global, c) droite, définie pour l'analyse DIC sur un des échantillons testé

Cette stratégie permet de continuer à suivre la déformation du revêtement même après l'amorçage de la fissuration. Même si, au-delà de la première fissure traversante, l'hypothèse d'un comportement mécaniquement continu du système revêtement–substrat n'est plus strictement vérifiée. Un décollement local peut apparaître et les déplacements mesurés par DIC peuvent être faussés par le décalage du revêtement en plus de la déformation en traction. Les résultats post-fissuration sont donc analysés avec prudence.

La courbe contrainte–déformation est ensuite construite en combinant :

- la **contrainte vraie**, calculée à partir de la force instantanée mesurée par la machine et de la section initiale totale de l'éprouvette ;
- la **déformation vraie du revêtement**, obtenue à partir de la moyenne spatiale de ε_{xx} mesurée par DIC et convertie selon la relation :

$$\varepsilon_{vraie} = \ln(1 + \varepsilon_{xx}) \quad (2.9)$$

La courbe obtenue ne correspond donc pas aux propriétés intrinsèques du revêtement isolé, mais à une réponse du système revêtement–substrat. Cette méthodologie permet néanmoins de comparer de manière cohérente l'influence des traitements thermiques sur la capacité de déformation locale du revêtement et sur son comportement vis-à-vis de l'endommagement.

Toutes les mesures réalisées jusqu'ici racontent chacune une partie de l'histoire du revêtement mais il reste difficile de les comparer telles quelles. Pour vraiment comprendre ce qu'elles révèlent et voir les tendances qui se démarquent il faut les mettre en ordre, enlever le bruit et analyser tout cela de manière cohérente. La section suivante présente donc la démarche statistique qui permet de donner du sens à l'ensemble de ces résultats.

2.6 Analyses statistiques et numériques

2.6.1 Traitement des données de tomographie

Pour le traitement des données de tomographie, un code Python spécifique a également été utilisé. Il permet de traiter les fichiers exportés après segmentation dans Dragonfly et d'extraire les paramètres morphologiques des pores pour pouvoir comparer les distributions entre les différents états analysés (sans traitement, homogénéisation et T6). L'ensemble du code se trouve également en ANNEXE I.

Les données sont ainsi exportées forme de fichiers Excel contenant, pour chaque pore identifié, son diamètre équivalent (D_{eq}) et son volume exprimé en nombre de voxels (nb_voxels). Le

diamètre équivalent correspond au diamètre d'une sphère ayant le même volume que le pore considéré. Cette grandeur permet de comparer des pores de formes irrégulières à l'aide d'une mesure unique représentative de leur taille. Le code Python se découpe ensuite en plusieurs analyses.

Afin d'analyser finement la répartition des tailles de pores, les diamètres équivalents sont triés par ordre croissant pour construire la fonction de répartition cumulative (CDF). Cette fonction indique la proportion de pores dont le diamètre est inférieur à une valeur donnée. Une représentation complémentaire en $-\log(1 - \text{CDF})$ est également tracée. Cette transformation permet de mieux visualiser la partie droite de la distribution, c'est-à-dire la zone correspondant aux pores les plus gros. Elle facilite ainsi la comparaison du comportement des extrêmes entre différents échantillons.

Le script a été conçu pour permettre la comparaison de plusieurs échantillons, même si les volumes analysés ne sont pas identiques. Pour cela, les distributions et les porosités sont normalisées par rapport au volume total scanné. Cette approche garantit que les différences observées entre échantillons reflètent uniquement l'effet des traitements et non une variation du volume analysé. Comme la majorité des pores sont de petite taille, une analyse spécifique des plus gros pores est ensuite réalisée. On se base aussi davantage sur l'impact des gros défauts car lors de la segmentation réalisée sur Dragonfly, le nombre de défauts final sera très sensible aux opérations booléennes effectuées et au seuil définit. Mais la taille cela sera surtout visible au niveau de la population des petits défauts, qui n'est pas réellement celle qui impacte les propriétés mécaniques. C'est pourquoi on s'intéresse surtout à la population des gros défauts.

Une analyse spécifique des valeurs extrêmes a donc été réalisée. Elle repose sur la théorie des valeurs extrêmes (Extreme Value Theory, EVT), qui fournit un cadre statistique pour étudier les événements rares dans une distribution de données. Dans le contexte des matériaux poreux, ces événements rares correspondent aux pores de grande taille, peu nombreux mais susceptibles d'influencer plus fortement les propriétés mécaniques et la porosité globale.

Deux méthodes principales permettent d'appliquer l'EVT : la méthode des maxima par bloc (Block Maxima), qui consiste à ne retenir que le maximum de chaque sous-échantillon, et la méthode Peaks Over Threshold (POT), qui consiste à sélectionner les observations dépassant un seuil fixé. Cette seconde approche est retenue dans cette étude, car elle permet d'exploiter un plus grand nombre de valeurs extrêmes. Dans cette approche, les dépassements de seuil sont modélisés par une distribution généralisée de Pareto (Generalized Pareto Distribution, GPD), dont la fonction de répartition est donnée par :

$$F(y) = 1 - \left(1 + \xi \frac{y}{\sigma}\right)^{\frac{-1}{\xi}}, \quad y > 0, \quad 1 + \xi \frac{y}{\sigma} > 0 \quad (2.9)$$

Où $y = x - u$ représente l'excès au-dessus du seuil u , $\sigma > 0$ est le paramètre d'échelle et ξ le paramètre de forme, qui décrit le comportement de la queue de distribution. Lorsque $\xi = 0$, cette expression se réduit à une loi exponentielle.

Le choix du seuil est essentiel : s'il est trop bas, des valeurs non extrêmes sont incluses ; tandis que s'il est trop haut, trop peu de données sont retenues pour obtenir des estimations fiables. Le seuil est déterminé graphiquement à l'aide d'une courbe de Mean Excess, qui représente la moyenne des excès en fonction de différents seuils. Le seuil retenu correspond à la zone où cette relation devient approximativement linéaire, ce qui indique que les excès peuvent être modélisés par une distribution généralisée de Pareto. Une fois le seuil fixé, les excès (différence entre le diamètre et le seuil) sont extraits et différentes lois statistiques sont ajustées à ces données. Le test de Kolmogorov-Smirnov (KS), présenté plus loin, est ensuite utilisé pour comparer la distribution empirique au modèle théorique. La valeur de p associée au test permet d'évaluer la qualité de l'ajustement.

Pour compléter l'analyse des pores, le rapport d'aspect (aspect ratio) a permis d'étudier la forme de ces derniers. Cette grandeur est définie comme le rapport entre la plus grande et la plus petite valeur propre du tenseur d'inertie du pore. Cette définition conduit à des valeurs supérieures ou égales à 1. Une valeur égale à 1 correspond à un défaut isotrope (sphérique),

tandis qu'une valeur élevée traduit une forte anisotropie géométrique (géométrie allongée). Les distributions normalisées ont été utilisées dû aux différences entre les volumes analysés notamment pour le scan de l'échantillon avec un traitement T6 complet. L'analyse de l'aspect ratio complète ainsi l'étude des dimensions et de la porosité et permet de mieux comprendre l'effet du traitement sur la morphologie des pores, en particulier dans les queues des distributions où les pores les plus irréguliers ou les plus extrêmes peuvent avoir un impact significatif sur les propriétés mécaniques.

2.6.2 Traitement des données EBSD

Les analyses statistiques ont été réalisées afin d'évaluer la représentativité et l'homogénéité des données microstructurales extraites des cartes EBSD, en particulier pour la taille de grains et l'indice de désorientation locale (KAM). L'objectif principal de cette analyse est de déterminer si les distributions obtenues sont homogène ou sensibles à la zone d'acquisition sur un même échantillon.

Les données EBSD ont été extraites à partir du logiciel ATEX sous forme de listes numériques correspondant aux tailles de grains et aux valeurs locales de KAM. Pour un même échantillon (donc un même état de traitement thermique), deux cartes EBSD ont été acquises à des positions différentes afin d'évaluer la variabilité spatiale des distributions microstructurales. Les distributions cumulatives de taille de grains et de KAM issues de ces deux cartes ont été comparées.

L'analyse repose sur une comparaison directe des distributions empiriques et non sur des paramètres statistiques globaux (moyenne, écart-type), pour de conserver l'information complète sur la forme des distributions (non gaussiennes dans le cas des données de taille des grains et de KAM). L'analyse repose sur une comparaison directe des distributions empiriques plutôt que sur des paramètres statistiques globaux (moyenne, écart-type) pour conserver l'information complète sur la forme des distributions. Car ici les données de taille de grains et

de KAM présentent des distributions non gaussiennes comme le montre la Figure 2.4 ci-dessous :

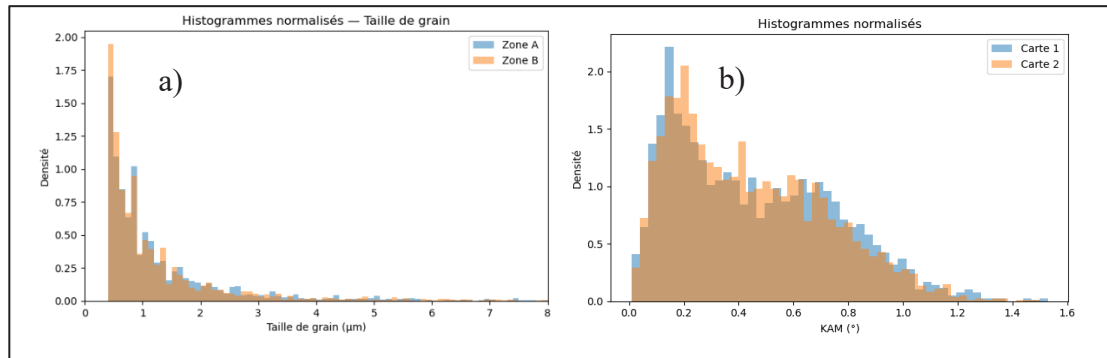


Figure 2.4 Histogrammes de la taille de grains a) et du KAM b) de l'échantillons 300°C 1H pour deux cartes EBSD différentes

La comparaison statistique des distributions a été réalisée à l'aide du test non paramétrique de Kolmogorov–Smirnov (KS). Ce test permet d'évaluer si deux échantillons indépendants sont issus d'une même distribution sous-jacente, sans hypothèse préalable sur la forme de cette distribution.

Les hypothèses testées sont les suivantes :

- **H₀** : les deux distributions comparées proviennent de la même loi statistique,
- **H₁** : les distributions sont significativement différentes.

Le test repose sur la distance maximale entre les fonctions de distribution cumulatives empiriques. Une p-value inférieure au seuil de signification retenu ($\alpha = 0,05$) conduit au rejet de l'hypothèse nulle, ce qui indique une hétérogénéité statistiquement significative entre les zones analysées. Dans le cas contraire, l'absence de différence significative suggère que les distributions obtenues représentent le même état microstructural à l'échelle analysée.

Les tests statistiques ont été implémentés à l'aide de scripts Python donné en ANNEXE I. Le programme prend en entrée les fichiers EXCEL contenant les données sur la taille de grains

ou le KAM issus des fichiers ATEX des échantillons. Il effectue le calcul des fonctions de distribution cumulatives et l'application du test de KS.

CHAPITRE 3

CARACTÉRISATIONS EXPÉRIMENTALES DES DÉPÔTS TRAITÉS THERMIQUEMENT

Une fois les traitements thermiques appliqués aux différents échantillons, on a pu s'intéresser à la microstructure des différents échantillons. La caractérisation cristallographique a été réalisée par diffraction des rayons X en s'appuyant sur l'évolution de la largeur à mi-hauteur des pics de diffraction (FWHM) utilisée ici comme premier indicateur macroscopique des changements liés aux traitements.

3.1 Caractérisation cristallographique

Une valeur élevée de FWHM est représentative d'un matériau sévèrement déformé plastiquement en lien avec une forte densité de dislocations, comme c'est le cas pour les particules lors de l'impact en projection à froid. Comme le montre la Figure 3.1, l'état sans traitement thermique (No HT) présente une valeur de FWHM élevée donc un pic plus large ce qui traduit une densité de dislocations plus élevée pour cet état déformé.

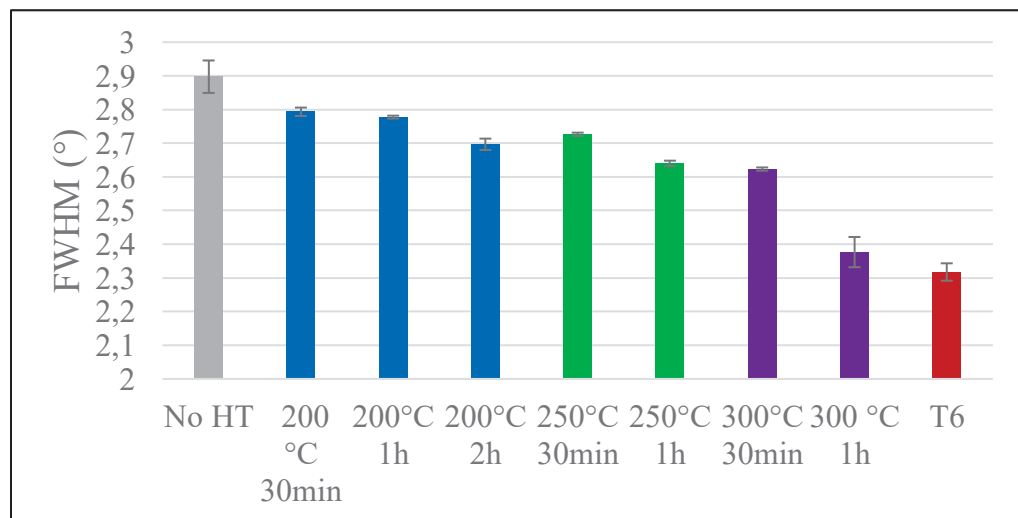


Figure 3.1 Résultats FWHM pour les différents états de traitement des dépôts d'Al6061

L'application des traitements thermiques entraîne une diminution progressive de la FWHM pour l'ensemble des conditions étudiées. Cette baisse est particulièrement marquée pour l'état T6 pour lequel la valeur de FWHM est nettement réduite par rapport à l'état sans traitement. Avec ces valeurs on remarque que les propriétés de notre dépôt changent avec les traitements thermiques. Cette diminution de la FWHM observée après traitement thermique indique que l'apport d'énergie favorise le réarrangement et peut être l'annihilation des dislocations. Par ailleurs, la comparaison entre les différents paramètres de traitement met en évidence des valeurs de FWHM similaires pour des conditions thermiques distinctes. En particulier, un traitement de 30 minutes à 250 °C conduit à une FWHM comparable à celle obtenue après 2 heures à 200 °C. De même, les résultats du traitement de 30 minutes à 300 °C sont proches de ceux obtenus après 1 heure à 250 °C. Ce qui pourrait suggérer que des traitements à température plus élevée appliqués sur des durées plus courtes peuvent conduire à des mécanismes comparables à ceux obtenus à plus basse température pour des temps plus longs.

Pour faire suite à l'analyse cristallographique et valider les tendances observées sur la densité de dislocations, on s'intéresse aux changements microstructuraux de nos échantillons par l'observation microscopique des sections transversales polies et attaquées. Ceci permettra de caractériser l'organisation granulaire et l'homogénéité du dépôt.

3.2 Caractérisation microstructurale

Les observations microscopiques confirment les résultats de diffraction des rayons X et mettent en évidence un état de déformation maximal dans le dépôt sans traitement thermique. Comme pour la poudre initiale, l'intérieur des particules du dépôt de la Figure 3.2 b) présente des structures très fines et déformée typique des structures de CS. Les limites entre les particules déposées sont nettement visibles ce qui montre une absence de diffusion interparticulaire significative à l'état après déposition. En revanche, l'état T6 montre une transformation morphologique visible. La microstructure est grossière et homogénéisée, avec des grains plus larges et équiaxes. Cette évolution traduit une recristallisation complète des particules accompagnée de l'élimination de la majorité des défauts de structure.

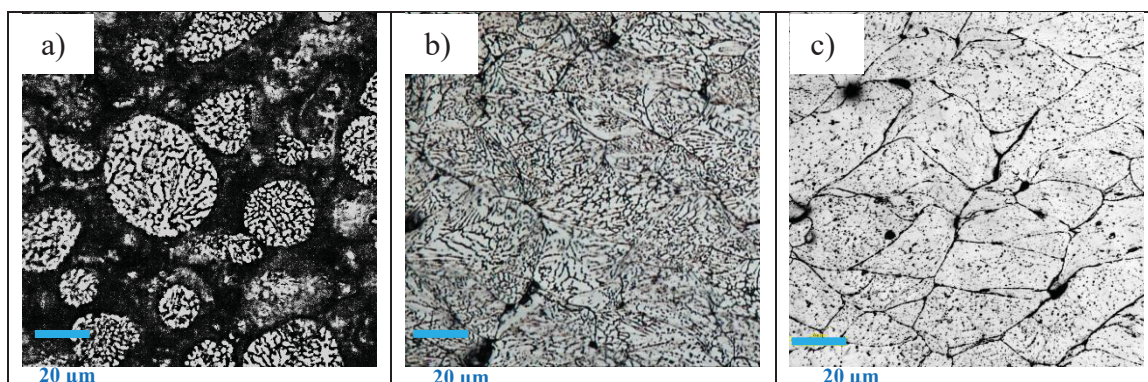


Figure 3.2 Images microscopiques LEXT de a) poudre d'Al6061, b) dépôt sans traitement, c) dépôt après traitement T6

Cependant, les résultats les plus attendus sont surtout ceux des traitements intermédiaires. Pour les traitements thermiques de 200 °C, 250 °C et 300 °C la microstructure reste globalement déformée comme illustré dans la Figure 3.3. Les images montrent des sous-structures héritées de l'écrouissage initial et qui n'ont pas disparues, suggérant que l'aluminium 6061 n'atteint la microstructure de l'état recristallisé. Cela reste compliqué à ce stade d'évaluer si les traitements thermiques ont aboutis à des microstructures d'états restaurés et c'est ce que les prochaines analyses tenteront d'explorer. Il est donc à noter qu'une certaine hétérogénéité microstructurale subsiste au sein du revêtement pour les conditions traitées.

Pour aller plus loin et évaluer l'impact de cette microstructure sur la porosité interne et la distribution des défauts, on s'intéresse à l'analyse de la porosité.

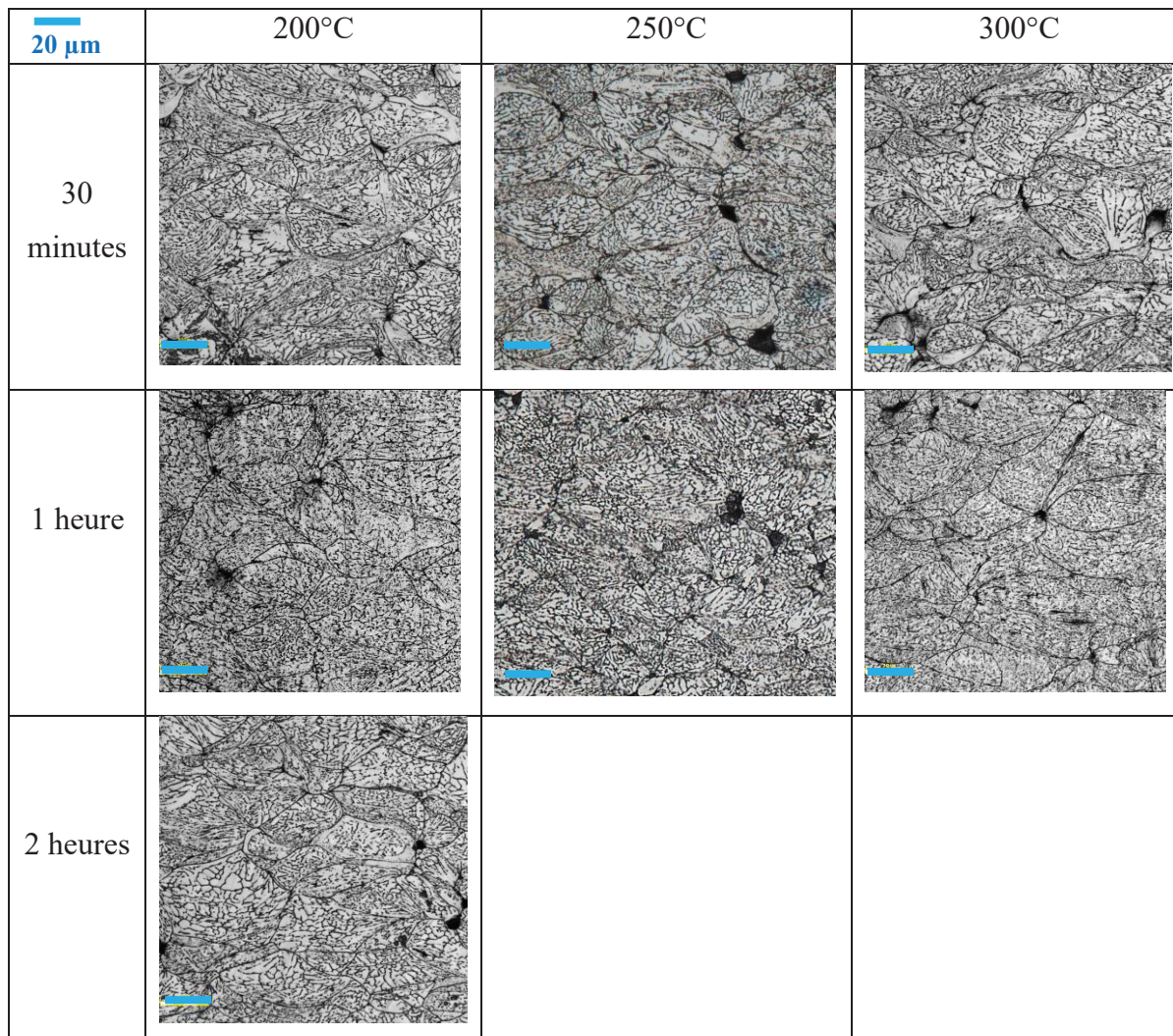


Figure 3.3 Images microscopiques LEXT des dépôts pour les différents traitements thermiques

3.3 Analyse de la porosité

On cherche ici à suivre l'évolution de la porosité des dépôts en fonction du traitement thermique sur un échantillon scanné deux fois : comparant l'état tel que déposé à un état après homogénéisation. Comme expliqué dans le chapitre précédent, le but est de visualiser la distribution des pores internes et de quantifier différents paramètres, notamment la densité des pores et les gros défauts en les corrélant avec les observations visuelles.

Avant d'analyser les résultats issus de la comparaison des différents états thermiques, une étape préalable a consisté à évaluer l'influence des choix opérateur lors de la segmentation sous Dragonfly. En effet, les résultats issus de l'analyse des pores peuvent être sensibles aux paramètres définis au moment du traitement des images, en particulier au seuil de segmentation ainsi qu'aux opérations booléennes appliquées pour affiner la région d'intérêt.

3.3.1 Influence des choix opérateur

La segmentation repose dans un premier temps sur un seuillage des niveaux de gris permettant de distinguer les pores du matériau. Ce seuil constitue une étape déterminante puisqu'il conditionne directement les voxels considérés comme appartenant aux défauts. Afin d'évaluer son impact, plusieurs segmentations ont été réalisées sur un même scan en faisant varier uniquement la valeur du seuil en essayant de se placer dans des configurations extrêmes en prenant une délimitation fine et une grossière. Dans un second temps, l'influence des opérations booléennes (intersection, union, soustraction), appliquées après le seuillage pour affiner la définition des pores, a également été étudiée. Pour cela, des analyses ont aussi été menées en conservant un seuil de segmentation similaire, tout en faisant varier uniquement ces opérations. Enfin, une analyse supplémentaire, réalisée par un opérateur externe avec ses propres choix de seuil et d'opérations booléennes a été intégrée afin d'élargir la comparaison.

Ainsi, la Figure 3.4 ci-dessous présente les répartitions cumulatives des diamètres équivalents obtenues pour l'ensemble de ces configurations. Les courbes « Seuil 1-1 » et « Seuil 1-2 » correspondent à un même seuil de segmentation avec des opérations booléennes différentes, de même que les courbes « Seuil 2-1 » et « Seuil 2-2 ». En revanche, les courbes « Seuil 1-1 » et « Seuil 2-1 » illustrent l'effet de deux seuils de segmentation distincts. L'analyse réalisée par l'opérateur externe est représentée par la légende « Externe ».

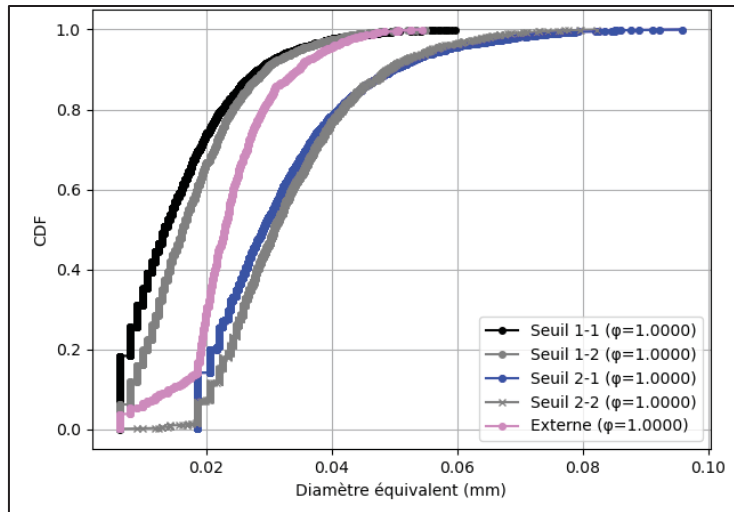


Figure 3.4 Comparaison des CDF pour les 5 configurations de segmentation appliquées à l'échantillon tel que déposé

Les résultats obtenus pour des seuils différents montrent des différences significatives, tant sur les distributions de tailles de pores que sur la quantification globale de la porosité. Les traitements modifiés par les opérations booléennes ont un effet plus limité sur les distributions obtenues. L'analyse des courbes en représentation $-\log(1 - \text{CDF})$ de la Figure 3.5, permettant de mieux visualiser la population des plus gros pores, met en évidence des différences notables entre les différentes configurations. Des différences apparaissent entre les courbes obtenues avec un même seuil de segmentation mais des opérations booléennes différentes. Cette observation suggère que les opérations booléennes peuvent avoir une influence sur la caractérisation des défauts les plus volumineux, même si cette influence semble plus faible que celle du seuil de segmentation.

Cette analyse met en évidence que le choix du seuil de segmentation ainsi que les opérations booléennes appliquées lors de la délimitation des pores ont une influence non négligeable sur les résultats obtenus en sortie de Dragonfly. En particulier, ces paramètres peuvent modifier la morphologie des pores détectés ainsi que les distributions associées, ce qui introduit une variabilité méthodologique indépendante de l'état physique réel du matériau.

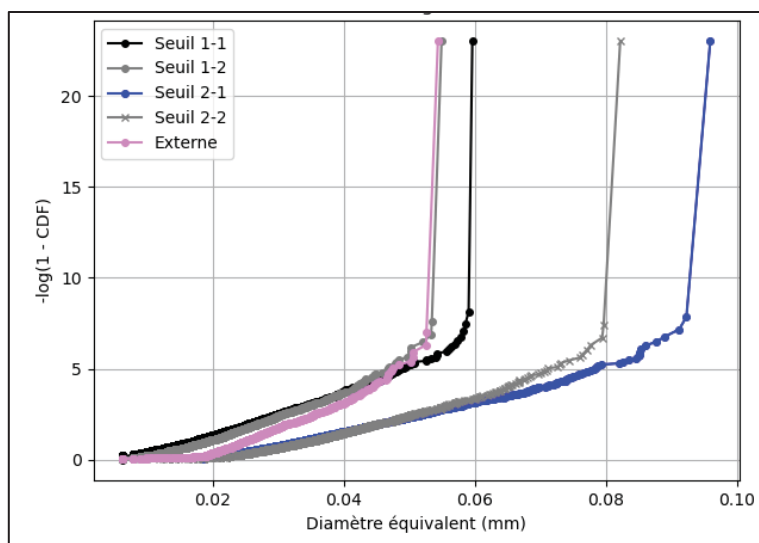


Figure 3.5 Comparaison des $-\log(1 - \text{CDF})$ pour les différentes configurations de segmentation appliquées à l'échantillon tel que déposé sans traitement thermique appliqué

Dans la continuité de cette démarche, les scans du même échantillon avant et après traitement ont été superposés au sein d'une même session de travail, afin de définir un volume d'analyse commun et de permettre une comparaison directe entre les deux états. Deux états ont ainsi pu être directement comparés : l'état sans traitement thermique (tel que déposé) et l'état après traitement d'homogénéisation (530 °C pendant 40 minutes). La comparaison avec l'état T6 complet sera présentée séparément, le scan correspondant provenant d'un échantillon différent. Par ailleurs, l'analyse visuelle des différences reste délicate, la superposition n'étant pas parfaitement optimale en raison d'un léger décalage entre les reconstructions des deux échantillons. Par conséquent, l'analyse se concentre principalement sur les résultats issus du traitement quantitatif des données de segmentation.

3.3.2 Premier échantillon : effet de l'homogénéisation

Pour ces premières comparaisons entre les deux scans provenant du même échantillon, la fonction de répartition cumulative (CDF) a été étudiée afin de comparer la distribution complète des diamètres équivalents. Les écarts observés sur la Figure 3.6 entre les différents états dans la zone correspondant aux diamètres équivalents les plus élevés sont les plus intéressants pour notre étude.

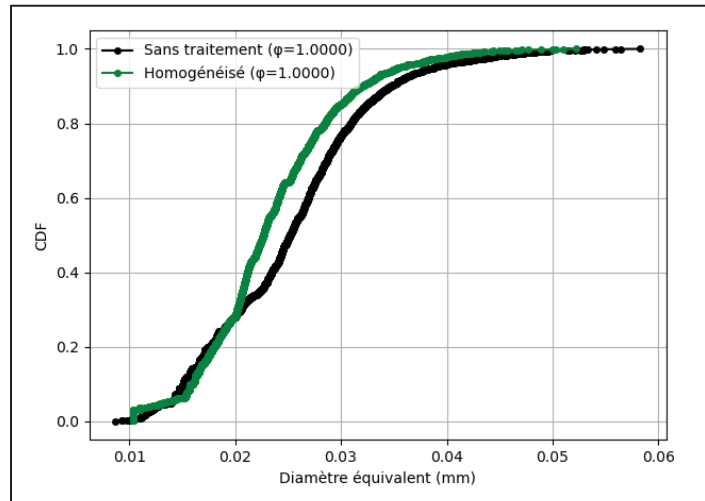


Figure 3.6 CDF des volumes de pores obtenues pour les scans des dépôts de l'échantillon sans traitement thermique puis après homogénéisation

Ainsi, afin d'analyser spécifiquement les défauts de grande taille, une étude des valeurs extrêmes a été menée à l'aide de la méthode *Peaks Over Threshold* (POT) comme expliqué dans le CHAPITRE II. Cette approche consiste à ne considérer que les pores dont le diamètre équivalent dépasse un seuil donné. Le seuil commun retenu pour les différents états est de 0,04 mm. Cette valeur a été choisie à partir du *Mean Excess Plot*, dans la zone où la courbe présente un comportement quasi linéaire.

La Figure 3.7 présente la représentation de la fonction $-\log(1 - \text{CDF})$ appliquée uniquement aux pores situés au-delà du seuil avec la superposition d'un fit de la fonction Pareto qui permet d'analyser statistiquement les résultats. Elle montre une superposition importante des distributions pour les deux états étudiés. Bien qu'une légère augmentation globale des diamètres équivalents puisse être observée après homogénéisation, les valeurs extrêmes les plus élevées restent associées à l'état sans traitement. Les deux points extrêmes observés sur la Figure 3.7 pourraient correspondre à des défauts rares de taille significativement plus élevée que le reste de la population, possiblement liés à des porosités localisées ou à des défauts de compaction du revêtement.

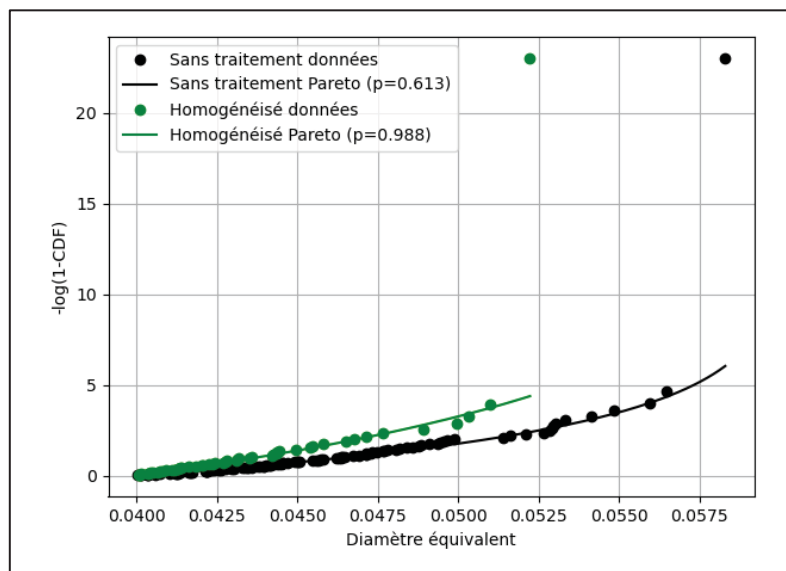


Figure 3.7 Représentation de la fonction $-\log(1 - CDF)$ des pores extrêmes (méthode POT) pour l'échantillon sans traitement et après homogénéisation

Les ajustements par loi de Pareto confirment cette évolution. Le très bon accord obtenu pour l'état homogénéisé ($p = 0,988$) indique que la distribution des extrêmes est particulièrement bien décrite par ce modèle, suggérant un comportement statistique stable des plus gros pores dans cet état. À l'inverse, l'état sans traitement présente un ajustement légèrement moins bon ($p = 0,613$), ce qui peut refléter une distribution plus dispersée des défauts extrêmes. Enfin, la présence de quelques points isolés à très forte valeur de $-\log(1 - CDF)$ dans les deux états indique l'existence de défauts rares mais de grande taille qui pourraient aussi correspondre à deux défauts fusionnés.

Afin de vérifier la reproductibilité des tendances observées, une seconde analyse a été menée sur un autre échantillon ayant subi le traitement T6 complet. Les deux volumes analysés provenant d'échantillons distincts, une comparaison directe des valeurs absolues reste délicate. Cependant, le code d'analyse a été développé pour prendre en compte ces différences de volume, notamment par une normalisation des distributions et des contributions volumiques.

L'objectif de cette comparaison n'est donc pas d'établir une correspondance stricte en termes de valeurs absolues, mais plutôt de vérifier si les mêmes tendances sont observées. En

particulier concernant le comportement des gros pores. L'analyse vise ainsi à déterminer si le traitement T6 complet conduit à une évolution similaire de la queue de distribution et de la part des défauts extrêmes, malgré les différences de volume scanné.

3.3.3 Deuxième analyse : homogénéisation/T6 complet sur 2 échantillons différents

Comme précédemment, la méthode *Peaks Over Threshold* (POT) a été appliquée afin de caractériser les pores de grande taille. Un seuil de 0,04 mm a été retenu pour les deux états, cette valeur correspondant à la zone de comportement quasi linéaire observée sur le *Mean Excess Plot*.

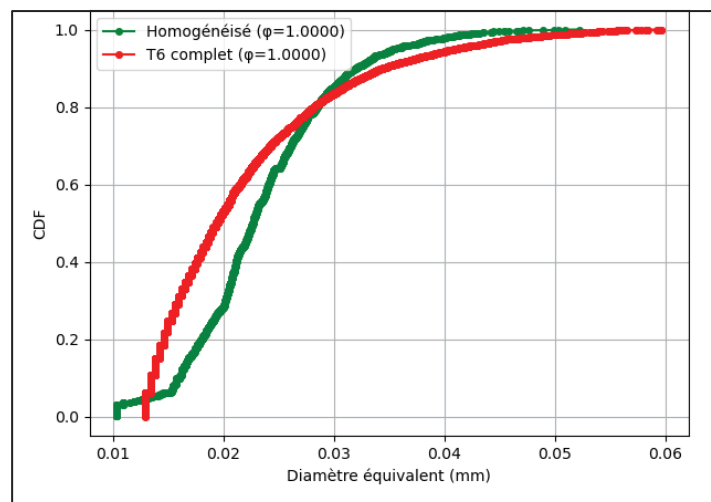


Figure 3.8 CDF des volumes de pores obtenues pour les scans des dépôts de l'échantillon traité jusqu'à homogénéisation et celui traité T6 complet

La Figure 3.8 présente les fonctions de répartition cumulative (CDF) des diamètres équivalents pour les deux échantillons de l'état homogénéisé et du T6 complet. On observe que, pour une large gamme de diamètres équivalents (0,013mm à 0,029mm), la courbe associée à l'état T6 complet est située au-dessus de celle de l'état homogénéisé. Cela indique qu'à diamètre donné, une fraction plus importante de pores possède une taille inférieure dans l'état T6. À l'inverse, l'état homogénéisé présente une montée plus progressive de la CDF, traduisant une proportion plus importante de pores de taille intermédiaire. Les deux courbes tendent cependant à se

rejoindre pour les diamètres les plus élevés, suggérant que les tailles maximales de pores restent du même ordre de grandeur dans les deux états.

Afin de se focaliser sur les défauts les plus critiques on utilise la représentation $-\log(1 - CDF)$ en Figure 3.9, accompagnée d'un ajustement par loi de Pareto. L'état homogénéisé, comme décrit précédemment, semble globalement bien décrit par l'ajustement de Pareto ($p = 0,988$), malgré la présence de quelques valeurs extrêmes isolées qui s'écartent de la tendance générale. À l'inverse, l'état T6 complet présente un ajustement nettement moins satisfaisant ($p = 0,163$), suggérant une distribution des extrêmes plus irrégulière. Par ailleurs, les points expérimentaux associés à l'état T6 s'étendent vers des diamètres équivalents plus élevés que ceux de l'état homogénéisé, indiquant la présence de défauts de plus grande taille dans cet état.

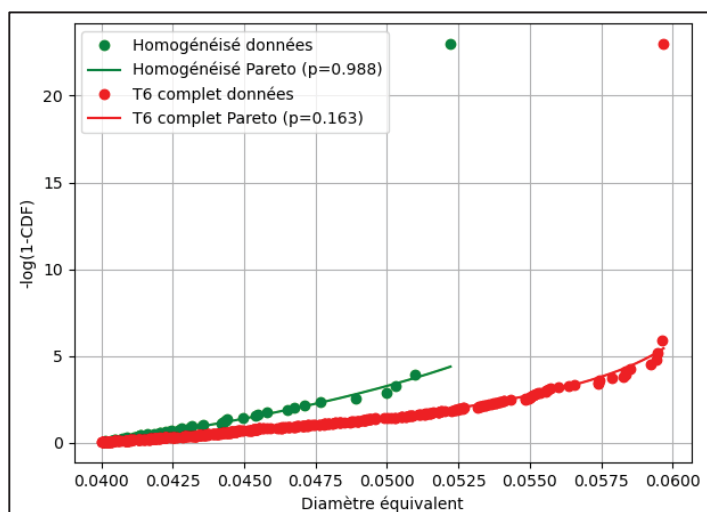


Figure 3.9 Représentation de la fonction $-\log(1 - CDF)$ des pores extrêmes (méthode POT) pour l'échantillon traité jusqu'à homogénéisation et celui traité T6 complet

La comparaison entre les deux échantillons distincts ne permet pas d'établir une correspondance directe en valeurs absolues en raison des différences de volumes analysés. La normalisation permet néanmoins de comparer les tendances globales, qui apparaissent globalement cohérentes, bien que la distribution des extrêmes soit plus dispersée pour l'état T6. Cette dispersion, associée à la présence de valeurs extrêmes isolées et aux incertitudes liées

à la segmentation sous Dragonfly, limite toutefois la robustesse des conclusions sur l'effet du traitement.

Afin d'affiner l'analyse, une étude complémentaire basée sur le rapport d'aspect (*aspect ratio*) des pores est menée sur l'échantillon scanné tel que projeté puis scanné de nouveau après homogénéisation. Cette approche permet d'évaluer la morphologie, et d'identifier d'éventuelles différences de forme entre les états.

3.3.4 Morphologie des pores

Comme défini dans le CHAPITRE II, les 100 défauts présentant les plus grands diamètres équivalents sont extraits pour chaque distribution et représentés sur la Figure 3.10, afin de se focaliser sur les porosités les plus volumineuses. L'analyse est restreinte à ces populations de défauts, considérées indépendamment pour chaque scan et pour chaque état de traitement. L'aspect des pores est globalement allongé, avec des valeurs d'aspect ratio supérieures ou égales à 1, conformément à la définition géométrique de cet indicateur. La dispersion des tailles est mise en évidence par l'étalement des valeurs des diamètres équivalents, traduisant une variabilité notable au sein des défauts les plus volumineux.

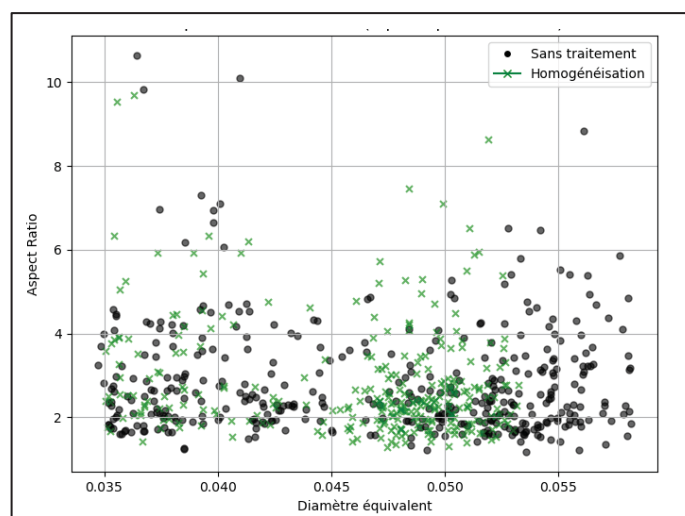


Figure 3.10 Valeurs d'aspect ratio des 100 plus grands pores selon leur diamètre équivalent

Une dispersion importante des points est observée pour les deux états considérés, traduisant une variabilité élevée des caractéristiques morphologiques au sein des populations étudiées. Les distributions des diamètres équivalents et des descripteurs géométriques présentent un étalement similaire dans les deux cas, avec un recouvrement partiel des plages de valeurs. Aucune évolution nette de la structuration statistique des 100 plus grands défauts n'est mise en évidence entre les deux états analysés.

Il est important de préciser que les 100 défauts extraits proviennent de segmentations réalisées indépendamment sur chaque scan. Il ne s'agit donc pas d'un suivi individuel des mêmes pores entre les états, mais d'une comparaison statistique de populations distinctes. Aucune correspondance directe entre défauts individuels ne peut ainsi être établie.

Les analyses de tomographie montrent des différences globales dans les distributions de pores selon les traitements thermiques, en particulier sur l'ensemble des populations de défauts et non uniquement sur les plus volumineux. Ces variations traduisent une modification de la structuration globale des pores en fonction de l'état de traitement.

La section suivante s'attache à analyser l'influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques des dépôts.

3.4 Propriétés mécaniques

Après avoir établi l'état de restauration cristalline et l'intégrité physique des dépôts, cette section documente l'évolution de leurs propriétés mécaniques locales. La dureté a été utilisée comme indicateur principal pour suivre la réponse de l'alliage d'Al6061 aux différents cycles thermiques imposés.

3.4.1 Dureté

Les mesures de dureté réalisées sur les sections transversales des dépôts mettent en évidence un comportement fortement dépendant du couple température–temps. On retrouve pour les

états sans traitement et T6, des valeurs concordants avec celles de la littérature sur la Figure 3.11.

Dès le traitement de 200 °C pendant 1 h, la dureté augmente légèrement par rapport à l'état non traité ce qui pourrait refléter un début de précipitation des phases β favorisant un renforcement local de la matrice. En revanche, à 300 °C pendant 1 h, on observe un adoucissement de la dureté qui peut être interprété comme un signe de restauration où la recombinaison des dislocations et la réorganisation partielle de la microstructure réduisent localement la résistance du dépôt. Ces tendances montrent que la microstructure évolue simultanément sous l'effet de la précipitation durcissante et des mécanismes de restauration. Cette diminution de la dureté est cohérente avec la réduction de la densité de dislocations mise en évidence par les analyses XRD sur la Figure 3.1.

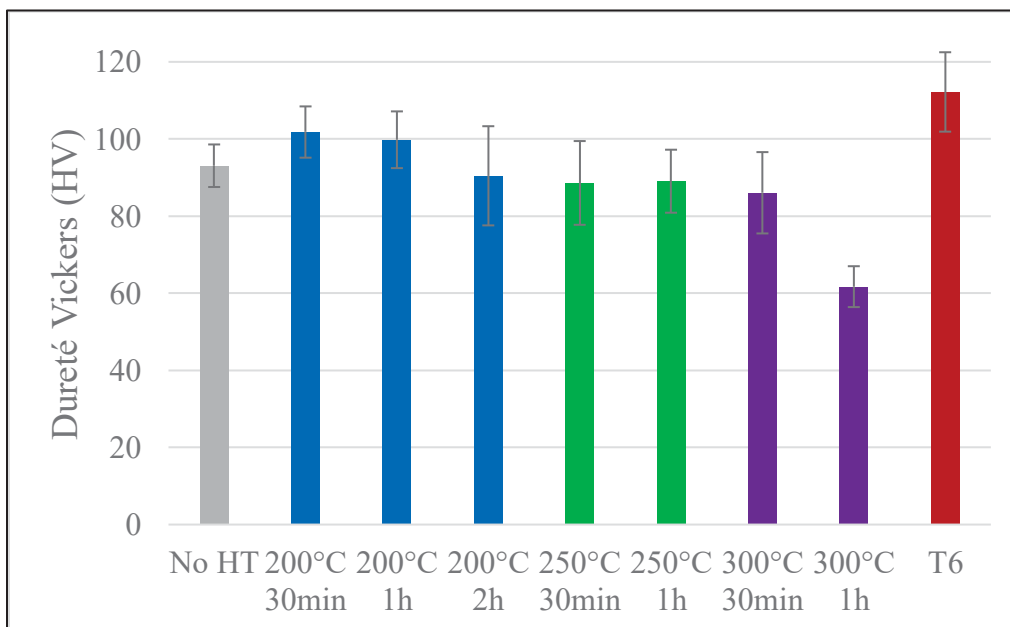


Figure 3.11 Évolution de la dureté de Vickers pour une charge de 100gf

Un aspect marquant des résultats de dureté réside dans l'importance des écarts-types mesurés pour les états intermédiaires (200 °C, 250 °C et 300 °C). La dispersion élevée des valeurs de dureté reflète l'hétérogénéité microstructurale intrinsèque des dépôts projetés à froid. La

restauration ne s'opère pas de manière uniforme dans l'ensemble du revêtement mais dépendamment de l'historique de déformation des particules, de la qualité des liaisons interparticulaires ou de la présence locale de porosités.

En revanche, le traitement thermique complet T6, conduit à un état de dureté plus homogène et stabilisé. Cet état présente généralement des valeurs de dureté supérieures à celles obtenues après des traitements de restauration simples comme mentionnés dans lors de la revue de littérature, en raison d'une précipitation contrôlée des phases durcissantes. Afin de compléter l'analyse de la dureté et de quantifier l'intégrité mécanique globale des dépôts, des essais de micro-traction ont ensuite été réalisés. Ces essais permettent d'évaluer la capacité du revêtement à transférer les charges mécaniques et d'analyser l'influence conjointe des mécanismes de restauration et de précipitation sur la limite élastique et la ductilité.

3.4.2 Micro traction

Comme expliqué au CHAPITRE 2, la méthodologie consiste à suivre par DIC le champ de déformation représentant la moyenne spatiale sur la zone définie (masque) positionnée sur les éprouvettes conçues pour les tests.

3.4.2.1 Analyse des champs de déformation – Étude des masques

Plusieurs masques ont été définis au sein du revêtement, comme présenté sur la Figure 2.3 ainsi qu'en ANNEXE II pour les autres conditions de traitement thermique. L'objectif est d'évaluer la variabilité spatiale de la déformation mesurée par DIC au sein d'un même échantillon. La Figure 3.12 montre les cartes de déformation obtenues à différents instants du test pour l'échantillon sans traitement thermique. Il est intéressant de noter les différences obtenues dans un premier temps en comparant les différentes positions des masques. Si on se place à l'apparition de la première fissure, on observe des cartes différentes, donc à priori la répartition des déformations est assez hétérogène dans le dépôt.

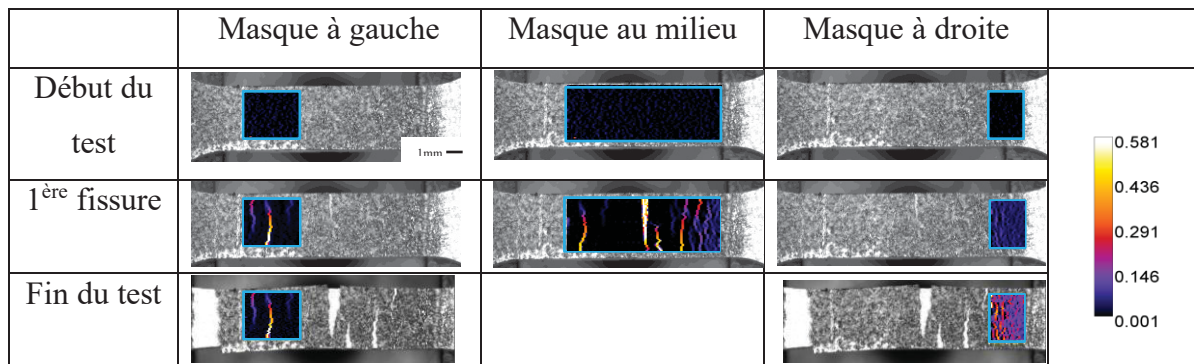


Figure 3.12 Cartes de champs de déformations longitudinales observées pour l'échantillon sans traitement thermique appliqué selon les différents masques

La Figure 3.13 présente les courbes contrainte–déformation obtenues pour les trois masques positionnés respectivement à gauche, au centre et à droite de la zone utile, pour l'échantillon sans traitement thermique. On remarque les écarts entre les courbes selon la position du masque. Pour un même niveau de contrainte, les déformations mesurées peuvent différer de manière notable, ce qui indique que la déformation dans le revêtement ne s'effectue pas de manière homogène à l'échelle de l'éprouvette. De plus, la courbe de contrainte/déformation associée au masque à gauche présente des déformations qui diminuent à partir du moment où le revêtement se fissure ce qui s'explique par le décollement du revêtement et donc le fait que cette zone du masque cesse de porter la charge.

Il est important de préciser que la contrainte correspond à la contrainte macroscopique appliquée à l'ensemble du système revêtement + substrat. Elle ne représente donc pas une contrainte intrinsèque du revêtement seul, mais une contrainte globale basée sur la section totale de l'éprouvette. La déformation analysée correspond en revanche à la déformation locale de la surface du revêtement. Par ailleurs, l'apparition des fissures s'accompagne d'une redistribution des champs de déformation : certaines zones cessent de porter la charge tandis que d'autres deviennent plus sollicitées. Le masque situé à droite présente notamment une dispersion plus importante des déformations, suggérant une réponse plus localisée ou plus progressive dans cette zone.

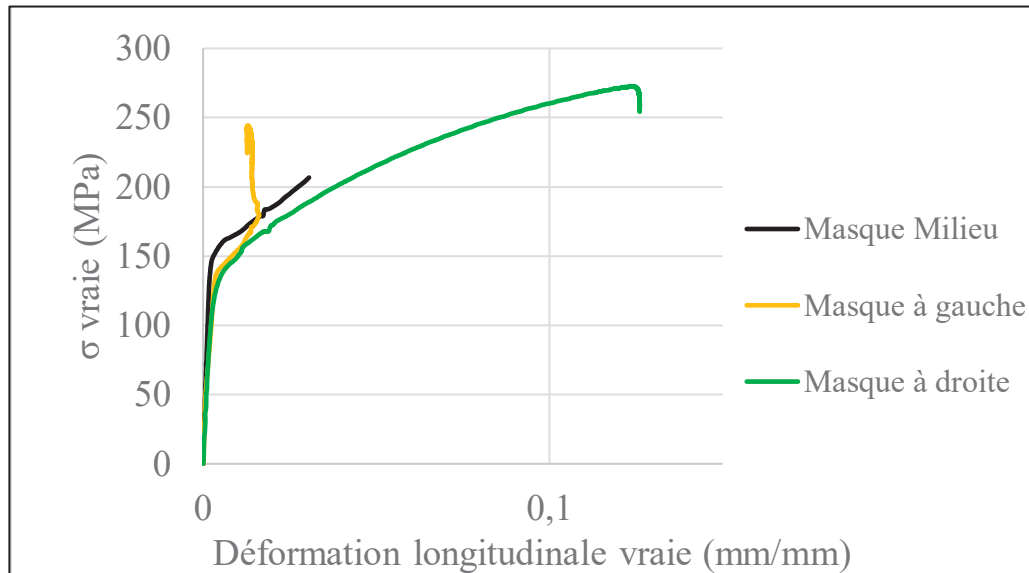


Figure 3.13 Courbes de contrainte/déformation de l'échantillon sans traitement thermique appliqué pour les différents masques

Si cette analyse met en évidence une hétérogénéité à l'échelle de l'éprouvette, il est également pertinent d'examiner la répartition de la déformation à une échelle plus locale. Pour cela, les champs de déformation ϵ_{xx} ont été analysés à l'intérieur d'un même masque afin d'évaluer l'homogénéité d'une zone jusqu'ici décrite par une valeur moyenne.

La Figure 3.14 présente les champs de déformation ϵ_{xx} dans un masque central ainsi que la position des sous-masques, à l'apparition de la première fissure. L'analyse est volontairement limitée à cet instant afin de se concentrer sur les mécanismes précédant l'endommagement macroscopique.

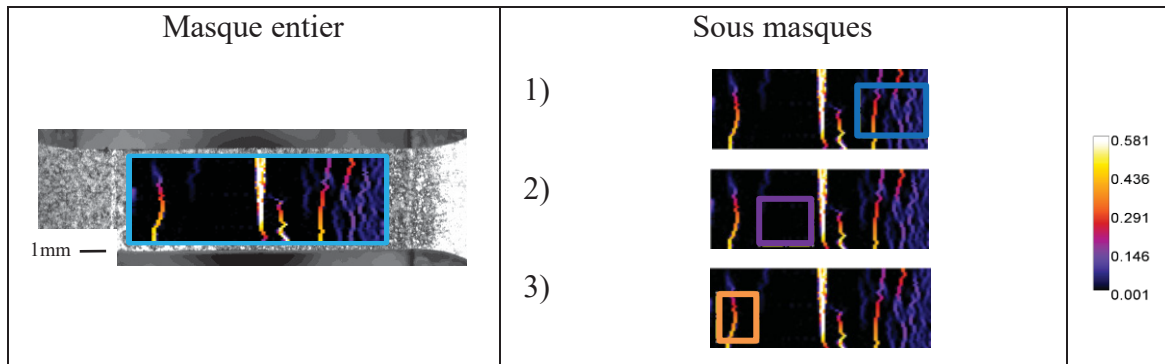


Figure 3.14 Cartes de champs de déformations longitudinales observées à l'apparition de la 1^{ère} fissure pour l'échantillon sans traitement thermique appliqué selon les différents masques

La Figure 3.15 présente la comparaison des courbes contrainte–déformation obtenues à partir des sous-masques définis à l'intérieur du masque central précédemment étudié. On observe que, malgré leur appartenance à une même région, les courbes présentent des écarts notables, en particulier lorsque la contrainte augmente. Ces différences peuvent refléter une hétérogénéité locale de la réponse mécanique du revêtement, même au sein du masque central.

Par ailleurs, le sous-masque 2 présente des valeurs de déformation négatives au cours de l'essai. Ce comportement est probablement lié à des limitations de la mesure par corrélation d'images numériques (DIC), telles que des déplacements hors du plan ou un début de décohésion locale perturbant le suivi des motifs. Cette observation souligne que les écarts observés peuvent résulter à la fois de l'hétérogénéité du matériau et des limites de la technique de caractérisation dans les zones endommagées.

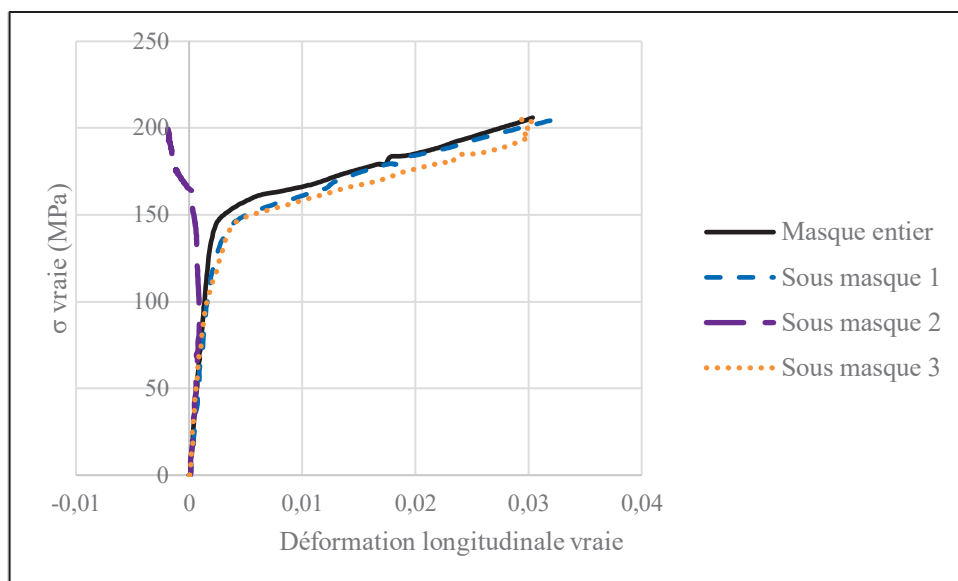


Figure 3.15 Courbes de contrainte/déformation de l'échantillon sans traitement thermique appliqué pour les différents sous masques

Ainsi, même à l'intérieur d'une zone d'intérêt restreinte et a priori homogène, la déformation ne se répartit pas uniformément mais présente une tendance à la localisation progressive au cours de l'essai. Cette évolution met en évidence une hétérogénéité locale de la réponse mécanique dans la zone analysée.

Pour les autres conditions de traitement détaillées en ANNEXE II, le traitement des cartes de déformation devient difficile à interpréter après l'apparition de la première fissure, en raison de la perturbation du suivi par corrélation d'images numériques. Cette évolution est probablement liée à l'endommagement local du revêtement, pouvant inclure un début de décollement, qui modifie les conditions de chargement et la continuité de la mesure. Dans ce contexte, une partie de la charge peut être progressivement reprise par le substrat, ce qui influence la répartition des déformations mesurées. Cette évolution met en évidence le rôle des hétérogénéités microstructurales dans l'initiation de la rupture. Ainsi, les différentes conditions de traitement présentent une réponse mécanique dépendant de la zone analysée. Cette variabilité traduit une hétérogénéité locale de la microstructure, conduisant à une localisation précoce de la déformation et limitant la redistribution plastique avant rupture.

3.4.2.2 Apparition des fissures et analyse des faciès

Les observations précédentes sur les champs de déformation ont montré que la déformation se localise précocement dans certaines zones du dépôt, révélant une microstructure hétérogène et une redistribution limitée de la plasticité. Afin de mieux comprendre les mécanismes responsables de cette rupture, les faciès de fissures des revêtements ont été analysés pour différentes conditions de traitement. Pour ces observations des fissures, les éprouvettes qui n'avaient pas été rompues entièrement ont été coupées le plus finement possible au niveau des fissures comme présenté en Figure 3.16 en bleu, sans endommager celles-ci afin de pouvoir observer les faciès microscopiques. En se référant à la littérature, le but est ici d'examiner les profils en fonction de différentes conditions de traitements et suivre leurs évolutions.

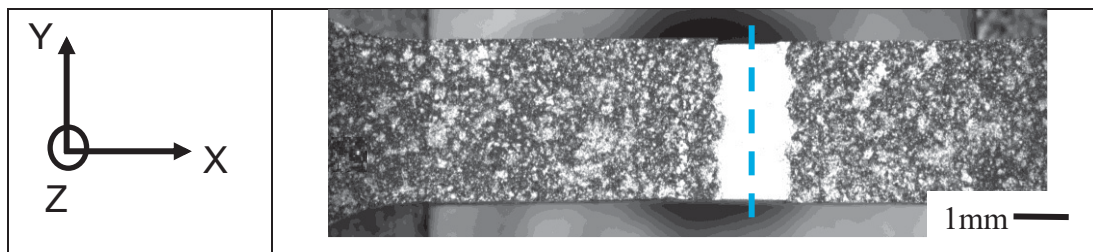


Figure 3.16 Coupe des échantillons de traction selon l'axe Y pour observation des fissures

On peut ainsi observer les côtés de la fissure comme sur la Figure 3.17 avec le dépôt projeté au-dessus du substrat. L'observation des faciès vise aussi à identifier la présence éventuelle de délamination à l'interface entre le dépôt et le substrat.

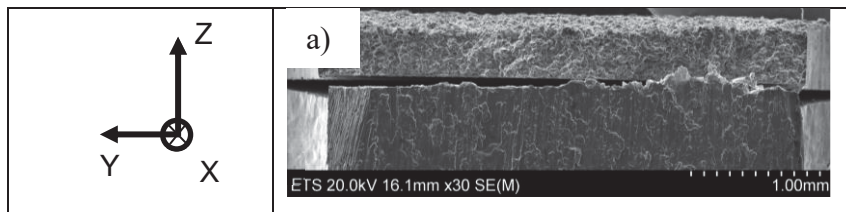


Figure 3.17 Faciès de fissuration dans les dépôts projetés à froid selon la condition tel que projeté sans traitement

Dans l'état sans traitement tel que déposé a) de la Figure 3.18, on observe les grains sans présence de clivage sur la surface rompue. Ce comportement correspond plutôt à une rupture fragile par décohésion. Les particules ne sont pas suffisamment liées entre elles pour permettre une déformation plastique avant la rupture. Les grains restent bien visibles et il n'y a pas de formation de micro vides, traduisant une faible absorption d'énergie lors de la propagation de la fissure. Celle-ci se propage rapidement et de manière instable. On peut également observer des fissures secondaires, certaines sont retracées selon les lignes en bleu sur la figure, qui se développent majoritairement le long des interfaces interparticulaires, confirmant que ces zones constituent des chemins préférentiels de fissuration.

En ce qui concerne les échantillons traités à 200°C pendant 1h b), 250°C 1h c) et 300 °C pendant 30 min d), le comportement est similaire à celui de l'échantillon non traité : la rupture reste fragile et dominée par un mécanisme de décohésion. Le traitement thermique intermédiaire ne modifie pas significativement la cohésion interparticulaire ni la capacité de dissipation d'énergie du dépôt. Pour l'échantillon traité à 300°C pendant 1h e) et T6 f), le mode de rupture est mixte : on observe à la fois des zones de décohésion interparticulaire et l'apparition de micro-vides (entourés en orange sur la figure), caractéristiques d'une rupture ductile.

Cette évolution indique que le traitement T6 a modifié la microstructure, possiblement en améliorant la cohésion interparticulaire ou en provoquant un certain vieillissement des précipités. La plasticité locale développée au voisinage de la fissure pourrait ainsi absorber de l'énergie et ralentir sa propagation, expliquant la coexistence des deux modes de rupture. Dans certaines régions, des dimples apparaissent à l'intérieur des grains/particules, traduisant un comportement partiellement ductile intra-grain.

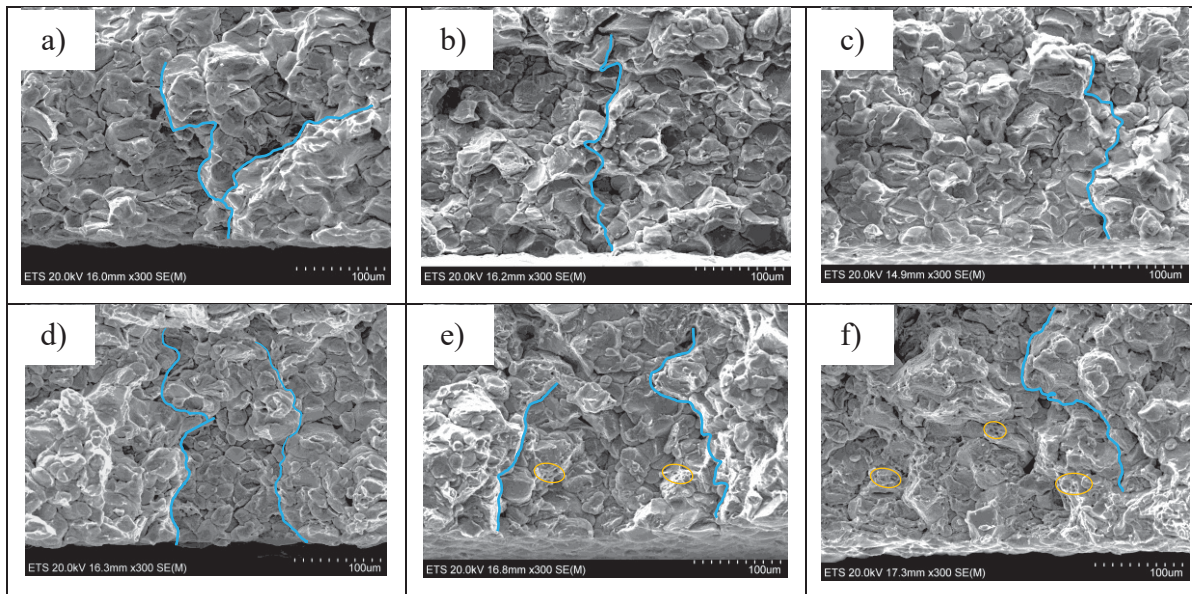


Figure 3.18 Faciès de fissuration dans les dépôts : a) état sans traitement, b) traitement à 200 °C pendant 1h, c) 250°C 1h, d) 300°C 30 min, e) 300°C 1h et f) traitement T6

Une attention particulière a également été portée à l'interface revêtement/substrat afin de caractériser le mode de délamination. L'objectif était de déterminer si la rupture se produisait strictement à l'interface ou si elle impliquait localement l'un des deux matériaux. Ainsi, la présence éventuelle de fragments de substrat restant attachés au revêtement, ou inversement de particules du revêtement demeurant accrochées au substrat, permet d'identifier si la rupture est purement interfaciale ou partiellement cohésive. Pour ce faire, les éprouvettes de micro-traction correspondants aux conditions sans traitement thermique appliqué et T6 ont été étudiées. Lors de l'essai mécanique, le dépôt s'est entièrement détaché du substrat pour l'échantillon sans traitement, comme présenté sur la Figure 3.19, en raison des nombreuses fissures apparues au cours du chargement. Il a ainsi été possible d'observer directement les deux surfaces initialement en contact à l'interface, du côté substrat comme du côté revêtement. La face du dépôt projeté à froid observée sur la figure est celle qui était en contact avec le substrat avant séparation. Pour l'échantillon T6, une partie de l'éprouvette avec début de délamination a été découpée afin de pouvoir observer le revêtement et le substrat.

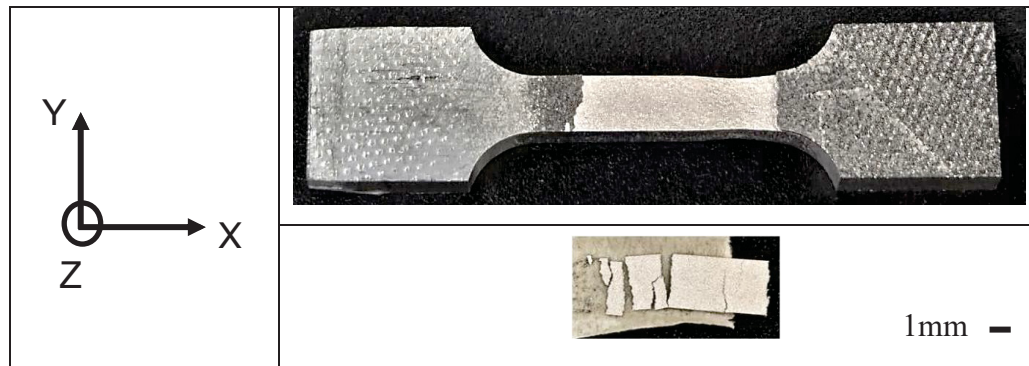


Figure 3.19 Éprouvette de micro-traction sans traitement thermique appliqué avec dépôt projeté à froid séparé du substrat

Les observations des surfaces après délamination mettent en évidence l’empreinte des particules du revêtement sur le substrat, probablement formée lors de l’impact des particules au cours du procédé de projection à froid. On observe que la séparation s’effectue majoritairement à l’interface dépôt/substrat sur la Figure 3.20 que ce soit pour l’échantillon sans traitement thermique appliqué ou celui après un traitement T6 complet. Très peu de particules du revêtement restent accrochées au substrat après rupture (seulement quelques-unes de manière ponctuelle) ce qui suggère que la rupture ne mobilise que faiblement la cohésion interne du dépôt à proximité de l’interface.

Les observations après délamination montrent que pour l’état sans traitement thermique comme pour l’état T6, la rupture se produit majoritairement à l’interface entre le dépôt et le substrat. Très peu de particules du revêtement restent accrochées au substrat après rupture, ce qui indique que l’adhésion interfaciale constitue le point faible du système. Cette observation est cohérente avec le modèle énergétique de la fissuration à l’interface (Figure 1.16), qui compare l’énergie de déformation disponible à la pointe de fissure (notée G), à l’énergie d’adhésion de l’interface (W_c). Lorsque $G \geq W_c$, la fissure suit un chemin énergétiquement plus favorable le long de l’interface, ce qui entraîne une délamination. Ainsi, lors des essais de traction, la résistance mesurée semble principalement limitée par la qualité de l’interface dépôt/substrat plutôt que par la cohésion interne du revêtement.

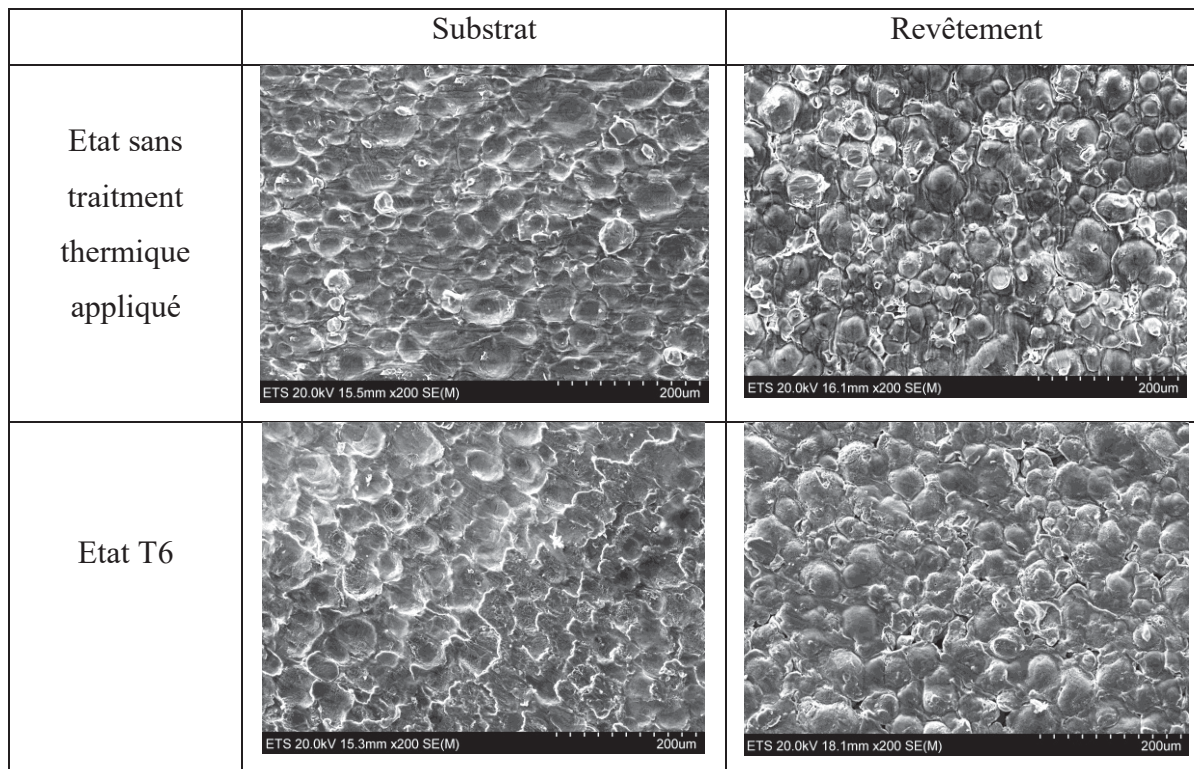


Figure 3.20 Observation de l'interface après délamination pour l'état sans traitement thermique et T6

Afin d'établir un lien entre les mécanismes de fissuration observés et la réponse mécanique du revêtement, les courbes contrainte-déformation ont été comparées pour les différentes conditions de traitement thermique, en se limitant à l'apparition de la première fissure. Cette approche permet de se concentrer sur le comportement initial du système revêtement-substrat.

3.4.2.3 Comparaison des courbes contrainte-déformation

Les comparaisons entre les courbes contrainte-déformation doivent être interprétées de manière qualitative, en raison du nombre limité d'essais réalisés pour chaque condition ainsi que des incertitudes associées aux mesures de déformation du revêtement. Le processus de méthodologie est détaillé au CHAPITRE II. La Figure 3.21 présente les courbes contrainte-déformation obtenues pour les différentes conditions de traitement thermique, ainsi que pour le substrat T4, en se limitant à la phase précédant l'apparition de la première fissure.

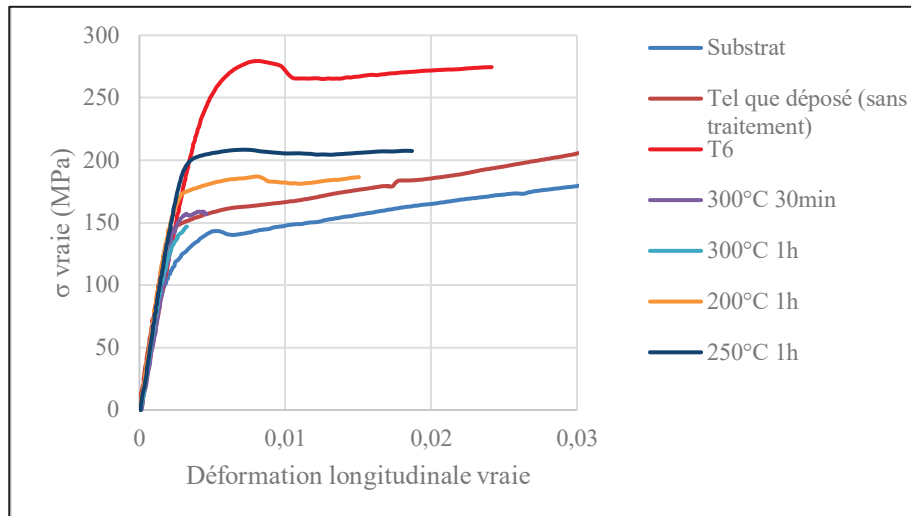


Figure 3.21 Courbes de contrainte/déformation des différentes éprouvettes traitées thermiquement

L'ensemble des courbes présente une pente initiale similaire correspondant au comportement élastique globalement comparable entre les différentes conditions. Des différences entre les courbes apparaissent dès l'entrée dans le domaine plastique.

La courbe du substrat T4 a été tracée afin de comparer le comportement du substrat seul et celui d'un échantillon revêtu. Le substrat présente une limite d'élasticité relativement faible ($R_e = 120,8$ MPa). En comparaison, l'échantillon avec revêtement sans traitement thermique atteint une limite d'élasticité plus élevée ($R_e = 144,7$ MPa), indiquant une transition plus tardive vers le régime plastique. En revanche, la résistance maximale est plus élevée pour le substrat ($R_m = 272,4$ MPa) que pour l'échantillon revêtu ($R_m = 206,7$ MPa). Par ailleurs, les deux courbes associées à l'état sans traitement thermique montrent une déformation plastique limitée avant fissuration, traduisant un comportement globalement peu ductile.

Les traitements thermiques à 200 °C et 250 °C pendant 1 h montrent des limites d'élasticité légèrement plus élevées que l'état sans traitement, avec respectivement $R_e = 175,5$ MPa pour 200 °C, puis $R_e = 205,6$ MPa pour 250 °C, sans modification notable de la déformation à la première fissure. Le traitement à 300 °C pendant 30 minutes présente un comportement

du même ordre de grandeur ($R_e = 152$ MPa). En revanche, l'échantillon traité à 300 °C pendant 1 h atteint une contrainte maximale plus faible, ainsi qu'une limite d'élasticité réduite ($R_e = 128,3$ MPa), suggérant une diminution de la résistance mécanique.

Le domaine plastique, identifié à partir de l'inflexion des courbes contrainte-déformation, reste globalement limité pour l'ensemble des conditions de traitement. Il apparaît toutefois légèrement plus développé pour les traitements à 200 °C et 250 °C pendant 1 h.

La résistance mécanique semble globalement être légèrement améliorée pour les traitements à 200 °C et 250 °C, suggérant un possible effet de durcissement. À l'inverse, le traitement à 300 °C pendant 1 h tendrait plutôt à indiquer une diminution de la résistance, possiblement liée à une évolution de la microstructure. Ces observations sur les résistances mécaniques restent cohérentes avec les résultats de dureté présentés en Figure 3.11 qui montrent une augmentation de la dureté pour les traitements à 200 °C, suivie d'une diminution pour les traitements à 300 °C.

L'état T6 se distingue nettement des autres conditions. Il présente les niveaux de contrainte les plus élevés ainsi qu'une capacité de déformation supérieure. Après une montée rapide de la contrainte, la courbe atteint un maximum puis se stabilise, traduisant une capacité accrue à accommoder la déformation plastique avant fissuration. À titre indicatif, la contrainte maximale passe d'environ 200 MPa pour l'état sans traitement à près de 280 MPa pour l'état T6. Ce traitement améliore la cohésion interparticulaire et conduit à une rupture plus ductile, mise en évidence par la présence de microcavités et de dimples sur les faciès de rupture.

Ainsi, ces résultats donnent une première idée de l'influence des traitements thermiques sur la réponse mécanique du revêtement. Le dépôt sans traitement présente une limite d'élasticité élevée, caractéristique des revêtements cold spray écrouis, mais la présence d'interfaces interparticulaires, en particulier au niveau des zones de liaison incomplète entre particules, favorise l'amorçage et la propagation des fissures, ce qui limite la ductilité du revêtement. Les traitements à 200 °C et 250 °C renforcent encore le matériau en augmentant la limite d'élasticité, probablement par stabilisation des dislocations et formation de précipités fins,

mais la ductilité reste limitée. Ce qui pourrait indiquer que le renforcement domine sur la restauration microstructurale. À 300 °C, la limite d'élasticité diminue légèrement, ce qui pourrait être lié à une restauration partielle des dislocations et à une diminution de l'état fortement écroui du dépôt.

Dans l'ensemble, ces résultats mettent en évidence l'influence importante des traitements thermiques sur le compromis entre résistance et ductilité du revêtement. Les tendances observées sont cohérentes avec l'évolution de la dureté ainsi qu'avec l'analyse des faciès de rupture.

3.5 Corrélation microstructure – propriétés mécaniques

3.5.1 Évolution microstructurale : de l'état écroui vers la restauration

Les résultats présentés dans ce chapitre permettent de mettre en relation l'évolution microstructurale des dépôts d'Al6061 avec leurs propriétés mécaniques. L'objectif de cette discussion est de comprendre comment les modifications induites par les traitements thermiques – à l'échelle cristalline, microstructurale et géométrique – influencent la réponse mécanique du revêtement.

L'état sans traitement thermique présente une FWHM élevée, caractéristique d'une forte densité de dislocations induite par la projection à froid. Les observations microscopiques confirment cette interprétation : la microstructure est fortement déformée, les particules restent bien individualisées et les sous-structures internes sont très fines. Cet état écroui explique les valeurs de dureté relativement élevées mesurées. Lorsque la température de traitement augmente, la FWHM diminue progressivement. Cette évolution traduit un relâchement des contraintes internes et une réduction de la densité de dislocations. Les images microscopiques montrent cependant que, pour les traitements intermédiaires (200–300 °C), la microstructure reste globalement déformée. Les anciennes limites interparticulaires sont encore visibles et la recristallisation n'est pas complète même si le FWHM baisse fortement.

Pour les mesures de dureté à 200 °C pendant 1 heure, une légère augmentation est observée. Cela suggère que la précipitation des phases durcissantes compense la diminution de dislocations. En revanche, à 300 °C pendant 1 heure, la dureté diminue, en cohérence avec la baisse plus marquée de la FWHM. À cette température, la restauration semble dominer le comportement mécanique. Ainsi, les résultats XRD, microscopiques et de dureté convergent vers une même interprétation : les traitements intermédiaires placent le matériau dans un régime transitoire où la restauration progresse sans recristallisation complète, tandis que la précipitation peut localement renforcer la matrice.

L'état T6 constitue un cas particulier : la FWHM est fortement réduite et la microstructure devient équiaxe et homogène. La recristallisation est quasi complète pourtant, la dureté est élevée et plus homogène que pour les états intermédiaires. Cette observation suggère que, malgré la disparition de l'écrouissage initial, le maintien d'une dureté élevée est principalement lié au durcissement par précipitation contrôlée, comme expliqué dans le CHAPITRE 1.

3.5.2 Hétérogénéité microstructurale et dispersion mécanique

Les états thermiques intermédiaires présentent des écarts-types importants en dureté, traduisant une variabilité locale des propriétés mécaniques. Cette dispersion est cohérente avec les observations microscopiques, qui mettent en évidence une microstructure non uniforme, certaines zones apparaissant plus restaurées que d'autres. Cette hétérogénéité est probablement héritée de la déformation initiale des particules lors de la projection à froid, qui n'est pas homogène à l'échelle du dépôt.

Les essais de micro-traction confirment directement cette non-uniformité. Les champs de déformation obtenus par DIC montrent une forte dépendance à la zone analysée : certaines régions concentrent rapidement la déformation, tandis que d'autres restent moins sollicitées. Cette variabilité est observée à la fois entre différents masques et à l'intérieur d'un même masque, ce qui indique que l'hétérogénéité persiste à plusieurs échelles.

La comparaison des courbes contrainte-déformation renforce cette observation. Les écarts entre courbes issues de différentes zones d'un même échantillon traduisent des différences locales de comportement mécanique, en particulier à l'approche de l'endommagement. De plus, l'apparition de déformations localement négatives dans certains sous-masques suggère l'existence de mécanismes complexes, tels que des débuts de décollement ou des déplacements hors plan, révélant des zones mécaniquement instables.

Ainsi, le dépôt ne peut pas être considéré comme un matériau homogène continu. Il se comporte plutôt comme un assemblage de zones présentant des résistances locales variables, gouvernées par la microstructure et la distribution des défauts. La restauration partielle induite par les traitements thermiques intermédiaires ne suffit pas à homogénéiser cette réponse mécanique, ce qui explique la persistance d'une localisation précoce de la déformation et d'une dispersion des propriétés.

3.5.3 Rôle déterminant des défauts géométriques

L'analyse tomographique apporte un élément clé. Dans un premier temps, l'étude de l'influence des paramètres de segmentation a montré que le choix du seuil constitue le facteur le plus déterminant, tandis que les opérations booléennes ont un effet plus limité mais non négligeable, en particulier sur la caractérisation des défauts les plus volumineux. Ces résultats soulignent la nécessité de maîtriser ces paramètres afin de garantir la robustesse des comparaisons entre états.

La comparaison entre l'état tel que déposé et l'état homogénéisé, réalisée sur un même échantillon, met en évidence une évolution de la distribution des pores. L'analyse des extrêmes par la méthode POT indique une redistribution des défauts : bien que les plus grands pores soient observés dans l'état initial, l'état homogénéisé présente une distribution plus resserrée et statistiquement plus stable des pores de grande taille. La comparaison avec l'état T6 complet, réalisée sur un échantillon distinct, confirme que les traitements thermiques modifient significativement la distribution globale de la porosité. Si le traitement T6 semble conduire à

une proportion plus importante de petits pores, il s'accompagne également de la présence de défauts extrêmes plus importants et d'une distribution moins régulière des grandes tailles.

Enfin, l'analyse morphologique basée sur le rapport d'aspect met en évidence le caractère anisotrope des défauts, avec des valeurs systématiquement supérieures à 1. L'absence de similitude directe entre les distributions d'aspect ratio des états comparés souligne le caractère statistique de l'analyse et la difficulté de suivre individuellement les défauts entre deux états, en particulier en l'absence de recalage parfait des volumes analysés. Dans l'ensemble, ces résultats mettent en évidence une évolution complexe de la porosité sous l'effet des traitements thermiques, combinant redistribution des tailles de pores et modification potentielle de leur morphologie.

Ces défauts extrêmes peuvent être mécaniquement critiques. Ils concentrent les contraintes locales et constituent des sites privilégiés d'amorçage de fissures. Pour l'état sans traitement thermique et pour les traitements intermédiaires hormis 300 °C – 1h, la rupture est majoritairement fragile et interparticulaire. Les surfaces de rupture observées révèlent une séparation majoritairement localisée aux interfaces entre particules, ce qui confirme leur rôle de zones de faiblesse structurale. Même si la microstructure au sein des particules évolue (réduction de la densité de dislocations), les défauts géométriques hérités de la projection persistent. Ainsi, la porosité et la qualité des interfaces semblent contribuer aux mécanismes d'endommagement et par la qualité des interfaces. Dans l'état T6, l'apparition de micro-vides intra-grains suggère localement un mode de déformation plus ductile, sans toutefois observer de striction macroscopique. Toutefois, la rupture reste en grande partie interfaciale. L'amélioration de la microstructure cristalline ne supprime donc pas complètement l'influence des défauts géométriques.

3.5.4 Interface dépôt/substrat : maillon faible du système

Les observations après délamination montrent que la séparation se produit à l'interface dépôt/substrat, avec seulement quelques particules restant attachées au métal de base. Cela

suggère que la réponse en micro-traction est liée à la qualité des interfaces interparticulaires. Après apparition des fissures, la charge pourrait être progressivement transférée vers le substrat. Les courbes contrainte-déformation ne reflètent donc plus uniquement le comportement du revêtement. Ainsi, même si la microstructure interne est améliorée par traitement thermique, la performance globale reste limitée par l'interface et par la présence de défauts volumétriques.

En résumé, les résultats montrent que plusieurs mécanismes agissent simultanément :

- La restauration réduit la densité de dislocations (confirmée par la FWHM et l'adoucissement à haute température).
- La précipitation peut augmenter localement la résistance (hausse de dureté à 200 °C).
- La recristallisation homogénéise la microstructure (état T6).
- Les gros pores persistent et contrôlent l'amorçage des fissures.
- L'interface dépôt/substrat demeure un point critique de rupture.

Ainsi, malgré l'amélioration progressive de la microstructure interne avec les traitements thermiques, la réponse mécanique globale du dépôt reste dominée par les hétérogénéités héritées du procédé de projection et par la présence de défauts géométriques et interfaciaux.

Les analyses EBSD et l'approche cinétique développées dans le chapitre suivant permettront d'identifier plus précisément les régimes de restauration et de recristallisation et d'apporter une compréhension plus fine des transitions observées pour les traitements intermédiaires.

CHAPITRE 4

DISCUSSION DES MÉCANISMES THERMIQUES ET ÉVOLUTIONS

Ce chapitre présente les résultats d'EBSD ainsi qu'une analyse des mécanismes physiques contrôlant l'évolution des dépôts d'Al6061 sous l'effet de l'apport thermique. Il s'agit ici de documenter de la transition entre les phases de **restauration** et de **recristallisation**, et de pouvoir corréler l'évolution de la microstructure avec les propriétés mécaniques finales. L'objectif est de comprendre comment l'énergie thermique transforme une structure initialement écrouie par la projection à froid en un dépôt plus ductile mais ayant conservé certaines caractéristiques de la microstructure issue du CS sans atteindre un état recristallisé. Les cartographies EBSD ont été réalisées selon la méthodologie décrite au CHAPITRE II, avec un pas de mesure de 0,3 μm .

4.1 Influence des traitements thermiques sur la microstructure

L'analyse par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) permet de quantifier plus finement l'évolution de l'orientation cristalline, de la morphologie granulaire et de l'état de déformation des échantillons. Les cartes d'orientation (IPF) révèlent des états microstructuraux dont l'aspect évolue en fonction du traitement thermique appliqué. Quand la direction préférentielle pour tracer les cartes est la direction parallèle à la projection à froid, l'analyse ne montre pas de texture préférentielle et l'orientation des grains apparaît globalement aléatoire. Pour l'état sans traitement thermique, la Figure 4.1 a) montre une microstructure fortement déformée, avec des zones internes présentant une structure particulièrement fine. Toutefois, une caractérisation plus précise de ces sous-structures nécessiterait un pas de mesure EBSD plus fin. Comparé à cela, l'état T6 b) montre une structure clairement homogène et recristallisée avec des grains bien définis.

Entre 200 °C et 300 °C, la structure reste globalement fine, bien qu'un pas de 0,3 μm permette déjà de mieux distinguer la microstructure sur la Figure 4.2. Les états à 250 °C et 300 °C révèlent les premiers changements microstructuraux, avec l'apparition de structures en sous-

grains, malgré des évolutions encore peu visibles par observation directe. Afin d'évaluer plus précisément le réarrangement des dislocations et de suivre l'évolution de la taille des grains, l'analyse s'appuie sur les cartes de KAM ainsi que sur d'autres grandeurs microstructurales.

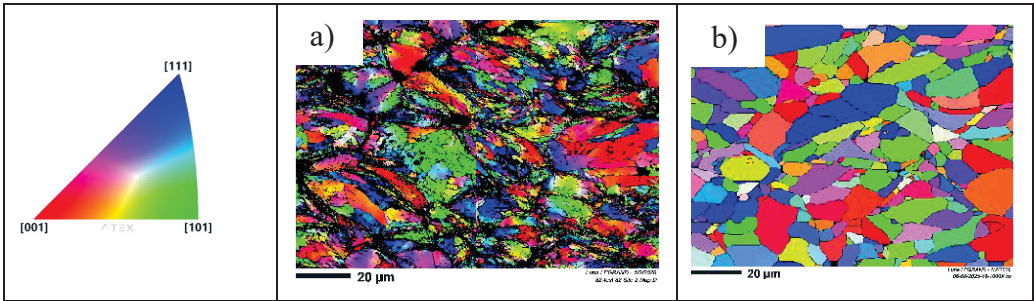


Figure 4.1 Figures de pôles inverses dans la direction de projection (Y) au CS du a) état sans traitement thermique, b) état T6 complet

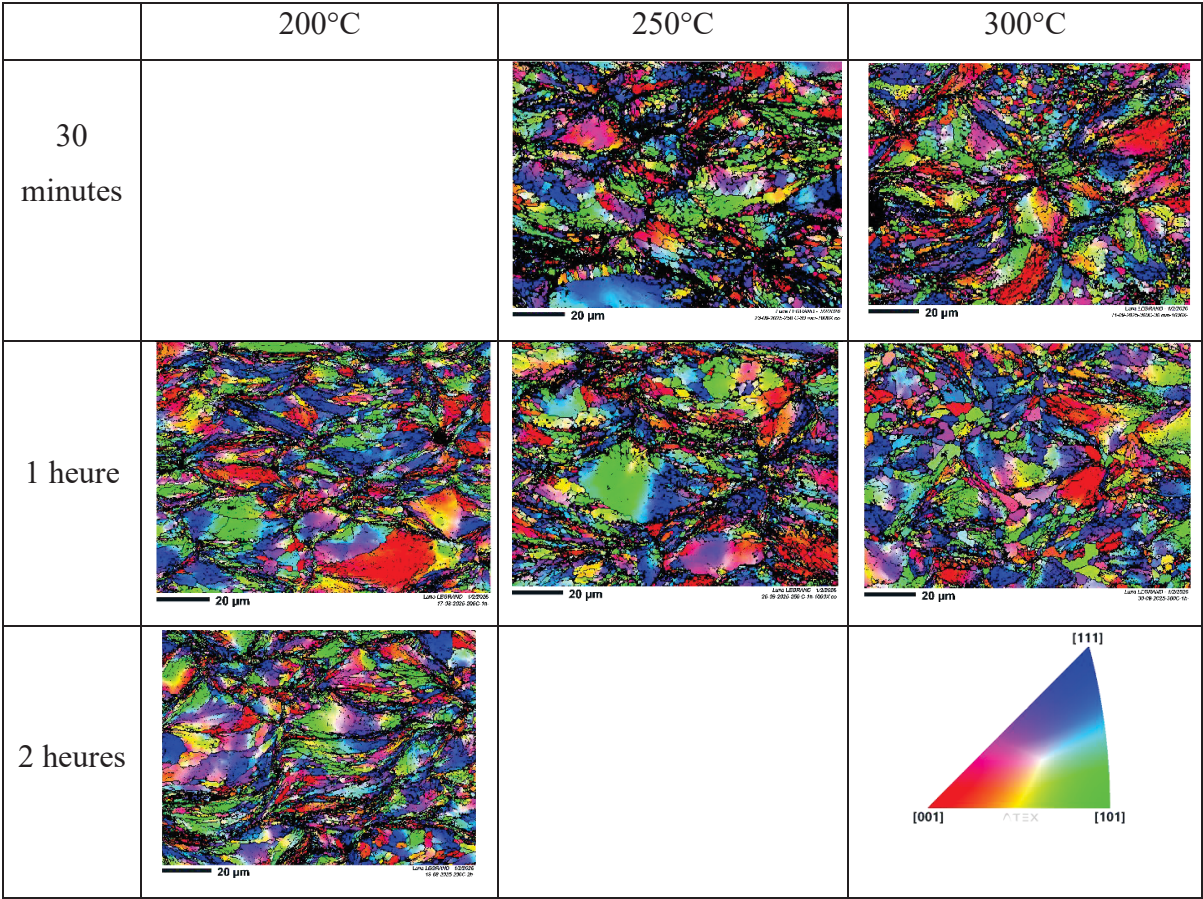


Figure 4.2 Figures de pôles inverses dans la direction de projection (Y) au CS des dépôts pour les différents traitements thermiques

Afin d'évaluer l'homogénéité microstructurale au sein d'un même échantillon traité, deux cartes EBSD par conditions acquises sur des zones distinctes ont été comparées. Cette analyse a porté sur les distributions de KAM ainsi que sur les distributions de taille de grains. La Figure 4.3 montre que les deux cartes présentent des différences notables, traduisant une hétérogénéité locale de la microstructure. Cette observation est confirmée par le test de Kolmogorov–Smirnov (KS), pour lequel les distances maximales entre distributions sont élevées, conduisant au rejet de l'hypothèse selon laquelle les distributions comparées seraient similaires.

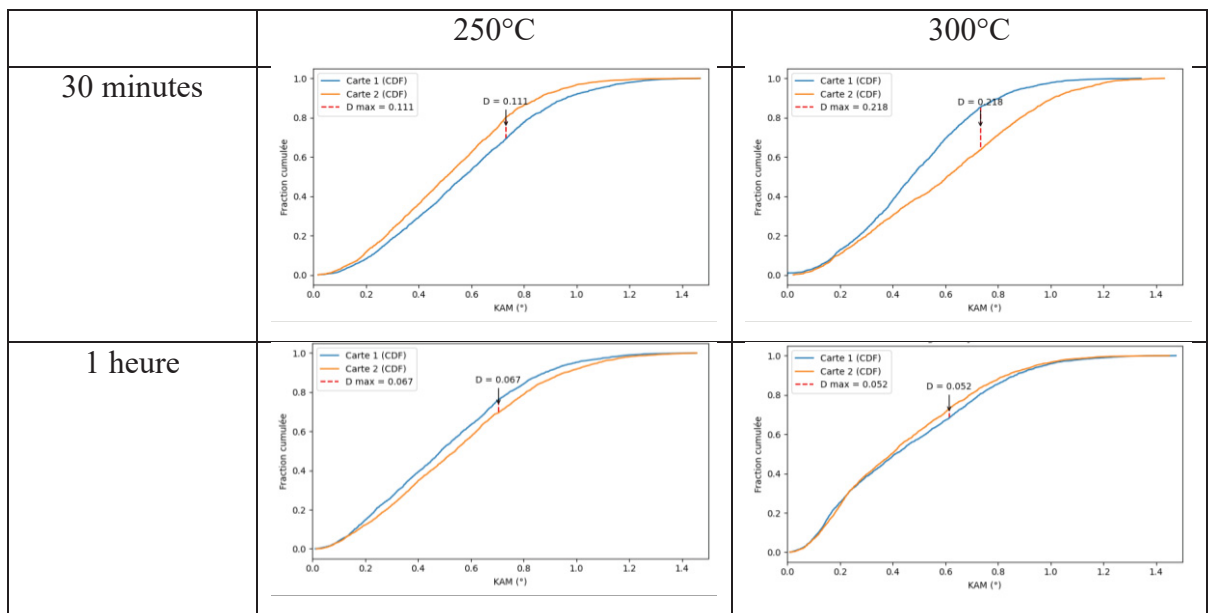


Figure 4.3 Test KS - comparaisons cumulatives des résultats de KAM pour différents états traités

Le test KS est sensible à la taille des populations analysées, ce qui peut influencer la perception des écarts entre distributions. Dans le cas de l'échantillon traité à 300 °C pendant 1 heure (Figure 4.3), la distance maximale entre les distributions de KAM reste relativement faible et les formes des courbes apparaissent proches, malgré le rejet du test KS. Cette situation traduit une différence statistiquement détectée mais dont l'ampleur reste modérée en termes de distribution. En revanche, les autres conditions présentent des écarts plus marqués entre les

deux zones analysées, confirmant une hétérogénéité microstructurale plus prononcée selon les traitements appliqués.

Tableau 4.1 Résultats des tests KS pour les distributions de KAM et de taille des grains

	P_Value du test KS		Validité du test	
	KAM	Taille de grains	KAM	Taille de grains
250°C 30 min	2,62 e-12	1,6 e-42	Test rejeté = différence significative	Test rejeté
250°C 1h	2,86 e-6	0,1755	Test rejeté	Test valide
300°C 30 min	1,47 e-42	8,46 e-52	Test rejeté	Test rejeté
300°C 1h	0,0025	0,0339	Test rejeté	Test rejeté

Les résultats du Tableau 4.1 montrent des p-values extrêmement faibles, notamment pour l'échantillon traité à 300 °C pendant 30 min ($p = 8,46 \times 10^{-52}$ pour la taille des grains). Une telle valeur indique que les distributions comparées sont statistiquement différentes, même si les écarts peuvent parfois paraître limités visuellement. Cette différence met en évidence une hétérogénéité significative entre les deux zones analysées pour cette condition. Des tendances similaires sont observées pour les autres traitements, avec des p-values systématiquement faibles, confirmant que les distributions de KAM et de taille de grains ne peuvent pas être considérées comme identiques entre zones au sein d'un même échantillon.

La cartographie du KAM sert d'indicateur des déformations plastiques locales en représentant l'écart moyen d'orientation entre un point et ses voisins immédiats, comme expliqué dans le chapitre précédent. Le KAM est généralement exprimé en degrés et des valeurs faibles (proches de 0–0,5°) correspondent à une microstructure peu déformée localement, tandis que des valeurs plus élevées (supérieures à ~1°) sont typiques d'une forte accumulation de déformations plastiques locales.

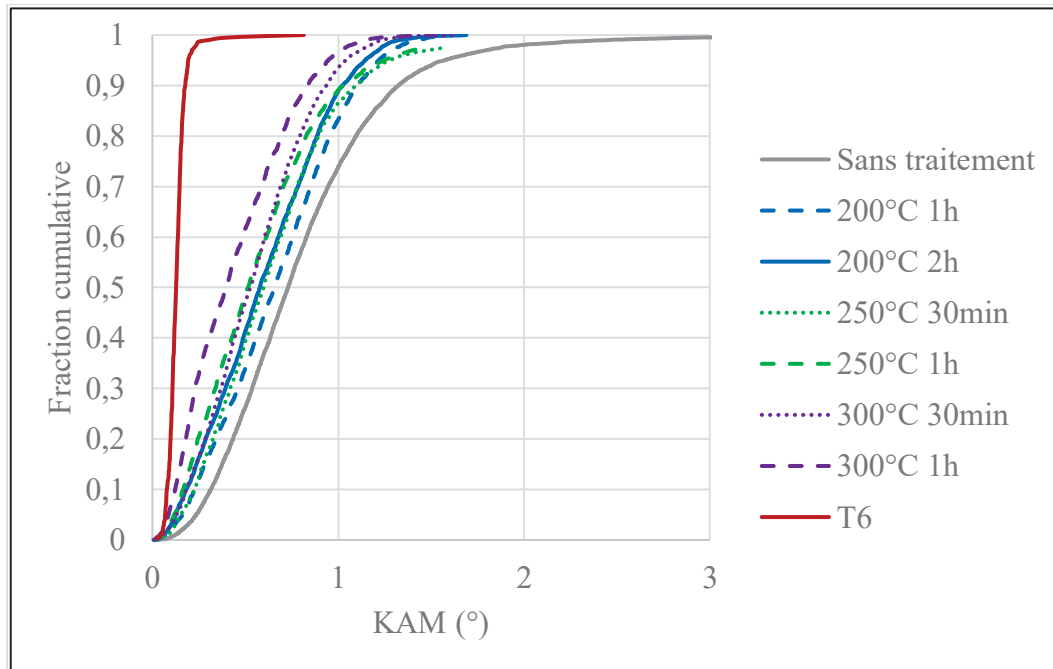


Figure 4.4 Courbes cumulatives des valeurs du KAM des différents états de dépôt

La courbe cumulative des valeurs de KAM pour l'état sans traitement thermique présente une distribution globalement décalée vers des valeurs plus élevées, traduisant une microstructure initialement plus fortement déformée. Cette condition est toutefois issue d'une acquisition EBSD réalisée dans un laboratoire différent et avec des paramètres d'acquisition distincts, ce qui ne permet pas une comparaison quantitative directe avec les autres états. Elle est donc utilisée uniquement comme référence qualitative pour illustrer l'état initial du matériau. La Figure 4.4 montre ensuite que l'ensemble des traitements thermiques étudiés tend à déplacer les distributions de KAM vers des valeurs plus faibles.

L'analyse de la Figure 4.5 montre une distribution différente des types de joints de grains selon les conditions de traitement. L'état sans traitement thermique présente une proportion importante de joints de faible désorientation (LAGBs). Après traitements thermiques intermédiaires, la répartition entre LAGBs et HAGBs évolue progressivement. Le traitement T6 se distingue par une proportion plus élevée de joints de forte désorientation (HAGBs) par rapport aux autres conditions, indiquant une modification de la structure des joints de grains.

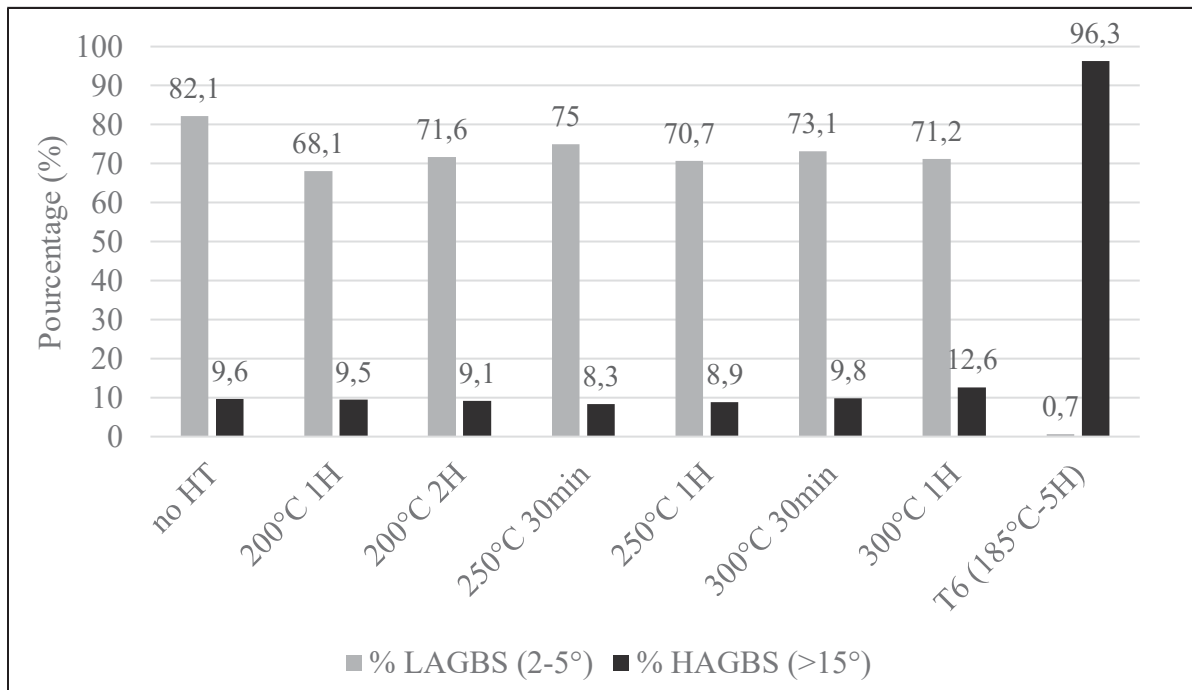


Figure 4.5 Évolution de la nature des joints de grains pour les différents états de dépôt

On s'appuie également sur l'évolution de la taille des grains en Figure 4.6 afin de quantifier les transformations microstructurales. Les traitements thermiques intermédiaires conduisent à une répartition où environ 90 % des grains présentent une taille inférieure à 2,5 μm . Tandis que le traitement T6 se distingue par une microstructure plus grossière, avec environ 60 % des grains ayant une taille supérieure à 5 μm .

Avec l'ensemble de ces résultats, les traitements intermédiaires, dès 200 °C pendant 1 heure, modifient les propriétés du dépôt d'Al6061 sans transformation microstructurale complète. Le matériau reste majoritairement dans un état de restauration, avec une diminution progressive des valeurs de KAM et une évolution de la nature des joints de grains lorsque la température et la durée de traitement augmentent. Le cas du traitement à 300 °C pendant 1 heure se distingue toutefois par une distribution de KAM présentant une inflexion sur la courbe cumulée et suggérant une hétérogénéité plus marquée, en accord avec les cartes EBSD qui montrent localement des zones d'évolution microstructurale plus avancée. À l'inverse, pour l'état T6, les grains atteignent progressivement des tailles supérieures à 5 μm , traduisant l'occurrence

d'une recristallisation telle qu'expliquée lors de la revue de littérature. Ces observations sont cohérentes avec les résultats cristallographiques, mécaniques et microstructuraux discutés précédemment.

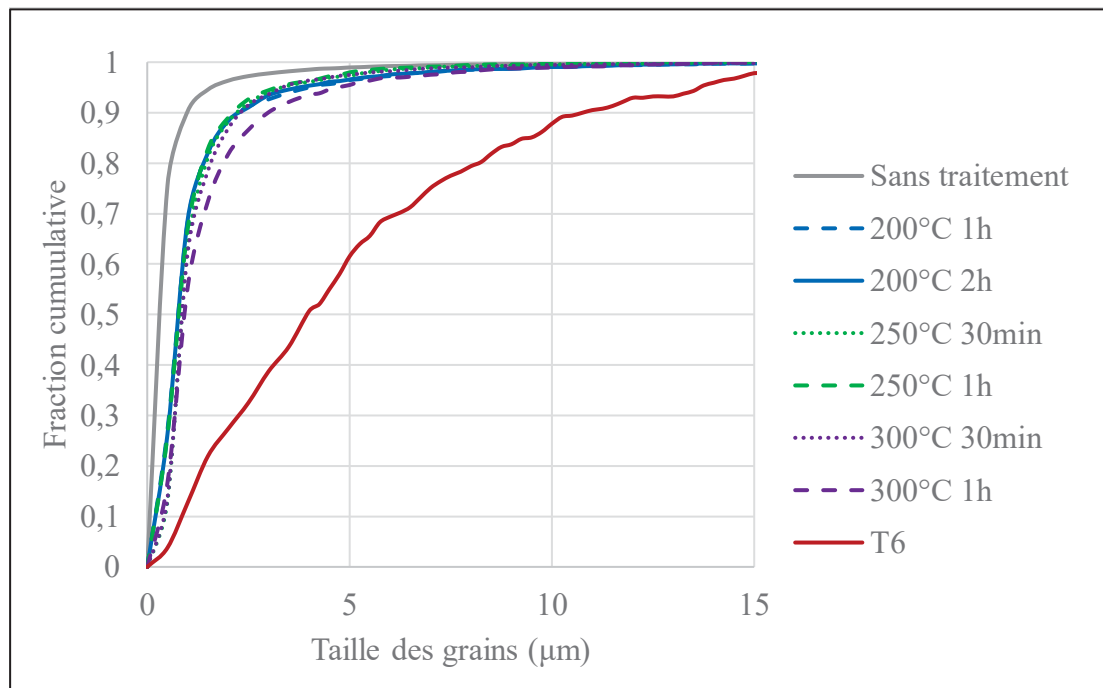


Figure 4.6 Courbes cumulatives de la taille des grains pour différents états de dépôt

Ainsi, l'analyse microstructurale met en évidence une évolution hétérogène des états traités thermiquement, avec des variations spatiales des valeurs de KAM et des distributions de taille de grains selon les zones analysées. Les traitements thermiques induisent une diminution globale des valeurs de KAM, mais cette évolution n'est pas uniforme au sein des échantillons, traduisant des comportements locaux différents au sein d'un même état.

4.2 Cinétique de transformations et Arrhenius

Cette étude utilise les variations de la largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic (222), obtenues par XRD selon la méthodologie du CHAPITRE II, comme indicateur de l'avancement des processus de restauration et de recristallisation. Deux approches sont mises en œuvre afin

d'évaluer l'influence des paramètres thermiques sur ces évolutions : une approche isochrone, permettant d'étudier l'effet de la température à temps de maintien constant, et une approche isotherme permettant d'analyser l'effet du temps de maintien à température fixe. Ces deux configurations permettent de dissocier l'influence respective de la température et du temps sur les transformations microstructurales.

4.2.1 Analyse isochrone

Pour calculer l'énergie d'activation du mécanisme de restauration, on compare les fractions restaurées à des temps fixes (30 min et 60 min) pour différentes températures. Ces fractions restaurées correspondent à la part de la diminution de la largeur à mi-hauteur (FWHM) attribuée au processus de restauration par rapport à l'état initial non traité. Le calcul repose sur la formule suivante :

$$\ln(-\ln(1 - X)) = n \ln k_0 - \frac{nE_a}{RT} + n \ln(t) \quad (4.1)$$

Ainsi avec le tracé de $\ln(-\ln(1 - X))$ en fonction de l'inverse de T , si les points sont alignés on obtient la pente suivante :

$$Pente = \frac{-n E_a}{R} \quad (4.2)$$

On obtient ainsi les deux isochrones de 30 et 60 minutes présentées en Figure 4.7. Pour chaque durée de traitement, une régression linéaire est effectuée, permettant d'obtenir les équations des droites ainsi que leurs ordonnées à l'origine. La comparaison des ordonnées à l'origine des deux isochrones permet ensuite d'éliminer le terme k_0 et de déterminer le paramètre (n). On obtient ainsi une valeur de $n = 1,8$.

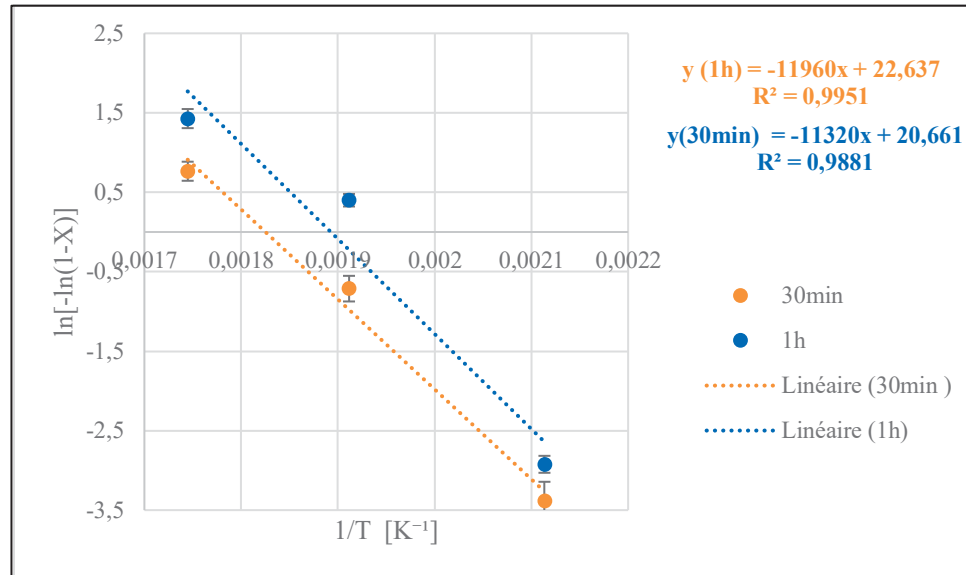


Figure 4.7 Isochrones pour des durées fixes de 30 minutes et 1 heure

L'énergie d'activation obtenue est comprise entre 54 et $56 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ selon les conditions de traitement (30 min et 60 min), ce qui montre une bonne cohérence des résultats. Afin de réduire l'incertitude, une valeur moyenne de $55 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ est retenue pour la suite de l'analyse.

Cette valeur est significativement inférieure à l'énergie d'autodiffusion des atomes d'aluminium dans le réseau cristallin ($\sim 143 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ dans la littérature), ce qui suggère que le mécanisme contrôlant l'évolution microstructurale ne correspond pas à une diffusion volumique classique. Elle permet ainsi de distinguer un régime de restauration contrôlée par la forte densité de défauts du matériau d'un régime de recristallisation dominé par la diffusion atomique. Cette interprétation est cohérente avec la diminution du FWHM, la baisse progressive de la dureté et de la limite d'élasticité, ainsi qu'avec l'absence de transformation microstructurale massive caractéristique d'une recristallisation complète.

4.2.2 Analyse isotherme

Pour cette approche, la loi cinétique de type Arrhenius est utilisée comme décrite par l'équation (2.2). Dans ce cadre, les fractions restaurées sont déterminées pour différentes températures

(200 °C, 250 °C et 300 °C) et différents temps de maintien, permettant de calculer la constante cinétique k pour chaque condition. La représentation de $\ln(k)$ en fonction de l'inverse de T permet ensuite d'obtenir une droite dont la pente est égale à :

$$Pente = \frac{-E_a}{R} \quad (4.3)$$

On obtient ainsi une énergie d'activation de **269 kJ.mol⁻¹** avec la pente de la Figure 4.8.

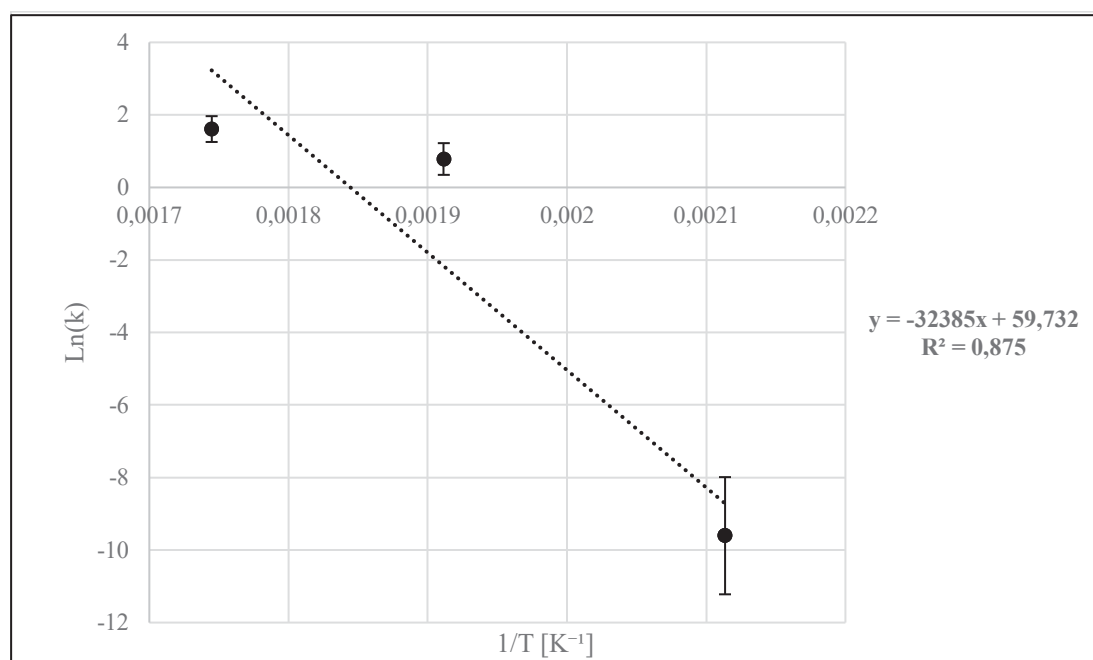


Figure 4.8 Représentation de $\ln(k)$ en fonction de l'inverse de T en fonction des différentes constante k obtenues pour les isothermes à température fixée

Les énergies d'activation obtenues correspondent à une énergie d'activation apparente associée au mécanisme cinétiquement limitant dans le domaine étudié. Elles sont obtenues à partir de la représentation d'Arrhenius et traduisent la sensibilité du processus à la température. La linéarité des représentations $\ln(k)$ en fonction de $1/T$ indique que le modèle cinétique utilisé est cohérent dans l'intervalle de température étudié. Une absence de linéarité aurait suggéré un changement de mécanisme ou un régime cinétique différent.

La température contrôle principalement la vitesse de la transformation : une augmentation de température accélère la cinétique du processus. Le temps de maintien contrôle quant à lui l'avancement de la transformation. Ainsi, à 300 °C, une durée plus longue conduit à une évolution microstructurale plus avancée simplement parce que le processus a davantage de temps pour se développer.

Dans ce cadre, la modélisation cinétique développée dans ce chapitre a pour objectif de permettre la prédiction de la fraction restaurée X en fonction de la température T et du temps t . Le paramètre B_t correspond à la constante associée à l'ordonnée à l'origine de la relation cinétique pour un temps donné, tel que défini par l'équation (4.4). Il est déterminé à partir des droites obtenues expérimentalement et constitue un paramètre intermédiaire du modèle. Une fois l'ensemble des constantes identifiées, le modèle permet alors de calculer la fraction restaurée X pour toute combinaison (T, t) incluse dans le domaine de validité du modèle.

$$B_t = B_{30\min} + n [\ln(t) - \ln(1800)] \quad (4.4)$$

Avec n l'exposant cinétique déterminé à partir des isochrones. Ensuite, la fraction transformée X est reliée à la température et à B_t via la relation :

$$Y = \ln[-\ln(1 - X)] = \frac{-nE_a}{R} \cdot \frac{1}{T} + B_t \quad (4.5)$$

Et comme on connaît les valeurs de n , E_a et R , cette équation permet de calculer la température nécessaire pour atteindre une fraction restaurée X donnée à un temps t différent de ceux expérimentés. On obtient ainsi les isochrones estimées de la Figure 4.9. Dans ce cadre, des durées de traitement plus faibles, de l'ordre de quelques minutes à quelques secondes, sont également considérées afin de se rapprocher des conditions de procédé visées à terme.

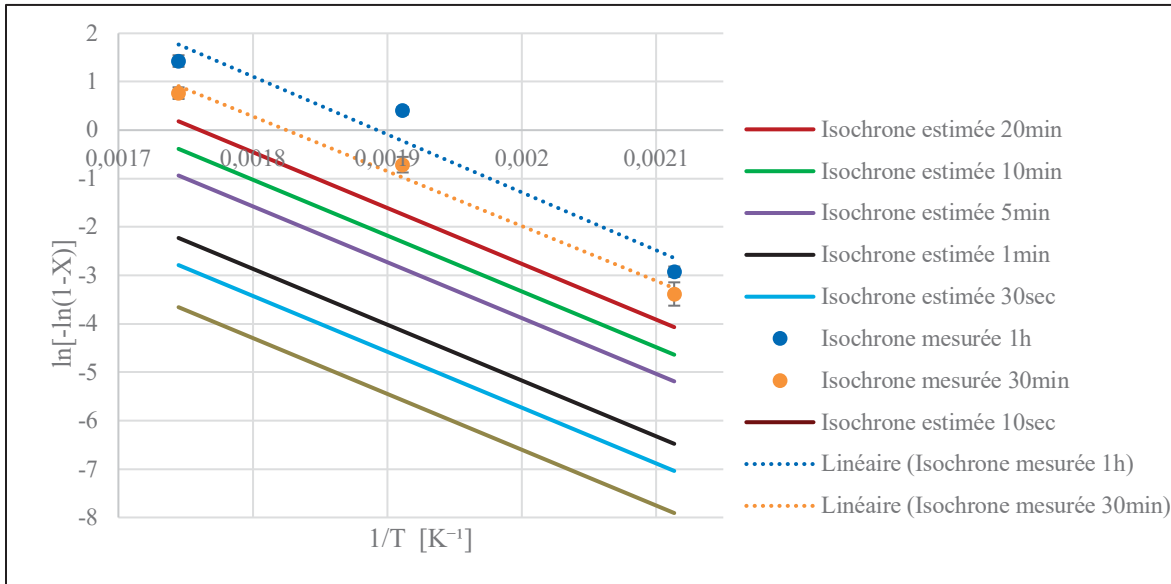


Figure 4.9 Isochrones estimées pour différentes durées de traitement

Afin de pouvoir extrapoler le comportement du matériau à des conditions de traitement non explorées expérimentalement, notamment pour des durées très courtes et des températures plus élevées, une approche prédictive est mise en place. Cette approche permet d'estimer la fraction restaurée pour des couples (T, t) différents de ceux étudiés expérimentalement, dans une optique de rapprochement des conditions de procédé.

La méthodologie associée repose sur deux étapes : le calcul des paramètres B_t pour les nouveaux temps t , puis l'isolement de la température T à partir de l'équation (4.5), ce qui conduit à l'expression suivante :

$$T = \frac{-nE_a}{R \cdot \ln[-\ln(1 - X)] - B_t} \quad (4.5)$$

On retrouve quelques valeurs estimées dans le Tableau 4.2 ci-dessous. Pour une fraction restaurée donnée, la température nécessaire diminue lorsque la durée du traitement augmente par exemple pour atteindre $X_{200^\circ\text{C},30\text{min}}$, la température estimée passe de 525°C pour un traitement de 10 secondes à 229°C pour un traitement de 20 minutes. Cette évolution reflète le comportement cinétique attendu : plus le matériau est exposé longtemps, moins il est

nécessaire de fournir une température élevée pour obtenir la même fraction restaurée. En parallèle pour un même temps de traitement, la température nécessaire augmente lorsque la fraction restaurée visée ou la température de référence est plus élevée. Ainsi, à 10 secondes, la température estimée varie de 525 °C pour $X_{200^{\circ}\text{C},30\text{min}}$ à 840 °C pour $X_{300^{\circ}\text{C},30\text{min}}$. Ce qui montre que l'atteinte de fractions restaurées plus importantes ou basées sur des conditions de référence plus élevées nécessite d'apporter plus d'énergie thermique, soit par augmentation de la température, soit par prolongation de la durée de traitement.

Le comportement global montre une décroissance rapide des températures estimées pour les durées courtes, suivie d'une diminution plus progressive pour les temps plus longs. Cette tendance est cohérente avec les lois cinétiques de restauration où la vitesse de transformation est initialement élevée, puis ralentit lorsque la fraction restante à restaurer diminue.

Tableau 4.2 Valeurs des températures estimées pour atteindre des fractions restaurées calculées sur des temps choisis

	Température estimée (°C)					
	$X_{200^{\circ}\text{C} 30\text{min}}$	$X_{200^{\circ}\text{C} 1\text{h}}$	$X_{250^{\circ}\text{C} 30\text{min}}$	$X_{250^{\circ}\text{C} 1\text{h}}$	$X_{300^{\circ}\text{C} 30\text{min}}$	$X_{300^{\circ}\text{C} 1\text{h}}$
10 secondes	525	551	703	802	840	915
30 secondes	430	449	564	637	663	716
1 minute	381	398	495	556	578	621
5 minutes	290	302	372	415	430	459
10 minutes	258	270	331	368	381	406
20 minutes	229	240	294	327	338	360

Les résultats obtenus constituent une estimation de l'évolution de la fraction restaurée, basée sur le modèle cinétique développé. Cette approche permet d'extrapoler le comportement du matériau à des conditions de traitement non explorées expérimentalement, notamment pour des durées plus courtes compatibles avec des procédés laser. Ces résultats fournissent ainsi un

cadre d'analyse permettant de relier les conditions de temps et de température à la restauration microstructurale observée.

4.3 Discussion

4.3.1 Discussion des mécanismes thermiques et de l'évolution du dépôt

L'ensemble des résultats montre que l'apport thermique transforme progressivement le dépôt d'Al6061 obtenu par projection à froid. Le matériau passe d'un état très écroui, riche en dislocations/sous-structures et contraintes internes, vers un état plus stable et plus ductile. Sauf pour le traitement T6, cette évolution correspond surtout à de la restauration et non à une recristallisation complète pour les températures et durées étudiées. À l'état brut, les cartes EBSD montrent des grains peu définis, avec une forte densité de dislocations. Les valeurs élevées de KAM, la proportion importante de joints de faible désorientation (LAGBs), la dureté élevée et la largeur importante des pics de diffraction (FWHM) décrivent toutes le même état : un matériau fortement contraint et hétérogène. De plus, les propriétés sont très hétérogènes d'une région à l'autre du matériau.

Lorsque des traitements intermédiaires sont appliqués entre 200 °C et 300 °C, des changements progressifs s'opèrent. Les figures de pôles inverses ne montrent pas de transformation brutale de la structure, mais l'analyse du KAM révèle une baisse des désorientations locales de faible intensité. Cela signifie que les dislocations se réorganisent et que les contraintes internes diminuent. Cette relaxation explique directement la baisse de la dureté et la hausse de la limite d'élasticité observées précédemment.

En parallèle, la taille des grains reste globalement faible (majoritairement inférieure à 2,5 µm) et la proportion de LAGBs reste élevée pour ces traitements intermédiaires. Cela confirme que le matériau ne recristallise pas : il se réorganise sans former massivement de nouveaux grains. Les tests statistiques (KS) montrent toutefois que cette évolution n'est pas uniforme. Les distributions de KAM et de taille de grains varient d'une zone à l'autre d'un même échantillon. Cette hétérogénéité est cohérente avec la nature du procédé de projection à froid, où chaque

particule subit une « histoire » de déformation différente. La restauration dépend donc fortement de l'état local initial.

En revanche, le traitement T6 entraîne un changement net. La fraction de joints de faible désorientation (LAGBs) diminue fortement, les grains grossissent (une part importante dépasse 5 μm) et la structure devient plus homogène. Cette évolution est cohérente avec une recristallisation plus avancée. Cependant, malgré ce traitement, des défauts subsistent dans le revêtement et la microstructure n'est pas totalement exempte d'hétérogénéités. Par ailleurs, l'interface revêtement/substrat est une zone critique, susceptible de gouverner la rupture lors des essais en traction avec des phénomènes de délamination observés dans certains cas. Ainsi, même dans les conditions optimales du traitement T6 (mise en solution à 540 °C suivie d'un vieillissement à 185 °C), l'ensemble du système ne peut être considéré comme totalement homogène.

4.3.2 Analyse cinétique et interprétation des mécanismes

L'analyse cinétique basée sur l'évolution du FWHM permet de mieux comprendre les mécanismes en jeu. L'approche isochrone (temps fixe, températures variables) montre que le mécanisme peut être décrit par une énergie d'activation d'environ 55 $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ qui correspond bien à des mécanismes liés à la migration des lacunes ou au réarrangement des dislocations. Ce résultat confirme que, dans les premières étapes, l'évolution est dominée par la restauration : la structure se détend sans transformation massive.

À l'inverse, l'approche isotherme (température fixe, temps variables) conduit à une énergie d'activation plus élevée, de l'ordre de 269 $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$. Cette valeur apparaît sensiblement différente de celle obtenue en approche isochrone, ce qui suggère une corrélation moins robuste dans ce cas. Cette différence peut être liée à la dispersion des données expérimentales et au nombre limité de points exploités pour l'ajustement. Elle indique néanmoins que l'estimation de l'énergie d'activation est sensible à la stratégie expérimentale utilisée. Des

essais complémentaires seraient nécessaires pour confirmer la stabilité de cette valeur et d'améliorer la précision de l'approche isotherme.

Une fois obtenue, ces énergies d'activation permettent, via la loi d'Avrami, une estimation des conditions nécessaires pour atteindre une fraction restaurée donnée à des températures différentes.

RECOMMANDATIONS

Pour poursuivre le développement de ces revêtements et faciliter leur intégration dans un contexte industriel, plusieurs axes d'amélioration peuvent être proposés.

- **Optimisation du procédé de projection** : Améliorer la qualité du dépôt dès l'élaboration apparaît essentiel. La réduction de la porosité et l'amélioration de la cohésion interparticulaire permettraient de limiter les sites d'amorçage de fissures. L'intégration d'un système de chauffage in situ, par exemple par assistance laser, pourrait permettre de réduire les hétérogénéités de déformation.
- **Optimisation des traitements thermiques** : Les résultats montrent que les traitements intermédiaires permettent de redonner de la ductilité au revêtement. Une évolution progressive de la microstructure sans transformation complète est observée. Il serait pertinent d'explorer des cycles thermiques plus courts ou localisés, compatibles avec des contraintes industrielles, afin d'obtenir un compromis optimal entre résistance et ductilité tout en limitant les coûts énergétiques.
- **Amélioration de l'interface dépôt/substrat** : L'interface a été identifiée comme un point critique de rupture. Des stratégies visant à renforcer l'adhésion, telles que la préparation de surface du substrat ou l'optimisation des paramètres d'impact pourraient améliorer significativement la tenue mécanique globale du système.

CONCLUSION

Cette étude visait à caractériser les effets des traitements thermiques sur des dépôts d'Al6061 réalisés par projection à froid sur un substrat extrudé. L'objectif principal était d'identifier des fenêtres thermiques permettant de faire évoluer une microstructure initialement fortement écrouie vers un état présentant un compromis optimisé entre résistance et capacité de déformation, tout en conservant les caractéristiques spécifiques du procédé de projection. Les résultats cinétiques obtenus permettent d'envisager une relation entre temps et température, suggérant la possibilité d'équivalences entre conditions de traitement. Toutefois, ces tendances restent à confirmer par des données complémentaires afin de consolider l'exploitation quantitative de ces équivalences.

Les résultats principaux sont les suivants :

- **Cinétique de transformation :** Les données de FWHM peuvent être décrites par des modèles de type JMAK/Avrami et l'approche Arrhenius. Les faibles énergies d'activation thermique calculées par la méthode isochrone ($E_a=55 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$.) correspondent à une restauration rapide par réarrangement et annihilation des dislocations. Les énergies cinétiques obtenues en analyse isotherme (de $269 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$.) reflètent les mécanismes lents de diffusion atomique et migration des joints de grains lors de la recristallisation.
- **Microstructure :** Les dépôts bruts présentent une structure fortement déformée, avec une taille de grain fine ($\approx 0,5 \mu\text{m}$) et un fort KAM, indiquant de fortes densités de dislocations locales. Les traitements thermiques intermédiaires induisent une restauration progressive, réduisant les contraintes internes sans modifier profondément la morphologie du dépôt. À l'inverse, le traitement T6 conduit à une recristallisation quasi complète, avec une microstructure homogène et équiaxe mais l'analyse tomographique met en évidence une porosité persistante.
- **Performances mécaniques :** Une augmentation de la résistance est observée dès les traitements à basse température, liée à des effets de précipitation tandis que les traitements plus élevés conduisent à un compromis entre adoucissement par

restauration et renforcement. Le traitement T6 permet d'atteindre les niveaux de contrainte les plus élevés. Toutefois, les essais de micro-traction couplés à la DIC révèlent que la déformation reste fortement hétérogène, avec une localisation précoce dans certaines zones du dépôt.

- **Hétérogénéité spatiale** : Cette hétérogénéité est confirmée par la dispersion des mesures de dureté et par les observations microscopiques, qui montrent une restauration non uniforme à l'échelle du dépôt. Ainsi, malgré l'amélioration de la microstructure interne, le matériau ne se comporte pas comme un milieu homogène, mais comme un assemblage de zones aux propriétés mécaniques variables.
- **Mécanismes de rupture** : L'analyse des faciès de rupture et des observations à l'interface met en évidence le rôle déterminant des défauts géométriques et de l'interface dépôt/substrat. Les pores, en particulier les plus volumineux, agissent comme des sites privilégiés d'amorçage de fissures, tandis que la rupture se produit majoritairement au niveau de l'interface. Ces éléments limitent fortement la capacité de redistribution de la déformation et contrôlent la réponse mécanique globale du système. Ces résultats soulignent ainsi la nécessité d'améliorer à la fois la maîtrise de la porosité au sein du dépôt et la qualité de l'adhésion à l'interface afin de renforcer les performances mécaniques du procédé.

En résumé, ce travail montre qu'une maîtrise précise du post-traitement thermique est essentielle pour garantir la fiabilité du procédé de projection à froid des revêtements. Les mécanismes de restauration et de recristallisation partielle actifs lors des traitements thermiques à des températures intermédiaires entre le vieillissement et l'homogénéisation permettent d'ajuster les propriétés mécaniques et microstructurales sans changer significativement la structure obtenue après dépôt. Ces résultats fournissent une base pour définir des traitements thermiques compatibles avec un procédé industriel, tout en conservant la microstructure fine initiale mais plus ductile.

L'optimisation des propriétés des revêtements projetés à froid ne peut pas reposer uniquement sur le contrôle des transformations microstructurales. Elle nécessite également une maîtrise

des défauts géométriques et de l'adhésion interfaciale, qui constituent les principaux facteurs limitants du comportement mécanique. Ces résultats ouvrent des perspectives pour le développement de stratégies combinées, intégrant à la fois l'optimisation des traitements thermiques et l'amélioration du procédé de dépôt.

ANNEXE I

ALGORITHMES UTILISÉS POUR L'ANALYSE ET LE TRAITEMENT DES DONNÉES ISSUES DE LA TOMOGRAPHIE ET EBSD

A-I-1 Traitements des données sur la taille des défauts de tomographie

Ce code a pour objectif d'analyser la taille des défauts détectés par tomographie appliqué sur des données issues des échantillons d'Al6061 projetés à froid avec et sans traitement thermique T6 complet ou homogénéisation comme expliqué au CHAPITRE 2. Il traite les données issues de l'analyse Dragonfly en s'appuyant sur les diamètres équivalents. Il permet de tracer la distribution (histogrammes et fonctions cumulées). Il compare statistiquement les distributions de volumes entre distributions. Ici le code est appliqué à la comparaison entre le T6 complet et le traitement d'homogénéisation.

Algorithme-A I-1 Lignes de codes de traitement des données de tomographie
Tiré de ChatGPT (OpenAI, 2025)

```
# Programme de traitement des résultats de tomographie

import numpy as np
import pandas as pd
import matplotlib.pyplot as plt
from scipy.stats import genpareto, kstest, weibull_min, gumbel_r

def translate_color(color_input):
    color_map = {
        "noir": "black",
        "gris": "gray",
        "bleu": "blue",
        "bleu clair": "deepskyblue",
        "rouge": "red",
        "orange": "orange",
        "vert": "green"
    }
    return color_map.get(color_input.lower(), color_input)

# 1) INPUT UTILISATEUR (rentrer les informations des fichiers excel)

print("=== Configuration des fichiers ===")

data = {}
```

```

n_samples = int(input("Combien d'échantillons veux-tu comparer ? "))
for i in range(n_samples):
    print(f"\n--- Échantillon {i+1} ---")
    name = input("Nom affiché (ex: Sans traitement A, Homo...) : ")
    file = input("Nom du fichier Excel : ")
    total_voxels = float(input("Nombre total de voxels : "))
    sample_type = input("Type (sans / homo / t6 / autre) : ").lower()
    color = translate_color(input("Couleur principale : "))
    marker = input("Marker (o, x, ^...) : ")

    df = pd.read_excel(file).dropna(subset=["D_eq", "nb_voxels"])
    data[name] = {
        "D": df["D_eq"].values,
        "V": df["nb_voxels"].values,
        "total_voxels": total_voxels,
        "color": color,
        "alt_color": alt_color,
        "marker": marker
    }

# 2) Fonctions pour courbes
def cumulative_and_logsurvival(D):
    x_sorted = np.sort(D)
    N = len(x_sorted)
    cdf = np.arange(1, N+1) / N
    log_surv = -np.log(np.clip(1 - cdf, 1e-10, None))
    return x_sorted, cdf, log_surv

def mean_excess(D, thresholds):
    return np.array([np.mean(D[D > u] - u) if np.any(D > u) else np.nan for u in
thresholds])

# 3) Porosité
for key, vals in data.items():
    vals["porosity"] = np.sum(vals["V"]) / vals["total_voxels"]
    print(f"Porosité {key}: {vals['porosity']:.4f}")

# 4) CDF
plt.figure(figsize=(7,5))

for key, vals in data.items():
    x, cdf, logS = cumulative_and_logsurvival(vals["D"])
    vals.update({"x": x, "cdf": cdf, "logS": logS})

    plt.plot(x, cdf,
             color=vals["color"],
             marker=vals["marker"],
             linestyle='-',
             markersize=4,
             label=f"{key} ( $\phi$ = {vals['porosity']:.4f})")

plt.xlabel("Diamètre équivalent (mm)")

```

```

plt.ylabel("CDF")
plt.title("Courbes cumulatives")
plt.legend()
plt.grid(True)
plt.show()

# 5) Log-survival
plt.figure(figsize=(7,5))

for key, vals in data.items():
    plt.plot(vals["x"], vals["logS"],
             color=vals["color"],
             marker=vals["marker"],
             linestyle='-',
             markersize=4,
             label=key)

plt.xlabel("Diamètre équivalent (mm)")
plt.ylabel("-log(1 - CDF)")
plt.title("Fonction log-survival")
plt.legend()
plt.grid(True)
plt.show()

# 6) Mean Excess
plt.figure()

for key, vals in data.items():
    thresholds=np.linspace(np.percentile(vals["D"],50),
np.percentile(vals["D"],99), 100)
    me = mean_excess(vals["D"], thresholds)
    vals["thresholds"] = thresholds
    vals["me"] = me
    plt.plot(thresholds, me,
             color=vals["color"],
             label=key)

plt.xlabel("Seuil u")
plt.ylabel("Mean Excess")
plt.title("Mean Excess Plot")
plt.legend()
plt.show()

# 7) Seuil utilisateur
for key, vals in data.items():
    seuil = float(input(f"Seuil pour {key} : "))
    mask = vals["D"] > seuil
    vals["D_ext"] = vals["D"][mask]
    vals["x_ext"], _vals["logS_ext"] = cumulative_and_logsurvival(vals["D_ext"])
    vals["seuil"] = seuil

# 8) Pareto + KS
plt.figure(figsize=(7,5))

```

```

for key, vals in data.items():
    excess = vals["D_ext"] - vals["seuil"]
    c, loc, scale = genpareto.fit(excess, floc=0)
    ks_stat, p_value = kstest(excess, 'genpareto', args=(c, 0, scale))

    print(f"\n--- {key} Pareto ---")
    print(f"ξ={c:.3f}, KS={ks_stat:.3f}, p={p_value:.3f}")

    x_model = np.linspace(min(excess), max(excess), 200)
    logS_model = -np.log(np.clip(genpareto.sf(x_model, c, 0, scale), 1e-10,
None))
    plt.plot(vals["x_ext"], vals["logS_ext"],
            vals["marker"], color=vals["color"],
            label=f"{key} données")
    plt.plot(vals["seuil"] + x_model, logS_model,
            color=vals["alt_color"],
            label=f"{key} Pareto (p={p_value:.3f})")

plt.xlabel("Diamètre équivalent")
plt.ylabel("-log(1-CDF)")
plt.title("Fit Pareto")
plt.legend()
plt.grid()
plt.show()

# 9) Weibull + KS
plt.figure(figsize=(7,5))

for key, vals in data.items():
    excess = vals["D_ext"] - vals["seuil"]
    c, loc, scale = weibull_min.fit(excess, floc=0)
    ks_stat, p_value = kstest(excess, 'weibull_min', args=(c, 0, scale))
    print(f"\n--- {key} Weibull (au-dessus seuil) ---")
    print(f"κ={c:.3f}, KS={ks_stat:.3f}, p={p_value:.3f}")
    x_model = np.linspace(min(excess), max(excess), 200)
    logS_model = -np.log(np.clip(weibull_min.sf(x_model, c, 0, scale), 1e-10,
None))

    # données (au-dessus du seuil)
    plt.plot(vals["x_ext"], vals["logS_ext"],
            vals["marker"], color=vals["color"],
            label=f"{key} données")
    # modèle (recalé avec seuil)
    plt.plot(vals["seuil"] + x_model, logS_model,
            color=vals["alt_color"],
            label=f"{key} Weibull (p={p_value:.3f})")

plt.xlabel("Diamètre équivalent")
plt.ylabel("-log(1-CDF)")
plt.title("Fit Weibull (POT)")
plt.legend()
plt.grid()

```

```

plt.show()

# 10) Gumbell + KS
plt.figure(figsize=(7,5))

for key, vals in data.items():
    excess = vals["D_ext"] - vals["seuil"]
    loc, scale = gumbel_r.fit(excess)
    ks_stat, p_value = kstest(excess, 'gumbel_r', args=(loc, scale))

    print(f"\n--- {key} Gumbel (au-dessus seuil) ---")
    print(f"KS={ks_stat:.3f}, p={p_value:.3f}")

    x_model = np.linspace(min(excess), max(excess), 200)
    logS_model = -np.log(np.clip(gumbel_r.sf(x_model, loc, scale), 1e-10, None))

    plt.plot(vals["x_ext"], vals["logS_ext"],
             vals["marker"], color=vals["color"],
             label=f"{key} données")
    plt.plot(vals["seuil"] + x_model, logS_model,
             color=vals["alt_color"],
             label=f"{key} Gumbel (p={p_value:.3f})")

plt.xlabel("Diamètre équivalent")
plt.ylabel("-log(1-CDF)")
plt.title("Fit Gumbel (POT)")
plt.legend()
plt.grid()
plt.show()

```

A-I-2 Traitements des données sur la morphologie des défauts de tomographie

L'objectif global de cette gestion de données est de mettre en évidence d'éventuelles évolutions de forme et de taille des défauts les plus critiques en fonction du traitement thermique appliqué, en isolant les contributions des plus gros pores qui gouvernent généralement les propriétés mécaniques du matériau.

Le script suivant permet ainsi d'analyser et de comparer l'aspect ratio des défauts (pores) entre deux états de traitements thermiques, à partir de plusieurs fichiers Excel représentant différentes distributions expérimentales. Dans un premier temps, chaque fichier est importé pour récupérer le diamètre équivalent D_{eq} et l'aspect ratio. Pour chaque distribution, les 100 plus gros défauts sont ensuite extraits en se basant sur le diamètre équivalent afin de se concentrer sur les porosités les plus critiques en termes de taille.

Algorithme-A I-2 Code du traitement des données de tomographie pour l'analyse de la morphologie des pores (aspect ratio)
Tiré de ChatGPT (OpenAI, 2025)

```
# Aspect Ratio des pores

import pandas as pd
import numpy as np
import matplotlib.pyplot as plt

# Fichiers excel contenant les données
files_noHT = [
    "noht_1.xlsx",
    "noht_2.xlsx",
    "noht_3.xlsx",
    "noht_4.xlsx"
]

files_homo = [
    "homo_1.xlsx",
    "homo_2.xlsx",
    "homo_3.xlsx"
]

# Fonction : récupérer top 100
def load_top100(file):
    df = pd.read_excel(file).dropna(subset=["aspect_ratio", "D_eq"])
    return df.nlargest(100, "D_eq")

# Chargement des données
top100_data = []

# Sans traitement → noir, rond
for file in files_noHT:
    df = load_top100(file)
    top100_data.append((df, "black", "o"))

# Homogénéisation → vert, croix
for file in files_homo:
    df = load_top100(file)
    top100_data.append((df, "green", "x"))

# Légende personnalisée
handles = [
    plt.Line2D([0], [0], marker='o', color='w', label='Sans traitement',
               markerfacecolor='black', markersize=6),
    plt.Line2D([0], [0], marker='x', color='green', label='Homogénéisation',
               markersize=6)
]

# 1) AR = f(D_eq)

plt.figure(figsize=(8,6))
```

```

for df, color, marker in top100_data:
    plt.scatter(
        df["D_eq"],
        df["aspect_ratio"],
        color=color,
        marker=marker,
        alpha=0.6,
        s=25
    )

plt.xlabel("Diamètre équivalent")
plt.ylabel("Aspect Ratio")
plt.title("Aspect ratio vs diamètre (top 100 par distribution)")
plt.legend(handles=handles)
plt.grid(True)
plt.show()

```

A-I-3 Traitements des données sur la taille des grains et les résultats KAM de l'

Le programme suivant permet de comparer deux acquisitions EBSD d'un même échantillon en analysant la distribution des valeurs de KAM ou de taille de grains. Il filtre les données, égalise la taille des séries et applique le test statistique de Kolmogorov–Smirnov pour évaluer la reproductibilité entre les cartes. Des histogrammes normalisés et les fonctions cumulées (CDF) sont ensuite tracés pour visualiser les différences, avec indication de la distance maximale entre les distributions.

Algorithme-A I-3 Code du test KS pour la comparaison des distributions des résultats d'EBSD (exemple du KAM)
Tiré de ChatGPT (OpenAI, 2025)

```

# Programme du test KS entre deux acquisitions EBSD du même échantillon

import os, sys
import numpy as np
import pandas as pd # Lecture et manipulation de fichiers Excel/CSV
import matplotlib.pyplot as plt
from scipy.stats import ks_2samp # test Kolmogorov-Smirnov
from datetime import datetime

# Importation des données

FILE1 = r"250C_07_10_KAM.xlsx" # chemin des fichiers
FILE2 = r"250C_23_09_KAM.xlsx"

```

```

SHEET1 = 0                                # numéro de la feuille Excel
SHEET2 = 0
COL1 = 0                                wor # colonne à lire (KAM)
COL2 = 0
LABEL1 = "Carte 1"                        # étiquettes, légendes et titre pour le graphique
LABEL2 = "Carte 2"
X_LABEL = "KAM (°)"
TITLE = "Comparaison cumulative KAM – test de Kolmogorov-Smirnov"
N_MAX = 10_000                            # nombre max de points pour le test KS

# Bornes d'analyse
SEUIL_MIN = 0.0    # inclut toutes les valeurs
SEUIL_MAX = 1.5    # borne supérieure commune

def load_series(path, col=0, sheet=0):

    """Lit une colonne d'un fichier Excel/CSV/TXT et retourne un array numpy
    - transforme tout en numérique et supprime les NaN
    """
    if not os.path.exists(path):
        raise FileNotFoundError(f"Fichier introuvable: {path}")
    ext = os.path.splitext(path)[1].lower()
    if ext in (".xlsx", ".xls"):
        s = pd.read_excel(path, sheet_name=sheet, header=None).iloc[:, col]
    elif ext == ".csv":
        s = pd.read_csv(path, header=None, usecols=[col]).iloc[:, 0]
    else:
        try:
            s = pd.read_csv(path, header=None, usecols=[col]).iloc[:, 0]
        except Exception:
            s = pd.read_csv(path, header=None, sep="\t", usecols=[col]).iloc[:,
0]
    s = pd.to_numeric(s, errors="coerce").dropna().to_numpy()
    return s

def ecdf(x):

    """Retourne les coordonnées x,y de la fonction de distribution cumulée (CDF)
    """
    x = np.sort(x)                                # tri des données
    y = np.arange(1, len(x)+1)/len(x) # fraction cumulée
    return x, y

def ks_equalized(d1, d2, N_max=10_000, seed=42):

    """Test KS avec sous-échantillonnage pour égaliser les tailles des deux séries
    """
    rng = np.random.default_rng(seed)
    d1 = np.asarray(d1)[~np.isnan(d1)]
    d2 = np.asarray(d2)[~np.isnan(d2)]
    N = min(len(d1), len(d2), N_max) # taille commune
    if N < 2:
        raise ValueError(f"Trop peu de données: len1={len(d1)}, len2={len(d2)}")

```

```

d1_sub = rng.choice(d1, size=N, replace=False) # sous-échantillon aléatoire
d2_sub = rng.choice(d2, size=N, replace=False)
D, p = ks_2samp(d1_sub, d2_sub) # test KS
return D, p, N, d1_sub, d2_sub

# MAIN
def main():
    print(">> Lecture des fichiers...")
    d1 = load_series(FILE1, COL1, SHEET1) # Lecture des fichiers
    d2 = load_series(FILE2, COL2, SHEET2)
    print(f"    {LABEL1}: {len(d1)} valeurs")
    print(f"    {LABEL2}: {len(d2)} valeurs")

    # Filtrage sur la plage 0-1.5°
    d1 = d1[(d1 >= SEUIL_MIN) & (d1 <= SEUIL_MAX)]
    d2 = d2[(d2 >= SEUIL_MIN) & (d2 <= SEUIL_MAX)]
    print(f"\nPlage de KAM analysée : [{SEUIL_MIN}° ; {SEUIL_MAX}°]")
    print(f"    {LABEL1}: {len(d1)} valeurs après filtrage")
    print(f"    {LABEL2}: {len(d2)} valeurs après filtrage")

    # Test KS
    D, p, N, d1s, d2s = ks_equalized(d1, d2, N_MAX)
    print("\n--- Résultats KS ---")
    print(f"Taille commune après égalisation N = {N}")
    print(f"D = {D:.4f} | p = {p:.4g}")
    if p > 0.05:
        print("Aucune différence significative (p > 0.05) → reproductibilité OK")
    else:
        print("Différence significative (p < 0.05)")

    # Histogrammes normalisés
    plt.figure(figsize=(7,4.5))
    plt.hist(d1s, bins=50, density=True, alpha=0.5, label=LABEL1)
    plt.hist(d2s, bins=50, density=True, alpha=0.5, label=LABEL2)
    plt.xlabel(X_LABEL); plt.ylabel("Densité")
    plt.title(f"Histogrammes normalisés – KAM [{SEUIL_MIN}° ; {SEUIL_MAX}°]")
    plt.xlim(SEUIL_MIN, SEUIL_MAX)
    plt.legend(); plt.tight_layout()

    # CDF + Distance max
    x1, y1 = ecdf(d1s); x2, y2 = ecdf(d2s)
    allx = np.sort(np.unique(np.concatenate([x1, x2]))) # toutes les valeurs
    y1i = np.interp(allx, x1, y1); y2i = np.interp(allx, x2, y2) # interpolation
    CDF
    diff = np.abs(y1i - y2i); # différence cumulée
    imax = np.argmax(diff) # indice du D max
    xD, y1D, y2D = allx[imax], y1i[imax], y2i[imax]

    plt.figure(figsize=(7,4.5))
    plt.plot(x1, y1, label=f"{LABEL1} (CDF)")
    plt.plot(x2, y2, label=f"{LABEL2} (CDF)")

```

```

plt.vlines(xD, y1D, y2D, linestyle="--", color="red", label=f"D max =
{D:.3f}")
plt.annotate(f"D = {D:.3f}", xy=(xD, (y1D+y2D)/2),
             xytext=(xD, min(1.0, (y1D+y2D)/2+0.12)),
             arrowprops=dict(arrowstyle="->", color="black"),
             ha="center")
plt.xlabel(X_LABEL); plt.ylabel("Fraction cumulée")
plt.title(f"{TITLE}\nPlage analysée : {SEUIL_MIN}° - {SEUIL_MAX}°")
plt.xlim(SEUIL_MIN, SEUIL_MAX)
plt.legend(); plt.tight_layout()

# Sauvegarde des figures
outdir = "Résultats_KS"; os.makedirs(outdir, exist_ok=True)
stamp = datetime.now().strftime("%Y%m%d_%H%M%S")
plt.savefig(os.path.join(outdir, f"CDF_{stamp}.png"), dpi=300)
plt.savefig(os.path.join(outdir, f"CDF_{stamp}.pdf"))

# Affichage final
plt.show()
print(f"\nFigures enregistrées dans: {os.path.abspath(outdir)}")
if sys.stdout.isatty() is False:
    input("\nTerminé. Appuie sur Entrée pour fermer.")

if __name__ == "__main__":
    main()

```

ANNEXE II

ANALYSES DES CHAMPS DE DEFORMATIONS POUR TOUTES LES CONDITIONS DE TRAITEMENTS THERMIQUES

Les cartes de champs de déformation obtenues par corrélation d'images numériques (DIC) pour les différentes conditions de traitements thermiques, ainsi que les courbes contrainte-déformation associées, sont présentées ici. Ces résultats complémentaires permettent d'illustrer de manière détaillée la variabilité spatiale de la déformation au sein du revêtement et de comparer les comportements mécaniques observés pour chaque état étudié.

A-II-1 Traitement à 200°C 1h

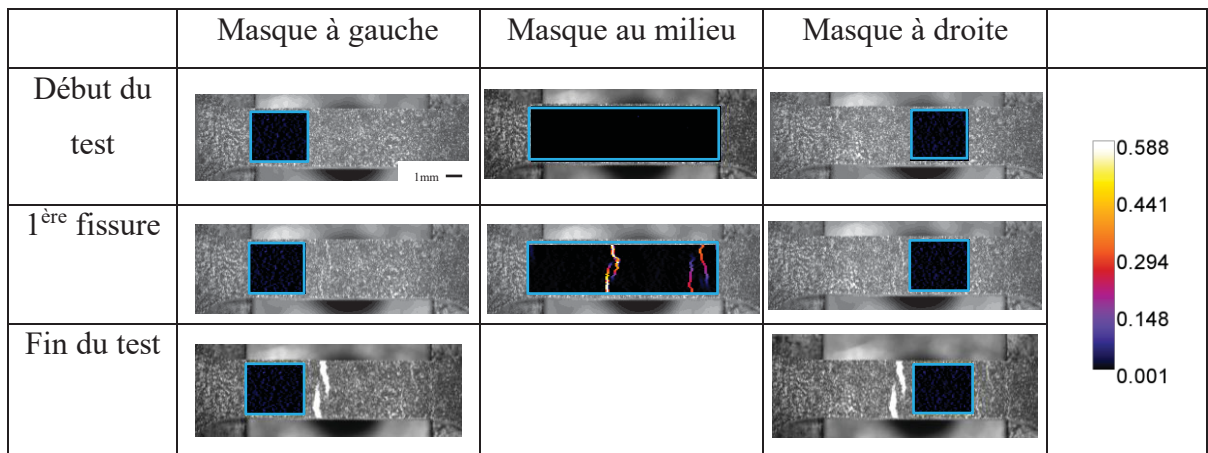


Figure A-II-1 Cartes de champs de déformations longitudinales observées pour le traitement 200°C 1h selon les différents masques

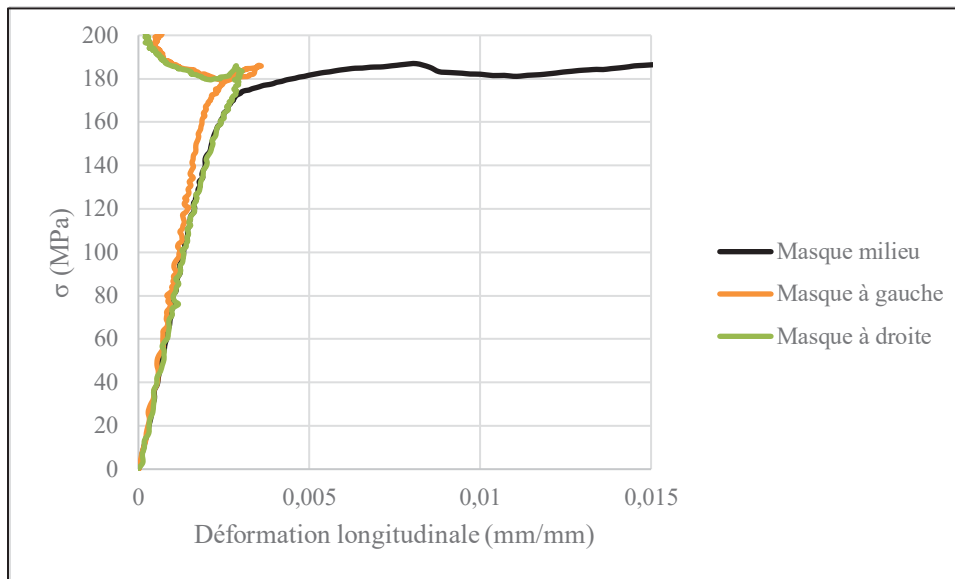


Figure A-II-2 Courbes de contrainte/déformation de l'échantillon traité à 200°C 1h pour les différents masques

Il est important de noter que, pour la majorité des masques analysés, l'exploitation des champs de déformation après l'apparition de la première fissure devient délicate. En effet, une diminution apparente des valeurs de déformation est souvent observée, ce qui n'est pas physiquement cohérent avec la poursuite du chargement.

Ce comportement s'explique par les limites de la mesure par corrélation d'images dans ces conditions. Après fissuration, le revêtement subit des déplacements hors du plan d'observation, associés notamment à un début de décollement local vis-à-vis du substrat. Ces mouvements ne sont pas correctement capturés par la DIC 2D, qui interprète alors ces déplacements comme une réduction de la déformation dans le plan.

Par conséquent, les champs de déformation obtenus après fissuration ne reflètent plus uniquement la déformation en traction du matériau, mais sont fortement influencés par des phénomènes de délamination et de déplacement hors plan. Les résultats post-fissuration ne sont pas considérés comme représentatifs du comportement mécanique intrinsèque du revêtement.

A-II-2 Traitement à 250°C 1h

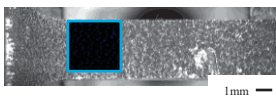
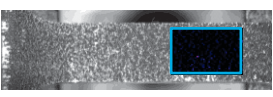
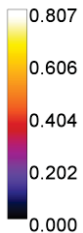
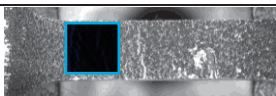
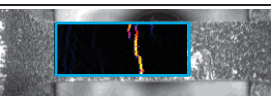
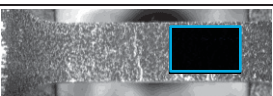
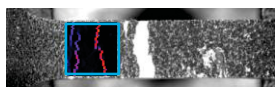
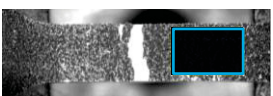
	Masque à gauche	Masque au milieu	Masque à droite	
Début du test				
1 ^{ère} fissure				
Fin du test				

Figure A-II-3 Cartes de champs de déformations longitudinales observées pour le traitement 250°C 1h selon les différents masques

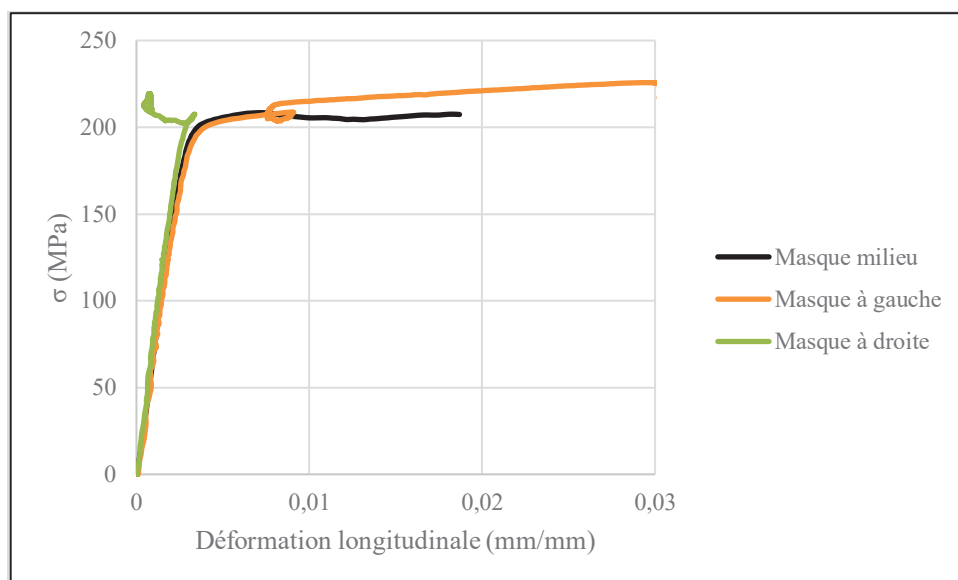


Figure A-II-4 Courbes de contrainte/déformation de l'échantillon traité à 250°C 1h pour les différents masques

A-II-3 Traitement à 300°C 30min

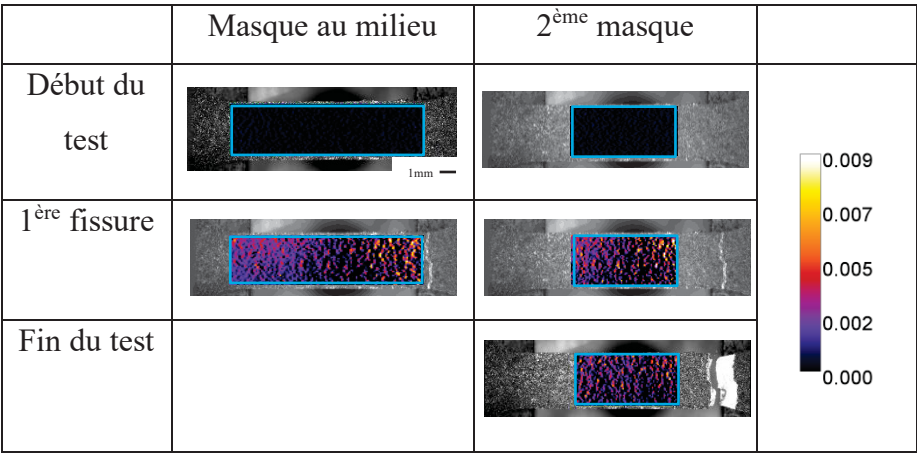


Figure A-II-5 Cartes de champs de déformations longitudinales observées pour le traitement 300°C 30 min selon les différents masques

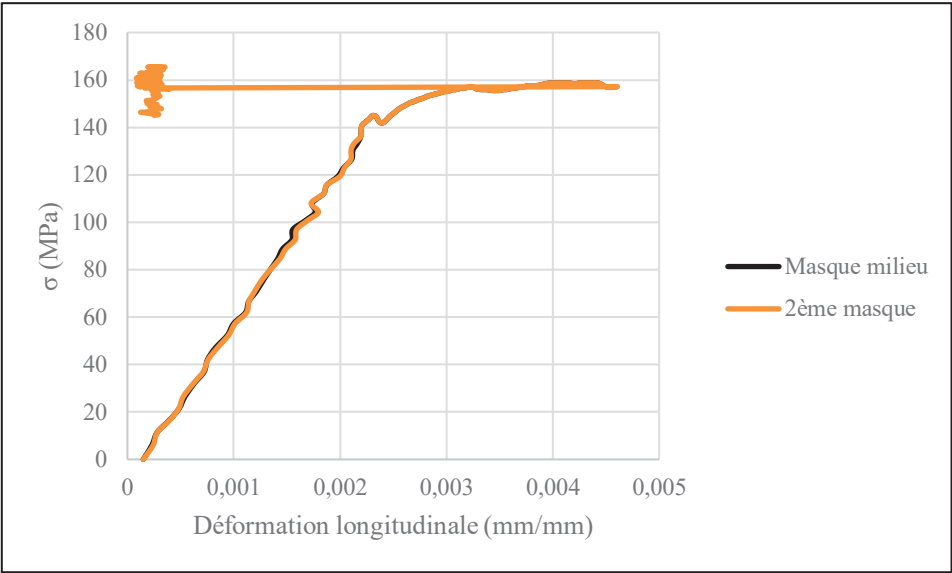


Figure A-II-6 Courbes de contrainte/déformation de l'échantillon traité à 300°C 30 min pour les différents masques

A-II-4 Traitement à 300°C 1h

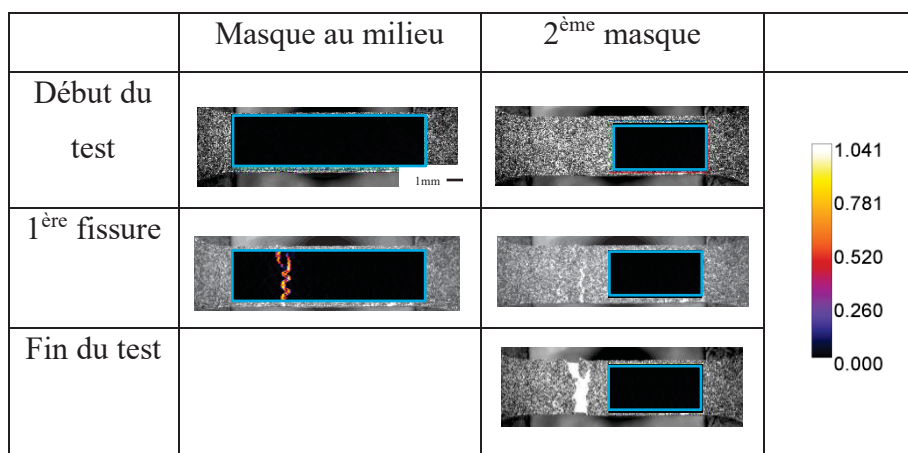


Figure A-II-7 Cartes de champs de déformations longitudinales observées pour le traitement 300°C 1h selon les différents masques

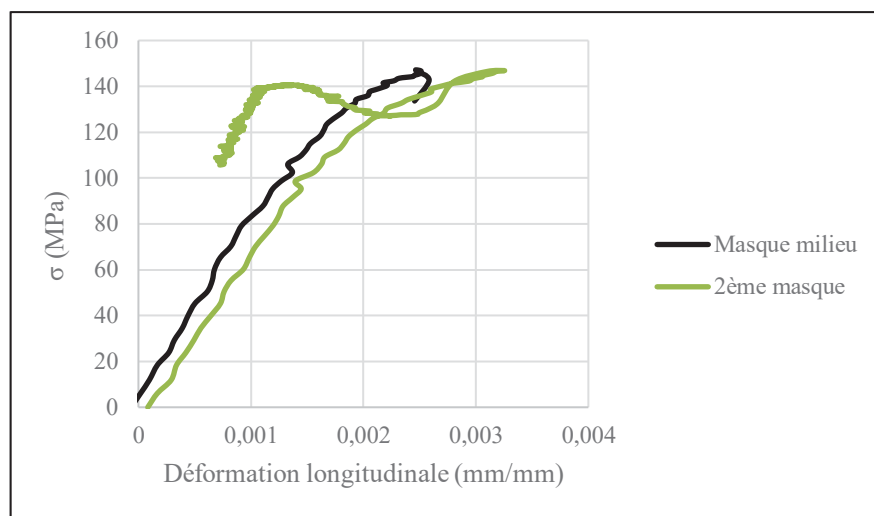


Figure A-II-8 Courbes de contrainte/déformation de l'échantillon traité à 300°C 1h pour les différents masques

A-II-5 Traitement T6

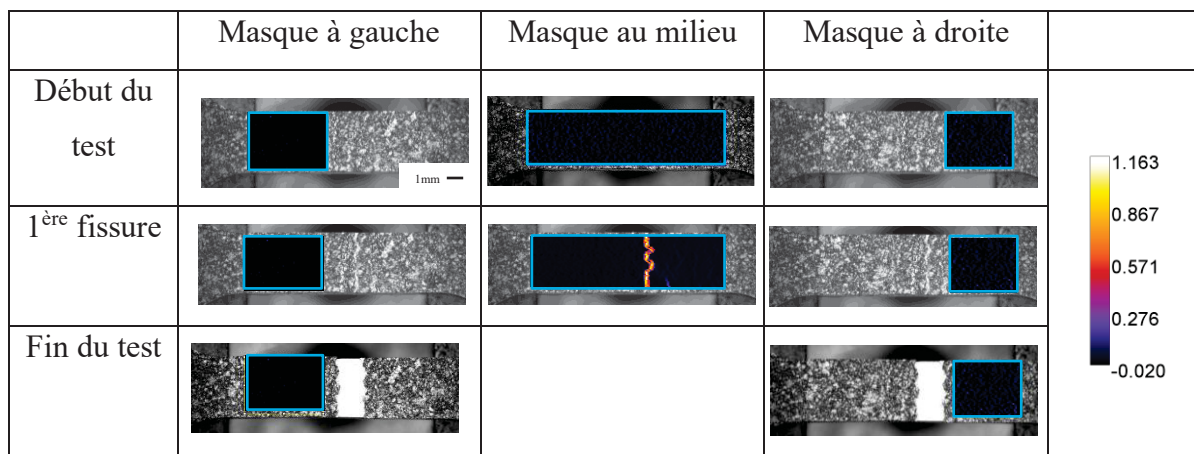


Figure A-II-9 Cartes de champs de déformations longitudinales observées pour le traitement T6 selon les différents masques

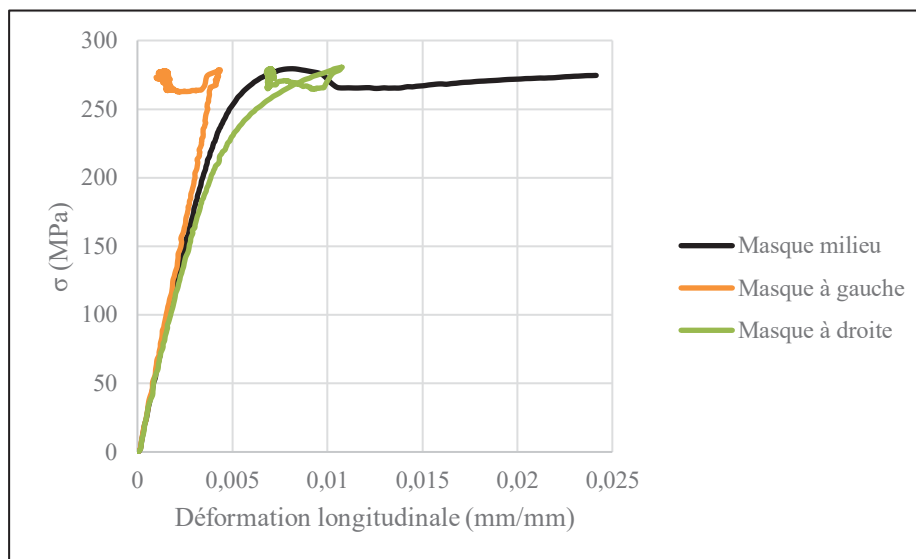


Figure A-II-10 Courbes de contrainte/déformation de l'échantillon traité à T6 pour les différents masques

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Al-Hamdani, K. S., Murray, J. W., Hussain, T., & Clare, A. T. (2019). Heat-treatment and mechanical properties of cold-sprayed high strength Al alloys from satellited feedstocks. *Surface and Coatings Technology*, 374, 21-31. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2019.05.043>
- Assaad, A. (2016). *Quench Sensitivity of 6xxx Aluminum Alloys*. University of Waterloo, Ontario. Repéré à <http://hdl.handle.net/10012/10476>
- ASTM E8/E8M-22. (2024). Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. ASTM International. https://doi.org/10.1520/E0008_E0008M-13A
- ASTM E407-07. (2015). Practice for Microetching Metals and Alloys. ASTM International. <https://doi.org/10.1520/E0407-07R15E01>
- ASTM E1558-09. (2021). Guide for Electrolytic Polishing of Metallographic Specimens. ASTM International. <https://doi.org/10.1520/E1558-09R21>
- ASTM International. (2021). Standard Test Method for Adhesion or Cohesion Strength of Thermal Spray Coatings. West Conshohocken. <https://doi.org/10.1520/C0633-13R21>
- Barbier, D. (2010). Analyse de microstructures par la technique EBSD, 8.
- Boruah, D., Zhang, X., McNutt, P., Khan, R., & Begg, H. (2022). Effect of Post-Deposition Thermal Treatments on Tensile Properties of Cold Sprayed Ti6Al4V. *Metals*, 12(11), 1908. <https://doi.org/10.3390/met12111908>
- Champagne, V. K., Ozdemir, O. C., & Nardi, A. (Éds). (2021). *Practical Cold Spray*. Cham : Springer International Publishing. <https://doi.org/10.1007/978-3-030-70056-0>
- Chen, B. F., Hwang, J., Yu, G. P., & Huang, J. H. (s.d.). In situ observation of the cracking behavior of TiN coating on 304 stainless steel subjected to tensile strain.
- Chen, S. P., Mussert, K. M., & Van Der Zwaag, S. (1998). Precipitation kinetics in Al6061 and in an Al6061-alumina particle composite. *Journal of Materials Science*, 33(18), 4477-4483. <https://doi.org/10.1023/A:1004414413800>

- Chen, Z. (2019). *L'identification de la calorimétrie à balayage différentiel (DSC) des conditions de traitement thermique des alliages d'aluminium*. UNIVERSITÉ du QUÉBEC, Chicoutimi. Repéré à <https://constellation.uqac.ca/id/eprint/5469/>
- Christy, T. V., Murugan, N., & Kumar, S. (2010). A Comparative Study on the Microstructures and Mechanical Properties of Al 6061 Alloy and the MMC Al 6061/TiB₂/12%_p; *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, 09(01), 57-65. <https://doi.org/10.4236/jmmce.2010.91005>
- Danlos, Y., Costil, S., Guo, X., Liao, H., & Coddet, C. (2010). Ablation laser and heating laser combined to cold spraying. *Surface and Coatings Technology*, 205(4), 1055-1059. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2010.06.018>
- Davis, J. R. & ASM International (Éds). (2007). *Aluminum and aluminum alloys* (6. print). Materials Park, Ohio : ASM International.
- Develay, R. (1986). Traitements thermiques des alliages d'aluminium. *Techniques de l'Ingénieur*. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m1290>
- Hamdi, I., & Boumerzoug, Z. (2023). Natural aging influence on the activation energy of the precipitation sequence of Al-Mg-Si alloy. *Journal of Chemical Technology and Metallurgy*, 58(6), 1128-1132. <https://doi.org/10.59957/jctm.v58i6.152>
- Hamdi, I., Boumerzoug, Z., & Chabane, F. (2017). Study of precipitation kinetics of an Al-Mg-Si alloy using differential scanning calorimetry. *Acta Metallurgica Slovaca*, 23(2), 155-160. <https://doi.org/10.12776/ams.v23i2.908>
- Hirsch, J. (2016). Annealing of Aluminum and Its Alloys. Dans G. E. Totten (Éd.), *Heat Treating of Nonferrous Alloys* (pp. 137-147). (S.l.): ASM International. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v04e.a0006285>
- Huang, K., & Logé, R. E. (2016). A review of dynamic recrystallization phenomena in metallic materials. *Materials & Design*, 111, 548-574. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2016.09.012>
- Jazaeri, H., & Humphreys, F. J. (2004). Quantifying recrystallization by electron backscatter diffraction. *Journal of Microscopy*, 213(3), 241-246. <https://doi.org/10.1111/j.0022-2720.2004.01296.x>

- Jeandin, M., & Ducos, M. (2020). Projection dynamique par gaz froid (ou cold spray). *Techniques de l'ingénieur Traitements des métaux*. Editions T.I. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m1648>
- Kamali, M. R., Karjalainen, L. P., Mashregi, A. R., Hasani, S., Javaheri, V., & Kömi, J. (2019). Reobservations of ferrite recrystallization in a cold-rolled ordered Fe–50Co–10V alloy using the EBSD method. *Materials Characterization*, 158, 109962. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.109962>
- Li, W., Xue, N., Shao, L., Wu, Y., Qiu, T., & Zhu, L. (2024). Effects of spraying parameters and heat treatment temperature on microstructure and properties of single-pass and single-layer cold-sprayed Cu coatings on Al alloy substrate. *Surface and Coatings Technology*, 490, 131184. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2024.131184>
- Li, W., Wu, D., Hu, K., Xu, Y., Yang, X., & Zhang, Y. (2021). A comparative study on the employment of heat treatment, electric pulse processing and friction stir processing to enhance mechanical properties of cold-spray-additive-manufactured copper. *Surface and Coatings Technology*, 409, 126887. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2021.126887>
- Li, Y., & Langdon, T. G. (1997). Creep behavior of an Al-6061 metal matrix composite reinforced with alumina particulates. *Acta Materialia*, 45(11), 4797-4806. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(97\)00132-8](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(97)00132-8)
- Liu, Z., Wang, H., Haché, M. J. R., Chu, X., Irissou, E., & Zou, Y. (2020). Prediction of heterogeneous microstructural evolution in cold sprayed copper coatings using local Zener-Hollomon parameter and strain. *Acta Materialia*, 193, 191-201. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.04.041>
- Mangalarapu, T. B., Kumar, S., Ramakrishna, M., Gandham, P., & Suresh, K. (2022). Precipitation behavior of cold sprayed Al6061 coatings. *Materialia*, 24, 101510. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2022.101510>
- Marioara, C. D., Andersen, S. J., Hell, C., Frafjord, J., Friis, J., Bjørge, R., ... Holmestad, R. (2024). Atomic structure of clusters and GP-zones in an Al-Mg-Si alloy. *Acta Materialia*, 269, 119811. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2024.119811>
- Naronikar, A. H., Jamadagni, H. N. A., Simha, A., & Saikiran, B. (2018). Optimizing the Heat Treatment Parameters of Al-6061 Required for Better Formability. *Materials Today: Proceedings*, 5(11), 24240-24247. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2018.10.219>

- Mouritz, A. (2012). Fracture processes of aerospace materials. Dans *Introduction to Aerospace Materials* (pp. 428-453). (S.l.) : Elsevier. <https://doi.org/10.1533/9780857095152.428>
- Papyrin, A., Kosarev, V., Klinkov, S., Alkhimov, A., & Fomin, V. M. (2007). *Cold spray technology*. Amsterdam London : Elsevier. Repéré à <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-045155-8.X5000-5>
- Phua, K. M., Stapel, T., & Ansell, T. Y. (2023). Effect of Heat Treatment on the Mechanical and Tribological Properties of Dual-Reinforced Cold-Sprayed Al Coatings. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 7(1), 32. <https://doi.org/10.3390/jmmp7010032>
- Reboul, M. (2005). Corrosion des alliages d'aluminium. *Techniques de l'Ingénieur*. Repéré à <https://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/archives-th12/archives-corrosion-vieillessement-tiaco/archive-1/corrosion-des-alliages-d-aluminium-cor325/>
- Ren, Y. Q., King, P. C., Yang, Y. S., Xiao, T. Q., Chu, C., Gulizia, S., & Murphy, A. B. (2017). Characterization of heat treatment-induced pore structure changes in cold-sprayed titanium. *Materials Characterization*, 132, 69-75. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.08.006>
- Rokni, M. R., Widener, C. A., & Champagne, V. R. (2014). Microstructural stability of ultrafine grained cold sprayed 6061 aluminum alloy. *Applied Surface Science*, 290, 482-489. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2013.11.127>
- Rokni, M. R., Widener, C. A., Ozdemir, O. C., & Crawford, G. A. (2017). Microstructure and mechanical properties of cold sprayed 6061 Al in As-sprayed and heat treated condition. *Surface and Coatings Technology*, 309, 641-650. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2016.12.035>
- Sample, C. M., Champagne, V. K., Nardi, A. T., & Lados, D. A. (2020). Factors governing static properties and fatigue, fatigue crack growth, and fracture mechanisms in cold spray alloys and coatings/repairs: A review. *Additive Manufacturing*, 36, 101371. <https://doi.org/10.1016/j.addma.2020.101371>
- Sarkar, J., Bhattacharya, R., Mandal, S., Nitesh Kumar Mishra, & Nitish Kumar Singh. (2015). *Study of Electrochemical Behaviour of Aluminium Alloys of Various Tempers*. Unpublished. Repéré à <http://rgdoi.net/10.13140/RG.2.2.20776.93444>

- Schindler, I., Kawulok, P., Očenášek, V., Opěla, P., Kawulok, R., & Rusz, S. (2019). Flow Stress and Hot Deformation Activation Energy of 6082 Aluminium Alloy Influenced by Initial Structural State. *Metals*, 9(12), 1248. <https://doi.org/10.3390/met9121248>
- Sharma, S. C., & Ramesh, A. (2000). Effect of Heat Treatment on Mechanical Properties of Particulate Reinforced Al6061 Composites. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 9(5), 557-561. <https://doi.org/10.1361/105994900770345692>
- Spigarelli, S., Evangelista, E., Cerri, E., & Langdon, T. G. (2001). Constitutive equations for hot deformation of an Al-6061/20%Al₂O₃ composite. *Materials Science and Engineering: A*, 319-321, 721-725. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(01\)01071-1](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(01)01071-1)
- Stucky, M. (2011). Traitements thermiques des alliages d'aluminium Matériels et recommandations. *Techniques de l'ingénieur Traitements des métaux*. Editions T.I. <https://doi.org/10.51257/a-v2-m1290>
- Thibault, A. (2023). *Effet des conditions d'ablation laser sur l'adhérence du dépôt de Al6061 projeté à froid sur des substrats d'Al6061 extrudé*. Ecole de Technologie Supérieure, Montréal.
- Vargel, C. (2005). Propriétés générales de l'aluminium et de ses alliages. *Techniques de l'ingénieur Étude et propriétés des métaux*. Editions T.I. <https://doi.org/10.51257/a-v1-m4661>
- Villafuerte, J. (2010). Current and future applications of cold spray technology. *Metal Finishing*, 108(1), 37-39. [https://doi.org/10.1016/S0026-0576\(10\)80005-4](https://doi.org/10.1016/S0026-0576(10)80005-4)
- Wang, K., Zhao, L., Mao, T., Cui, X., Wang, J., & Xiong, T. (2023). Effect of laser power on the microstructure and mechanical properties of laser-assisted cold sprayed 7075 aluminum alloy deposits. *Materials Science and Engineering: A*, 879, 145224. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145224>
- Wang, Y., Adrien, J., & Normand, B. (2018). Porosity Characterization of Cold Sprayed Stainless Steel Coating Using Three-Dimensional X-ray Microtomography. *Coatings*, 8(9), 326. <https://doi.org/10.3390/coatings8090326>
- Wikipédia. (2025). Tuyère de Laval. Dans *Wikipédia*. Repéré à https://fr.wikipedia.org/w/index.php?title=Tuy%C3%A8re_de_Laval&oldid=222860042

- Yang, F., Wang, J., Wen, T., Ai, X., Dong, X., Yang, H., & Ji, S. (2023). Microstructure and mechanical properties of pseudo binary eutectic Al–Mg₂Si alloy processed by laser powder bed fusion. *Journal of Materials Research and Technology*, 24, 2187-2199. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.03.147>
- Yuan, J., Liang, L., & Lin, G. (2020). Study of laser surface texturing of 6061 aluminium with thermal assistance. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 30(3), 035003. <https://doi.org/10.1088/1361-6439/ab5edb>
- Zaman, S. B., Hazrati, J., Rooij, M. D., & Den Boogaard, T. V. (2020). Cracking Behavior of Coating during Hot Tensile Tests of AlSi-Coated Press Hardening Steel. *Procedia Manufacturing*, 47, 602-607. <https://doi.org/10.1016/j.promfg.2020.04.185>
- Zhang, R., Zhang, J. S., Wang, W., Tang, Y. T., Jiang, J., Reed, R. C., & Lin, J. (2025). Mechanistic insights and kinetics of continuous and geometric dynamic recrystallisation in hot deformed aluminium alloy. *Acta Materialia*, 289, 120893. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2025.120893>
- Zhou, H., Li, C., Yang, H., Luo, X., Yang, G., Li, W., ... Li, C. (2019). Pores Structure Change Induced by Heat Treatment in Cold-Sprayed Ti6Al4V Coating. *Journal of Thermal Spray Technology*, 28(6), 1199-1211. <https://doi.org/10.1007/s11666-019-00882-0>