

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

Université Amar Telidji - Laghouat



Faculté de Technologie

THÈSE DE DOCTORAT EN SCIENCES

Spécialité : Mécanique

Présentée et soutenue publiquement
le 27/10/2018

DJENDEL Mokhtar

THEME

Caractérisation microstructurales et mécanique des rechargements des pièces métalliques par projection thermique

JURY :

Monsieur	Yousfi Ahmed	Président du jury	Professeur	Université de Laghouat
Monsieur	Allaoui Omar	Directeur de thèse	Professeur	Université de Laghouat
Monsieur	Bouزيد Abderrazak	Co- Directeur de thèse	Professeur	Université de B.B.A
Monsieur	Keddam Mourad	Examineur	Professeur	Université USTHB
Monsieur	Djeghlal Med Laminine	Examineur	Professeur	Université ENP Alger
Monsieur	Rayane Karim	Examineur	M C « A »	Université de Laghouat

الميكانيكية لأكسيد
AISI304 الغير قابل للصدأ
الغبر قابل للصدأ
الميكانيكية لأكسيد
AISI304 الغير قابل للصدأ

هذا العمل على دراسة الخصائص البنيوية
صفيحة
صفيحة

أكسيد التيتان (Al₂O₃-3TiO₂)
3% منيو
أكسيد التيتان (Al₂O₃-3TiO₂)
3% منيو

في هذه
في هذه

12000 °C
12000 °C

تأثير
تأثير

حيث تحديد
حيث تحديد

العينات طريق
العينات طريق

المجهر والمجهر
المجهر والمجهر

تجارب الصلابة تمت بواسطة قياسات Vickers
تجارب الصلابة تمت بواسطة قياسات Vickers

بنية الداخلية هـ
بنية الداخلية هـ

DRX.
DRX.

المفتاحية:
المفتاحية:

المجهر الماسح الضوئي (MEB) - التحليل الطيفي السيني DRX -
المجهر الماسح الضوئي (MEB) - التحليل الطيفي السيني DRX -

Résumé :

Afin d'améliorer la résistance à la corrosion et à l'usure, ce travail est basé sur l'étude des propriétés structurales et mécaniques d'alumine et 3% d'oxyde de titane (Al₂O₃-3TiO₂) sur une tôle d'acier inoxydable AISI304. Ces revêtements sont élaborés par la projection thermique au plasma qui consiste à introduire le matériau d'apport, sous forme de poudre, dans une flamme de température de 12000°C, à le porter à l'état fondu puis le projeter sur la surface à revêtir.

L'influence des paramètres opératoires de projection plasma sur les propriétés structurales, et mécaniques (dureté, adhérence) des revêtements a été caractérisés avec des techniques de caractérisation telles que la microscopie optique et électronique à balayage (MEB), la diffraction des rayons DRX et la micro-duromètre.

Mot clés : Projection thermique par plasma, microscopie électronique à balayage (MEB), diffraction des rayons DRX, adhérence, dureté, paramètres opératoires.

Abstract:

To improve the resistance to corrosion and wear, this work is based on the study of structural and mechanical properties of alumina and 3% dioxide of titan (Al₂O₃-3%TiO₂) on a stainless steel sheet AISI304. These coatings were prepared by plasma thermal spraying, which works to insert the material to be projected in the form of powder within a heat flame up to 10000 °C. This flame works to melt this material and spray it on the surface to be coated.

The Effect of plasma spraying parameters on the structural and mechanical properties (hardness, adhesion) of the coatings was characterized with characterization techniques such as optical and scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction XRD and the micro-durometer.

Keys words: plasma spray, scanning electron microscopy (SEM), X-ray diffraction XRD hardness, adhesion, and process variables.

Remerciements

Je voudrais tout d'abord remercier grandement mon directeur de thèse Monsieur ALLAOUI Omar, Professeur à l'Université de Laghouat, pour toute son aide. Je suis ravi d'avoir travaillé en sa compagnie car outre son appui scientifique, il a toujours été là pour me soutenir et me conseiller au cours de l'élaboration de cette thèse, et qui m'a encadré tout au long de cette thèse et qui m'a fait partager ses brillantes intuitions. Qu'il soit aussi remercié pour sa gentillesse et sa disponibilité permanente.

Je tiens à remercier mon Co-Directeur de thèse Monsieur BOUZID. Abderrazak, Professeur à l'Université de Bordj Bou Arreridj, pour toute son aide, pour tous les conseils qu'il m'a donné, pour sa gentillesse et pour toutes les discussions, scientifiques (ou non), que nous avons eues.

Je remercie Monsieur le Professeur YOUSFI Ahmed, Professeur à l'Université de Laghouat, d'avoir accepté de présider le jury de cette thèse.

J'adresse tous mes remerciements à Monsieur KEDDAM Mourad, Professeur à l'Université USTHB, à Monsieur DJEGHLAL Med Laminine, Professeur à l'ENP d'Alger, ainsi qu'à Monsieur RAYANE Karim, M.C « A » à l'Université de Laghouat, de l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant d'être examinateurs de cette thèse.

Une grande partie de ce travail a été réalisée au Laboratoire de Génie des Matériaux (Harbin Institute of Technologie - Chine-) et au Laboratoire de Génie des Procédés (Université de Laghouat). Je tiens à remercier les deux Laboratoires pour les facilités qu'ils m'ont accordées au cours de la réalisation de cette thèse.

Je tiens à remercier aussi les responsables de l'Université de Laghouat de m'avoir facilité l'utilisation des équipements. Mes remerciements vont également aux responsables du département d'Optique et de Mécanique de Précision de l'Université de Sétif d'avoir permis de faire certaines expériences.

Je tiens à remercier les responsables de l'Université de Bordj Bou Arreridj de m'avoir accordé des stages de courte durée. J'adresse mes remerciements à tout le personnel de l'Université de Bordj Bou Arreridj, étudiants et personnel administratif, ainsi qu'à toutes celles et ceux qui ont contribué de près ou de loin au bon déroulement de ma thèse.

Merci à vous tous.

Dédicace

Je dédie ce travail aux personnes qui nous sont les plus chers :

À la mémoire de mon père

Que dieu ait son âme et le préserve dans son vaste paradis

À ma mère,

Que je lui souhaite une longue vie pleine de santé

À Ma chère femme

Qui m'a soutenu tout au long de ce travail et à qui je dois tout respect et fidélité.

À Mes filles (Imane, Ilham, Farah)

Que dieu les garde et les protège, et pour leur amour continuel et leur patience en me voyant toujours occuper.

À mes frères & mes sœurs,

À mes meilleurs amis (BOUBAAYA RABAH, BENANIBA SAMIR, BOUCHAMA ZIAD).

À tout les membres de ma familles particulièrement nos cousines et cousins.

À Ceux et à celles qui m'ont aidé de près ou de loin afin de terminer ce travail.

À TOUT QUI ME CONNAISSE.

LISTE DES TABLEAUX

CHAPITRE I

Tableau	Titre	Page
I.1	Filière des traitements de trempe superficielle	14
I.2	Représentation schématique des différentes filières de revêtements métalliques	14

CHAPITRE II

Tableau	Titre	Page
II.1	Propriétés des principaux types de revêtement	30
II.2	principales caractéristiques des différents procédés de projection thermique	31
II.3	les principaux groupes des matériaux en projection thermique	48
II.4	paramètres de projection	49

CHAPITRE III

Tableau	Titre	Page
III.1	Composition Chimique de l'acier inoxydable AISI 304	53
III.2	Spécification de poudre de projection	54
III.3	Paramètres utilisé pour la couche de Liaison, sous couche d'accrochage	54
III.4	Variation du débit de gaz	59
III.5	Variation du nombre de passes (pas de balayage)	59
III.6	Variation de la puissance de plasma	60
III.7	Variation de la distance de projection	60

CHAPITRE IV

Tableau	Titre	Page
IV.1	Effet de la vitesse du flux de l'Argon sur la microstructure des revêtements	71
IV.2	Effet du nombre de passes sur la microstructure des revêtements	74
IV.3	Effet de l'énergie de plasma sur la microstructure des revêtements	78
IV.4	Effet de la distance de projection sur la microstructure des revêtements	80

LISTE DES FIGURES

CHAPITRE I

Figure	Titre	Page
I.1	Différents types des dépôts & revêtements de surface	6
I.2	Principe d'électrolyse	9
I.3	schéma de principe de dépôt électrolytique localisé au tampon	10
I.4	principe d'immersion en métal fondu (galvanisation à chaud)	12
I.5	Méthodes générales de dépôt de couches minces sous vide	12
I.6	Schéma de principe de dépôt chimique en phase vapeur (CVD)	13
I.7	Principe de dépôt physique en phase vapeur (PVD)	15
I.8	Principe de la pulvérisation cathodique	16
I.9	Principe de dépôt ionique, a) dépôt ionique à base de plasma, b) dépôt ionique à vide	18
I.10	Rechargement par chalumeau	19
I.11	Rechargement par LASER	21
I.12	Principe fondamental de la projection thermique	22

CHAPITRE II

Figure	Titre	Page
II.1	Classification des procédés de traitement de surface	24
II.2	Historique de la projection thermique	26
II.3	Evolution historique de la projection thermique	27
II.4	Principe fondamental de la projection thermique	29
II.5	Principaux constituants d'une installation de projection thermique	32
II.6	Schéma de principe de la projection à la flamme poudre	33
II.7	Pistolet de projection flamme type 5PII	33
II.8	Principe de la projection à la flamme fil	34
II.9	Pistolet de projection a flamme fil	34
II.10	Schéma de principe d'un pistolet HVOF	35
II.11	Pistolet HVOF en fonctionnement	36
II.12	Principe de la projection canon détonation	37
II.13	Principe de projection arc fil	38
II.14	Pistolet de projection arc fil en fonctionnement	38
II.15	Principe de fonctionnement d'une torche plasma	40
II.16	Torche plasma en fonctionnement	40

II.17	Schéma de principe de la projection par torche à plasma	41
II.18	Schéma de la dynamique de l'arc et de l'écoulement du jet dans une torche plasma à courant continu	42
II.19	Schéma des différents modes d'injection du gaz plasmagènes dans une torche de projection plasma	43
II.20	Influence du débit de gaz porteur sur la trajectoire moyenne des particules	44
II.21	Schéma de principe de la construction de dépôt par projection thermique	46

CHAPITRE III

Figure	Titre	Page
III.1	Machine de sablage	56
III.2	Principe de fonctionnement du chalumeau	57
III.3	Système de projection par plasma atmosphérique Sulzer-Metco-9MC	58
III.4	Distributeur de puissance & Alimentateur de poudre	58
III.5	Armoire de commande automatique 9MC	59
III.6	Pistolet de pulvérisation	59
III.7	Enrobeuse sous vide	61
III.8	Microscope métallographique optique	63
III.9	Diffractomètre D8 ADVANCE-BRUKER.	64
III.10	Pénétrateur	65
III.11	Duromètre DM2D	66
III.12	Empreinte laissée par un pénétrateur	66
III.13	Microscope Electronique à Balayage de type TESCAN VEGA	67
III.14	Schéma de mesure de l'adhérence entre dépôt et substrat	68

CHAPITRE IV

Figure	Titre	Page
IV.1(a)	MEB micrographie du revêtement Al ₂ O ₃ -3wt.% TiO ₂	70
IV.1(b)	Micrographie au MEB de poudre de revêtement Al ₂ O ₃ -3% TiO ₂ : 03 couches différentes : la couche céramique, couche intermédiaire et substrat.	70
IV.2	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement	72

	A1 (G200µm, 90, 25, 600A, 65v, 80mm, 10)	
IV.3	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement A2 (G200µm, 100, 25, 600A, 65v, 80mm, 10)	72
IV.4	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement A3 (G200µm, 110, 25, 600A, 65v, 80mm, 10)	73
IV.5	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement B1 (G50µm, 90, 25, 600A, 65v, 80mm, 8)	74
IV.6	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement B2 (G200µm, 90, 25, 600A, 65v, 80mm, 10)	75
IV.7	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement B3 (G100µm, 90, 25, 600A, 65v, 80mm, 12)	76
IV.8	Propriétés des principaux gaz utilisés lors de ces travaux	77
IV.9	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement C1 (G200µm, 90, 15, 550A, 55v, 80mm, 10)	79
IV.10	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement C2 (G200µm, 90, 25, 600A, 55v, 80mm, 10)	79
IV.11	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement C3 (G200µm, 90, 20, 650, 60v, 80mm, 10)	80
IV.12	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement D1 (G200µm, 90, 25, 600A, 65v, 80mm, 10)	82
IV.13	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement D2 (G200µm, 90, 25, 600A, 65v, 100mm, 10)	82
IV.14	Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement D3 (G200µm, 90, 25, 600A, 65v, 120mm, 10)	83
IV.15	Diffractogramme DRX des revêtements Al ₂ O ₃ -3TiO ₂ (AT-3) déposés à différentes vitesses du flux d'argon.	84
IV.16	Diagrammes de diffraction X typique du revêtement plasma de Al ₂ O ₃ -3TiO ₂ en fonction du nombre de passes de la torche plasma	85
IV.17	Diagrammes de diffraction X typique du revêtement plasma de Al ₂ O ₃ -3TiO ₂ à une différente énergie du plasma	86
IV.18	Diagrammes de diffraction X typique du revêtement plasma de Al ₂ O ₃ -3TiO ₂ à une différente distance de tir : 80mm, 100mm, 120mm	87
IV.19	la dureté Vs Distance de projection	89
IV.20	La dureté Vs courant	90
IV.21	La dureté Vs débit de poudre	91
IV.22	l'adhérence en fonction de la distance de tir	92
IV.23	l'adhérence en fonction de débit de poudre	93
IV.24	l'adhérence en fonction de courant	94

Introduction Générale	01
Chapitre I : Les traitements et les revêtements de surface	05
I.1. Introduction	05
I.2. Classification des traitements de surface	06
I.3. Le Revêtement	07
I.3.1. Revêtements par voie humide	07
I.3.1.1 Déposition par voie chimique	07
I.3.1.2. Déposition par voie électrolytique	08
I.3.1.3. Dépôt par immersion dans un métal fondu	11
I.3.2. Revêtements par voie sèche	12
I.3.2.1. Dépôt en phase vapeur chimique (CVD)	13
I.3.2.2. Dépôt en phase vapeur physique (PVD)	15
I.3.2.3 Rechargement par soudage	18
I.3.2.4 Dépôts par projection thermique	22
Chapitre II : Les Procédés de projection thermique	23
II.1. Introduction	23
II.2. Historique	24
II.2.1. Description de la projection thermique	28
II.3. Présentation des différents procédés	29
II.3.1. Place de la projection thermique dans les traitements de surface	29
II.3.2. Les Constituants principaux d'une installation	31
II.4. Techniques de projection thermique	32
II.4.1. Flamme Poudre	32
II.4.2. Flamme Fil	34
II.4.3. Flamme hypersonique	35
II.4.3.1. HVOF (flamme oxyfuel à haut température)	35
II.4.3.2. Canon de détonation	36
II.4.4. Projection par arc électrique	37

II.4.5. La projection par torche à plasma	39
II.4.5.1. Les étapes de projection par plasma	41
II.4.5.1.1. Génération du jet plasma	41
II.4.5.1.2. Injection de la poudre dans le jet plasma	44
II.4.5.1.3. Traitement des particules dans le jet plasma	44
II.4.5.1.4. Construction du dépôt	45
II.4.5.2. Utilisation, avantages & applications	46
II.4.5.3. Les matériaux de projection	47
II.4.5.3.1. Les grandes familles de matériaux	47
II.4.5.3.2. Paramètres contrôlant la projection plasma	49
II.4.5.4. Préparation de surface	50
II.4.5.5. Modes de préparation	51
II.4.5.5.1. Dégraissage	51
II.4.5.5.2. Décapage	52
II.4.5.5.3. Sablage	52
Chapitre III : Procédure expérimentale	53
III.1. Introduction	53
III.2. Matériau de l'étude	53
III.2.1. Substrats	53
III.2.2. Les dépôts	53
III.2.2.1. La poudre (Ni20Cr) 6Al	53
III.2.2.2. La poudre Al2O3-3%TiO2	54
III.3. Préparation de la surface	55
III.4. La projection plasma	56
III.4.1. Mode de fonctionnement	56
III.4.2. Dispositif expérimentale	57
III.4.2.1. Présentation générale	57
III.5. Détail des expériences à l'étape de projection	59

III.6. Caractérisation des dépôts	60
III.6.1. Tronçonnage	61
III.6.2. Enrobage	61
III.6.3. Polissage	62
III.6.4. Nettoyage	62
III.6.5. Attaque chimique	62
III.6.6. Observations microscopique	62
III.6.7. Diffraction des rayons X	63
III.6.8. Essais de micro-dureté	64
III.6.9. La microscope électronique à balayage	66
III.6.10. Adhérence des dépôts	67
Chapitre IV : Résultats et discussions	69
IV.1. Introduction	69
IV.2. Caractérisation du revêtement	69
IV.2.1. Microstructure des revêtements	69
IV.3. Effet des paramètres de projection sur la microstructure du revêtement	71
IV.3.1. Variation de la vitesse du flux de l'argon sur la microstructure du revêtement	71
IV.3.2. Variation du nombre de passe (pas de balayage) sur la microstructure du revêtement	74
IV.3.3. Variation de l'énergie du plasma sur la microstructure du revêtement	76
IV.3.4. Effect de la distance de projection sur la microstructure du revêtement	80
IV.4. caractérisation des revêtements par diffraction des rayons X (DRX)	83

IV.5. Evaluation des paramètres APS sur les propriétés mécaniques	88
IV.5.1. La dureté	88
IV.5.1.1. La dureté en fonction de la distance de projection	88
IV.5.1.2. La dureté en fonction du courant	89
IV.5.1.3. La dureté en fonction du débit de poudre	90
IV.5.2. L'adhérence du dépôt	91
IV.5.2.1. L'adhérence en fonction de la distance de tir	91
IV.5.2.2. L'adhérence en fonction de débit de poudre	92
IV.5.2.3. L'adhérence en fonction de courant électrique	93
Conclusion	95
Bibliographie	97

Introduction

Générale

Introduction générale :

La demande industrielle pour l'amélioration de la résistance aux frottements et à l'usure de pièces, tant mécaniques que de structure, est en constante croissance depuis plus de 20 ans. Elle se justifie notamment par la volonté de réduire les pertes considérables liées aux phénomènes de frottement/usure. Il est généralement admis qu'elles représentent de 6 à 10 % du Produit National Brut des pays industrialisés. Dans les applications mécaniques, par exemple, 30 % des causes d'avarie sont dues à l'usure. Dans ce contexte, la stratégie industrielle est souvent de recourir aux revêtements pour améliorer les performances et allonger la durée de vie d'un système mécanique. Ces revêtements sont techniquement et/ou économiquement avantageux par rapport à un changement du matériau constituant la pièce à améliorer. En outre, il est demandé de plus en plus fréquemment aux pièces de résister à des sollicitations impliquant simultanément plusieurs phénomènes (frottement, abrasion, corrosion, chocs, ...). Dans l'industrie automobile par exemple, l'emploi d'un alliage de cuivre, un bronze d'aluminium, qui présente une bonne résistance à l'usure, peut être envisagé en tant que matériau de base, pour la réalisation d'un coussinet d'un organe de glissement. Dans ce cas, l'incorporation d'une phase céramique au sein de la matrice métallique permettrait d'augmenter les propriétés tribologiques de ces alliages. La progression des connaissances sur les matériaux ainsi que sur les procédés de fabrication des revêtements est actuellement très rapide. Parmi les procédés connus, la projection thermique est sans conteste l'une des techniques les plus appréciées.

Les procédés de déposition par projection thermique sont des techniques développées afin d'améliorer les propriétés d'usage de divers composants industriels par recouvrement avec des couches de quelques dixièmes de millimètres d'épaisseur. Ces revêtements de surface sont considérés comme des dépôts épais, et leur but général est de protéger les surfaces de matériaux sensibles d'un voisinage mécanique ou thermique trop éprouvant [1, 2]. De tels dépôts dont le vecteur thermique est une flamme, le plus souvent plasma, sont aujourd'hui couramment utilisés dans l'industrie. En effet les torches à plasma permettent de déposer une large gamme de matériaux très spécifiques : des superalliages et composés intermétalliques réfractaires aux céramiques. Le nombre d'applications commerciales est en constante augmentation. Ainsi la projection plasma représente un marché global d'environ 4.8 milliards d'euros en 2004 dont 30% en Europe.

De nombreuses études ont été réalisées sur la projection plasma des matériaux céramiques, des métaux, des alliages et des cermets. En effet les propriétés de dépôt dépendent de paramètres particulièrement variés. Citons de façon non exhaustive : ceux qui caractérisent la torche (la composition des gaz, les débits, les puissances électriques, etc.). Ceux qui caractérisent la poudre (nature du matériau d'apport, diamètre des particules, microstructure et morphologie de celles-ci), débit massique de la poudre. Ceux qui caractérisent l'interaction entre le jet plasma et la poudre (l'accélération et le chauffage des particules dans le jet). Ceux qui représentent le mouvement relatif de la torche par rapport au substrat et aussi les paramètres relatifs au substrat (la température de préchauffage, la rugosité) et ceux qui représentent le refroidissement de dépôt.

La projection plasma est un procédé de traitement de surface employé dans de nombreux secteurs industriels [3] (aérospatiale, aéronautique, automobile, minier, biomédical...). Elle permet de réaliser un apport de matière de quelques dixièmes à quelques millimètres d'épaisseur sous forme de couches fonctionnelles ou de protection pour différentes applications. Cette technique produit des dépôts de haute valeur ajoutée. Elle est flexible et permet de déposer une très large gamme de matériaux (céramiques, métaux, polymères, composites) [4, 5, 6] sur des substrats de natures diverses et de tailles très différentes qui vont du millimètre à quelques mètres. Les surfaces traitées, soumises à des sollicitations variées, permettent de gagner en performances, typiquement en [7, 8, 9] :

- résistance à la corrosion chimique et à l'oxydation atmosphérique ;
- résistance à l'usure, aux frottements et à l'érosion ;
- tenue à des températures supérieures à 1300 K ;
- isolation et protection thermique.

Un dépôt réalisé par projection plasma est constitué par l'empilement de particules, qui s'écrasent avec des vitesses qui s'étendent de 100 à 350 m.s⁻¹ selon leurs tailles, leurs masses volumiques et les torches plasmas utilisées, fondues ou partiellement fondues sur le substrat à couvrir et préalablement préparé à cet effet [10, 11]. La microstructure et les propriétés du dépôt sont fortement liées aux paramètres du substrat (nature, état chimique de la surface ou couche d'oxyde formée : épaisseur, nature, rugosité, température, ...) et aux paramètres des particules (taille, vitesse, température, état de fusion à l'impact, ...). Ces derniers paramètres sont eux-mêmes fonctions des caractéristiques du jet de plasma (composition, champs de vitesse et température, enthalpie, conductivité thermique, viscosité, ...) et des conditions de leur

injection (vitesse moyenne d'injection, point d'injection, distribution de taille des particules, ...).

L'industrie de la projection plasma est confrontée à des besoins croissants de performance et à des exigences de plus en plus sévères. La réponse à ces contraintes impose une meilleure compréhension des phénomènes impliqués dans le processus de projection plasma.

Objectif de l'étude

Dans cette étude, le système de projection de plasma d'air est utilisé pour le revêtement céramique en alumine renforcé par 3% d'oxyde de titane. On étudie l'effet des paramètres opératoires (courant, débit de poudre et distance de tir) de revêtement en céramique afin de développer une surface de revêtement sur un substrat en acier inoxydable. Pour obtenir un revêtement de qualité optimale, il faut comprendre les variables du système de plasma telles que le processus de projection de plasma et les paramètres de revêtement. L'étude porte sur un système de projection par plasma atmosphérique Sulzer-Metco-9MC.

Principalement, il existe deux objectifs :

1. étudier l'influence des paramètres opératoires du procédé de projection par plasma atmosphérique (courant, débit de poudre et distance de tir) sur la qualité de revêtement.
 2. réaliser et caractériser des dépôts avec les mêmes conditions opératoires, afin d'optimiser les conditions de projection pour obtenir autant que faire se peut des dépôts durs présentant des faibles taux de porosité et éventuellement d'oxydes.
- Le premier chapitre présente d'abord une brève étude bibliographique sur les différentes techniques de traitement de surface.
 - Le deuxième chapitre présente les procédés de projection thermique qui permet de situer le procédé plasma atmosphérique.
 - Le troisième chapitre décrit la stratégie expérimentale suivie pour réaliser les dépôts et présenté toutes les techniques de caractérisation utilisées pour suivre les changements microstructuraux et caractériser nos échantillons.
 - le quatrième chapitre est consacré à l'étude de l'influence des paramètres de projection sur les caractéristiques mécanique et microstructurale (à l'impact sur

les propriétés des revêtements : microstructure, porosité, micro-dureté et résistance à l'abrasion)

- Le cinquième chapitre s'intéresse à la discussion des résultats obtenue.
- Une conclusion générale clôt ce mémoire en faisant ressortir les principaux résultats de l'étude.

Chapitre I

Les traitements de surface

&

Les revêtements

I.1. Introduction

Différentes technologies de dépôt permettent d'apporter un matériau à la surface d'une pièce pour en changer les propriétés de surface. Parmi les techniques les plus utilisées nous pouvons citer : l'électrodéposition, les dépôts chimiques, l'immersion dans un bain de métal en fusion, les dépôts physiques ou chimiques en phase vapeur et la projection thermique. Les applications de ces dépôts concernent essentiellement la protection contre l'usure et la corrosion, la décoration ou la réalisation de dépôts à propriétés physiques spécifiques (électrique, magnétique, thermique,...) [11-12].

Les procédés de traitements et de revêtements de surface sont utilisés pour modifier les caractéristiques de la surface d'une pièce dans le but de lui donner des qualités nouvelles. Ces procédés se distinguent selon le degré de réaction et de diffusion entre le matériau d'apport et la pièce à traiter.

Le but des traitements est d'améliorer les propriétés mécaniques (dureté, frottements, résistance à l'usure, au grippage, au fretting, à la fatigue...), la résistance à la corrosion, certains comportements (conduction de la chaleur, réflexion à la lumière, conductivité électrique, soudabilité...) et l'esthétique.

a) dureté

La dureté peut être augmentée par tous dépôts plus durs que le substrat. Toutefois, les plus remarquables à cet égard sont :

- le chromage dur
- le nickelage chimique
- les métallisations aux carbures ou aux métaux durs
- l'anodisation dure
- les dépôts ioniques

b) lutter contre la corrosion

Il faut apporter à la surface une protection contre les agents corrosifs. On peut citer :

- le zingage ou cadmiage chromaté
- le nickelage plus chromate
- les anodisations et les phosphatations
- le nickel chimique
- les peintures anti-corrosives

c) résistance à l'usure, l'abrasion

Il n'existe pas de traitement universel. Mais l'on peut citer :

- le chrome dur
- le nickel chimique
- la nitruration et la cémentation
- l'anodisation dure et la chromisation
- la trempe et le galetage

d) résistance à la fatigue

Là aussi, pas de traitement universel. On peut citer : les traitements chimiques et la trempe

e) propriétés électriques

Les dépôts d'or, d'argent, d'étain favorisent les contacts électriques. L'anodisation, la phosphatation créent une isolation.

f) soudabilité

Les dépôts d'or, d'argent, d'étain ou d'alliages d'étain améliorent la soudabilité.

Le choix du type de traitement ou de revêtement dépend essentiellement :

- de la nature du matériau à traiter
- de la forme et des dimensions de la pièce
- des sollicitations auxquelles est soumise la pièce (milieu extérieur, contact, exposition...)

I.2. Classification des traitements de surface :

Il existe de nombreuses façons de classer les traitements de surface, soit par procédés (dépôts électrolytiques ou chimiques, physiques, traitement de diffusion, de conversion ou de transformation structurale, projection thermique, rechargement.), soit par fonction (anticorrosion, décoration, anti usure, isolation thermique...), soit éventuellement par secteur d'application (transport, énergie, mécanique, bâtiment...) [12]. **(Figure I.1).**

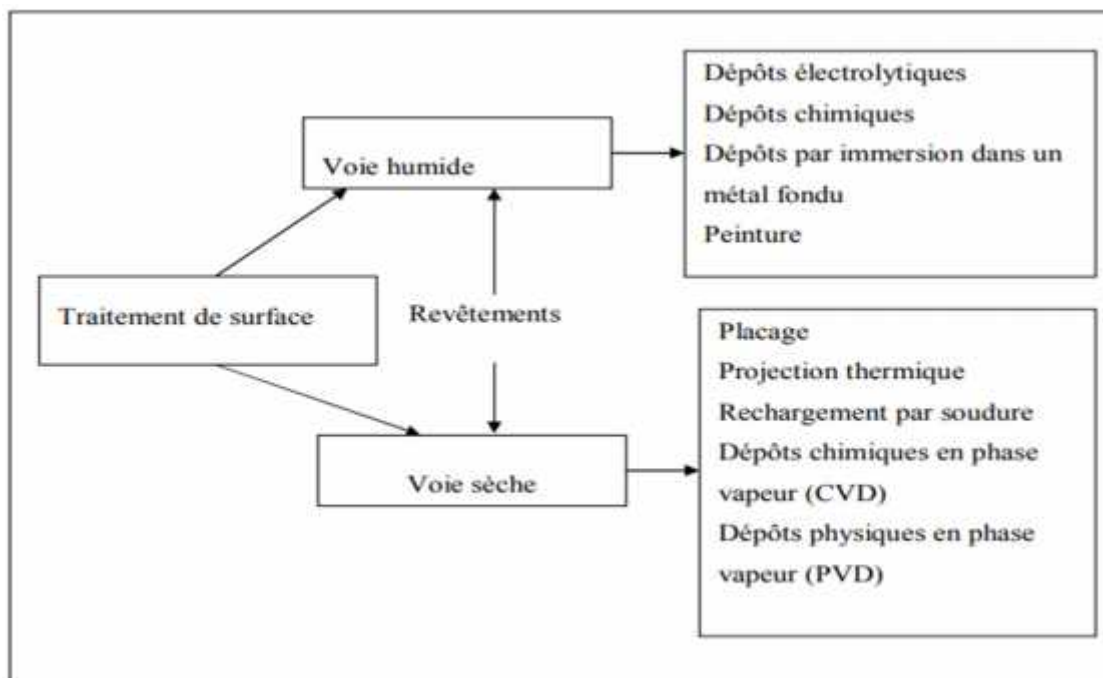


Figure I.1 : Différents types des dépôts & revêtements de surface [12].

I.3. Le Revêtement :

Le revêtement est un terme qui désigne toute couche de métal obtenue sur une surface par un procédé de recouvrement, tel que la surface du métal les modifications du matériau de base à l'interface négligeable et la couche superficielle du métal résultat de ce traitement est presque homogène pour que la qualité de la couche soit définie par son épaisseur.

I.3.1. Revêtements par voie humide

I.3.1.1. Déposition par voie chimique :

C'est un procédé de déposition d'une couche métallique sans implication d'une source de courant extérieur. Le procédé repose sur le fait que certains métaux de bas potentiel réduisent certains métaux de haut potentiel chimique de leurs sels. Les métaux ionisés enduisent la surface de substrat. Ce dernier est immergé dans un électrolyte contenant le sel du métal à déposer [13].

Parmi les différents procédés utilisés, on cite les trois principaux suivants :

❖ Placage par immersion :

Le placage par immersion est caractérisé par une dissociation partielle de substrat en ions. Dans l'exemple suivant, les ions de cuivre sont neutralisés par les électrons provenant du fer. Le cuivre neutralisé, se dépose sur le substrat. Dans ce cas, il est à noter que l'échelle de l'électropositivité doit être respectée pour l'obtention d'un dépôt.

❖ Déposition par contact :

C'est un processus anodique. La mise en marche est assurée par utilisation d'un matériau métallique connecté au substrat. Le matériau de contact est moins noble que celui du substrat.

❖ Placage par réduction :

Dans ce processus, les électrons nécessaires sont créés par un matériau de réduction dissout dans l'électrolyte. Ce matériau de réduction est moins noble que le substrat et l'enduit. En solution il dégage les électrons nécessaires en s'oxydant. Les électrons réduisent les ions de l'enduit présents dans l'électrolyte, qui se dépose ensuite sur la surface de la pièce.

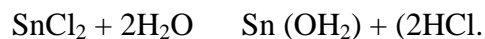
Le placage par réduction a trouvé un vaste emploi dans l'industrie électronique. Son seul désavantage peut être le petit nombre de métaux qui peuvent être déposés dans des solutions aqueuses (par exemple : Ni, Cu, Ag, Au).

❖ Métallisation des matériaux diélectriques :

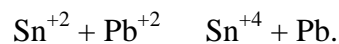
La métallisation des diélectriques exige des traitements préalables telles : la sensibilisation et l'activation de la surface à traiter dont la procédure est la suivante :

- préparation du substrat par voie mécano-chimique.
- sensibilisation par immersion dans une solution de chlorure d'étain et d'acide sulfurique ($\text{SnCl}_2 + \text{HCl}$).

L'opération est suivie par un lavage à l'eau selon la réaction suivante :



- activation de la surface par un traitement dans une solution de ($\text{PbCl}_2 + \text{HCl}$)
- l'hydrolyse SnCl_2 est un réducteur très puissant :



La couche de plomb sert de support électrique pour une métallisation ultérieure.

I.3.1.2. Dépôt par voie électrolytique :

Les dépôts électrolytiques en générale réalisés par électrolyse de solutions aqueuses de différents types de sels suivant l'application et les caractéristiques des dépôts que l'on cherche à produire.

Ce procédé permet le revêtement, sur tous les matériaux conducteurs : plus de vingt métaux purs, une centaine d'alliages binaires et ternaires, l'anodisation de l'aluminium et des alliages légers, du titane et de ses alliages, du polissage électrolytique des aciers inoxydables, des alliages légers, du cuivre, du laiton.....etc. [13].

L'application de ces dépôts concerne essentiellement la protection contre la corrosion, la décoration surtout (le chromage, l'or, l'argentage, le nickelage,...). On distingue deux types de dépôts électrolytiques :

- revêtement électrolytique par immersion dans un bain ;
- revêtement électrolytique localisé au tampon.

❖ Dépôt électrolytique par immersion dans un bain (voie humide) :

Une réaction électrochimique résulte d'un déplacement d'équilibre entre une électrode et l'électrolyte dans lequel elle se trouve immergée (figure I.2). L'immersion peut être totale ou bien ne concerner qu'une partie du matériau (par exemple ruissellement ou contact avec des gouttes), mais la démarche phénoménologique reste inchangée.

Lorsque l'on veut modifier l'état d'un équilibre électrochimique deux moyens sont offerts : modifier la composition de l'électrolyte (moyen chimique) ou bien la valeur du

potentiel électrique du métal (moyen électrique). Dans les deux cas, on polarise le système de telle sorte que celui-ci tende à réagir et à se placer dans une nouvelle situation d'équilibre.

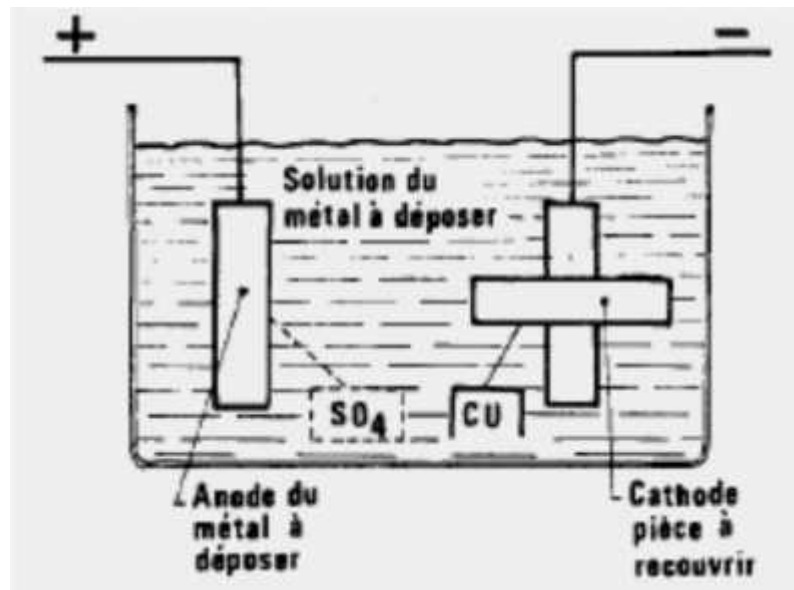


Figure I.2 : Principe d'électrolyse [13].

La décoration par la méthode électrolytique est a dans les productions en série telle que l'argenture, la dorure, le nickelage et le chromage, ainsi le polissage et le brillantage.

Les opérations électrolytiques sont définies par les paramètres suivants :

La densité de courant ; la température ; la concentration (solution) ; le temps de maintien.

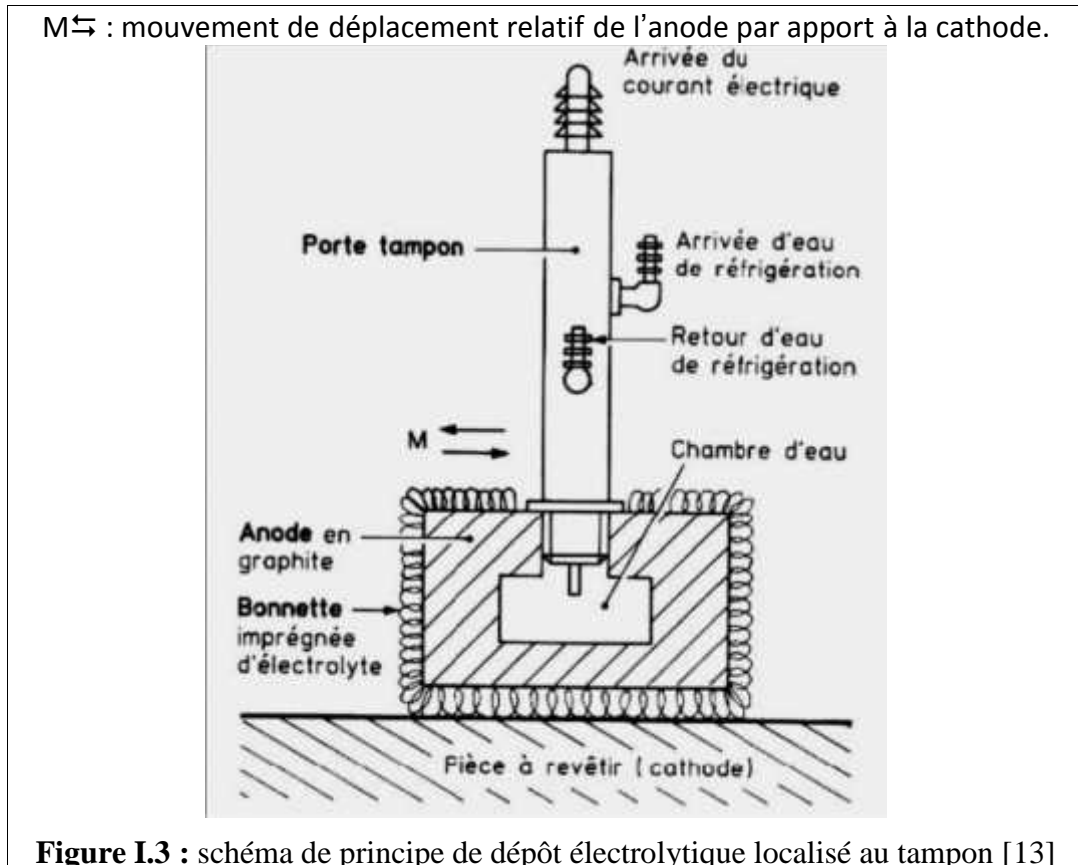
❖ **Dépôt électrolytique localisé au tampon :**

L'électrolyse au tampon est un procédé sélectif d'électrolyse sans immersion dont le principe est le suivant : l'anode, ou plus exactement le dispositif anodique, est imprégnée d'une solution électrolytique spéciale. Ce dispositif anodique est déplacé sur la pièce à revêtir qui constitue la cathode. Sous l'action du courant électrique le métal se dépose sur la pièce (figure I.3) [13].

Cette opération qui s'apparente aux procédés classiques d'usinage mécanique est effectuée soit manuellement à l'aide d'unités de production standard, soit automatiquement par des machines robotisées, automatisées et adaptées à la dimension des pièces à traiter ainsi qu'à la cadence de production envisagée. De plus, cette technique d'électrolyse sélective et hors cuve donne la possibilité de faire des interventions sur sites.

Pour atteindre ce but il faudrait créer de toutes pièces :

- des solutions électrolytiques susceptibles d'être électrolysées entre 100 et 400 A/dm² de surface anodique ;
- un dispositif anodique maniable, simple et capable d'accepter de telles densités de courant et tout particulièrement de pouvoir dissiper l'énergie thermique due à l'effet joule.



Le dispositif anodique est constitué d'un porte-tampon, d'une anode et d'une bonnette.

- Le porte-tampon, comme son nom l'indique porte le tampon, c'est-à-dire l'anode. Il alimente en courant d'électrolyse fourni par le générateur de courant continu et si nécessaire en eau de réfrigération.
- L'anode, c'est-à-dire le tampon proprement dit, est habillée d'une masse poreuse et spongieuse formée par la bonnette.

L'anode a deux fonctions principales :

- provoquer l'électrolyse au travers de la bonnette ;
- évacuer l'énergie thermique due à l'effet Joule au cours de l'électrolyse, de manière à maintenir l'électrolyte qui imprègne la bonnette au-dessous de sa température d'ébullition, condition indispensable pour que l'électrolyse puisse s'effectuer.

Cette anode est toujours une anode de forme, c'est-à-dire adaptée à la forme et à la dimension de la pièce à revêtir. Cette anode est insoluble et ne doit pas être attaquée au cours de l'électrolyse. Elle sera aussi facilement usinable pour pouvoir s'adapter aisément à la forme de la pièce à revêtir. Comme de plus cette anode doit être conductrice de l'électricité, le choix du graphite s'impose. Cette anode doit également servir d'échangeur thermique et comporte donc un système de refroidissement qui est, la plupart du temps, une chambre d'eau étanche où circule le liquide de réfrigération. Dans le cas des machines automatiques dans lesquelles une utilisation intensive des anodes est demandée, le graphite devient assez vite pulvérulent en surface et dans ce cas il est remplacé par de l'acier inoxydable ou du platine.

- La bonnette est la pièce de tissu qui enveloppe l'anode et au travers de laquelle s'effectue l'électrolyse. Ce tissu est donc à la fois poreux et spongieux pour laisser passer l'électrolyte et en garder une certaine réserve dans sa masse, de manière à assurer l'électrolyse. Il doit être isolant, condition indispensable pour qu'il n'y ait pas de court-circuit entre la pièce à revêtir et l'anode, et pour que l'électrolyse puisse avoir lieu. Enfin ce tissu est fait d'un matériau inerte chimiquement vis-à-vis des solutions électrolytiques et suffisamment souples et déformables pour suivre la macro-géométrie de la pièce et maintenir un champ électrique uniforme, gage d'un dépôt régulier. Cette bonnette, dans la plupart des utilisations, est en tissu mi- coton, mi- nylon. Cependant dans le cas de certains électrolytes agressifs elle est en polypropylène et en polyester (oxydation anodique de l'aluminium) ou en tissu de verre (polissage électrolytique de l'acier inoxydable).

I.3.1.3. Dépôt par immersion dans un métal fondu.

C'est une des méthodes de protection la plus ancienne qui consiste à plonger le métal à recouvrir dans un bain fondu du métal de revêtement. C'est un procédé classique permettant de recouvrir l'acier de zinc (galvanisation). D'autres métaux à bas point de fusion peuvent aussi être déposés par ce procédé tel que l'étain (étamage), le plomb, ou l'aluminium. L'épaisseur du dépôt obtenu est en général fonction de la durée d'immersion et la température favorise la création d'une zone d'interdiffusion à l'interface revêtement-substrat assurant ainsi une bonne adhérence.

Le métal à protéger est plongé dans un bain de métal protecteur fondu (figure I.4) l'opération se faisant à chaud, la couche formée est complexe car des phénomènes de diffusion interviennent [14].

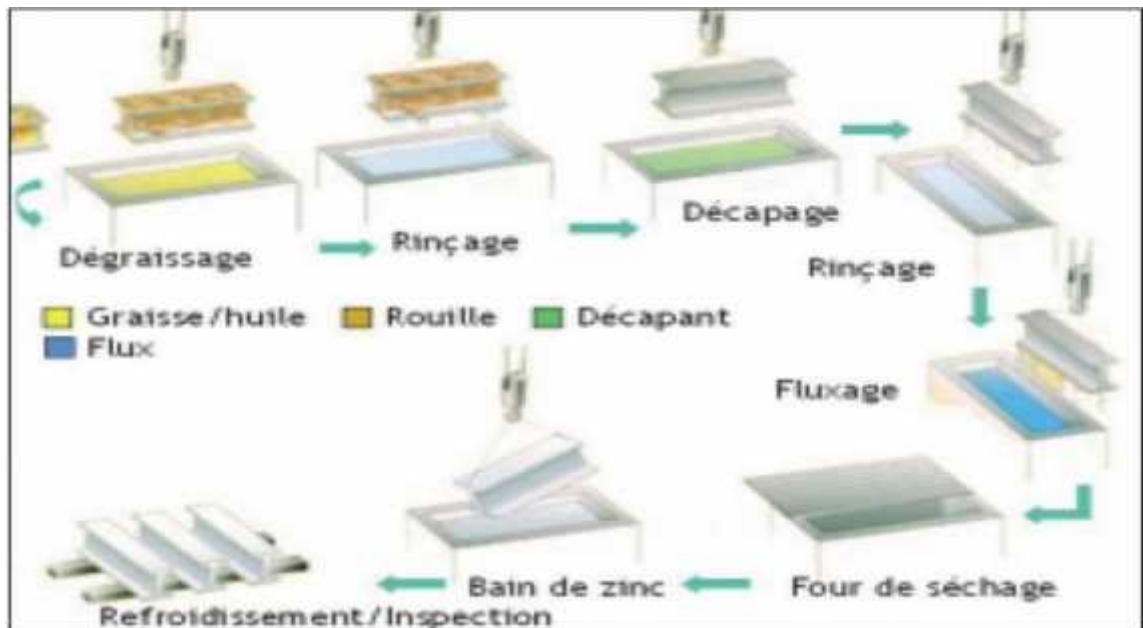


Figure I. 4 : principe d'immersion en métal fondu (galvanisation à chaud) [15]

I.3.2. Revêtements par voie sèche :

❖ Dépôt chimique et physique en phase vapeur :

Les principales méthodes utilisées pour fabriquer des couches minces sous vide sont appelées à la technique de dépôt en phase vapeur chimique (CVD : Chemical Vapor Deposition) et de dépôt en phase vapeur physique (PVD : Physical Vapor Deposition). La classification des méthodes est présentée sur le schéma de la figure I.5 [16].

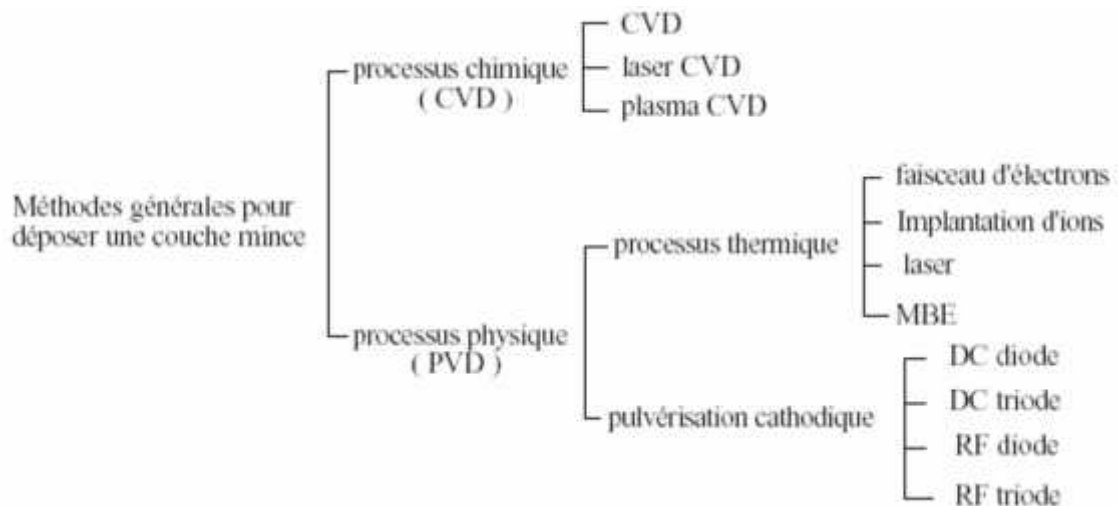


Figure I.5. Méthodes générales de dépôt de couches minces sous vide [12].

I.3.2.1. Dépôt en phase vapeur chimique (CVD) :

Le dépôt en phase vapeur chimique (CVD) est une méthode dans laquelle le ou les constituants d'une phase gazeuse réagissent pour former un film solide déposé sur un substrat.

Les composés volatils du matériau à déposer sont éventuellement dilués dans un gaz porteur et introduits dans une enceinte où sont placés les substrats. Le film est obtenu par réaction chimique entre la phase vapeur et le substrat chauffé. Dans certains cas, une élévation de température est nécessaire pour maintenir la réaction chimique. Le dépôt CVD est un domaine interdisciplinaire, il comprend un ensemble de réactions chimiques, un processus thermodynamique et cinétique, un phénomène de transport [17]. La réaction chimique est au centre de ces disciplines : elle détermine la nature et les espèces présentes. Il existe deux types de réacteurs : le réacteur à paroi chaude et le réacteur à paroi froide. Dans le cas du réacteur à paroi chaude, ce dernier est chauffé directement, ce qui permet d'opérer à plus faible pression : à peu près 75 mtorr. Les dépôts se produisent sur les substrats, mais aussi sur les parois (technique LPCVD : Low Pressure Chemical Vapor Deposition) [18]. Dans le cas du réacteur à paroi froide, seul le substrat est chauffé, si bien que la réaction n'est effective qu'au niveau du substrat chauffé ; elle se produit à pression atmosphérique. Le principe de cette méthode de dépôt est présenté dans la figure I.5, dans le cas de la paroi chaude.

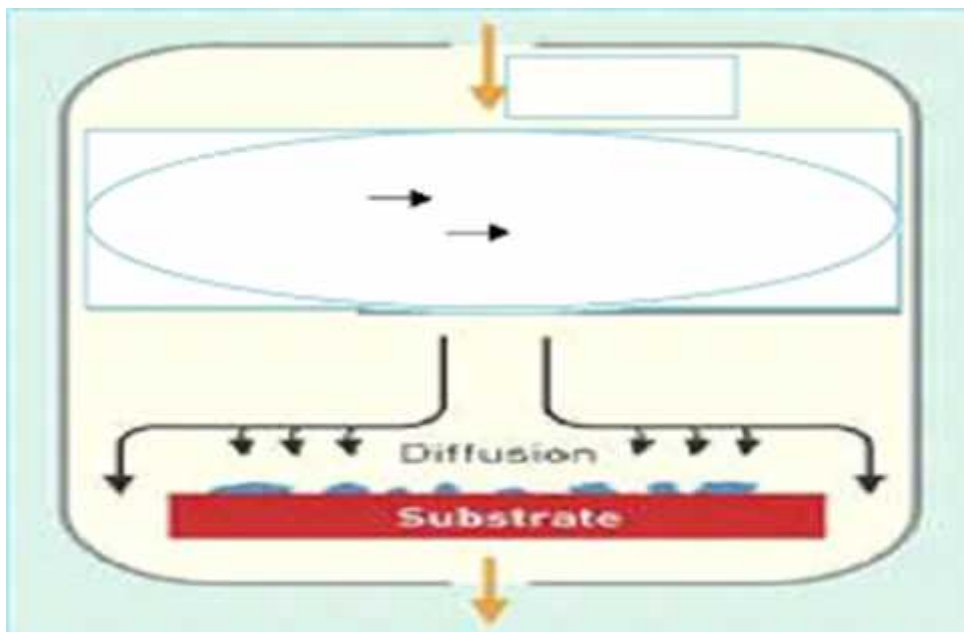


Figure I.6. Schéma de principe de dépôt chimique en phase vapeur (CVD) [15].

La réaction chimique peut être activée à l'aide d'un plasma. Cette méthode s'appelle

"CVD plasma" ou PECVD (Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition). Dans ce cas, il y a création en plus de particules énergétiques [19].

Avec la méthode CVD, il est possible de déposer des matériaux métalliques, diélectriques et composites comme nous le montrons dans les tableaux (I-1) et (I-2).

Tableau (I-1) : Matériaux métalliques et diélectriques obtenus par vois CVD [15].

Matériaux	Méthode CVD	Température °C
Al	$3 \text{ AlCl} \leftrightarrow 2 \text{ Al} + \text{AlCl}_3$	
Cu	$\text{CuCl}_2 + \text{Fe} \rightarrow \text{Cu} + \text{FeCl}_2$	500 — 1000
Au	$3 \text{ AuCl}_3 \rightarrow \text{Au} + \text{AuCl}_2$ décomposition d'AuCl par chauffage	
Ge	$2 \text{ GeI}_2 \rightarrow \text{Ge} + \text{GeI}_4$ décomposition de GeH ₄ par chauffage	450 400 — 1100
Ti	$\text{TiCl}_4 + \text{H}_2$ décomposition de TiI ₄ par chauffage	1100 — 1400 1200 — 1500
W	$\text{WF}_6 + \text{H}_2$ $\text{WCl}_6 + \text{H}_2$ décomposition de W(CO) ₆ par chauff.	400—700 600 — 700 350 — 600

Tableau (I-2) : Matériaux composites obtenus par vois CVD [15].

Matériaux	Méthode CVD	Température °C
Si ₃ N ₄	$\text{SiH}_4 + \text{NH}_3$ $\text{SiCl}_4 + \text{NH}_3$	900 — 1050 1000 — 1500
Al ₂ O ₃	$\text{AlCl}_3 + \text{CO}_2 + \text{H}_2$	800 — 1300
MoSi	$\text{Mo} + \text{SiCl}_2$	1100 — 1300
WB	$\text{WCl}_3 + \text{BBr}_3$	1400 — 1600
SiC	$\text{SiCl}_4 + \text{CH}_4$	1900 — 2000
TiC	$\text{TiCl}_4 + \text{CH}_4 + \text{H}_2$ $\text{TiCl}_4 + \text{C} + \text{H}_2$	900—1100 900—1100

La fabrication de couches minces métalliques grâce à ces méthodes s'est particulièrement développée ces dernières années. Les avantages de ce procédé sont les suivants : il est facile d'obtenir un assez grand nombre d'éléments ou de composés chimiques.

On obtient une bonne qualité des couches, un excellent recouvrement des marches, et une bonne adaptabilité dans une chaîne de production. De plus, elle offre la possibilité de réaliser des dépôts sélectifs [20], ce qui permet d'éliminer une étape de gravure et de planétisation de la surface.

Les inconvénients sont les suivants : les films sont peu denses et ils sont souvent contaminés par des gaz très réactifs issus de la réaction chimique (hydrogène, fluor, chlore...), tous les matériaux ne peuvent être déposés par voie CVD, et le système de dépôt est une mise en œuvre relativement lourde.

I.3.2.2. Dépôt en phase vapeur physique (PVD) :

Le dépôt physique en phase vapeur «PVD» est un procédé de recouvrement de surface par des atomes ou molécules d'un matériau à déposer, qui viennent adhérer sur le substrat à recouvrir en passant par un milieu passif (vide ou atmosphère inerte) ou actif (plasma, gaz réactif). Différents mécanismes physiques permettent de générer les espèces constituant le dépôt. La figure I.7.

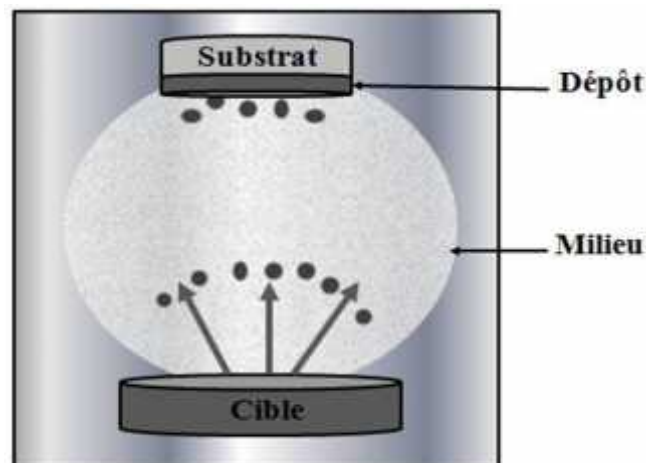


Figure I.7. Principe de dépôt physique en phase vapeur (PVD) [20].

❖ L'évaporation sous vide

Cette technique consiste à chauffer sous vide le matériau à déposer sous une température à laquelle il y a une pression de vapeur appréciable pour son évaporation ou sublimation. La matière ainsi éjectée perpendiculairement à la cible vient se condenser sur le substrat placé à son voisinage pour former un revêtement.

Le dépôt est réalisé sous vide à une pression aux alentours de 10^{-3} - 10^{-4} Pa [20], de façon à limiter la collision entre les atomes évaporés et celles du gaz résiduel pour limiter la contamination des couches déposées et augmenter la vitesse de dépôt.

Les principales techniques d'évaporation se différencient par le mode d'évaporation de la cible : chauffage (effet joule, induction), bombardement électronique, faisceau laser, arc électrique. Le chauffage à résistance et à induction permet l'obtention de revêtements à une vitesse de dépôt élevée. En revanche, leur principal point faible est la nécessité d'utiliser une puissance suffisante pour mettre en vapeur les composés les plus réfractaires. De plus, l'énergie des particules arrachées à la source est relativement faible, ce qui entraîne une adhérence médiocre. Enfin, l'évaporation et le dépôt d'alliages peuvent être perturbés si les différents composés ont des températures de fusion ou des pressions de vapeur saturantes très différentes.

❖ Pulvérisation cathodique

Le procédé de pulvérisation cathodique était classé comme non productif, jusqu'au développement du «système diode » (diode radiofréquence, triode, cathode magnétron...) qui permet d'augmenter la qualité et surtout la vitesse de dépôt [20]. Les systèmes de pulvérisation cathodique bénéficient maintenant d'une très grande popularité en milieu industriel. Ils sont peu performants au niveau du nombre de couches traitées simultanément et de la vitesse de dépôt, mais ils sont plus simples à mettre en œuvre que d'autres procédés et ils permettent le dépôt de n'importe quel matériau solide à température ordinaire, surtout des matériaux difficiles à évaporer. La cible dans ce cas est portée à un potentiel négatif (la cathode) comme indique la figure I.8, d'où le nom de pulvérisation cathodique.

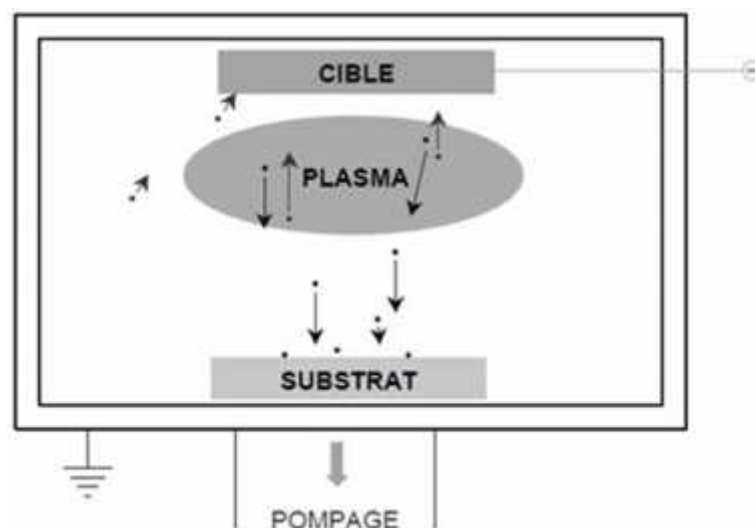


Figure I.8. Principe de la pulvérisation cathodique [20].

La pulvérisation d'un matériau cible est gouvernée par des phénomènes électrochimiques. Les atomes de la cible sont éjectés dans un gaz ionisé (inerte ou

réactif). Sous une pression dans l'enceinte, le champ électrique créé par une haute tension entre les deux électrodes conduit à l'ionisation du gaz introduit formant ainsi un plasma. Les ions présents dans le plasma sont attirés par la cathode, et par transfert de quantité de mouvement éjectent des atomes de la cible. Les particules pulvérisées sont en général électriquement neutres. Elles sont diffusées dans toute l'enceinte. Un certain nombre d'entre elles sont recueillies sur le substrat, sur lequel elles forment une couche mince. Donc le plasma, appelé aussi la décharge luminescente [20], est la base de la pulvérisation cathodique. La pulvérisation par un gaz réactif sous vide (pression d'environ 10⁻³ Pa) est souvent utilisée pour les dépôts de composés tels que les nitrures, les carbures, les oxydes, et les sulfures.

❖ **Implantation ionique ou «Ion Plating»**

Le dépôt ionique est aussi appelé implantation ionique ou dépôt assisté par ionisation (Ion Assited Deposition-IAD). Le dépôt ionique est un procédé qui utilise un bombardement ionique continu ou périodique du substrat.

Il existe deux versions courantes d'implantation ionique. Dans l'implantation ionique à base de plasma, la source d'évaporation est couplée avec un plasma réactif ou inerte. Le plasma non réactif est employé pour ioniser les particules évaporées et pour les accélérer vers le substrat qui est polarisé négativement. Le substrat est ainsi bombardé par des ions énergétiques. Cet apport d'énergie aux ions permet l'obtention d'un dépôt plus dense et une meilleure adhérence. Le milieu plasma joue le rôle d'un pont entre le substrat et la cible afin de réduire le parcours des atomes et accroître la cohésion de leur trajectoire vers le substrat.

Quant au plasma réactif, il est employé pour générer des espèces qui réagissent avec les particules évaporées pour former un composé. Ceci mène à des couches uniformes et non poreuses. Dans cette technique de dépôt ionique, le substrat peut être positionné dans la région de génération du plasma ou dans un emplacement distant. La figure I.9.a montre une configuration de bombardement ionique à base de plasma à l'aide d'une source d'évaporation à arc.

Dans le dépôt ionique à vide, la couche est déposée dans le vide et le bombardement provient d'une source d'ions (canon à ions) ainsi, la source d'évaporation et la source d'ions énergétiques de bombardement peuvent être séparées. Ce procédé est souvent appelé dépôt assisté par faisceau d'ions (IBAD). La figure I.9.b montre un système IBAD à l'aide d'une source d'évaporation à faisceau électronique et un canon à ions. Le processus du bombardement ionique intervient dans la formation de la couche. Le

bombardement durant la phase de nucléation des particules sur le substrat augmente la densité de nucléation. Il apporte de l'énergie thermique à la surface ce qui favorise la diffusion des adatoms et peut provoquer leur pulvérisation et redéposition.

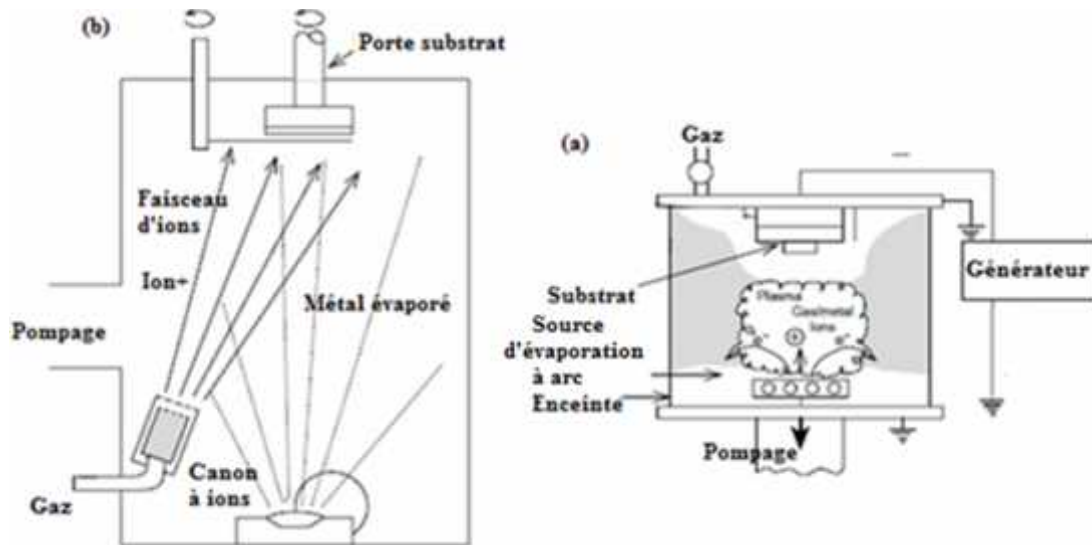


Figure I.9. Principe de dépôt ionique, a) dépôt ionique à base de plasma, b) dépôt ionique à vide [20].

Le bombardement ionique avant le dépôt est utilisé pour le nettoyage de la surface du substrat. Alors que le bombardement durant le dépôt modifie la structure, la morphologie et les propriétés de la couche déposée. Il permet d'obtenir une bonne adhérence et densité du dépôt, mais favorise la croissance colonnaire des couches et augmente les contraintes internes du revêtement [20]. Cette technique est avérée utile pour des applications en tribocorrosion.

I.3.2.3 Rechargement par soudage

Le rechargement est une technique qui consiste à recouvrir tout ou une partie d'une pièce métallique par un matériau (métal, céramique, gomme, etc...) ayant les propriétés requises pour résister à une sollicitation connue et définie. Deux buts sont à envisager :

- Remplacer un fragment de métal usé ou cassé : il s'agit d'un simple soudage entre la pièce à réparer et un métal d'apport ressemblant le plus possible au métal de base (dépôt par soudage) ;
- Recouvrir une partie de la pièce d'un métal différent ayant des propriétés intéressantes : anti usure, anti corrosion etc...

La recharge étant en général plus dur et moins élastique que le métal de base, il peut s'ensuivre des tensions au niveau de la zone de contact, il est préférable de prévoir un rechargement en deux ou plusieurs couches de dureté croissantes vers l'extérieur [9]. La surface à recharger doit être :

- Dégraisser et décapée ;
- Sans angles vifs.

Il est préférable de préchauffer (prévention de déformations ultérieures), et de faire refroidir lentement.

❖ **Rechargement au chalumeau oxyacétylénique**

Le chalumeau permet la réalisation des couches très plates et très minces avec arêtes et coins vifs et surtout sans phénomène de dilution. On opère avec une flamme douce et un débit important (+/- 800 l/h). On règle le débit afin d'obtenir une flamme carburante avec une zone 3x plus longue que le dard.

L'apport de chaleur doit être tel que la dilution du métal de base soit limitée, sans aboutir pour autant au manque de fusion (collage). Bien que le chalumeau oxyacétylénique soit toujours utilisé pour certaines applications. Le premier est surtout employé sur des pièces de petites dimensions, pour des épaisseurs de dépôt relativement faibles et sur les métaux non ferreux. Il permet de maîtriser facilement la dilution. Sur les aciers, on emploie une flamme carburante pour obtenir un dépôt plus dur.

Dans ce procédé on maintient la flamme un certain temps dans la (position a) de la Figure I.10. Dès que le métal se met à » transpirer «, écarter la flamme (position b) pour présenter le métal d'apport entre le dard et la pièce (position c). Une goutte de métal va se détacher et tomber sur la pièce (position d). Il faut alors étendre la goutte comme indiqué en (position e) et par la suite, répéter le processus sur toute la surface à recharger (Figure I.10. f, g, h, i).

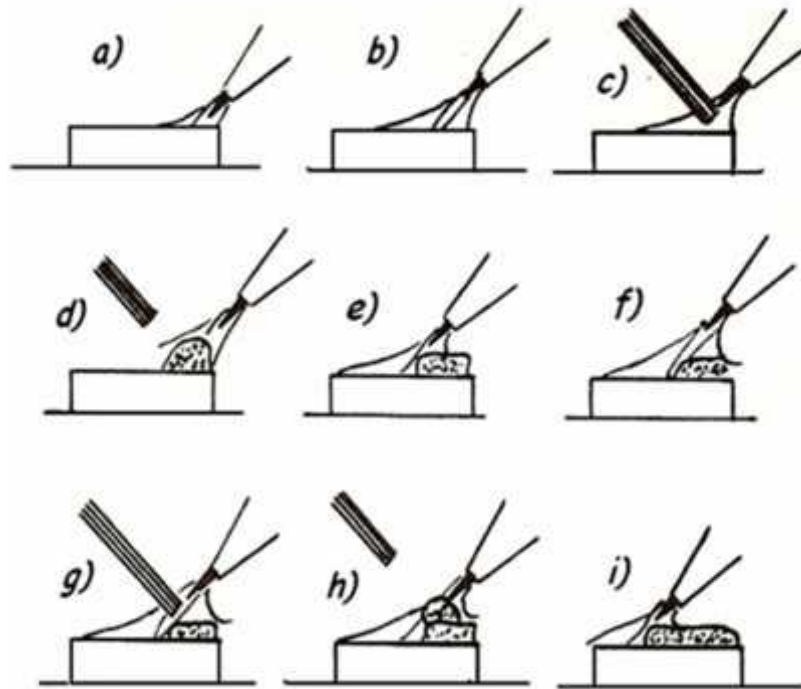


Figure I.10. Rechargement par chalumeau [9].

❖ Rechargement à l'arc

Le rechargement consiste à déposer par fusion une ou plusieurs couches de métal d'apport, sur des pièces afin de reconstituer leurs parties usées ou rompues [9].

Il est aussi utilisé pour former une couche protectrice à la surface des pièces contre la corrosion et l'usure. Plusieurs métaux d'apport sont utilisés pour le rechargement tels que les aciers doux, les aciers alliés, les aciers inoxydables.

Dans le cas de rechargement des surfaces planes à l'arc avec électrode, le rechargement se fait en déposant des cordons parallèles cote à cote. Si la surface d'usure est importante, le rechargement s'effectue par dépôt de plusieurs cordons parallèles et chacun d'eux doit empiéter d'un tiers sur son voisin.

Dans le cas où plus d'une couche est nécessaire, elles doivent être déposées perpendiculairement les unes aux autres, tout en s'assurant que le dépôt de la couche supérieure est accompagné de la fusion de la couche inférieure. Dans le cas où la surface usée est étroite, le rechargement se fait en déposant des cordons superposés. Pour recharger des pièces très épaisses, on les préchauffe à l'aide d'un chalumeau ou d'un four. Ceci accélère l'opération de rechargement et contribue à son succès. Finalement la pièce rechargée doit être refroidie lentement à la température de la pièce avant d'usiner sa partie rechargée.

- **Rechargement MIG (métal inerte gaz)**

Le MIG utilise une bobine de fil métallique comme électrode. L'arc électrique éclatant entre cette dernière et la pièce à traiter entraîne une fusion continue du matériau d'apport et nécessite un défilement continu de l'électrode fusible. [9]. Le bain de soudure est protégé par un mélange gazeux contenant généralement de l'argon et du dioxyde de carbone. L'emploi du courant pulsé permet de travailler avec des alliages base aluminium. L'utilisation de fils fourrés permet également de déposer des matériaux non ductiles qui ne peuvent être tréfilés. Le caractère continu de cette technologie permet d'obtenir des taux horaires de dépôt importants [11]. Cette technologie est principalement utilisée pour le dépôt des matériaux résistants à :

- L'abrasion (aciers, fontes alliées, carbures ...)
- L'abrasion et corrosion simultanée (alliages de cobalt)
- Aux chocs thermiques

- **Rechargement TIG (tungstène inerte gaz)**

Avec la technique TIG, l'électrode utilisée n'est pas fusible (tungstène thorié). Un arc électrique est créé entre la pointe de l'électrode et le métal sur lequel le rechargement est effectué. Le métal d'apport est amené manuellement au niveau de cet arc pour y fondre et se déposer sur la pièce à traiter [9]. L'intensité de soudage est fonction du diamètre du fil d'apport et la nature du substrat. L'argon est utilisé généralement pour protéger le bain de soudure. L'utilisation du courant alternatif permet de réaliser des rechargements sur les alliages d'aluminium. Cette technologie est principalement utilisée pour le dépôt de matériaux résistants à l'abrasion et à la corrosion.

- **Rechargement par soudage au Laser**

Le rechargement par Laser est une technique de rechargement par soudage qui consiste à déposer sur la surface d'une pièce, une couche de matériau de nature, le plus souvent, différente (Figure I.11c). L'installation industrielle est associée à une machine à 4 axes (Figure I.11d) avec plateau diviseur, pilotée par une commande numérique (Figure I.11a) qui gère les déplacements relatifs de la pièce sous le faisceau Laser, ainsi que les paramètres du procédé (puissance du Laser, débit de poudre, largeur des passes, etc ...).

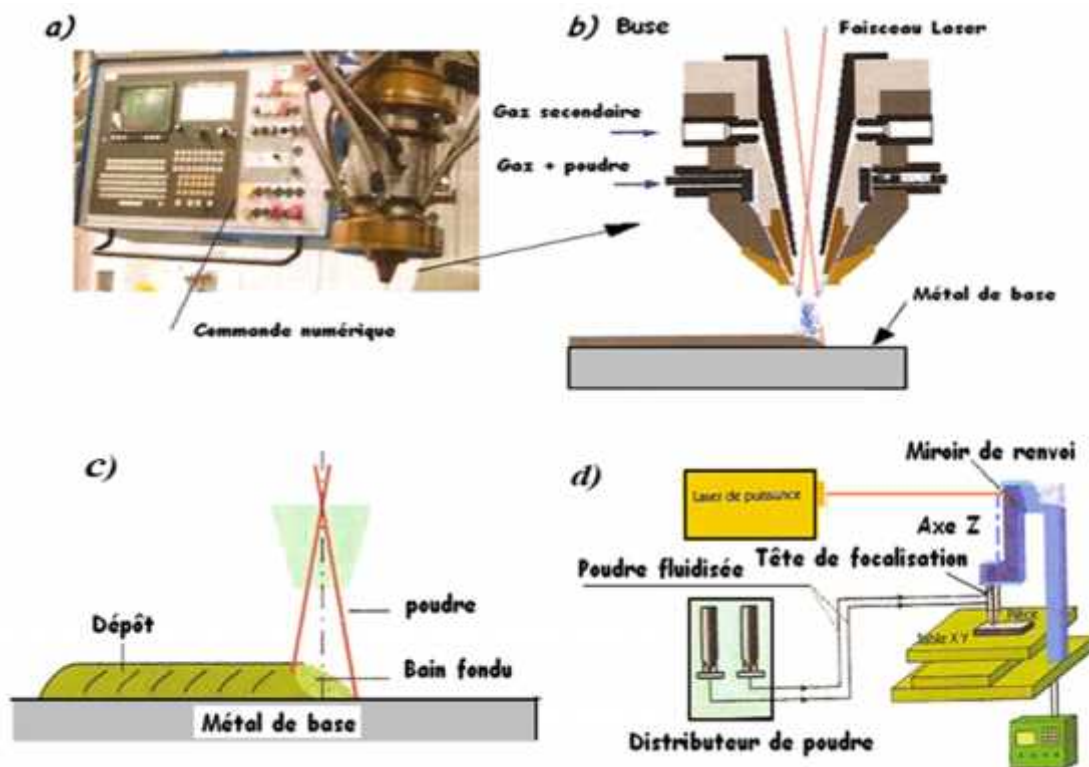


Figure I.11. Rechargement par LASER [9].

I.3.2.4 Dépôts par projection thermique :

La matière, sous forme de poudre, fil, ou cordon, est fondue au chalumeau ou à l'arc et projetée sur le substrat au moyen d'un pistolet. Les épaisseurs déposées vont de quelques dizaines de micromètres à quelque millimètre avec une porosité résiduelle de 1 à 10%.

Cette filière de traitements regroupe plusieurs techniques d'apport d'énergie thermique au métal du dépôt sous forme pulvérulente pour l'amener à l'état pâteux sur le substrat métallique : torche plasma, canon à détonation et dispositif à tir continu (HVOF ou High Velocity Oxygen Fuel). Ces procédés dits de « métallisation » permettent de déposer sur des épaisseurs pouvant atteindre plusieurs centaines de μm , soit des métaux (molybdène, alliages MCrAlY), soit des cermets (mélanges ZC-Co par exemple), soit des céramiques (zircone stabilisée à l'yttrium ou alumine). Les propriétés d'usage visées sont la résistance à la corrosion dans les métaux fondus (zinc, étain et aluminium notamment).

Les domaines d'utilisation de cette filière sont très nombreux, dans l'industrie mécanique, la production d'énergie, l'industrie verrière, la métallurgie et la sidérurgie, ainsi que l'industrie des transports et l'aéronautique [2-8].

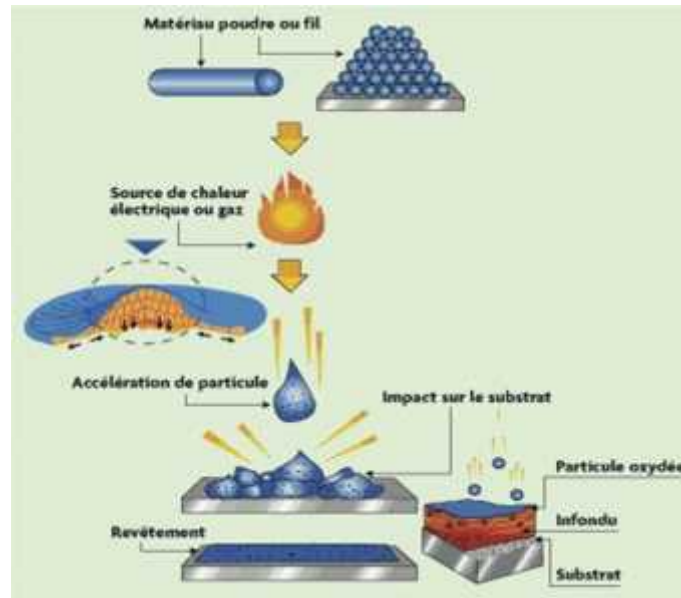


Figure I.12. Principe fondamental de la projection thermique [2-8].

Chapitre II

Procédés de projection thermique



II.1 Introduction

Notre étude portant sur la réalisation de dépôts protecteurs par projection plasma, nous situons dans ce chapitre cette technologie par rapport aux autres techniques de projection thermique, puis nous détaillons les principaux paramètres de ce procédé et leur influence sur la formation des dépôts.

Protection de ses biens, outils de travail, armes, moyens de transport etc. préoccupent l'homme depuis de longues décennies. Les premiers revêtements de peinture, de vernis ou tout simplement les imprégnations dans la résine datent de la préhistoire. Des placages métalliques utilisant notamment des matières nobles comme l'or ou l'argent nous sont parvenus à travers les vestiges des civilisations depuis l'antiquité.

Le dépôt de métaux par le biais de réactions chimiques était déjà connu des égyptiens et a donné naissance à la galvanoplastie. L'histoire moderne a été marquée par des découvertes dans tous les domaines avec un capital croissant de connaissances en physique, chimie, sciences et techniques. Mais c'est seulement depuis la période d'histoire moderne que l'homme a commencé à s'intéresser aux aspects physiques et chimiques des méthodes de traitement employées. Ce qui permet non seulement de mieux comprendre et de maîtriser les mécanismes des procédés mais aussi de développer de nouvelles techniques [21].

Les procédés de traitement de surface peuvent être classés en deux grandes familles : celle des revêtements constitués par une couche protectrice superficielle et celle des transformations structurales. Les transformations structurales sont des méthodes de modification des propriétés surfaciques. Elles peuvent être réparties en groupes fonctionnels de modification métallurgique d'une couche superficielle par traitement mécanique ou thermique, et de modification chimique par conversion, via une réaction chimique ou la diffusion.

En fonction de la technologie utilisée, les revêtements peuvent être obtenus par voie humide ou sèche. Historiquement ce sont les procédés par voie humide qui ont été développés en premier. Mais ces procédés, de par les composés utilisés dans les bains, tels qu'arsenic, scianure, métaux lourds, etc., ont un impact environnemental très fort. Ainsi de nouveaux procédés ont été mis au point.

La figure II.1 présente les principaux procédés utilisés pour le traitement de surface. Ils sont regroupés par transformations structurales et revêtements par voie sèche ou humide.

Les applications de la projection thermique sont très variées :

- Revêtement contre l'usure
- Protection contre la corrosion
- Résistance à l'usure et à la chaleur
- Revêtement à propriétés électriques
- Réparation de surfaces endommagées

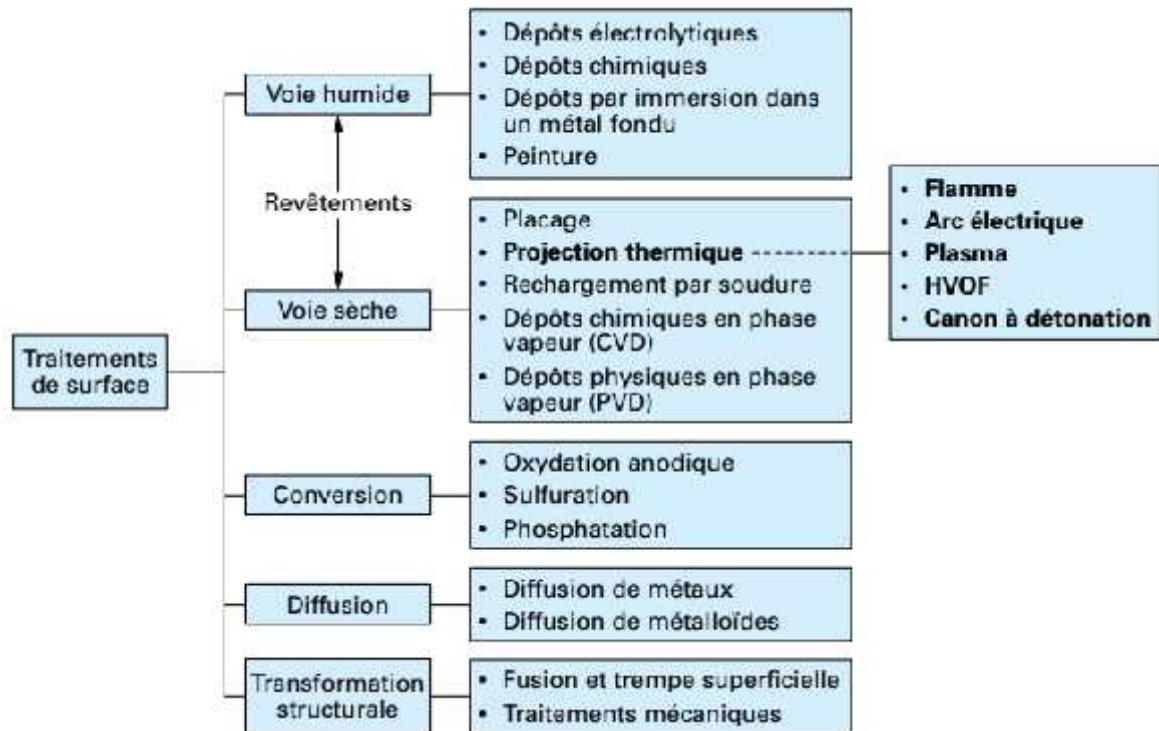


Figure .II.1. Classification des procédés de traitement de surface [21].

II.2. Historique

Parmi les techniques dites «propres», la projection thermique est l'une des plus anciennes. Ce travail concerne un nouveau développement de cette technologie. La projection thermique a plus de 100 ans. Au début du 20^{ème} siècle (1909) un ingénieur suisse de Zurich, le Docteur Max Ulrich Schoop a minutieusement étudié l'impact de balles en plomb sur un mur en béton, ce qui lui a inspiré de réaliser une invention portant sur l'utilisation de la technique de revêtement en plomb ou en zinc par projection de métal fondu.

Dans un premier temps, il a utilisé un creuset rempli de métal fondu et de l'air préalablement chauffé pour la pulvérisation et la projection du métal. Après différentes évolutions techniques, l'utilisation d'un chalumeau comme source d'énergie et d'un

métal en poudre a été qualifiée et brevetée en 1911 comme "processus pour fondre un matériau dans une zone de chauffage et pour le propulser à l'état fondu et/ou ramolli par la chaleur, sur une cible pour y former un enduit" [22]. Concernant la source enthalpique, la première innovation a été brevetée par Hermann Drösse. Il a proposé un appareil de chauffage par arc électrique [23]. Depuis, les procédés avec utilisation de l'arc n'ont pas cessé d'évoluer. En 1912 Schoop remplace la poudre par un fil métallique en créant un véritable pistolet de projection. En 1915, il dépose un brevet sur le principe de la projection par arc électrique entre deux fils [24]. Le procédé devient utilisable pour de nombreuses applications dans les domaines de la protection de surface, de l'anticorrosion, de la réparation et du rechargement. Son inventeur reçoit une récompense de mérite en 1915 et la technologie est mondialement connue depuis sous le nom de «schoopage».

A partir de ce cette période deux types de source enthalpique ont été développés. Le premier utilise l'énergie de la combustion et le second l'énergie d'une décharge électrique continue.

La combustion a été au départ le procédé le plus développé, marqué par l'apparition du canon à détonation (D-Gun Coatings) breveté par Praxair Surface Technologie dans les années 50. La nécessité d'utiliser des matériaux réfractaires, notamment dans le domaine de l'aérospatial, a entraîné le développement de nouvelles techniques, en particulier l'utilisation de l'énergie du plasma. Le développement des équipements, notamment des générateurs de plasma, a permis d'améliorer la longévité des torches (brevet SNECMA déposé en 1960) et par conséquent rendu de plus en plus utilisés les procédés de projection par plasma dont l'abréviation anglaise APS (Atmospheric Plasma Spraying) est largement répandue dans les publications depuis.

Les années 70 montrent le développement de la projection plasma sous faible pression résiduelle. Le premier dépôt a été obtenu par Muehlberger en utilisant la technique baptisée par la suite Vacuum Plasma Spraying (VPS) ou Low Pressure Plasma Spraying (LPPS). Elle permet d'exploiter le procédé pour l'obtention de dépôts métalliques denses sans présence d'oxydes et avec une meilleure adhérence [25,26].

Un autre procédé qui a marqué l'évolution technologique de la projection thermique mais par source enthalpique gazeuse est en 1983 le procédé High Velocity Oxy -fuel (HVOF), technique de Browning Engineering qui a fourni des revêtements à haute température pour les turbines à gaz dans le domaine aéronautique et spatial. (Voir figure. II.2).

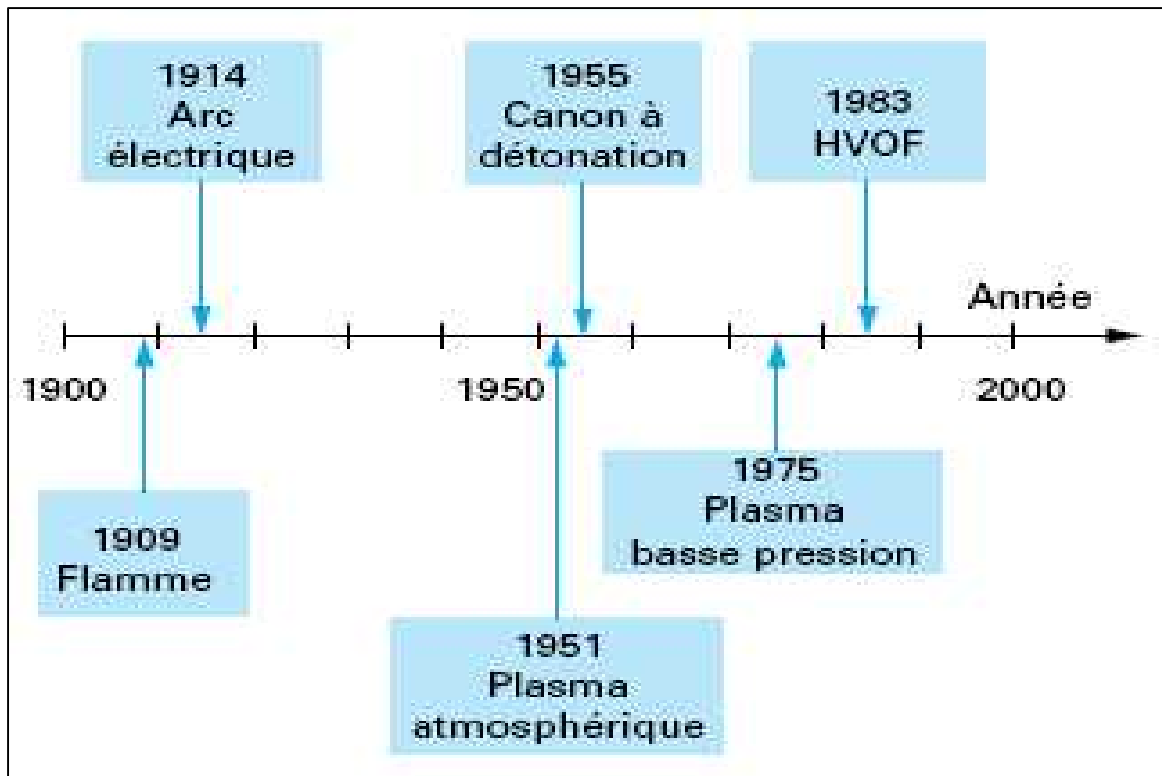


Figure II.2 : Historique de la projection thermique [24 -25 -26].

La figure. II.3 illustre les développements importants et leur impact sur l'évolution globale de la technologie de la projection thermique ainsi que l'extension de la gamme des matériaux utilisés. Ainsi depuis les premiers travaux de Schoop, la compréhension des phénomènes physiques impliqués dans le procédé, l'avancement des modélisations, le développement des systèmes de contrôle en ligne, la robotisation et l'automatisation des processus ont assuré un progrès constant de la projection thermique et de son application pour l'élaboration de nouveaux matériaux.

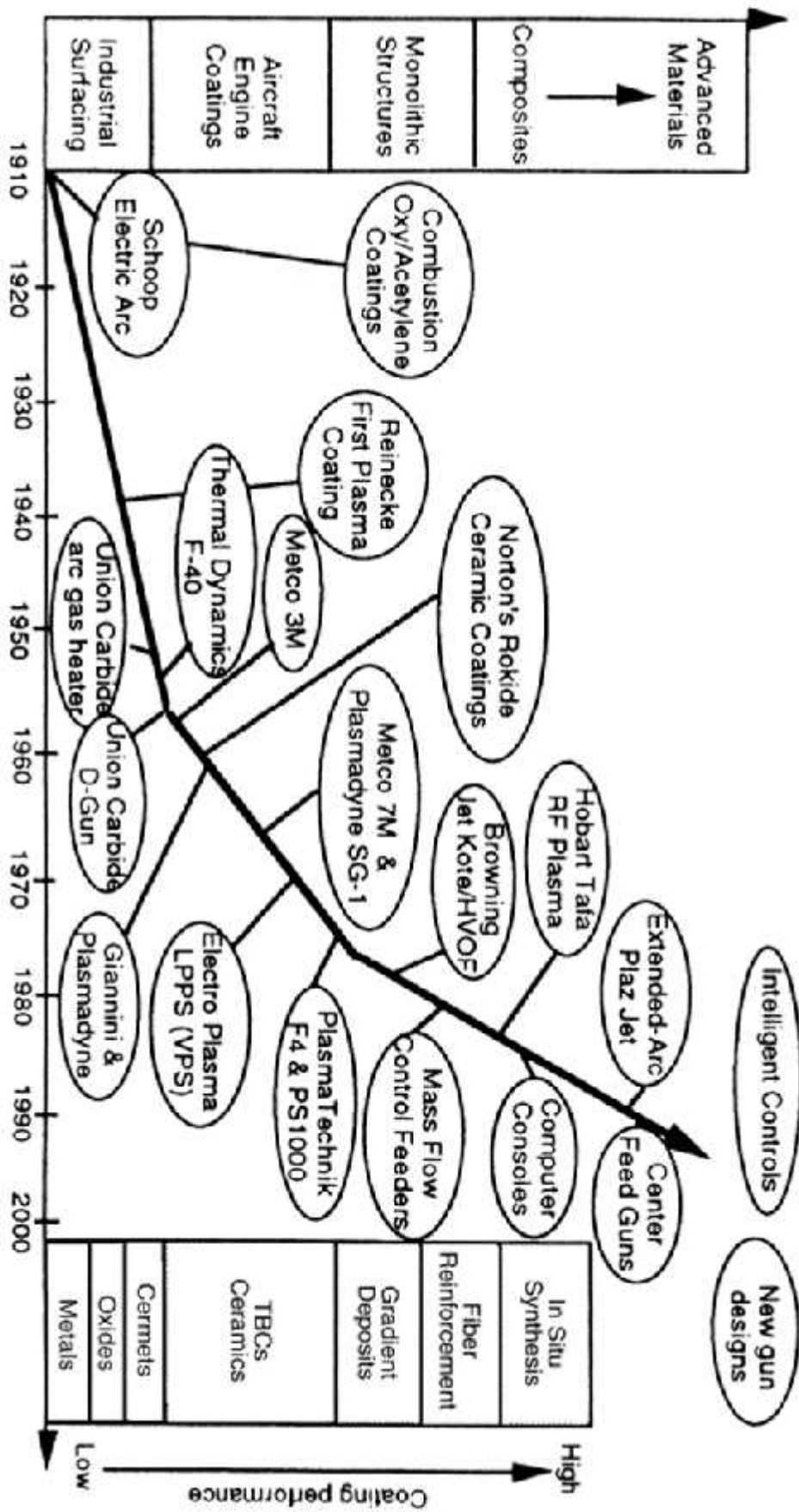


Figure II.3. Evolution historique de la projection thermique [27]

La nécessité à des propriétés plus spécifiques dans de nombreuses applications, particulièrement l'aéronautique et la mécanique où les pièces (ou organes) fonctionnent dans des conditions sévères (solicitations internes: contraintes mécaniques, fatigue, fluage...; sollicitations externes: frottement, abrasion, température...; sollicitations environnementales : corrosion, oxydation, attaque chimique...), a permis le développement de nouvelles techniques en projection thermique catégoriquement classées en deux familles selon la source de chaleur employée:

- ❖ la projection par flamme, et elle regroupe actuellement la projection flamme-poudre, la projection flamme-fil, la projection supersonique par combustion (HVOF : High Velocity Oxy-fuel Flame et HVAF : High Velocity Air-fuel Flame) et le canon à détonation.
- ❖ La seconde famille est la projection par arc électrique et elle regroupe actuellement la projection arc-fil et la projection par plasma d'arc soufflé. Aujourd'hui les objectifs se focalisent plus sur la réduction des coûts d'améliorations des performances des pièces traitée.

II.2.1 Description de la projection thermique

Quelle que ce soit la technique de projection thermique utilisée, le principe est basé sur l'introduction de la matière à projeter dans une source d'enthalpie dotée d'énergie cinétique. Les matériaux introduits sont utilisés sous différentes formes : poudres, baguettes ou fils continus. La source d'enthalpie peut être obtenue de deux façons distinctes :

- par combustion/détonation des mélanges gazeux (projection à la flamme, projection par canon à détonation) ;
- par ionisation de gaz de différentes natures (air, argon, hydrogène, hélium, etc.) à l'aide d'une décharge électrique ou d'une exposition à un rayonnement électromagnétique à haute fréquence (projection plasma à l'arc soufflé ou plasma radio fréquence).

Le matériau qui pénètre dans la source enthalpique subit un transfert thermique et cinétique. Il est fondu et accéléré en direction d'un substrat sur lequel il va former un revêtement par empilement successif de particules écrasées et solidifiées [6,28].

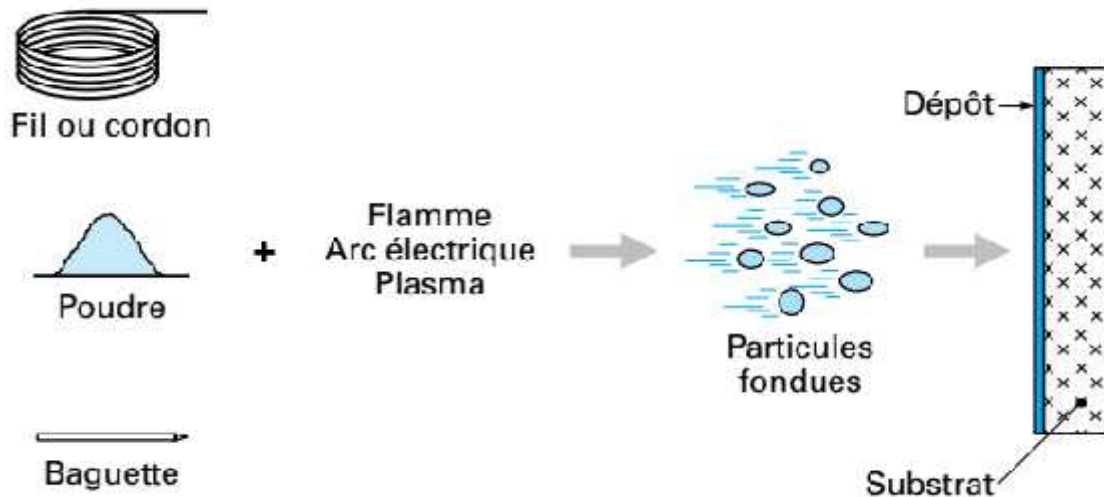


Figure II.4. Principe fondamental de la projection thermique [29].

II-3.Présentation des différents procédés

II.3.1 Place de la projection thermique dans les traitements de surface

Différentes technologies de dépôt permettent d'apporter un matériau à la surface d'une pièce pour en changer les propriétés de surface. Parmi les techniques les plus utilisées nous pouvons citer : l'électro-dépôt, les dépôts chimiques, l'immersion dans un bain de métal en fusion, les dépôts physiques ou chimiques en phase vapeur et la projection thermique. Les applications de ces dépôts concernent essentiellement la protection contre l'usure et la corrosion, la décoration ou la réalisation de dépôts à propriétés physiques spécifiques (électrique, magnétique, thermique,...) [6-30]. Les techniques de traitements de surface se répartissent en quatre familles :

- les revêtements par voie sèche ou humide ;
- les traitements de conversion (réaction superficielle entre le matériau d'apport et le substrat) ;
- les traitements de diffusion (le matériau d'apport diffuse dans le substrat) ;
- les transformations structurales (modification de la structure métallurgique du substrat).

Le tableau II.1 donne les propriétés et caractéristiques des revêtements. Le choix d'un procédé est directement issu d'un certain nombre de facteurs parmi lesquels on peut citer :

- les conditions en service de la pièce traitée ;

- la forme de la pièce ;
- la nature du matériau de base ;
- la nature du matériau d'apport le plus performant.

Tableau II.1 Propriétés des principaux types de revêtement [6-30]

Type de dépôt	Principe	Liaison	Épaisseur (mm)	Porosité moyenne (%)	Interaction avec le substrat	
Électrolytique	Réduction par courant électrique	Mécanique	0,02 à 0,2	0	Ncn	
Chimique	Réduction chimique dans un sel dissous	Mécanique	0,1	0	Ncn	
Par immersion	Métal en fusion	Mécanique	0,03	0	Ncn	
Placage	Laminage	Mécanique	5 à 10	0	Ncn	
Projection thermique	Flamme (§ 2)	Fusion matériau d'apport + projection	Mécanique	0,05 à 2	5 à 15	Ncn
	Arc électrique (§ 3)	Fusion matériau d'apport + projection	Mécanique	0,5 à 3	5 à 15	Ncn
	Plasma (§ 4)	Fusion matériau d'apport + projection	Mécanique	0,1 à 1	2 à 10	Ncn
	HVOF (§ 2.5.2)	Fusion matériau d'apport + projection	Mécanique	0,1 à 1	< 3	Ncn
	Canon à détonation (§ 2.5.1)	Fusion matériau d'apport + projection	Mécanique	0,1 à 1	< 3	Ncn
	Projection avec refusion (§ 2.4)	Refusion sur support après projection	Mécanique - diffusion	0,5 à 1,5	< 2	Diffusion
Soudage	Flamme	Fusion métal apport	Métallurgique	1 à 2	0	Fusion
	Arc, atmosphère réductrice	Fusion métal apport	Métallurgique	2 à 7	0	Fusion
	Arc, atmosphère inerte	Fusion métal apport	Métallurgique	2 à 7	0	Fusion
	Plasma, arc transféré	Fusion métal apport	Métallurgique	1 à 5	0	Fusion
Phase vapeur	PVD	Évaporation métal d'apport	Diffusion	0,01	0	Ncn
	CVD	Évaporation métal d'apport	Diffusion	0,005	0	Ncn

Tous les procédés utilisent le même principe : fondre un matériau d'apport, puis le projeter grâce à un gaz vecteur.

Deux types d'énergie sont utilisés comme source de chaleur :

- ❖ la flamme ;
- ❖ L'arc électrique.

L'autre caractéristique commune à l'ensemble des procédés est la liaison avec le substrat qui est entièrement mécanique, avec cependant, dans quelques cas particuliers, inter-diffusion entre dépôt et substrat.

Le tableau II.2 résume les principales caractéristiques de ces procédés.

Tableau II.2 principales caractéristiques des différents procédés de projection thermique [6-30].

Caractéristiques	Projection flamme-poudre	Projection flamme-fil	Arc électrique	Plasma	HVOF	Canon à détonation
Source de chaleur	flamme oxyacétylénique	flamme oxyacétylénique	arc électrique	plasma	flamme oxyacétylénique	flamme oxyacétylénique
Température de flamme.....(°C)	3 000	3 000	6 000	12 000	3 000	3 000
Transport des particules	gaz flamme	air comprimé	air comprimé	gaz plasma (Ar/H)	gaz flamme	gaz flamme
Vitesse des particules..... (m/s)	40	150	250	200	700	950
Forme du produit d'apport	poudre	fil-cordon	fil	poudre	poudre	poudre
Taux horaire de dépôt..... (kg/h)	1 à 3	1 à 20	5 à 30	1 à 4	3 à 5	3 à 5
Rendement moyen (%)	50	70	80	70	70	70
Force d'adhérence..... (MPa)	20 à 40	20 à 40	40	30 à 70	50 à 80	50 à 60
Taux de porosité..... (%)	10 à 20	10 à 20	8 à 15	1 à 10	0,5 à 2	0,5 à 2
Épaisseur déposée.....(mm)	0,1 à 1,5	0,1 à 1,5	0,2 à 3	0,05 à 1,5	0,05 à 1	0,05 à 1
Exemples de matériaux d'apport	- métaux - céramiques - carbures dans matrice métallique	- métaux - céramiques - carbures dans matrice métallique	- métaux	- métaux - céramiques - carbures	- métaux - carbures	- carbures - céramiques

(1) : Pourcentage de poudre projetée qui adhère au matériau.

II.3.2 Les Constituants principaux d'une installation

Les constituants principaux d'une installation de projection thermique sont similaires pour l'ensemble des procédés, leur degré de sophistication et de coût étant toutefois variables (**Figure II.5**). Les constituants de base sont :

- une source de chaleur (gaz, générateurs électriques) ;
- un chalumeau dans lequel sont réalisées les opérations de fusion du matériau projeté, et d'acquisition d'énergie cinétique par les particules ;
- un dispositif de régulation et de contrôle de l'énergie calorifique (simples débitmètres pour une installation de base de projection flamme, ou armoire automatique, par exemple) ;
- un dispositif d'alimentation en produit d'apport.

D'autres constituants assurent le contrôle, l'automatisation, la traçabilité ou la sécurité :

- cabine d'insonorisation ;
- extraction-filtration de l'air dans la zone de travail ;
- systèmes d'animation du chalumeau et de la pièce revêtue ;
- asservissement entre animation et paramétrage de l'installation ;
- systèmes d'acquisition de données.

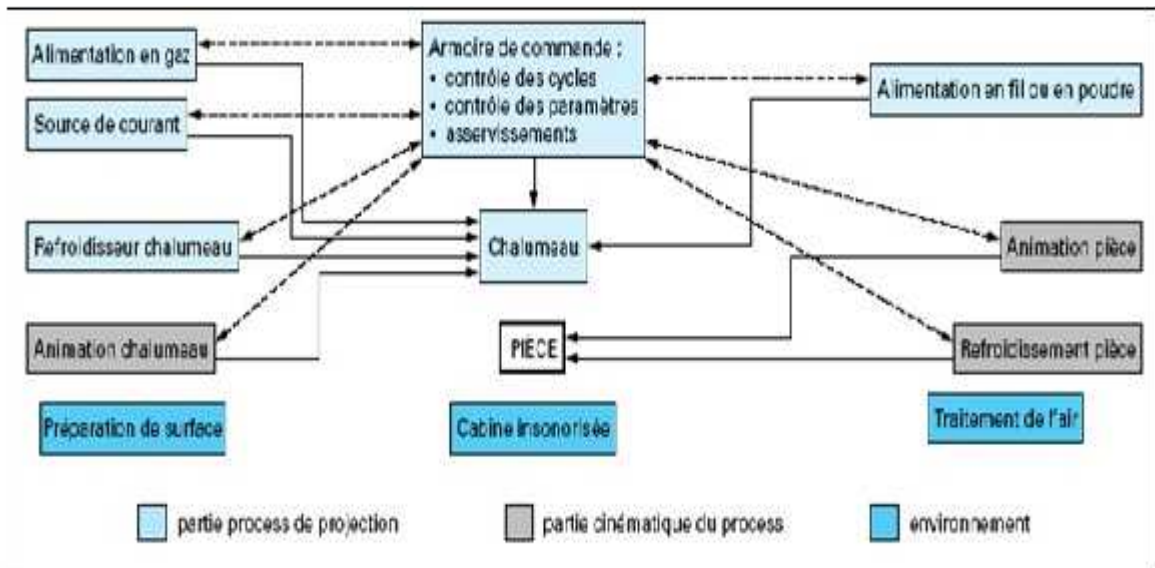


Figure II.5. Principaux constituants d'une installation de projection thermique [3]

II.4 Techniques de projection thermique

La projection thermique regroupe l'ensemble des procédés dans lesquels un matériau d'apport est fondu ou porté à l'état plastique grâce à une source de chaleur, puis est projeté à l'aide d'un gaz vecteur sur la surface à revêtir sur laquelle il se solidifie. La matière à déposer, sous forme de poudre, de fil ou de baguette est fondue totalement ou partiellement dans la source de chaleur (flamme, arc électrique, plasma) [3-8].

Ces techniques permettent de projeter une grande gamme de matériaux : métaux et alliages, cermets, céramiques et dans certaines conditions, des polymères. Une différence de 300 K entre la température de fusion et la température de décomposition ou d'évaporation du matériau est nécessaire pour que le matériau puisse être projeté dans de bonnes conditions [2].

II.4.1 Flamme poudre :

Le procédé de projection par flamme est basé sur la combustion d'un carburant sous forme gazeuse avec l'oxygène de l'air. Dans la technologie dite flamme-poudre, le matériau est introduit sous forme de poudre dans la flamme diffusante qui le véhicule jusqu'au substrat (cf. figure.II.6). Les températures de la flamme sont de l'ordre de 3000 °C, et donc les températures atteintes par les particules à projeter ne dépassent pas environ 2000 °C. La vitesse des particules projetées par la flamme est faible (~50m/s) et c'est pourquoi elles sont souvent accélérées avec de l'air. La distance entre la buse et le substrat est comprise entre 100 et 200 mm afin que les particules de poudre aient un temps de séjour suffisamment long pour être fondues.

Ce procédé permet d'obtenir des dépôts de quelques dixièmes à quelques centièmes de millimètre d'épaisseur, à des taux horaires de dépôt d'environ 2 à 3kg/h, sans échauffement important du substrat ($T < 250^{\circ}\text{C}$). Les matériaux les plus utilisés restent les alliages auto-fusibles (alliages à base Nickel ou Cobalt contenant des éléments de petite taille tels que le bore et/ ou le silicium et chargés éventuellement en carbures), qui sont réchauffés à 1150°C après dépôt pour améliorer l'adhérence, éliminer en partie les oxydes et diminuer la porosité du dépôt. Notons que cette température exclut l'usage de substrats à base d'aluminium. La projection d'acier, d'alliages à bas point de fusion ou de polymères est également possible par le procédé flamme-poudre [2-3].

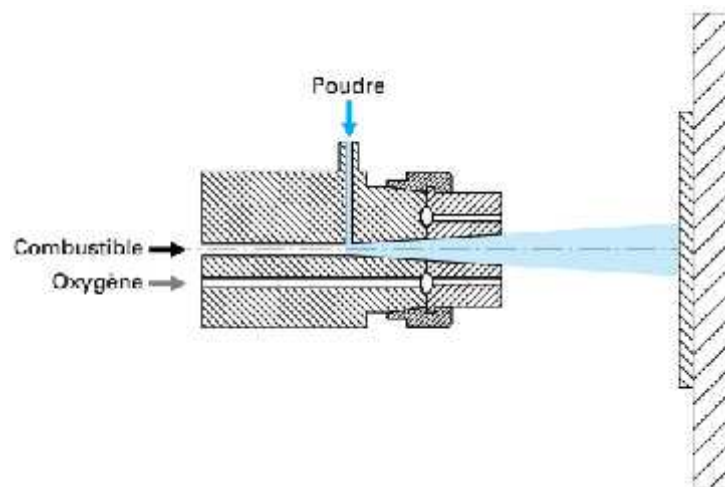


Figure II.6. Schéma de principe de la projection à la flamme poudre [2-3].



Figure II.7. Pistolet de projection flamme type 5PII [2-3].

II.4.2 Flamme fil :

Dans la projection flamme-fil où le matériau d'apport est sous forme de fil, de baguette ou de cordon. Il utilise les mêmes gaz que ceux utilisés en projection flamme-poudre (oxygène+gaz combustible) auxquels s'ajoutent de l'air comprimé servant à l'atomisation de l'extrémité fondue des fils. La vitesse des particules est plus élevée (environ 150m/s). La température de l'extrémité du fil ou de la tige peut atteindre 0,95 fois la température de la flamme ce qui permet de projeter des céramiques. Les taux horaires varient de 1 kg/h à plus de 30 kg/h en fonction du matériau, des diamètres de fil ou de baguette utilisés et des propriétés de dépôts recherchées [2-3].

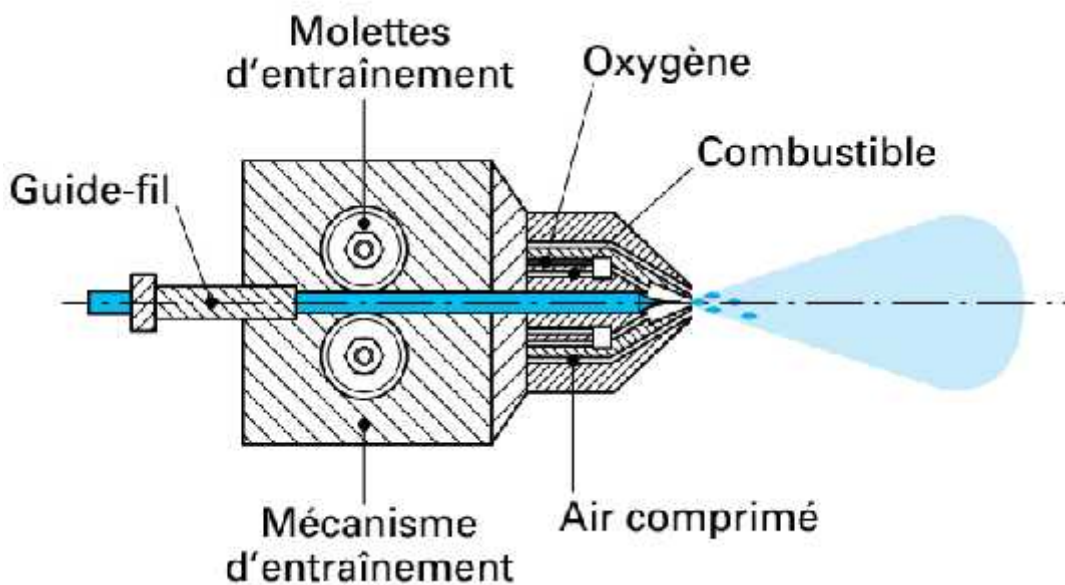


Figure II.8 : Principe de la projection à la flamme fil [2-3].



Figure II.9. Pistolet de projection a flamme fil [2-3].

II.4.3 Flamme hypersonique :

Ce type de projection tire son nom de la vitesse de sortie des gaz .deux procédés présentent ce type de caractéristiques : la projection hypersonique à tire discontinue (canon détonation) et celle à tire continue(HVOF) :

II.4.3 .1 HVOF (flamme oxyfuel à haut température) :

La projection à la flamme supersonique utilise également une torche à flamme mais la géométrie spéciale de la tuyère et l'ajout d'une chambre de combustion à haut pression (5.10^5 à 7.10^5 Pa), suivie d'une tuyère convergente-divergente, permet à la flamme d'atteindre des vitesses supersoniques. Le matériau à projeter se présente généralement sous forme de poudre. Il est injecté à l'aide d'un gaz neutre dans la flamme où il est fondu et accéléré dans la tuyère à une vitesse de 300 – 600 m/s (cf. figure II.10) [31-32].

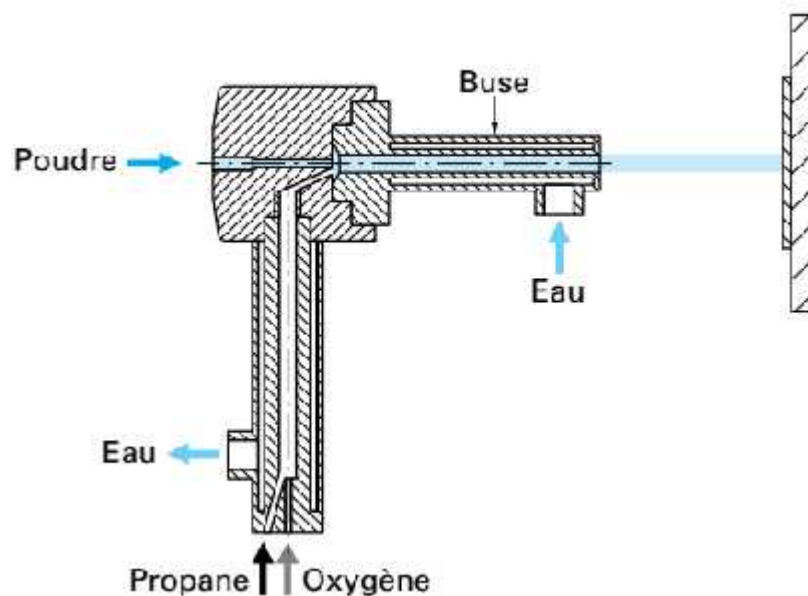


Figure II.10. Schéma de principe d'un pistolet HVOF [31-32].

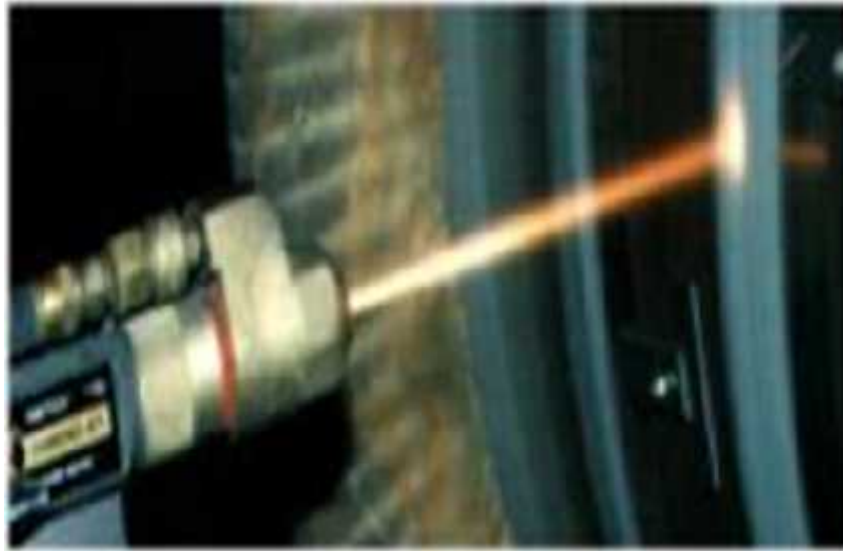


Figure II.11. Pistolet HVOF en fonctionnement [31-32].

Les pressions importantes atteintes dans le pistolet n'autorisent pas l'utilisation de l'acétylène comme gaz combustible (risque d'explosion). Pendant leur temps de séjour très court (quelques dixièmes de millisecondes) dans la flamme, les particules sont généralement chauffées à l'état pâteux, l'énergie cinétique (vitesse > 300 m/s) acquise permettant cependant la réalisation de dépôts caractérisés par une faible porosité (< 2%), une bonne adhérence (70-100 MPa) et une faible rugosité de surface. Les principales applications de ce procédé sont la projection de cermets (WC-Co, Cr₃C₇-Co ou NiCr), de métaux, d'alliages et d'alliages auto fusibles [31-32].

II.4.3 .2 Canon détonation :

Cette technique de projection consiste à introduire le matériau d'apport sous forme de poudre, dans un tube fermé à une extrémité, en même temps que les gaz de combustion (généralement oxygène et acétylène). Ce mélange détoune grâce à une étincelle, les gaz brûlés sont balayés par de l'azote et les gaz explosifs frais réinjectés à la fréquence de 6 à 60 allumages par seconde. La poudre est chauffée et éjectée à très grande vitesse (950 m/s) par l'onde de choc qui se propage dans le tube avec une surpression de l'ordre de 2 MPa (cf. figure II.12). Le régime de projection est discontinu. Les particules impactent dans un état plastique donc avec une oxydation très faible (moins de 0,1 % en poids). La densification du dépôt est excellente compte tenu de la vitesse d'impact [31 - 32].

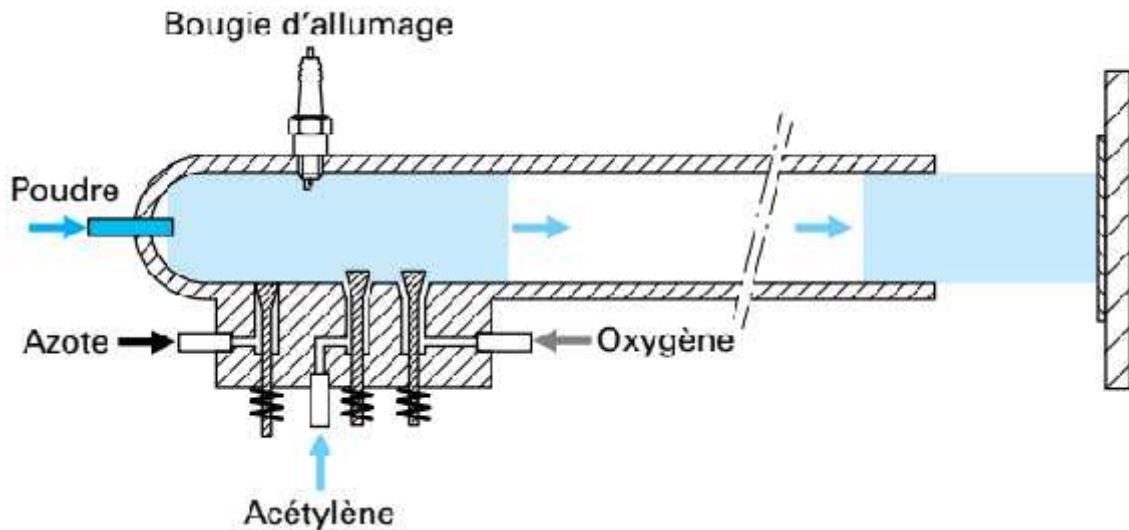


Figure II.12. Principe de la projection canon détonation [31-32].

Ce procédé permet d'obtenir des dépôts très denses (porosité inférieure à 1%), avec une adhérence élevée (souvent supérieure à 80 MPa) et une rugosité faible ($Ra = \pm 3 \mu m$). Les taux de dépôt sont compris entre 2 et 5 kg/h. Il est, cependant, peu répandu du fait de la complexité et du prix du matériel. Les revêtements par canon à détonation sont réservés aux pièces techniques nécessitant une qualité de dépôt optimale. Les matériaux les plus fréquemment utilisés sont les carbures de chrome ou de tungstène avec un liant métallique (Ni ou Co), l'alumine et l'oxyde de chrome. Une des principales applications de cette technique est la protection de rouleaux d'imprimerie par le cermet WC-Co et le revêtement de têtes de foreuses.

II.4.4 Projection par arc électrique :

La projection arc-fil est une technique de revêtement de surface relativement économique qui compte de nombreuses applications industrielles. Elle est utilisée industriellement en Europe depuis 1945 [33-34].

Le principe consiste à faire éclater un arc électrique entre deux fils ductiles consommables et à atomiser le matériau aussi fondu par un jet de gaz comprimé (généralement de l'air) qui le projette sur le substrat (cf. figure II.13). Les pistolets à arc électrique sont alimentés par des générateurs à courant continu avec des tensions d'arc comprises entre 25 et 40 V, pour des intensités de courant allant de 100 à 500 A. Ils sont essentiellement constitués de deux parties :

- la première sert à l'entraînement des fils ;
- la seconde assure la fusion et la projection du métal fondu ;

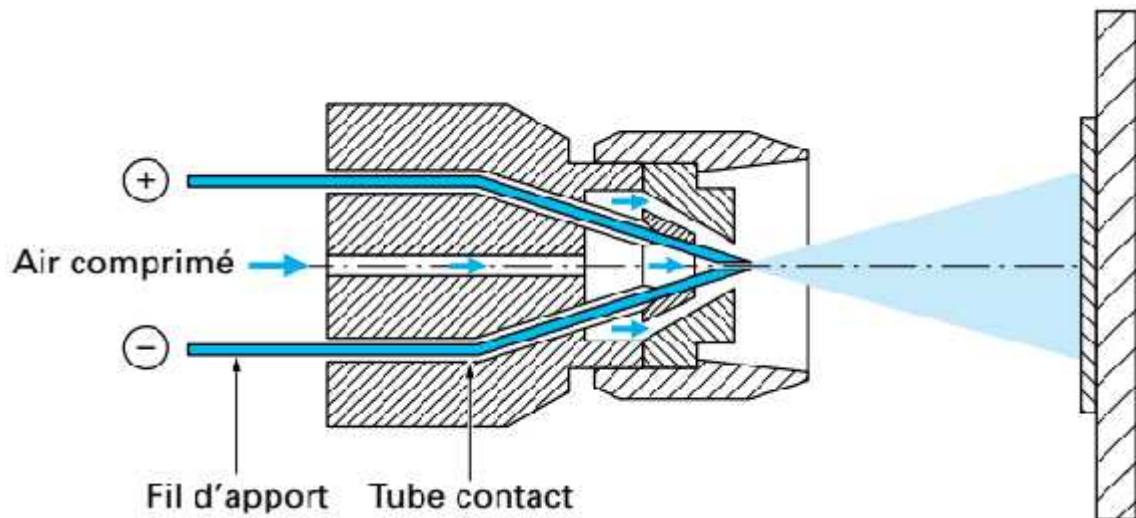


Figure II.13. Principe de projection arc fil [33-34].



Figure II.14. Pistolet de projection arc fil en fonctionnement [33-34].

Les fils sont conditionnés en bobines et sont tirés, au travers de gaines souples, par des molettes d'entraînement intégrées au pistolet et mues par des moteurs électriques. Dans le cas de fils très rigides ou de grandes distances entre le pistolet et les bobines (supérieures à 5m), il est nécessaire d'adjoindre à l'installation un système d'entraînement des fils par poussée à l'entrée des gaines.

A l'intérieur du pistolet, les fils sont guidés par deux tubes permettant, d'une part, le positionnement du fil avant son entrée dans la zone de fusion et, d'autre part, la transmission du courant électrique aux fils. Une buse située derrière le point

d'intersection des fils, dirige un flux de gaz comprimé à grande vitesse sur l'extrémité des fils en fusion, et propulse le matériau atomisé sur le substrat.

La température de l'arc, d'environ 6000K dans l'aire à pression ambiante, est largement au-dessus du point de fusion des matériaux projetés, ce qui peut entraîner une vaporisation relativement importante et un chauffage excessif des gouttelettes. Cependant, ce dernier peut aider à créer des zones d'interaction métallurgique dans le dépôt ou à l'interface dépôt-substrat et des zones de diffusion améliorant, ainsi, sensiblement l'adhérence et la cohésion des dépôts.

II.4.5 La projection par torche à plasma

Le plasma est considéré comme le 4^{ème} état de la matière. C'est un gaz ionisé constitué de molécules, d'atomes, d'ions et d'électrons, l'ensemble étant électriquement neutre [29, 35].

La génération de plasma nécessite l'emploi de trois éléments fondamentaux :

- une source de puissance (générateur à courant continu) ;
- une décharge ionisant le gaz (générateur haute fréquence ou haute tension) ;
- un couplage assurant le contact entre deux électrodes via le gaz plasma.

Pour la projection thermique, deux propriétés conditionnent vitesse et température des particules projetées :

- la conductivité thermique qui détermine les transferts plasma particules et donc l'état de fusion des particules lors de leur impact sur le substrat ;
- la viscosité qui permet de diminuer les entrées d'air dans le jet plasma, d'augmenter la longueur du jet et d'éviter les réactions chimiques des particules (oxydation en particulier).

Ce procédé est très utilisé dans l'industrie en particulier pour le dépôt de films céramique épais (de 0.05 à 1.5 mm). La porosité des dépôts est, en général, inférieure à 10 % selon la nature du matériau et les conditions de projection.

Dans ce procédé, la source de chaleur est un arc électrique alimenté en courant continu qui éclate entre une anode et une cathode, créant ainsi un plasma, généralement initié par une décharge haute tension (7000-8000 V) et haute fréquence (quelques MHz). Une partie du flux du gaz plasmagène est portée à haute température (au-delà de 12000 K, la

majorité des gaz plasmagènes est conductrice électriquement) et est contractée dans la tuyère anode [36]. Les vitesses de particules injectées en sortie de tuyère sont élevées (250 m/s). La projection plasma est bien adaptée pour la formation de dépôt grâce à la grande vitesse atteinte dans le plasma et le fait qu'il soit possible de fondre les matériaux les plus réfractaires.

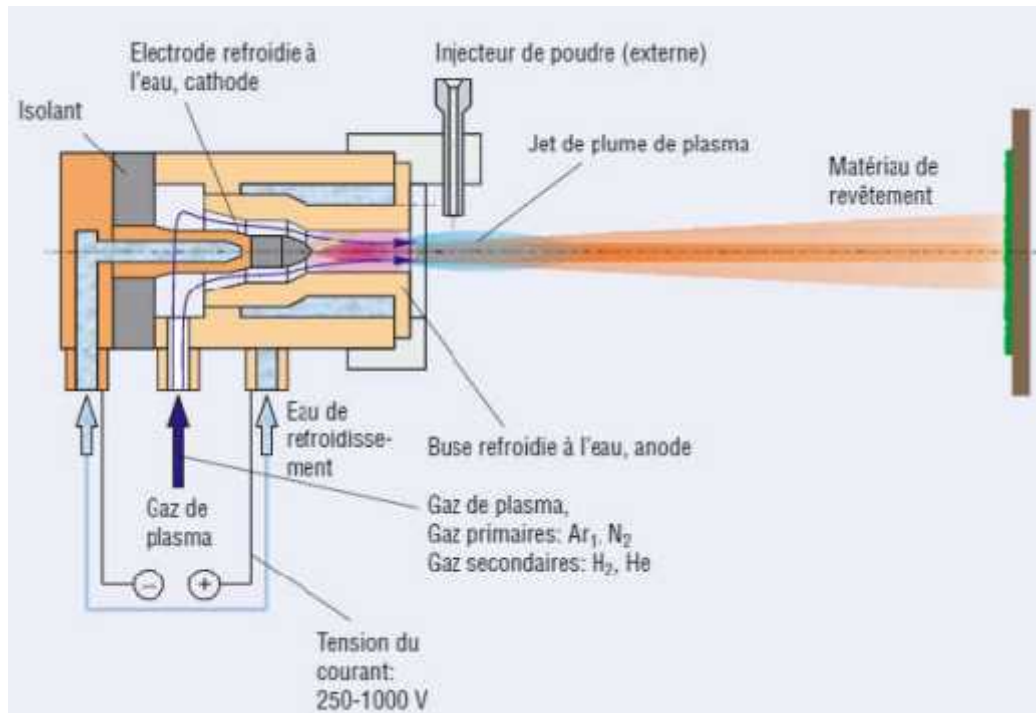


Figure II.15. Principe de fonctionnement d'une torche plasma [36].

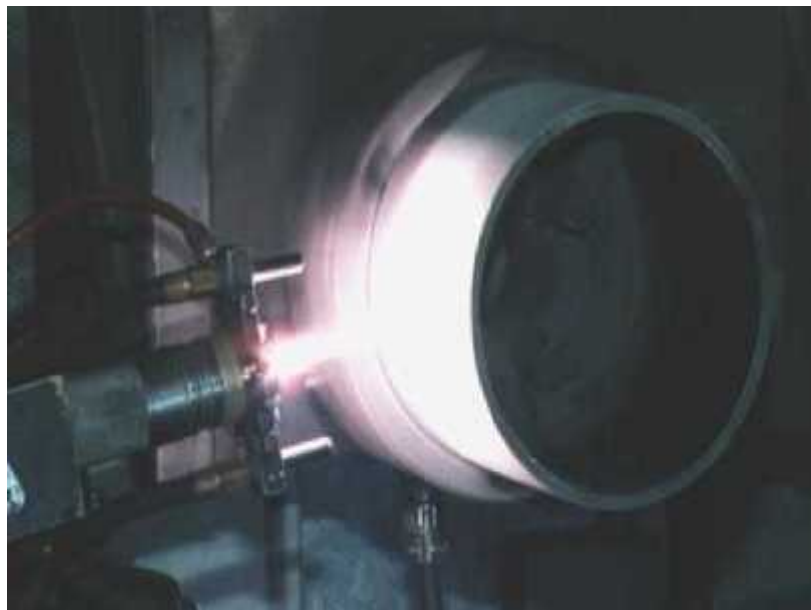


Figure II.16. Torche plasma en fonctionnement [36].

Ce procédé peut se décomposer en 4 étapes :

- 1- génération du jet plasma au sein de la torche ;
- 2- injection de la poudre (les particules) dans le jet plasma.
- 3- traitement des particules dans l'écoulement plasma ;
- 4- construction du dépôt.

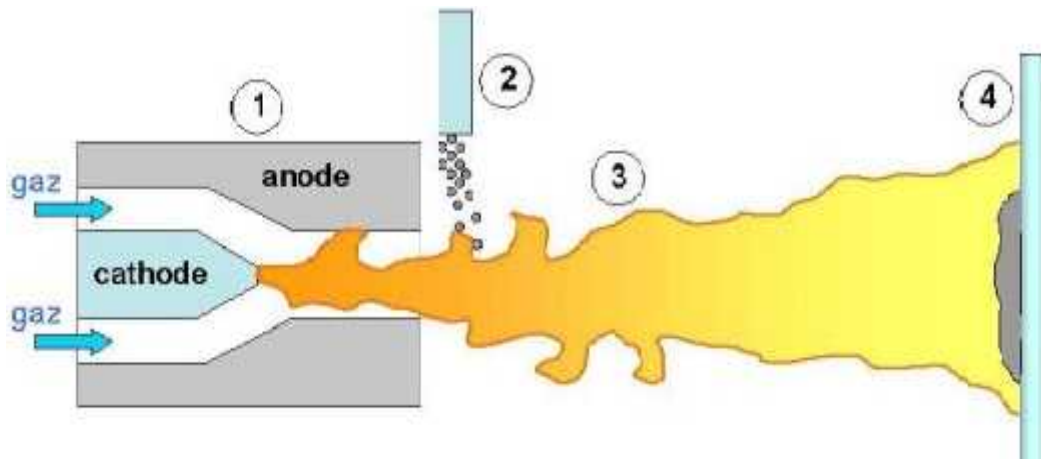


Figure II.17. Schéma de principe de la projection par torche à plasma [36].

III.4.5.1 Les étapes de projection par plasma :

II.4.5.1.1 Génération du jet plasma

La génération de plasma nécessite l'emploi de trois éléments fondamentaux :

- Une source de puissance (générateur à courant continu)
- Une décharge ionisant le gaz (générateur haute fréquence ou haute tension)
- Un couplage assurant le contact entre deux électrodes via le gaz plasma

a) Amorçage d'arc :

Un courant continu consiste à créer une décharge électrique, de haute tension (5 à 10 kV) et de haute fréquence (quelques MHz), entre l'anode et la cathode d'une torche plasma, afin d'initier un arc en courant continu. Cet arc électrique éclate entre la pointe d'une cathode conique constituée de tungstène et la paroi d'une anode en cuivre. Pour éviter une détérioration rapide des tuyères, ces dernières sont refroidies par une circulation d'eau sous pression (0,15 à 0,2 MPa). Cette circulation d'eau permet d'évacuer la quantité de chaleur importante dissipée par l'arc (jusqu'à 50% de la puissance dissipée) à la surface des électrodes et plus particulièrement de l'anode.

b) Jet plasma :

Dans une torche plasma à courant continu (**Figure II.18**) l'énergie électrique est convertie en énergie thermique, le gaz plasmagène circule entre les électrodes. Ce gaz est injecté en amont dans la chambre d'arc soit radialement soit le long de la cathode, soit en vortex. Une partie du gaz est fortement chauffée par effet de joule, elle est partiellement ionisée et forme un volume d'un plasma qu'est éjecté de la tuyère à grande vitesse (500 à 2000 m/s), suivant ses dimensions et les paramètres de fonctionnement, et à hautes températures (comprises entre 8000 et 13 000 K environ) appelé colonne d'arc. Le courant électrique circule dans cette colonne, entre la pointe de la cathode et un point de l'anode appelé pied d'arc [37].

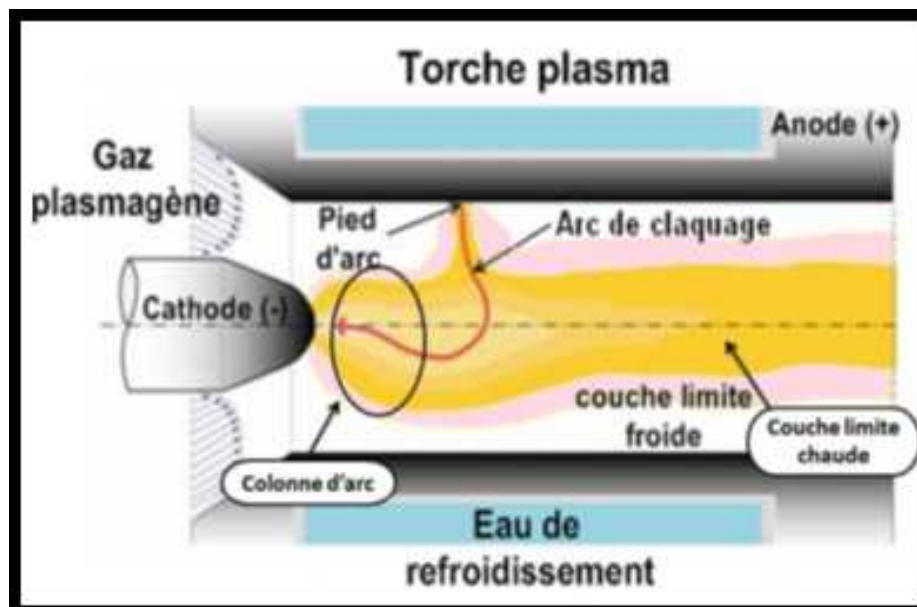


Figure II.18 : Schéma de la dynamique de l'arc et de l'écoulement du jet dans une torche plasma à courant continu [37].

Une couche limite chaude de température supérieure à 6000 K se développe autour de la colonne d'arc tandis qu'une partie du gaz plasmagène, s'écoule le long de l'anode. Une couche limite froide, gaine la colonne d'arc et assure sa stabilité.

c) Le gaz Plasmagène

Le choix des débits et de la nature des gaz plasmagènes est déterminant pour une bonne fusion et accélération des particules en fonction de leur nature. Pour les poudres réfractaires utilisées, un plasma d'argon seul n'est pas suffisant pour les traiter

thermiquement et il est nécessaire d'utiliser des mélanges contenant des gaz diatomiques tels que l'hydrogène afin d'avoir une fusion complète des particules. L'argon, étant un gaz lourd, il sera la "source" d'énergie cinétique. L'hydrogène possède une excellente conductivité thermique permettant ainsi de bons transferts thermiques. Cette excellente conductivité thermique de H₂ a également un rôle essentiel sur la matérialisation thermique de l'arc.

d) Injection des gaz

Le mélange gazeux est injecté dans la torche (**Figure II.19**) au niveau de la cathode. Trois modes d'injection du gaz dans la chambre d'arc sont possibles [38] :

- Injection axiale : la bague d'injection est percée de trous parallèles à l'axe de la cathode, les gaz ont donc une composante de vitesse longitudinale ;
- Injection radiale : la bague d'injection est percée de trous orthogonaux à l'axe longitudinal de la cathode, la vitesse présente au début une composante radiale importante qui s'atténue ensuite, mais beaucoup de turbulences sont générées au voisinage de la pointe de la cathode ;
- Injection en vortex : la bague d'injection est percée de trous dont l'axe présente un certain angle par rapport à l'axe longitudinal de la cathode, ce qui donne une composante de rotation à la vitesse du gaz plasmagène.

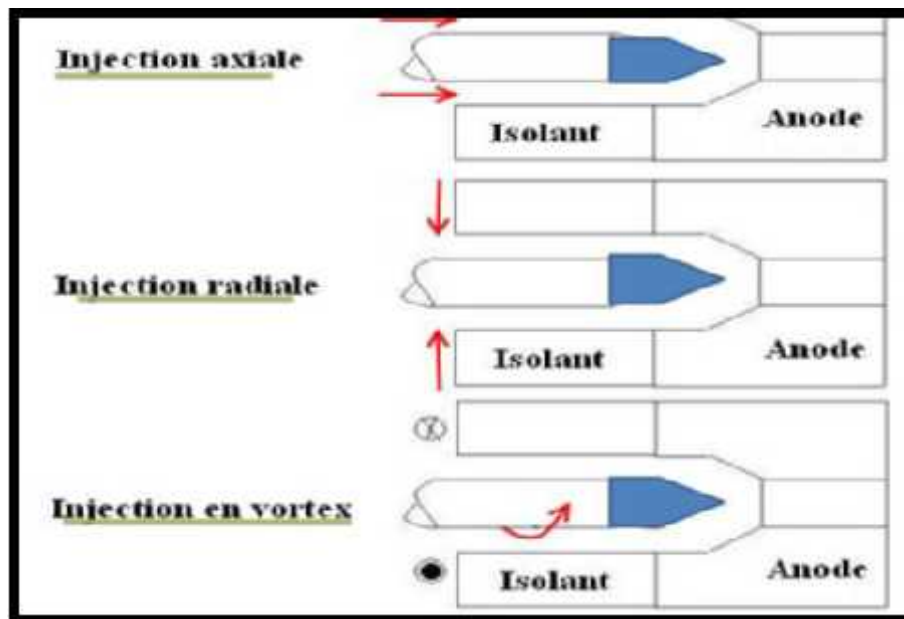


Figure II.19 : Schéma des différents modes d'injection du gaz plasmagènes dans une torche de projection plasma [38].

II.4.5.1.2. Injection de la poudre dans le jet plasma

Le matériau à projeter est injecté dans le jet de plasma par un injecteur situé en aval du pied d'arc, le transport de la poudre étant assuré par un gaz porteur. L'injecteur est le plus couramment perpendiculaire à l'axe de la torche ; il peut placer à l'intérieur ou à l'extérieur de l'anode. Son diamètre varie d'environ 1.6 à 2mm.

Le débit du gaz porteur doit être ajusté pour adapter la quantité de mouvement de la poudre à celle d'écoulement afin d'assurer sa pénétration dans le cœur plasma.

Ce débit dépend des caractéristiques de la poudre (masse volumique, distribution granulométrique, forme et morphologie des particules), de celles les propriétés thermo-physiques des gaz plasmagènes (viscosité, conductivités thermique et électrique, densité massique...) et de celles de l'injecteur (diamètre, position, angle avec l'axe de la torche). La trajectoire moyenne des particules doit donc rester un maximum de temps dans la zone centrale du jet qui est la plus chaude et la plus rapide, pour que les particules soient mieux traitées [39].

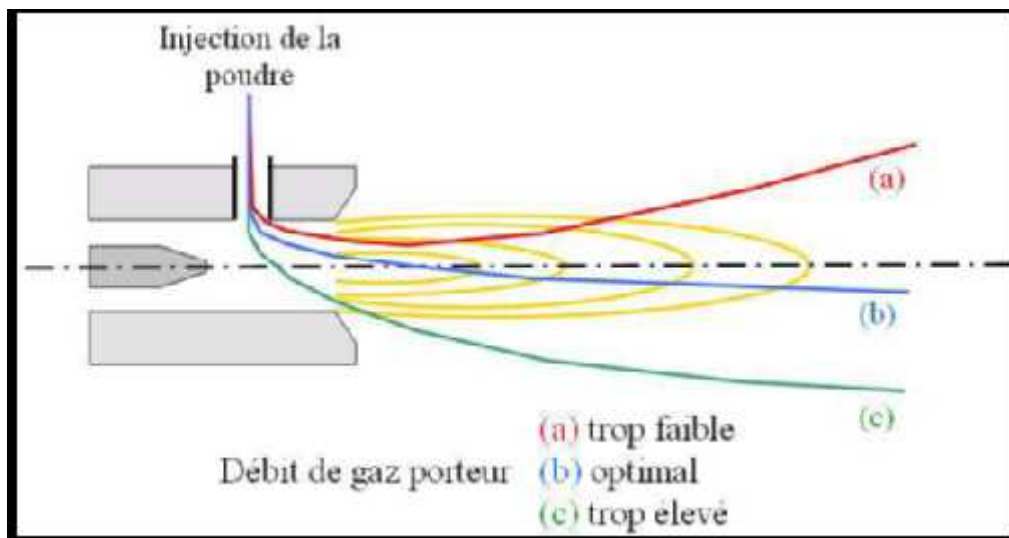


Figure II.20 : Influence du débit de gaz porteur sur la trajectoire moyenne des particules [39].

II.4.5.1.3. Traitement des particules dans le jet plasma

Le traitement des particules est conditionné par les transferts de quantité de mouvement, de chaleur et de masse entre le plasma et les particules. Ces transferts dépendent des champs de température et de vitesse de l'écoulement, de la nature du mélange de gaz ainsi que de l'état des couches limites cinématique et thermique qui se forment autour de la particule [40].

L'accélération et le chauffage des particules dépendent :

- A- de leur nature, de leur taille granulométrique et de leur forme ;
- B- de leur trajectoire qui est influencée par le type d'injection de poudre, la position de l'injecteur, l'angle d'injection et débit de gaz porteur ;
- C- de l'écoulement plasma qui dépend de la géométrie des électrodes, la nature et le débit des gaz plasmagènes et la puissance électrique.

Les petites particules sont plus facilement accélérées, elles ont tendance à moins pénétrer dans le plasma, mais elles sont chauffées plus facilement et plus rapidement. Les petites particules ont tendance à moins pénétrer dans le plasma, mais elles sont chauffées plus facilement et plus rapidement. Dès que leur température de surface approche de la température d'ébullition, elles commencent à s'évaporer très rapidement, surtout pour celles ayant une faible conductivité thermique. Dans le cas de particules métalliques, ces vapeurs peuvent se ré-condenser dans le dépôt sous forme d'oxydes.

II.4.5.1.4. Construction du dépôt

Une structure lamellaire obtenue par des écrasements et solidification successive de particules totalement ou partiellement fondues et projetées par le jet de plasma peut contenir les éléments suivants :

- des particules fondues et non fondues
- des pores,
- des oxydes, dans le cas de présence d'oxygène dans le matériau projeté ou dans l'environnement [41]

Le temps de traitement de la particule dans le jet de plasma est de l'ordre de la milliseconde. Le processus d'écrasement de la particule est très rapide, la durée entre l'impact et l'étalement d'une gouttelette est de l'ordre d'une microseconde [42].

Le mécanisme d'étalement et de solidification d'une gouttelette est et fondamental pour la projection thermique. Ce processus est dépendant de plusieurs paramètres :

- nature et forme du matériau,
- température et vitesse de la particule à l'impact,
- tension superficielle de la gouttelette,
- nature du substrat,
- température, rugosité, mouillabilité du substrat.

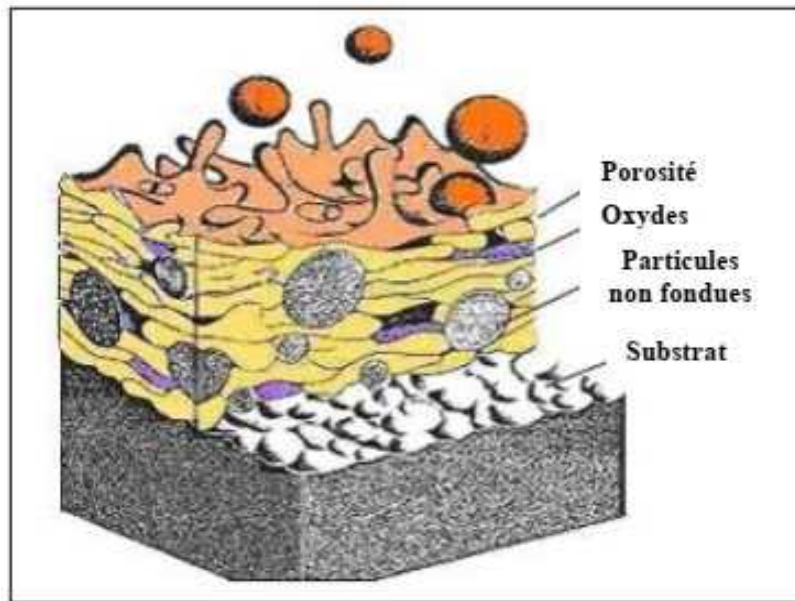


Figure. II.21 : Schéma de principe de la construction de dépôt par projection thermique [41].

II.4.5.2 Utilisation, avantages & applications

A- Utilisation

Compte tenu des températures atteintes dans les jets de plasma, il n'y a pas de limitation quant au point de fusion des matériaux. Cette technique permet de projeter une grande gamme de matériaux : métaux et alliages, cermets, céramiques et dans certaines conditions des polymères. Cependant une différence de 300 K entre la température de fusion et la température de décomposition ou d'évaporation du matériau est nécessaire pour éviter qu'il ne se sublime. L'utilisation du plasma sous vide partiel ou en atmosphère contrôlée, permet de maîtriser certains de ces problèmes.

B- Avantages et applications

Le principal avantage de la projection par plasma, est donc la possibilité de pouvoir projeter des matériaux très réfractaires et d'obtenir des dépôts très durs comme avec la céramique, destinés à la protection contre l'usure ou la corrosion et à la protection thermique. Les secteurs d'applications sont variés : on retrouve la projection plasma dans les domaines de l'aéronautique (civil ou militaire), de l'aérospatiale, de l'énergie (pile à combustible, pétrochimie), des mines, de l'impression et de la pâte à papier, de l'industrie du verre, de l'automobile, dans le secteur médical et dans la protection des chocs thermiques comme les barrières diélectriques.

II.4.5.3 Les matériaux de projection

II.4.5.3.1 Les grandes familles de matériaux

Les matériaux d'apport sont caractérisés par [29] :

- ❖ leur composition chimique ;
- ❖ leur forme (poudre, fil, cordon, baguette...) ;
- ❖ leur dimension (granulométrie des poudres, diamètre des fils...) ;
- ❖ leur mode d'élaboration.

Ils sont classifiés suivant les normes A81-981 en groupes, chaque alliage étant défini ensuite par un code. La composition chimique, les formes disponibles et les procédés d'utilisation sont précisés pour chacun d'eux.

Les matériaux utilisés pour la projection plasma d'arc soufflé se présentent généralement sous forme de poudres fines de granulométrie plus ou moins serrée, généralement de type +5 / -22 μm , +22 / -45 μm , +45 / -90 μm ou +10 / -110 μm . L'intérêt d'utiliser des granulométries serrées est de garantir une bonne homogénéité dans le traitement thermique des particules. En effet, c'est la quantité de mouvement des particules qui gère leur pénétration dans le jet plasma. Cette quantité de mouvement dépend de la masse de la particule et de leur vitesse, et est donc proportionnelle au cube de son diamètre. Par conséquent, si le rapport entre les diamètres supérieur et inférieur de la granulométrie est de 2, la quantité de mouvement de la plus petite particule sera 8 fois moindre que celle de la plus grosse. Dans le cas où ce rapport est de 10, il existe trois ordres de grandeurs de différence entre les quantités de mouvement, ce qui conduit à une très grande dispersion des particules dans le jet de plasma, et ainsi à une inhomogénéité importante de leur traitement.

Le tableau 3 présente les principaux groupes des matériaux utilisables en projection thermique ainsi que les procédés usuels.

Tableau II.3 : les principaux groupes des matériaux en projection thermique [29].

Groupe	Denomination	Flamme	Arc	Plasma	HVOF	Canon à détonation (1)	Flamme - refusion
1	Aciers non alliés	X					
2	Aciers alliés	X					
3	Aciers fortement alliés • Inox martensitique • Inox austénitique	X	X				
		X	X				
6	Alliages base cobalt				X		
	Alliages autoadhérents (base cobalt)	X					X
7	Alliages base nickel • Nickel • Alliages autoadhérents (NiCr3Si) • Alliages autoadhérents charges carbures • Inconel • Monel	X				X	
		X				X	X
		X				X	X
		X	X	X		X	
		X	X				
8	Alliages base cuivre	X	X				
9	Alliages base zinc • Zinc • Zn/Al	X	X				
		X	X				
10	Metaux non alliés • Aluminium • Molybdène • Tantal • Étain • Argent	X	X	X			
		X	X	X			
				X			
		X					
		X		X			
11	Carbures (- liant) • Carbure de tungstène • Carbure de chrome • Carbure de titane • Carbure de bore	X		X	X	X	X
				X	X	X	
				X		X	
				X		X	
12	Oxydes • Al_2O_3 • $Al_2O_3 + TiO_2$ • Cr_2O_3 • ZrO_2	X		X		X	
		X		X		X	
		X		X		X	
		X		X		X	
13	Alliages autoadhérents • Aluminium de nickel • Nickel/étain/aluminium	X	X	X		X	
		X		X		X	
14	Nitride de titane			X			
15	Borure de zirconium ou de titane			X			
16	Siliciure de molybdène			X			
17	Abradables • Nickel/graphite • Aluminium/résine	X		X			
		X		X			
18	Antifriction • Etain/antimoine • Etain/omb	X	X				
		X	X				
19	Alliages « Ni » CrAlY			X		X	

(1) Source : Praisir Surface Technologies

II.4.5.3.2. paramètres contrôlant la projection plasma

Selon le type de l'application, le contrôle en permanence de la plupart des paramètres de projection est indispensable pour l'obtention d'une bonne qualité de dépôt. Le tableau suivant énumère la plupart de ces paramètres [43].

Tandis que la qualité d'un revêtement de projection plasma est influencée par plus de 50 paramètres interdépendants, ce qui rend l'optimisation des conditions de projection difficile. Le tableau.II.4 énumère la plupart de ces paramètres.

Tableau II.4. paramètres de projection	
Le matériau projeté	<ul style="list-style-type: none"> — La dimension moyenne des grains et leur forme. — Les propriétés physiques et chimiques de la poudre (conductivité thermique, point de fusion__ etc.).
Le support (ou le substrat)	<ul style="list-style-type: none"> — Les propriétés physiques et chimiques du matériau support (coefficient de la dilatation thermique, coefficient de conductivité thermique etc.). — L'état de surface du support (rugosité). — Sa température au cours de la manipulation.
La source d'énergie	<ul style="list-style-type: none"> — La puissance fournie. — La nature du gaz plasmagène. — Le débit du gaz. — La géométrie de la torche.
Le distributeur de poudre	<ul style="list-style-type: none"> — La nature et le débit du gaz porteur. — Le débit de poudre. — La vitesse des poudres au niveau de l'injection (vitesse d'injection).
Le mode opératoire de projection	<ul style="list-style-type: none"> — La distance de la torche au substrat. — Le mouvement relatif substrat/torche. — L'atmosphère de projection (à l'air libre ou en atmosphère contrôlée). — La nature du système de refroidissement du substrat.

La sélection et l'optimisation des paramètres ne peuvent être accomplies que si les effets des variations des conditions sont parfaitement connus. Cette connaissance s'est essentiellement développée de façon empirique faute de moyens de diagnostic appropriés aux jets de plasma et aux particules en vol.

Les efforts actuels dans les milieux universitaires et industriels devraient permettre de mieux comprendre et maîtriser la technique de projection plasma et ainsi d'accroître la qualité des dépôts.

Pour avoir une bonne qualité de revêtement, il est indispensable que les particules soient bien fondues au moment de l'impact, ou du moins très ramollies. Les paramètres de projection (tableau II-4) sont en général optimisés, d'une part pour améliorer la qualité du revêtement (bonne adhérence, faible porosité. etc.), et d'autre part pour augmenter le rendement.

II.4.5.4. Préparation de surface :

La métallisation exige une préparation rigoureuse des surfaces à revêtir. Si quelques fois on peut obtenir, avec des particules liquides et très chaudes, des liaisons ponctuelles par fusion entre le projectile et le subjectile, cet accrochage reste toujours très insuffisant. En effet, que ce soit pendant les opérations d'usinage sur des pièces rechargées, ou au cours des sollicitations sur des pièces protégées contre la corrosion, les efforts mécaniques induits aux revêtements engendreront son décollement il est donc utile et nécessaire de préparer la surface pour obtenir [44] :

- Une propreté qui est un état chimique ;
 - Une rugosité qui est un état physique ;
 - Un préchauffage éventuel
- La propreté est le constat visuel de la disparition plus ou moins importante des impuretés de toutes natures, pouvant souiller la surface d'un produit. Elle permet aussi de mettre à jour les modifications physiques éventuelles de la structure (défauts ou autres). La métallisation exige que la surface du support devant recevoir un futur revêtement, soit particulièrement propre, exemple de traces de calamine, de rouille, d'huile, ou de graisse, afin de ne pas nuire l'adhérence du métal d'apport. Cette propreté sera obtenue suivant le type de polluant de la surface, soit par un dégraissage soigné après usinage dans le cas d'opération de rechargement, soit par un sablage dans le cas d'opération de protection anticorrosion.
 - La rugosité Pour obtenir une bonne adhérence, la propreté est nécessaire mais pas suffisant. Donc, il faut créer un accrochage mécanique entre le produit et le support. Celui-ci s'obtient par la réalisation d'une rugosité sur toute la surface.

La rugosité est le résultat de la modification micro géométrique d'une surface, provoqué par le bombardement intensif de projectiles dans le cas du sablage, ou par

l'enlèvement organisé de matière créant un relief, dans le cas d'usinage. Dans les deux cas, le résultat a pour effet :

- D'augmenter l'aire de contact entre le substrat et le revêtement, car l'adhérence est directement liée à l'étendue de la surface.
 - De créer un maximum d'aspérités, où le matériau déposé viendra s'ancrer. La rugosité est complémentaire de la propreté.
- Le préchauffage Comme nous l'avons vu précédemment, suivant la différence de température entre le métal d'apport et celle du support, on obtiendra un accrochage plus ou moins important. Raison pour laquelle, un léger préchauffage de la pièce à traiter, est toujours conseillé afin d'augmenter le pouvoir d'adhérence. Il devient indispensable pour les revêtements à partir de poudre, surtout pour les matières plastique qui ne sont pas conductrices de chaleur. Le préchauffage peut aussi être employé pour la dessiccation de certaines pièces poreuses, imprégnées en profondeur d'eau, de graisse ou d'huile, où le nettoyage n'est pas atteint. Il permettra de faire sortir les liquides absorbés afin que la métallisation adhère efficacement.

II.4.5.5. Modes de préparation :

La qualité d'un revêtement dépend énormément de la préparation préalable de la surface. De façon générale, le but de la préparation de la surface et l'augmentation de l'adhérence. Pour qu'il est adhérence, il faut avoir des liaisons directe entre le substrat et le revêtement donc il faut éliminer les agents étranger déposé sur la surface, essentiellement les graisses est produit chimie sorbes l'existence d'une rugosité facilite l'accrochage. Préalable, en peu faire une opération de sablage (écrouissage superficielle) pour crée une certaine rugosité. Il y a 3 opérations de préparation des surfaces : dégraissage, décapage et polissage [45].

II.4.5.5.1. Dégraissage :

Ce que l'on recherche à éliminer dans cette opération, ce sont des graisses incrustés sur le substrat. Il s'effectue soit par dissolution en milieux de solvant organique, soit par saponification, soit par muséification à l'aide d'un tensioactif. Dans la plupart des cas, on aura recours à une élévation de température suffisante pour ramollir la souillure grasse. De même, un effet mécanique est souvent nécessaire. Suivant le besoin, le

dégraissage sera plus ou moins profond pour un dégraissage très poussé ; il convient donc de faire suivre le dégraissage chimique d'un électrolytique.

II.4.5.5.2. Décapage :

Opération qui consiste à se débarrasser des oxydes formés naturellement ou lors de formages à haute température. Il existe 3 types de décapage : décapage chimique ; décapage mécanique ; décapage électrolytique.

Ñ Décapage chimique :

Action d'un réactif chimique qui va dissoudre l'oxyde. On utilise des acides : HCl, H₂SO₄, il faut dissoudre le moins possible le métal. On adjoint un inhibiteur de corrosion qui ralentit beaucoup la vitesse de corrosion. Il intervient par un mécanisme d'adsorption sur le métal et bloque les sites réactifs. Le décapage à la soude existe aussi.

Ñ Décapage mécanique :

Se fait par voie abrasive. Il faut dégraisser au préalable. Exemple : grattage, brossage. Industriellement, on réalise une projection d'abrasif : sablage (projection de sable avec une lance à la pression de 2 à 5 kg, ce qui entraîne l'enlèvement de la rouille et des oxydes). La méthode est simple, bon marché mais dangereuse. On peut aussi faire un grenailage (sable remplacé par de petites billes d'acier).

Ñ Décapage électrolyte

On utilise la turbulence du dégagement gazeux obtenu par électrolyse, ce qui facilite le décollement des couches d'oxyde. Cette méthode est très utilisée pour éliminer les couches minces.

II.4.5.5.3. Sablage :

Le sablage est le terme impropre donné au traitement par " impacts", plus généralement appelé de traitement d'une surface par des projections petits et nombreux, destinés à induire des modifications physiques, chimiques ou mécaniques au substrat. La technique employée insiste à utiliser, soit un vecteur gazeux (généralement l'air comprimé), soit une force centrifuge (turbine) pour projeter à grande vitesse des grains (projectiles) qui viennent percuter de façon répétée la surface des pièces (subjectiles). Le "grenailage" met en œuvre des projectiles extrêmement variés, différentes méthodes de projection et nombreux paramètres qui influencent le résultat. Il permet de décapier, désoxyder, enlève une couche superficielle fragile, il crée une rugosité qui facilite l'accrochage d'un revêtement.

Chapitre III

Procédures Expérimentales

III.1 Introduction

On présente dans ce chapitre les techniques d'élaboration des couches de revêtements d'alumine-oxyde de titane et du système (Ni20Cr)6Al, ainsi qu'une présentation générale des différentes techniques de caractérisation de ces dépôts.

L'objectif de notre étude est d'obtenir un dépôt de qualité sur un acier inoxydable qui combine une bonne résistance à la corrosion pour la protection du substrat et de bonnes propriétés mécaniques. Un tel dépôt doit présenter une faible porosité et contenir peu d'oxydes car ces derniers sont généralement néfastes à la ductilité et à l'adhérence du dépôt sur la pièce à protéger. Les conditions optimales de tir ont été déterminées à partir de l'étude de l'influence des principaux paramètres de tir sur les propriétés des dépôts réalisés dans les mêmes conditions.

III.2 Matériaux de l'étude :

III.2.1 Substrats :

Les matériaux employés dans cette étude pour réaliser des revêtements par projection plasma sous différentes conditions technologiques d'élaboration sont des Tôles d'acier inoxydable très utilisées dans la fabrication mécanique : il s'agit de l'acier AISI304, sa composition chimique (en % massique) est donnée par le tableau III.1 :

Tableau III.1. Composition Chimique de l'acier inoxydable AISI 304

Eléments	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Co	Cu	Fe
% wt	0.032	0.75	2.00	0.045	0.030	17.5/19.5	8.0/10.5	0.122	0.375	Bal

III.2.2 Les dépôts :

III.2.2.1 La poudre : (Ni-20Cr)6Al :

La Poudre de nickel-chrome-aluminium (Ni20Cr) 6Al (-115 +325µm de taille) destiné pour la pulvérisation thermique par plasma atmosphérique, Généralement employé comme sous couche pour les revêtements céramiques vu les remarquables propriétés qu'elle possède, telle que sa température de fusion très élevée, une force d'adhérence très grande ainsi qu'une résistance à l'oxydation et à la corrosion à haute température très importante [46].

III.2.2.2 La poudre : $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3\%TiO}_2$:

La poudre $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3TiO}_2$ et de taille de grains $-45+15\mu\text{m}$ est employé comme revêtement résistant à l'oxydation et à la corrosion à haute température, ainsi que l'usure anti-abrasion, Usure de micro-choc, utilisée dans l'industrie textile et l'industrie des fibres synthétiques, milieu acide et alcalin et rouleaux de papier [46].

La poudre de revêtement $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3\%TiO}_2$ a été déposée sur acier inoxydable AISI 304 avec un système d'équipements de projection plasma atmosphérique Sulzer-Metco-9MC, utilisant de l'argon et de l'hydrogène en tant que gaz plasma d'arc et l'argon comme un gaz transporteur de la poudre. Tableau III. 2. représente les spécifications de poudre de revêtement.

Tableau III. 2. Spécification de poudre de projection.

Eléments	Al_2O_3	TiO_2	SiO_2	Fe_2O_3	MgO	balance
Al_2O_3 3% TiO_2	94,5	2,66	2,11	0,26	0,26	0,24

Ce travail traite de l'expérimentation et l'analyse des performances du revêtement qui est préparé sur la base de trois paramètres de processus variés (Débit de poudre, vitesse et distance de tir).

Tableau III.3. Paramètres utilisé pour la couche de Liaison, sous couche d'accrochage

N ^o	paramètres	Couche de Liaison (Ni-20Cr)6Al	Couche de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3\%TiO}_2$
1	Gaz primaire (Argon et hydrogène), bar	25	25
2	Gaz porteur (Argon), bar	90	90-110
3	Tension, (V)	65	65
4	courant, (A)	550	90 -110
5	Débit de poudre, g / min	25	22-26
6	distance, mm	90	75-90

Le **tableau III.3** montre le réglage des paramètres utilisés pour la couche de liaison, les processus de revêtement de la couche supérieure, ainsi que le réglage des paramètres de

procédé pour la couche supérieure (c'est-à-dire : le courant, taux d'alimentation de poudre, et la distance de tir).

Dans le présent travail, des revêtements en alumine-3% de titane sont déposés sur des substrats en acier inoxydable AISI 304 avec une couche de liaison intermédiaire de (Ni20Cr)6Al par projection au plasma atmosphérique. Les effets du réglage des variables plasmatiques telles que le taux de poudre, le courant et la distance de tir sur la microstructure et la résistance à l'adhérence ont été étudiés.

III.3 Préparation de la surface :

De nombreux travaux ont été réalisés pour trouver la meilleure préparation relative au meilleur accrochage des revêtements sur leur substrat. Les trois méthodes suivantes donnent les meilleurs résultats : [47]

- Le nettoyage et décapage chimique,
- Le sablage avec un abrasif (corindon par exemple).
- La préparation par usinage : elle consiste à réaliser une forme de filetages sur la surface à traiter. Ce type de préparation correctement menée donne une très bonne adhérence et a l'avantage d'être réalisée directement dans la continuité de l'opération d'usinage de la pièce.
- La préparation avec une sous-couche d'accrochage. Cependant avec certains matériaux comme le Nickel-Aluminium Ni5Al, l'Aluminium-bronze, l'accrochage avec la plupart des métaux est métallurgique, il est normalement supérieur à la cohésion du dépôt lui-même (des tests de traction conduisent à la décohésion dans le revêtement et non à l'interface dépôt-substrat). De part ces propriétés exceptionnelles, ces matériaux peuvent servir d'accrochage entre le revêtement final et le substrat. Diverses méthodes peuvent être retenues pour la préparation de la surface avant projection de la sous-couche. Elles sont :
 - l'attaque chimique,
 - le sablage (cette méthode a l'avantage de réduire les contraintes de fatigue), le procédé donne une surface propre et satisfaisante.
 - l'usinage même s'il est très grossier,
 - le meulage grossier avec une meule à gros grains conduit à un bon état de surface pour la projection de sous-couches d'accrochage comme le Ni5Al.

Les échantillons de substrat ont été découpés suivant les dimensions : 25 x 25 x 2 mm. Ensuite, ils ont été sablés (**Figure III.1**) et nettoyés avec de l'acétone.

Le grenailage a été réalisé avec une sableuse très efficace avec une taille de grain d'alumine de 10 à 20 μm , et avec une buse de 10 mm, fonctionnant à une pression $> 0,5$ MPa. La distance entre le substrat et la buse est de 150 mm à un angle de 30 °.



Figure III.1. machine de sablage

III.4. La projection plasma

La projection par plasma est largement utilisée pour réaliser des revêtements du fait de la diversité des matériaux d'apport à déposer. Ce procédé est employé, en particulier pour déposer des matériaux à haut point de fusion tels que les alliages métalliques ou des céramiques.

III.4.1. Mode de fonctionnement

Comme source de chaleur, la projection plasma utilise un arc électrique dans une buse. L'arc réchauffe un courant de gaz à une température très élevée [jusqu'à plus de 20000°C]. Comme gaz on utilise principalement l'argon, l'hydrogène, l'azote ou l'hélium. Par suite de la température élevée, il se produit un accroissement de volume important du gaz. Le gaz sort à grande vitesse de la buse. Dans les chalumeaux plasma modernes, la vitesse du jet plasma atteint la vitesse du son ou davantage. Dans ce jet plasma à forte énergie, la matière de revêtement sous forme de poudres est introduite à

l'aide d'un gaz porteur. Les particules sont fondues et déposées sur le matériau de base ayant subi un traitement préalable.

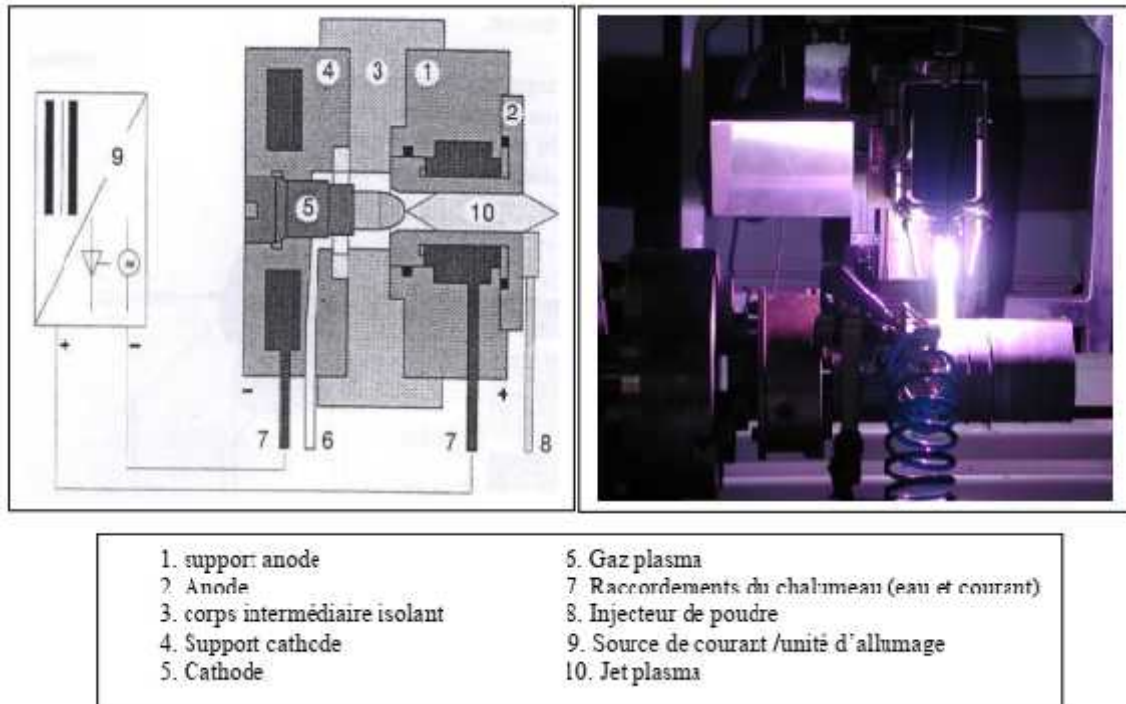


Figure III.2 : Principe de fonctionnement du chalumeau

III.4.2 Dispositif expérimentale

III.4.2.1 Présentation générale

Nous avons utilisé un système de projection par plasma atmosphérique Sulzer-Metco-9MC représenté dans les figure III.3, figure III.4, figure III.5, figure III.6 qui comprend :

❖ Accessoires principales

- (1) armoire de commande automatique 9MC (120V, 50 / 60HZ)
- (2) 9MCD-10MR-04- Cabinet distributeur de puissance
- (3) pistolet de projection de 9 Mo-M (machine installée)
- (4) Alimentateur en poudre à suspension pneumatique en boucle fermée 5MPE
- (5) connecteur d'alimentation en poudre 5MPA-5MPE
- (6) 8MH- tuyaux et câbles
- (7) 7GH- soupape de réglage de pression d'hydrogène
- (8) 7GNR- régulateur d'azote / argon / hélium
- (9) Transformateur de contrôleur de gaz 6A (pour 240V, monophasé, 50HZ)

(10) Armoire de refroidissement LQCH (380V, 50HZ)

❖ **Spécifications techniques :**

- (1) Température maximale de la flamme plasma jusqu'à 20000 .
- (2) La vitesse maximale des particules de 200 à 350 m / s.
- (3) Vitesse de pulvérisation 2-4 kg / heure.
- (4) Grande sortie de chaleur : une puissance de sortie inférieure 80KW est de $22,7 \times 106J / kg$.



Figure III.3. Système de projection par plasma atmosphérique Sulzer-Metco-9MC



Figure III.4. Distributeur de puissance & Alimentateur de poudre



Figure III.5. Armoire de commande automatique 9MC



Figure III.6. Pistolet de pulvérisation

III.5 Détail des expériences à l'étape de projection :

Dans ces expériences on prend en considération quatre paramètres opératoire tel que :
Le courant(I), le débit de gaz, la distance de projection, et l'épaisseur de revêtement.

Tableau III.4. Variation du débit de gaz :

Échantillons	Vitesse du flux de l'argon	Hydrogène taux	Courant Ampère	Voltage Volt	Distance mm	nombre de passes
A1	90	25	600	65	80	10
A2	100	25	600	65	80	10
A3	110	25	600	65	80	10

Tableau III.5. Variation du nombre de passes (pas de balayage) :

Échantillons	Vitesse du flux de l'argon	Hydrogène taux	Courant Ampère	Voltage Volt	Distance mm	nombre de passes
B1	90	25	600	65	80	8
B2	90	25	600	65	80	10
B3	90	25	600	65	80	12

Tableau III.6. Variation de la puissance de plasma

Échantillons	Vitesse du flux de l'argon	Hydrogène taux	Courant Ampère	Voltage Volt	Distance mm	nombre de passes
C1	90	15	500	55	80	10
C2	90	25	550	55	80	10
C3	90	20	600	60	80	10
C4	90	25	650	65	80	10

Tableau III.7. Variation de la distance de projection

Échantillons	Vitesse du flux de l'argon	Hydrogène taux	Courant Ampère	Voltage Volt	Distance mm	nombre de passes
D1	90	25	600	65	80	10
D2	90	25	600	65	100	10
D3	90	25	600	65	120	10

III.6. Caractérisation des dépôts :

Les méthodes de contrôle des produits obtenus sont très diverses à la fois dans leurs principes et dans les informations qu'elles fournissent. Généralement, il n'existe pas de méthode absolue, mais il y a une complémentarité entre certaines méthodes. Avant d'accéder à toute analyse structurale, et observations morphologiques, les échantillons doivent subir une préparation métallographique.

Pour obtenir une surface adéquate pour toutes caractérisations, il faut suivre les étapes suivantes :

- Tronçonnage
- Enrobage
- Polissage
- Nettoyage

Les méthodes et les moyens de caractérisation sont présentés en détail dans ce qui suit :

III.6.1. Tronçonnage :

Couper l'éprouvette revêtue afin d'obtenir un petit échantillon qui sera analysé. Le tronçonnage abrasif sous eau s'effectue en mode automatique au moyen d'une meule constituée d'un abrasif et d'un liant. Le liquide de refroidissement est projeté sur la meule pour limiter l'échauffement de l'échantillon. Le tronçonnage automatique (avec un réglage de l'avance de la meule) permet un minimum d'arrachement de matière au niveau du revêtement.

III.6.2. Enrobage :

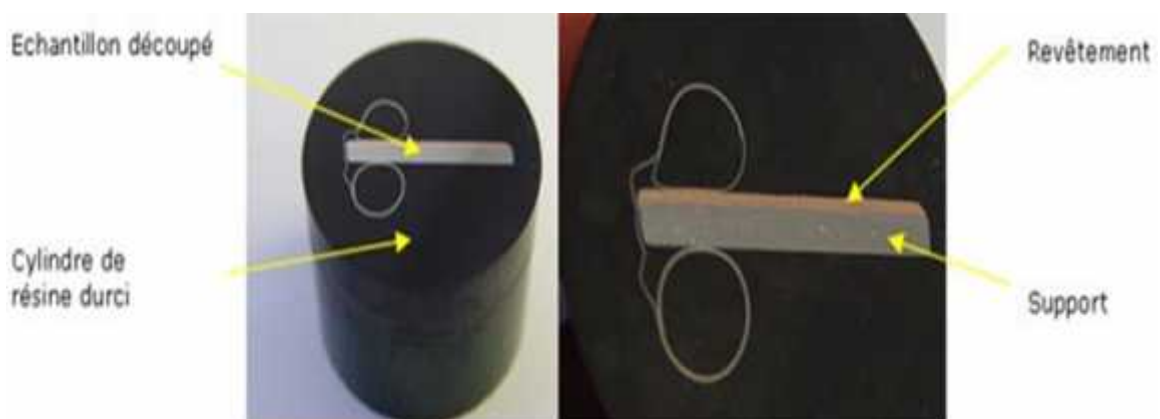
Après le tronçonnage des petits échantillons, on a effectué un enrobage à froid, pour protéger le substrat lors de la préparation et également pour produire des échantillons de taille uniforme.

A cause des petites dimensions des échantillons, il est indispensable d'effectuer un enrobage à froid dans une résine thermodurcissable, et ce pour pouvoir maintenir les échantillons d'une façon correcte durant les opérations de polissage.

La résine utilisée est une résine non transparente assez dure. Contenu : poudre (2vol), durcisseur liquide (1 vol), moule.

Cette étape a une durée de 8 minutes (dont 5 minutes de chauffe et 3 minutes de refroidissement à l'eau).

Après l'opération d'enrobage, nous obtenons un cylindre de résine durci, qui entoure notre échantillon.



III.6.3. Polissage

Après enrobage, les échantillons sont ensuite polis sur une série de papier abrasif en carbure de silicium (SiC) de différentes granulométries commençant par le plus grand (N° 120) jusqu'à la plus petite granulométrie (N° 1200), puis polis sur des tissus en feutre à la pâte diamantée. Deux granulométries successives de 9 µm et 3 µm ont été utilisées pour la finalisation de l'état de surface des échantillons à observer.

Une polisseuse de type « Forcipol » utilisée pour la préparation finale des échantillons destinés à l'observation en microscopie optique.

III.6.4. le Nettoyage :

Après le polissage et pour éliminer les traces de cette étape on a effectué un nettoyage : rinçage à l'eau courante, puis l'eau distillée, suivi de séchage à l'air chaud.

III.6.5. Attaque chimique :

L'attaque chimique est utilisée pour différencier entre la couche obtenue sur l'acier et le reste de la structure (substrat). Le réactif utilisé dans ce travail est constitué d'une solution aqueuse de 4 % d'acide nitrique dans l'alcool éthylique. Cette solution est connue techniquement sous le nom de Nital à 4 %. La durée de l'attaque est de l'ordre de 15 à 20 secondes à la température ambiante.

Une fois que l'effet de l'attaque est bien apparent sur l'échantillon (on constate une petite variation de la couleur de la surface attaquée), un lavage de la surface à l'aide d'eau est effectué pour arrêter toute réaction. Pour ne laisser aucune trace de l'eau, les échantillons sont séchés à l'air chaud.

III.6.6. Observations microscopiques :

L'appareillage utilisé est un microscope métallographique optique universel de type LEICA(DMLM) qui permet l'observation des échantillons, avec un agrandissement qui varie de 50 à 1000. Ce microscope est équipé d'une caméra, d'un micro-ordinateur et d'une imprimante. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.



Figure III.8 : Microscope métallographique optique.

III.6.7. Diffraction des rayons X :

La technique d'analyse par diffraction de rayons X repose sur l'interaction élastique d'un faisceau monochromatique de photons X avec la matière cristallisée. La diffraction résultante aboutit à l'obtention d'un diffractogramme et permet la détermination des distances réticulaires des plans de diffraction. La loi de Bragg définit la relation entre la longueur d'onde du faisceau incident (λ), le paramètre réticulaire repéré par les indices de Miller (d_{hkl}) et l'angle de diffraction (θ). L'entier naturel n représentant l'ordre de diffraction.

$$n \lambda = 2 d_{hkl} \sin(\theta)$$

L'appareillage utilisé est un diffractomètre D8 ADVANCE-BRUKER. Il est couplé à un ordinateur réalisant l'automatisation des balayages angulaires et des enregistrements. La source de rayon X est constituée d'un tube scellé à anticathode de cuivre ($\lambda = 1.5428 \text{ \AA}$).

Le montage utilisé permet d'obtenir des spectres par réflexion. Les fentes avant et arrière ont été fixées à 2mm. Le balayage est de $38-121^\circ$ (2θ). Le pas de balayage est de

1°, pour un temps d'acquisition moyen de deux (02) heures pour l'identification des composés, 12 heures pour des études plus poussées. L'identification des composés cristallins s'appuie sur la comparaison des valeurs expérimentales des distances réticulaires avec les données de la littérature. Un logiciel de type (X PERT collector) permet d'étudier le spectre de diffraction des RX et d'identifier les phases cristallines de l'échantillon à analyser.



Figure III.9 : Diffractomètre D8 ADVANCE-BRUKER.

III.6.8. Essais de micro-dureté :

Les essais de micro dureté Vickers consistent à estimer la valeur de la micro dureté HV, à partir de la longueur de la diagonale d'une empreinte laissée, par le pénétrateur (Fig.III.10) sur la surface de l'échantillon. Le pénétrateur s'enfonce dans l'échantillon sous une charge constante P, la pénétration se fait de manière monotone à vitesse constante pendant une durée de 15 sec à 20 secs réglables à volonté.

Cette analyse est nécessaire pour estimer et suivre l'évolution de l'une des propriétés mécaniques après avoir réalisé l'opération de métallisation. Pour réaliser les essais de dureté de nos échantillons, nous avons utilisé un micro-duromètres de type DM2D (Fig.III.9), équipé d'un oculaire ($\times 15$) et des objectifs ($10\times, 40\times$) pour permettre de

positionner l'empreinte et régler les lignes de mires afin de mesurer la valeur de la diagonale d (Fig.III.10). La gamme de charge utilisée par cet appareil est : 25gf, 50 gf, 100 gf, 200 gf,.....,1000gf .

Lorsque les lignes sont réglées, une valeur apparaît sur l'afficheur pour désigner la longueur de la diagonale agrandie de 40 fois, et en poussant sur la touche 1/40, l'afficheur montre alors la diagonale réelle en micron. Le calcul de la micro dureté HV, se fait automatiquement par un double clic sur le bouton "HARDNESS" se trouvant sur le cadran de l'appareil de mesure.

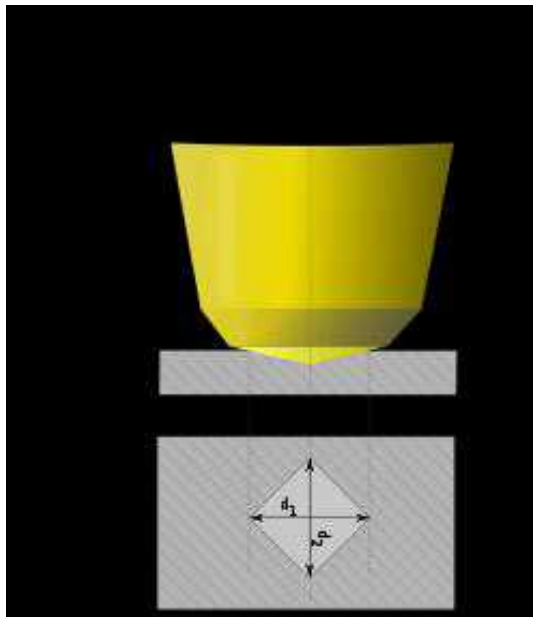


Figure.III.10 : Pénétrateur

On peut aussi calculer la micro-dureté HV manuellement, par l'application de la formule suivante :

$$HV = 1854.4 \times \frac{P}{d^2}$$

P : charge en gramme force (gf).

d : diagonale en (μm).

HV : microdureté en (Kg/mm^2).

Les mesures de dureté ont été effectuées par la méthode Vickers avec :

- une charge 100 gf avec une incertitude de $\pm 1\%$.
- un objectif (40 \times).



Figure III.11 : Duromètre DM2D

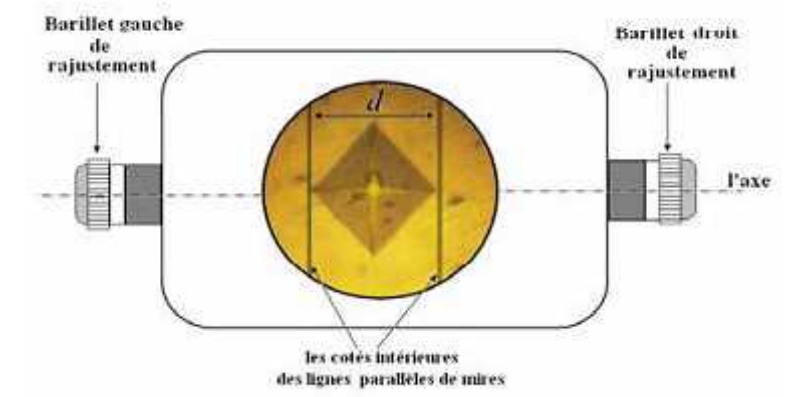


Figure III.12 : Empreinte laissée par un pénétrateur

III.6.9. La microscopie électronique à balayage :

Le microscope électronique à balayage permet de distinguer des détails de l'ordre du dixième de micromètre et, grâce à la profondeur du champ des instruments de MEB, les images qui résultent ont une qualité de définition tridimensionnelle. La zone de focalisation des électrons sur la surface de l'échantillon a un diamètre de 50 à 100 μm . Sous l'impact des électrons, cette zone émet des rayons X, des électrons rétrodiffusés (énergie élevée) et des électrons secondaires (énergie faible). Les électrons rétrodiffusés et les électrons secondaires sont utilisés pour obtenir des images de la surface. Les

électrons rétrodiffusés permettent de visualiser le contraste chimique de l'échantillon et les électrons secondaires le contraste topographique de la surface. La limite de résolution d'un microscope à balayage peut atteindre 2 à 5 nm.

La morphologie des dépôts a été examinée avec un microscope électronique à balayage TESCAN VEGA. La tension d'accélération utilisée pour les observations en électrons secondaires était le plus souvent en 5 et 15kV, et le courant de sonde 75 à 160 mA. La distance de travail a été d'environ 15mm. La plupart des échantillons ont été collés sur le porte échantillon avec une colle en graphite et métallisés à l'argent pour faciliter l'analyse.



Figure III.13 : Microscope Electronique à Balayage de type TESCAN VEGA.

III.6.10. Adhérence des dépôts :

Pour mesurer l'adhérence entre le dépôt et le substrat, le test de traction est l'un des rares essais normalisés pour la mesure de la résistance de l'interface. Ses normes sont européenne (EN582), américaine (ASTM C-633-01) ou internationale (ISO 14916). Il s'agit de l'essai le plus répandu dans les laboratoires industriels.

Le principe de test de traction est montré dans la Figure III.14. Un adhésif commercial (FM 1000) a été retenu, l'épaisseur du dépôt était comprise entre 200 μm et 400 μm et

la vitesse de traction de $1,26 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. Pour chaque essai, cinq éprouvettes ont été utilisées.

Pour réaliser l'essai, une éprouvette cylindrique standard, revêtue sur sa face plane, est assemblée par collage, généralement avec de la résine d'époxy, à une contre-éprouvette de dimension identique. Cet assemblage est soumis à un essai de traction jusqu'à sa rupture par l'aire de la surface projetée.

Après l'essai de traction, les échantillons ont été examinés à l'aide d'une coupe binoculaire afin de déterminer le type de rupture

L'adhérence (G , GPa) est alors calculée à l'aide de la formule suivante :

$$G = \frac{F_{\text{rupture}}}{S}$$

Où F_{rupture} est la force de rupture de dépôt (kN) et S est la surface arrachée de dépôt (mm^2).

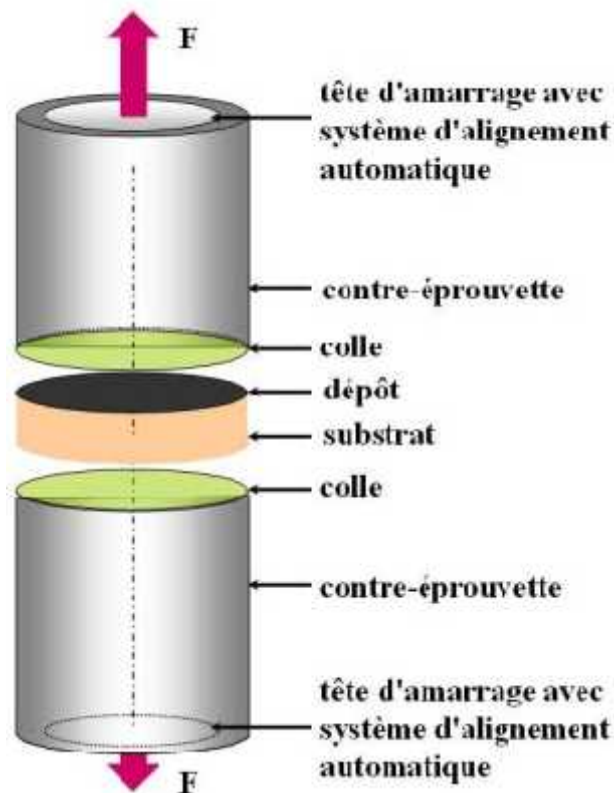


Figure III.14. Schéma de mesure de l'adhérence entre dépôt et substrat

Chapitre

Résultats & discussions

.1.Introduction :

Ce chapitre est consacré à la caractérisation microstructurale et mécanique des résultats de rechargement d'un acier. Il s'agit de la projection plasma appliquée à l'acier inoxydable par le dépôt d'une couche de (Al_2O_3 -3% TiO_2), (abrégié en AT3 ci-après) afin d'améliorer ses propriétés d'usure et de résistance à la fatigue.

Nous présentons une étude détaillée de l'influence des différents paramètres de projection sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques (micro-dureté ; adhérence) des échantillons à recharger. Une Caractérisation microstructurale a été réalisée avec microscopie électronique à balayage (MEB).

.2.Caractérisation du revêtement :

.2.1.Microstructure des revêtements :

Les microstructures de revêtement Al_2O_3 -3% TiO_2 ont été observées par le MEB (Microscope Electronique à Balayage). À partir des microstructures transversales, on constate que les revêtements consistent en lamelles accumulées à partir des gouttelettes en fusion sur le substrat.

Le revêtement (figure.IV.1 (a)) comporte une microstructure en couches typique des revêtements pulvérisés au plasma, qui est résultant de la fusion totale de la poudre de matière première céramique et sa solidité comme "splats" sur le substrat. On observe trois couches différentes représentées sur la figure.IV.1(b), tel que : la couche céramique, couche intermédiaire et le substrat. [48]

Les couches de revêtement étaient en moyenne de 200 μm et des couches de liaison (Ni20%Cr)6Al avaient environ 50 μm d'épaisseur. Des pores ont été observés dans toutes les couches de revêtement.

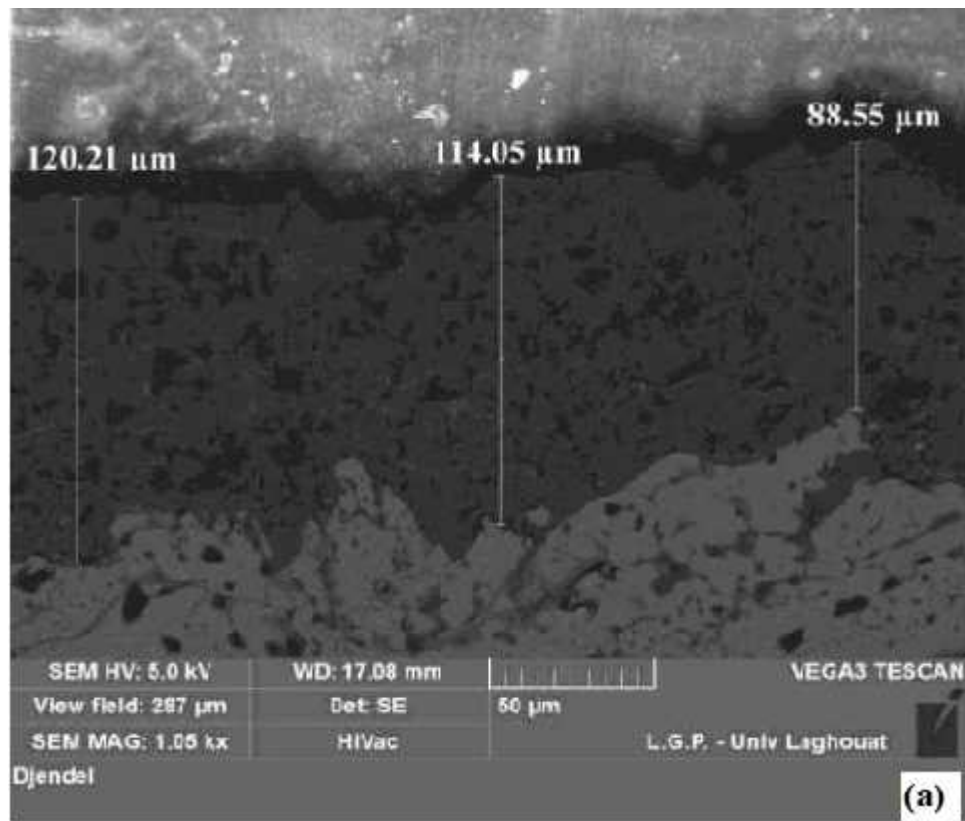


Figure .1 (a). MEB micrographie du revêtement Al_2O_3 -3wt.% TiO_2

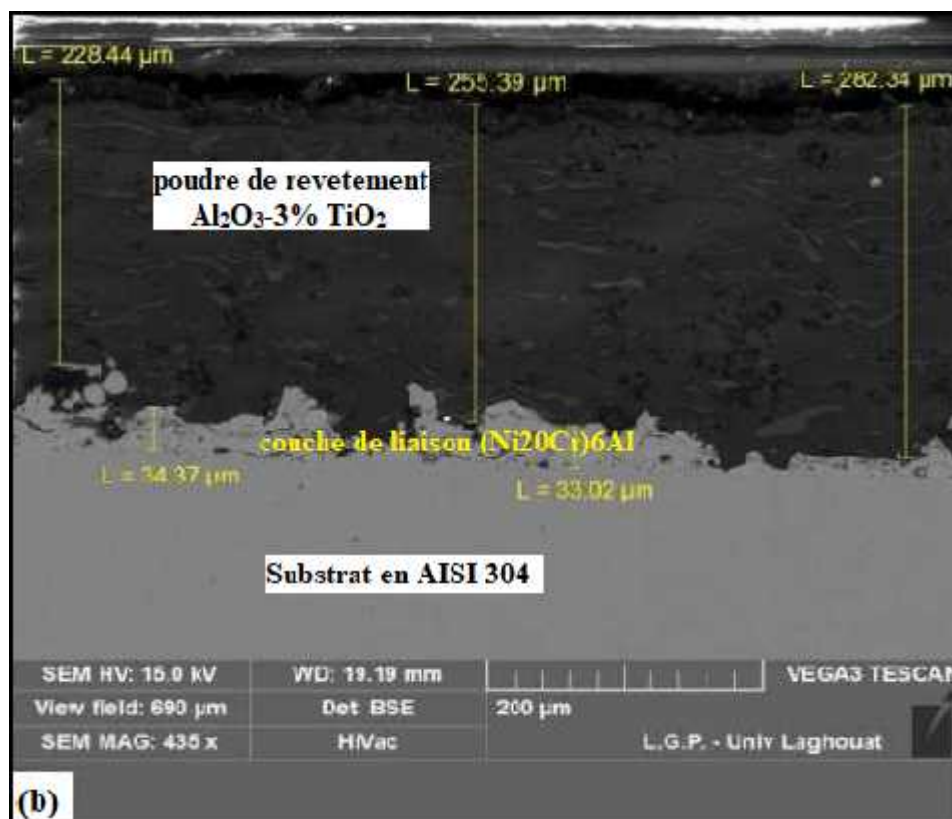


Figure .1 (b) Micrographie au MEB de poudre de revêtement Al_2O_3 -3% TiO_2
03 couches différentes : la couche céramique, couche intermédiaire et substrat.

.3. Effet des paramètres de projection sur la microstructure du revêtement

.3.1. Effet de la vitesse du flux de l'argon sur la microstructure du revêtement

Le **tableau VI.1.** Représente l'effet de la vitesse du flux de l'argon sur la microstructure du revêtement $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3wt.\%TiO}_2$

Tableau. .1. Effet de la vitesse du flux de l'Argon sur la microstructure du revêtement

Échantillons	Vitesse du flux de l'argon	Hydrogène taux	Courant Ampère	Voltage Volt	Distance mm	nombre de passes
A1	90	25	600	65	80	10
A2	100	25	600	65	80	10
A3	110	25	600	65	80	10

Le flux thermique apporté par le plasma est également un paramètre important de la construction d'un revêtement par projection plasma. Ce flux est d'autant plus élevé que la distance torche-substrat diminue.

Pour éviter la destruction du revêtement due à une élévation trop importante de la température, les paramètres cinématiques torche-substrat et le refroidissement du substrat doivent être adaptés aux conditions opératoires de la torche.

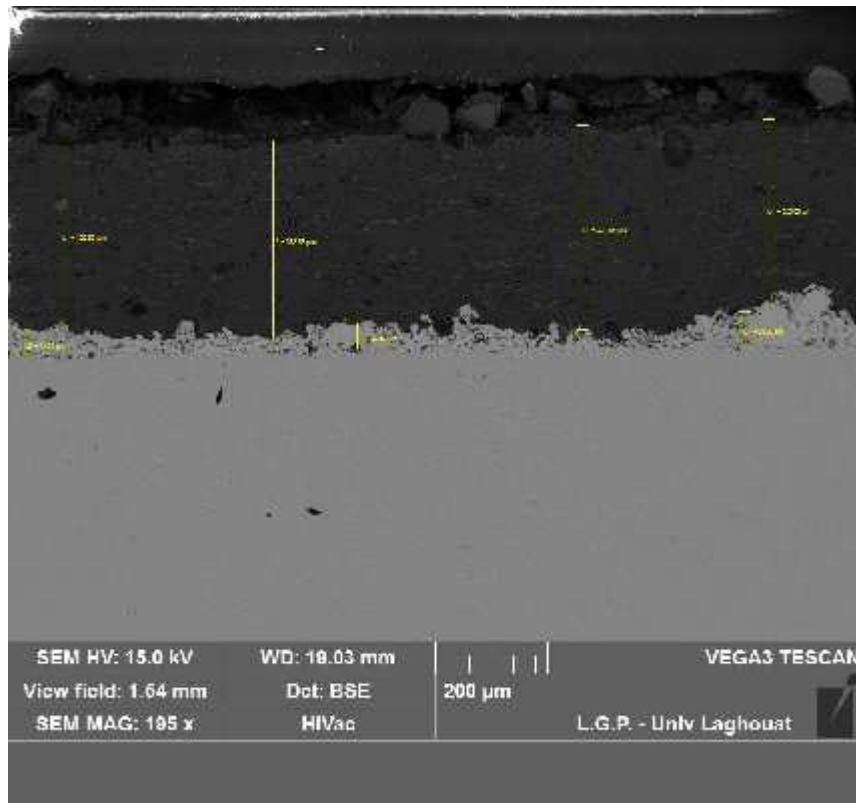


Figure .2. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement A1 (G200μm, 90, 25, 600A, 65v, 80mm, 10)

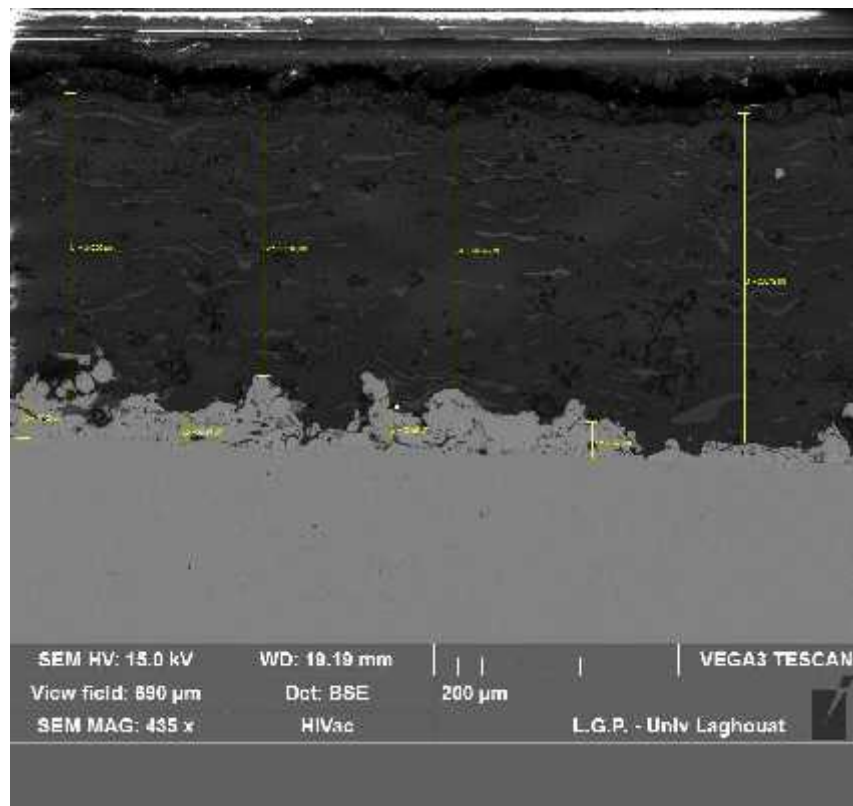


Figure .3. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement A2 (G200μm, 100, 25, 600A, 65v, 80mm, 10)

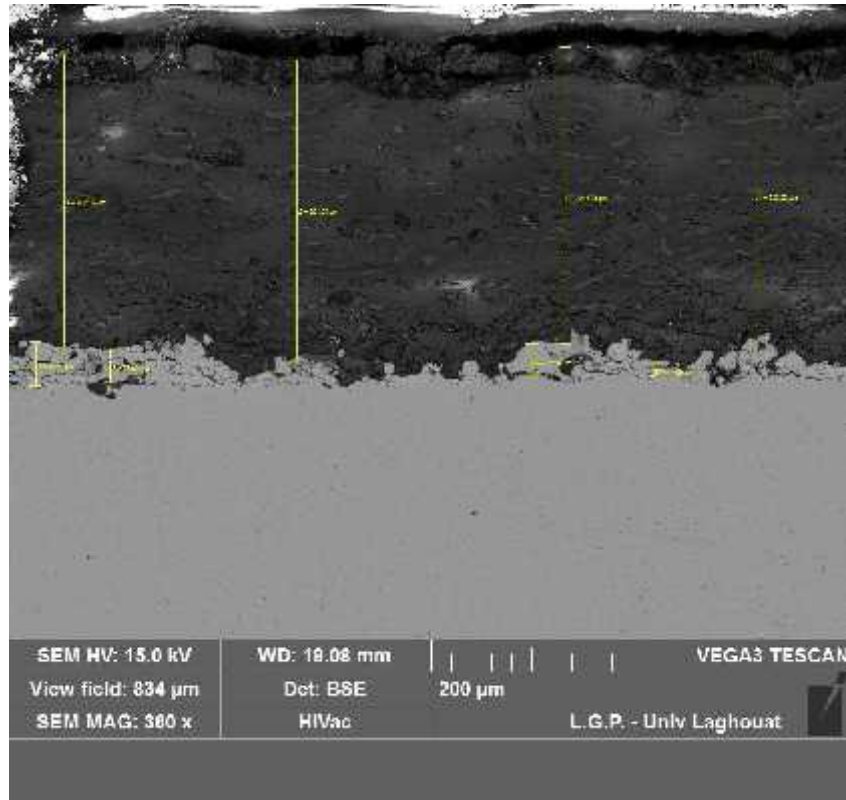


Figure .4. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement A3 (G200μm, 110, 25, 600A, 65v, 80mm, 10)

La vitesse relative torche/substrat représente l'écart de vitesse de déplacement entre la torche et le substrat. Elle est le paramètre cinématique qui contrôle la masse de matière déposée par passe ainsi que le flux de chaleur transmis à la structure revêtue via principalement la chaleur latente de solidification des particules et la chaleur transmise par la source [48-49].

Si la torche est trop rapide, elle augmente les pertes de métal et donne des épaisseurs de dépôt trop minces. Si la torche est trop lente, elle donne des épaisseurs de dépôt irrégulières et élève la température du substrat.

IV.3.2.Effet du nombre de passes sur la microstructure du revêtement:

Le **tableau VI.2.** Représente l'effet de nombre de passe sur la microstructure du revêtement $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3wt.\%TiO}_2$

Tableau .2. Effet du nombre de passes sur la microstructure du revêtement :

Echantillons	Vitesse du flux de l'argon	Hydrogène taux	Courant Ampère	Voltage Volt	Distance mm	nombre de passes
B1	90	25	600	65	80	6
B2	90	25	600	65	80	8
B3	90	25	600	65	80	12

Le pas de balayage est la distance entre deux passages consécutifs de la torche de projection. La valeur du pas de balayage contrôle le taux de recouvrement des cordons et influe sur l'épaisseur et la forme du dépôt final. Une valeur optimale du pas de balayage doit permettre d'établir une texture fine de la surface du dépôt.

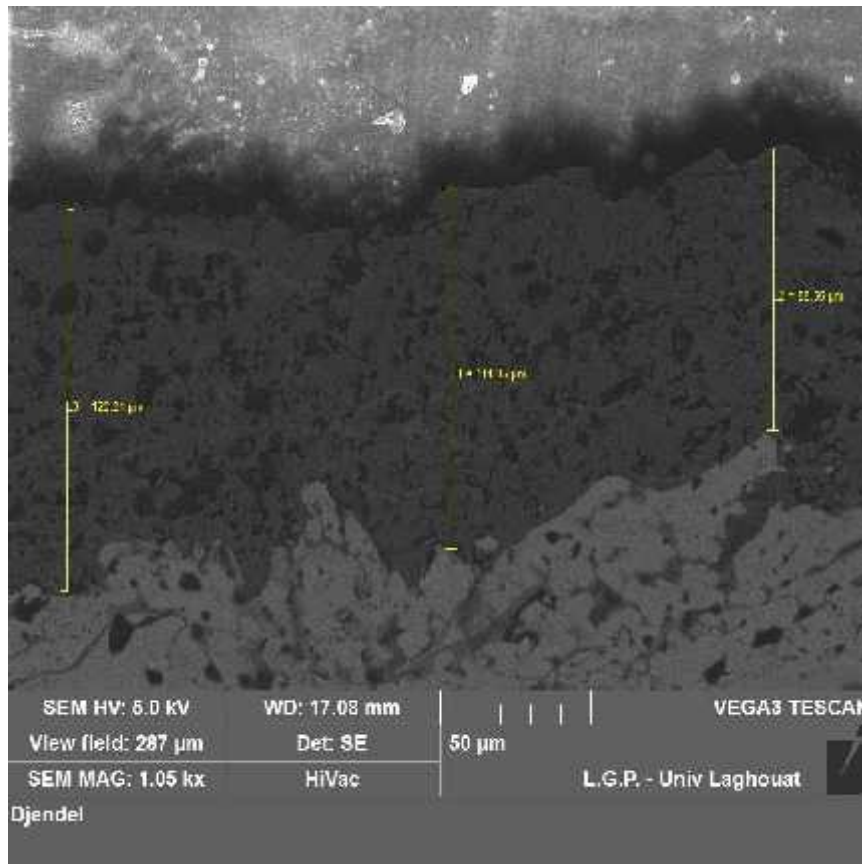


Figure .5. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement B1 (G50µm, 90, 25, 600A, 65v, 80mm, 8)

Si la valeur est trop élevée, on peut voir qu'il existe encore des espaces sans dépôt entre chaque passe voisine. Si la valeur est trop petite, le substrat sera surchauffé puis déformé, et le dépôt sera moins homogène. En générale, une valeur de pas de balayage variant entre 5mm à 15mm.

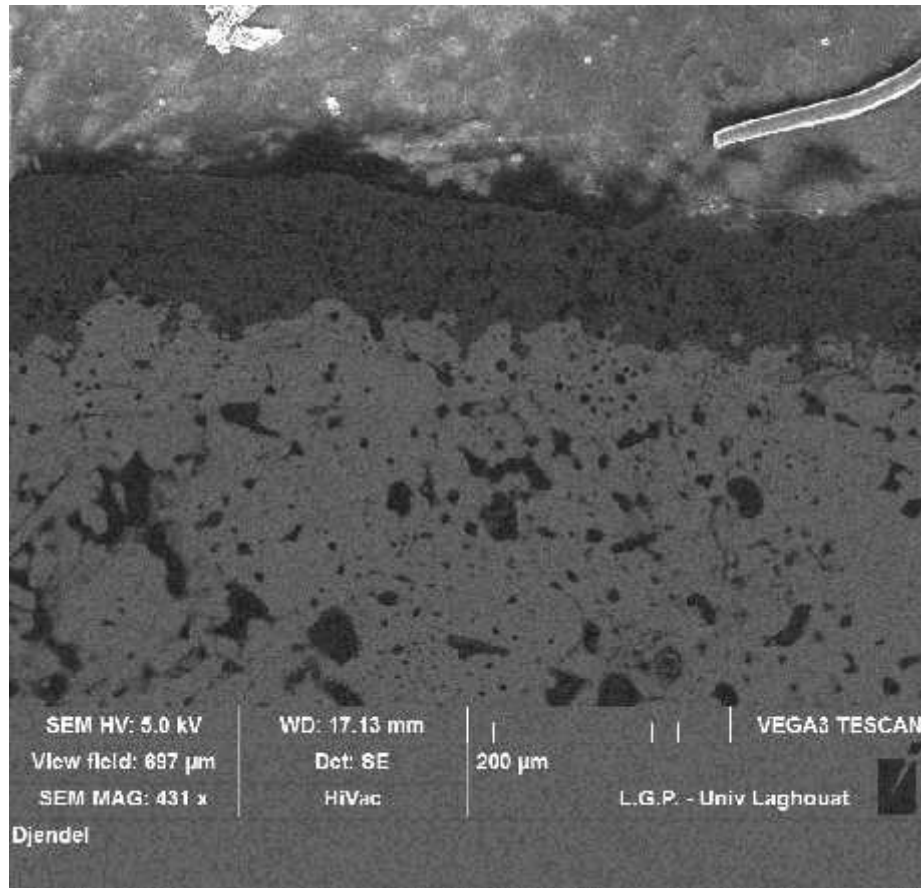


Figure .6. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement B2 (G200µm, 90, 25, 600A, 65v, 80mm, 10)

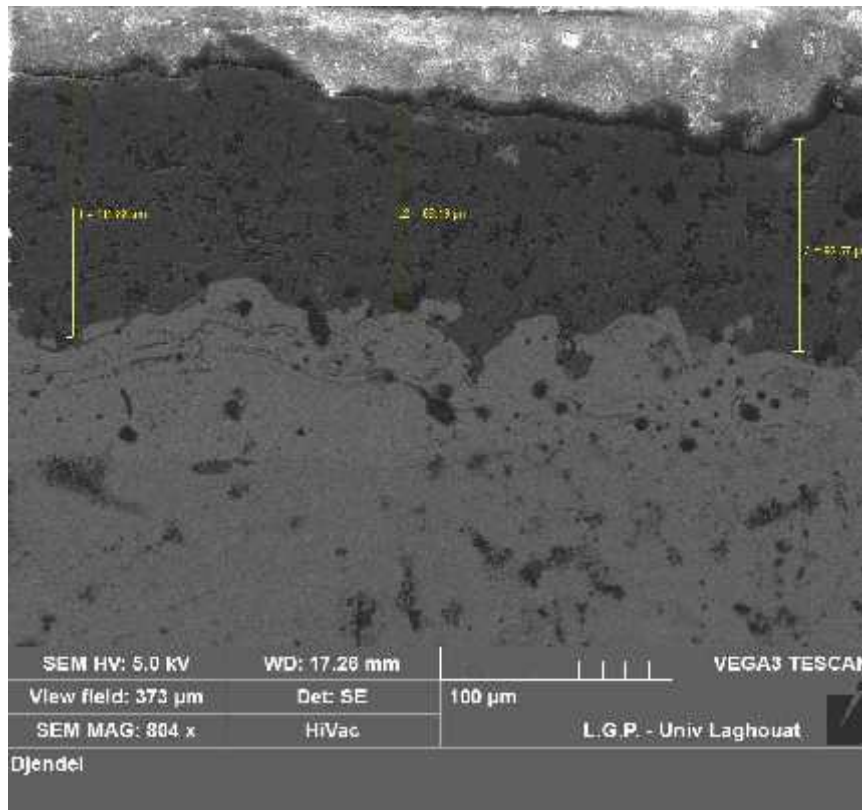


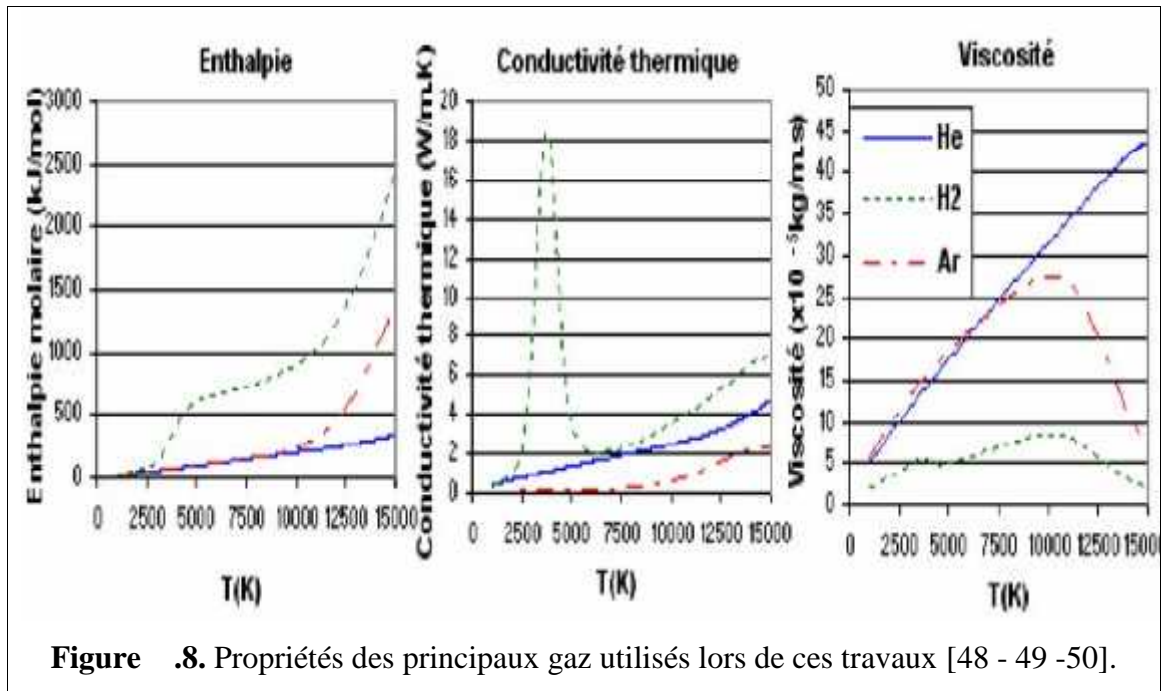
Figure .7. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement B3 (G100μm, 90, 25, 600A, 65v, 80mm, 12)

.3.3. Variation de l'énergie du plasma sur la microstructure du revêtement

Les principaux paramètres accessibles à l'opérateur sont le choix du mélange de gaz plasmagène, le courant d'arc et le diamètre de tuyère.

Les propriétés d'un mélange de gaz plasmagènes sont intrinsèquement liées à la composition de ce dernier. Les gaz fréquemment utilisés en projection plasma présentent, de façon individuelle et en fonction de leur température, de grande variation de leurs propriétés (cf. Figure IV.8). Ces variations sont liées à la dissociation des molécules de gaz et à l'ionisation des atomes. En jouant sur la proportion entre les gaz, il est possible d'agir sur les propriétés du mélange plasmagène.

Propriétés des principaux gaz plasmagènes utilisées en projection plasma compte tenu de leurs propriétés thermodynamiques et de transport propres [48], [49], [50], chaque gaz plasmagène affecte le comportement de l'arc, celui de l'écoulement plasma, et le traitement du matériau injecté dans l'écoulement.



L'influence des trois principaux gaz utilisés peut être présentée succinctement comme suit :

L'argon permet d'augmenter la quantité de mouvement de l'écoulement du fait de sa masse molaire élevée.

L'hydrogène permet d'augmenter l'enthalpie massique, la chaleur spécifique et la conductivité thermique du plasma ; il entraîne également une diminution de la viscosité. Cette diminution favorise l'engouffrement d'air dans l'écoulement. D'autre part, du fait de sa forte conductivité thermique et de sa faible masse volumique ; l'hydrogène déstabilise l'arc électrique par une diminution de l'épaisseur de la couche de limite froide qui entoure la colonne d'arc. L'arc opère alors en mode «restrike».

L'hélium permet principalement d'augmenter la viscosité du jet et ainsi de retarder l'engouffrement d'air [50]. Il favorise un mode d'opération de l'arc de type {take over}.

L'augmentation de l'intensité de courant d'arc entraîne une augmentation de la vitesse de l'écoulement, suivant la racine carrée de l'intensité [51], mais ne modifie pas de façon significative sa température. Dans cette gamme de température, l'enthalpie fournie au gaz est, en effet essentiellement convertie en énergie d'ionisation et peu en chaleur sensible. Le **tableau VI.3.** Représente la variation de l'énergie du plasma sur la microstructure du revêtement $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3\%TiO}_2$

Tableau VI.3. Variation de l'énergie du plasma sur la microstructure du revêtement

Échantillons	Vitesse du flux de l'argon	Hydrogène taux	Courant Ampère	Voltage Volt	Distance mm	nombre de passes
C1	90	15	500	55	80	10
C2	90	25	550	55	80	10
C3	90	20	600	60	80	10
C4	90	26	650	65	80	10

Les revêtements par projection au plasma contiennent généralement des pores, oxydes, particules non fondues ou semi-fondues et certaines inclusions [52-53].

Les figures [IV.9.C1- IV.10.C2 – IV.11.C3] montre l'optique micrographie des revêtements (Al_2O_3 -3wt% TiO_2) déposé sous différentes valeurs de la Puissance de projection.

On voit que la microstructure est apparemment liée à la puissance de projection. Quand la puissance de projection est plus faible, la taille des pores est plus grande, qui se trouve dans la figure 9. (C1). Au contraire, des échantillons déposés avec des puissances de projection élevés ont a une meilleure microstructure du revêtement, qui peut être vu sur la figure IV.10.C2 et figure IV.11.C3.

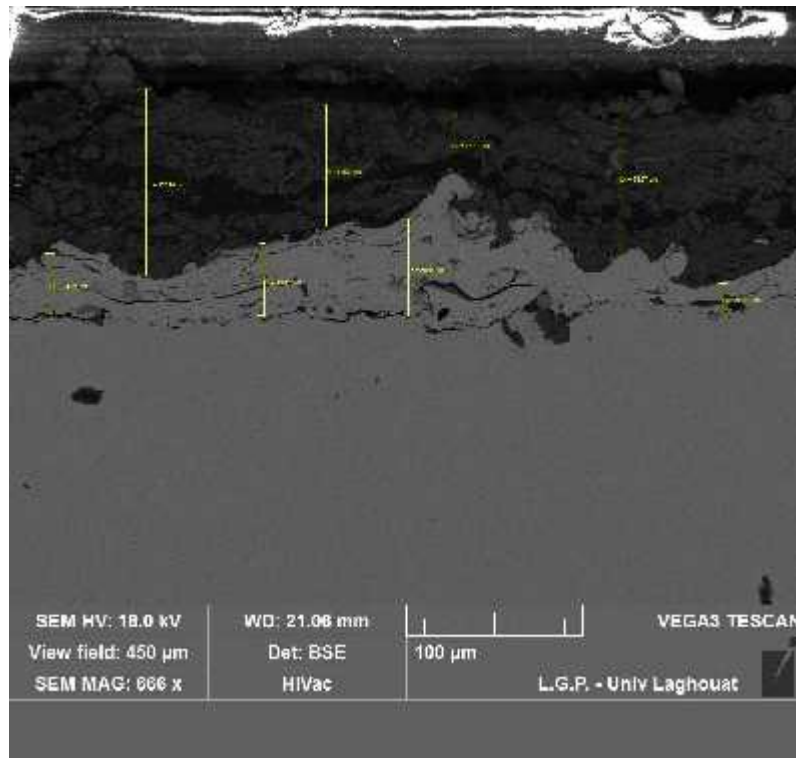


Figure 9. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement C1 (G200μm, 90, 15, 550A, 55v, 80mm, 10)

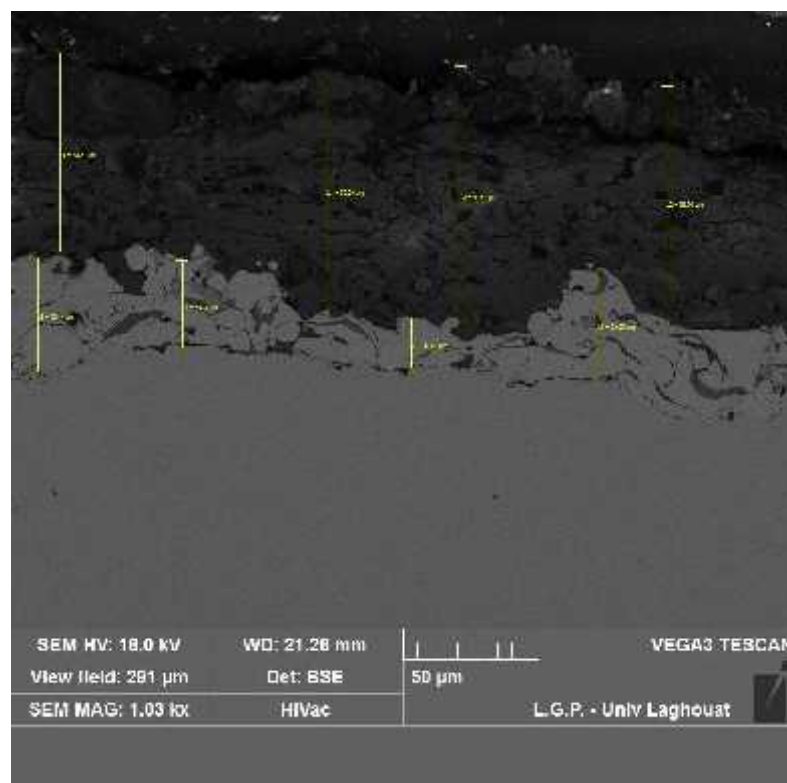


Figure 10. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement C2 (G200μm, 90, 25, 600A, 55v, 80mm, 10)

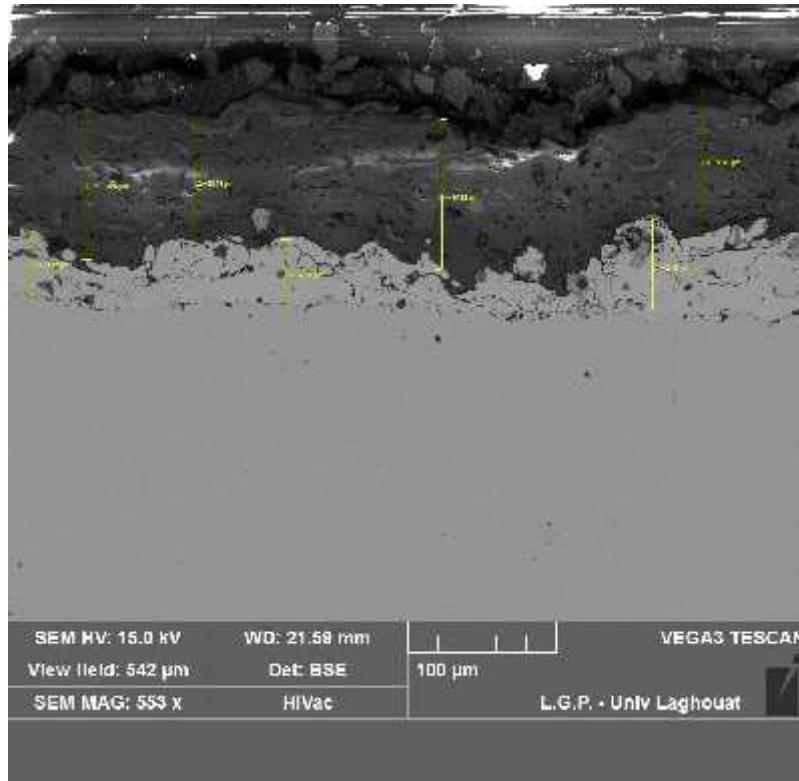


Figure .11. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement C3 (G200µm, 90, 20, 650, 60v, 80mm, 10)

.3.4. Effet de la distance de projection sur la microstructure du revêtement

La distance entre la buse et la surface à traiter, affecte directement la vitesse que possèdent les particules à leurs arrivées et donc l'intensité de l'impact. Par conséquent, la distance affecte donc la rapidité du travail mais aussi l'effet de la déposition.

Une fois que la distance de projection est établie, elle doit être maintenue constante pendant tout le procédé de projection. Une distance de projection constante peut assurer un dépôt de qualité homogène. Le **tableau VI.4.** Représente la variation de la distance de projection sur la microstructure du revêtement $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3wt.\%TiO}_2$

Tableau VI.4. Effet de la distance de projection sur la microstructure du revêtement

Échantillons	Vitesse du flux de l'argon	Hydrogène taux	Courant Ampère	Voltage Volt	Distance mm	nombre de passes
D1	90	25	600	65	80	10
D2	90	25	600	65	100	10
D3	90	25	600	65	120	10

Une distance de projection élevée permet d'augmenter le temps de vol des particules dans le jet et celui de réaction avec l'atmosphère d'environnement. Si la distance de projection est trop grande ; elle augmente le refroidissement des grains et entraîne une mauvaise adhérence (cas D3).

Si la distance est trop faible, elle crée des turbulences, des pertes, des défauts d'adhérence, et une surchauffe du dépôt (cas D1).

Une valeur optimale de la distance de projection doit permettre d'établir une valeur de température juste des particules et doit être maintenue tout au long de la trajectoire à effectuer (cas D2)

Les distances de projection influencent apparemment sur la microstructure des revêtements aussi, comme indiqué dans les Figures .12(D1) .13(D2) et Figure .14(D3). La taille des pores augmente avec l'augmentation de la distance de projection.

La distance de projection est étroitement liée à la vitesse de la fusion poudres lorsque celles-ci affectent le substrat cible. Parce que la vitesse des poudres fondues de là le débit plasmatique à la distance de projection est plus élevé, moins les pores de petite taille ont été trouvés comme le montre la figure 12(D1).

À leur tour, des pores plus grands ont été observés clairement dans le revêtement déposé à plus long terme distance de projection telle que dans l'échantillon montré dans les Figure .13(D2) et Figure .14(D3).

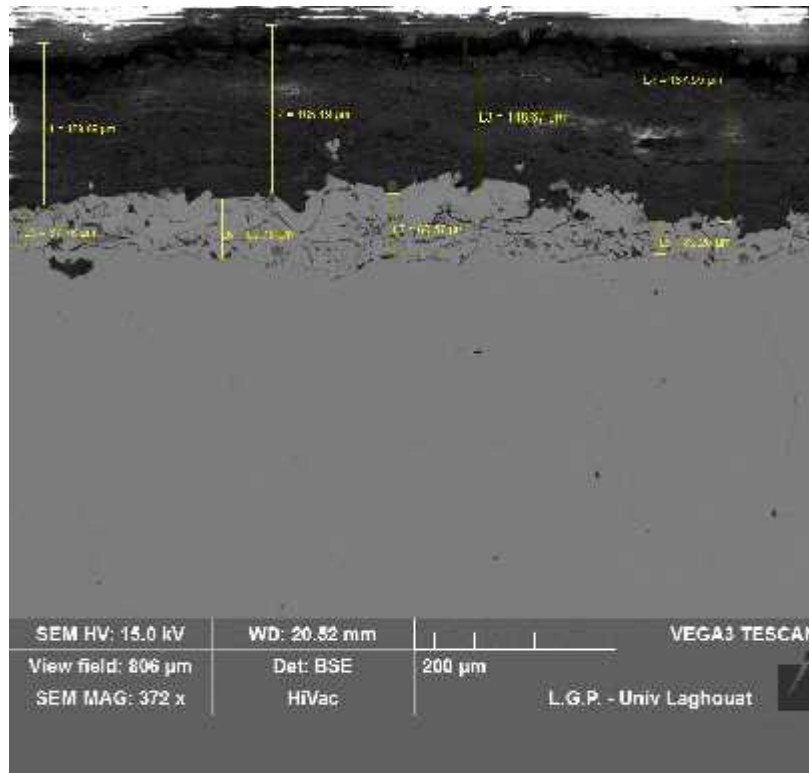


Figure .12. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement D1 (G200µm, 90, 25, 600A, 65v, 80mm, 10)

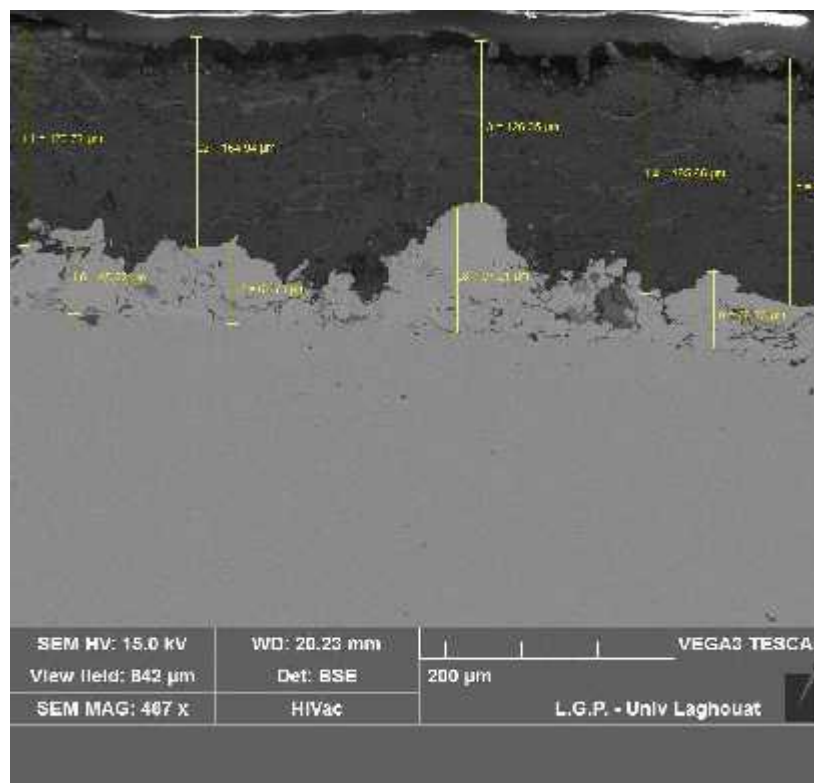


Figure .13. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement D2 (G200µm, 90, 25, 600A, 65v, 100mm, 10)

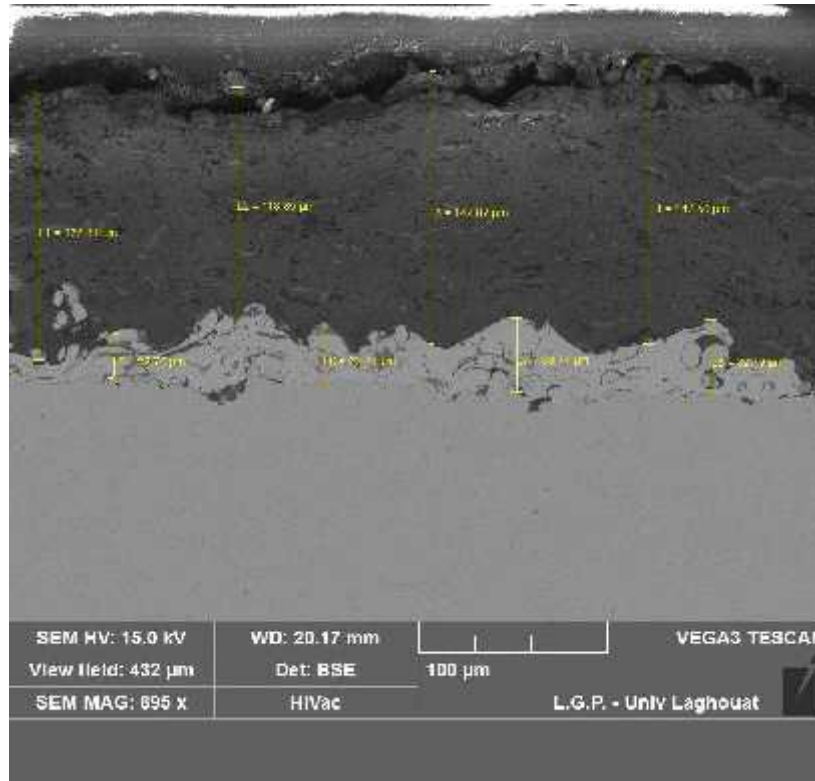


Figure .14. Photo MEB d'une coupe micrographique d'un revêtement D3 (G200μm, 90, 25, 600A, 65v, 120mm, 10)

IV.4.Caractérisation des revêtements par diffraction des rayons X (DRX) :

Cette analyse par diffraction des rayons X a pour but de mettre en évidence les différentes phases dans chaque zone des échantillons métallisés.

On note que la diffraction de rayons X est effectuée sur la surface du poudre de revêtement Al_2O_3 -3% TiO_2 déposé. Les spectres de diffraction obtenue sont présentés dans les figures (IV.15 ; IV.16 ; IV.17 ; IV.18).

Les observations des différentes analyses structurales par diffraction des rayons X (DRX) des revêtements Al_2O_3 -3 TiO_2 (AT-3) en fonctions des différents paramètres du plasma révèle la présence de quatre phases : une phase majoritaire Al_2O_3 de structure cubique a face centré, une phase secondaire Al_2TiO_5 de structure orthorhombique, une phase de structure monoclinique de Ti_3O_5 , et avec quelques traces de TiO_2 (rutile) de structure hexagonal.

La figure IV.15 montre le diffractogramme DRX des revêtements Al_2O_3 -3 TiO_2 (AT-3) déposés à différentes vitesse du flux d'argon.

Dans les revêtements AT3, déposés à différentes vitesses du flux d'argon on a observé par DRX une phase $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ en plus des phases corindon, rutile et anatase, et dont l'intensité des pics de diffraction diffère selon les conditions de projection. Leurs proportions sont influencées par le débit des gaz plasmagènes (Ar et H₂) et sont les plus importantes pour le revêtement.

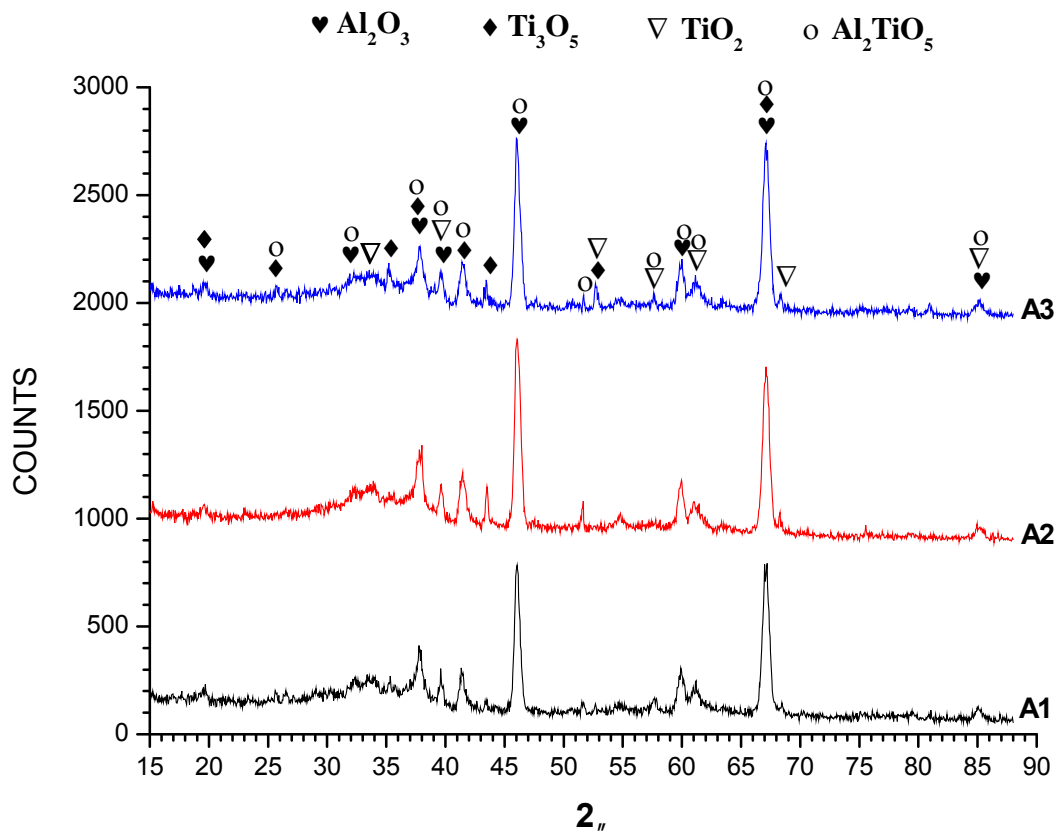


Figure. IV- 15 Diffractogramme DRX des revêtements $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3TiO}_2$ (AT-3) déposés à différentes vitesses du flux d'argon.

La figure IV.16 montre les diagrammes de diffraction X typique du revêtement plasma de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3TiO}_2$ à une différente énergie du plasma.

A partir du graphique XRD des échantillons revêtu de poudre $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3TiO}_2$, la phase principale était $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ et il y avait une phase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$. Rico et al [54] a déclaré que la phase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ se transforme en $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ en raison de la faible énergie de nucléation après pulvérisation.

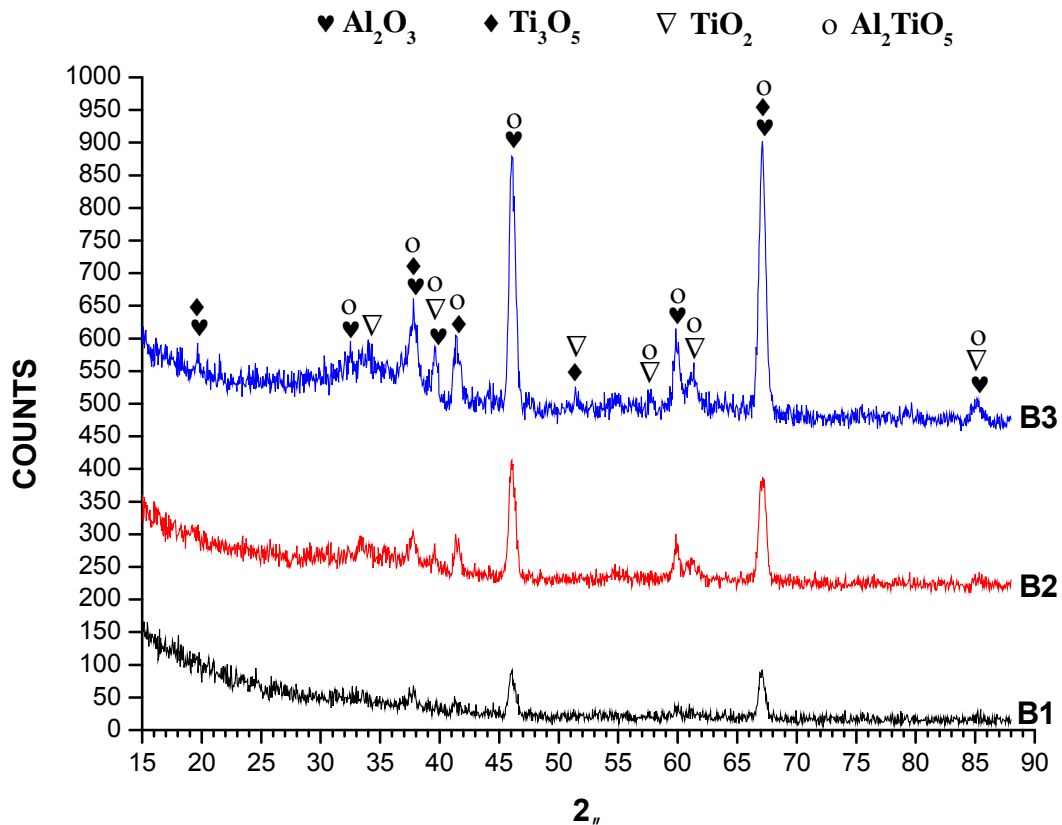


Figure IV.16. Diagrammes de diffraction X typique du revêtement plasma de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}3\text{TiO}_2$ en fonction du nombre de passes de la torche plasma

L'intensité du courant d'arc influe également sur la proportion des différentes phases qui dépend de la mise en fusion des particules par le plasma. La proportion des phases corindon, rutil et anatase est en effet plus faible pour une intensité d'arc de 600A (revêtement F) que pour une intensité de 500A (revêtement E).

Les proportions les plus élevées de la phase corindon correspondent à des proportions plus importantes de particules infondues ou partiellement fondu, les particules infondues ou partiellement fondues étant toutefois observées pour les différents revêtements par microscopie électronique à balayage (Figure 4).

Le temps d'élaboration de ce dépôt issu du revêtement $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ peut être insuffisant pour former des oxydes de titanes ou d'autres phases qui contiendraient des atomes de Ti, et en conséquence les atomes de TiO_2 sont dissoutes dans la phase Al_2O_3 [55-56].

La figure IV.17 montre les diagrammes de diffraction X typique du revêtement plasma de $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-}3\text{TiO}_2$ à une différente valeur d'énergies du plasma.

L'analyse par DRX des revêtements céramiques AT-3 sous différentes puissances de projection, comme le montre la figure 4, a révélé que la plus grande partie de $\text{-Al}_2\text{O}_3$

était transformée en γ - Al_2O_3 alors que TiO_2 était rutile après pulvérisation par plasma. L'intensité du pic de diffraction de γ - Al_2O_3 diminuait évidemment alors que l'intensité du pic de diffraction de α - Al_2O_3 augmentait considérablement avec l'augmentation de l'énergie de pulvérisation, ce qui suggérait que la teneur en α - Al_2O_3 augmentait avec l'augmentation de la puissance de pulvérisation. C'est parce que la transformation de γ - Al_2O_3 en α - Al_2O_3 s'est produite facilement à haute température [54-56].

Trois niveaux de puissance de projection de plasma ont été appliqués pour examiner la caractéristique de la microstructure et le comportement de nano-indentation du revêtement. Comme le montre la figure, la poudre d'alumine-oxyde de titane est constituée d'une phase Al_2O_3 , tandis que le revêtement pulvérisé sous forme de phase γ - Al_2O_3 (majeure) et de β - Al_2O_3 (mineure).

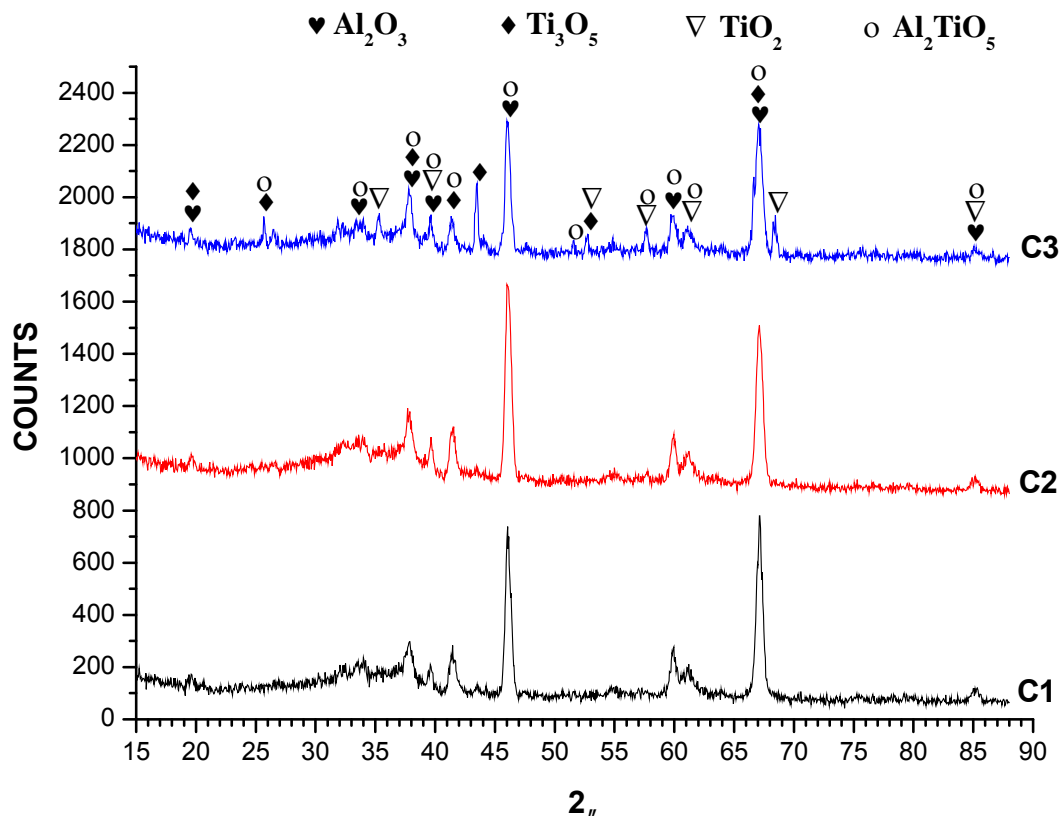


Figure IV.17. Diagrammes de diffraction X typique du revêtement plasma de Al_2O_3 - 3TiO_2 à une différente énergie du plasma

Ce résultat montre que les poudres ont subi une transformation de phase de la phase γ à la phase α au cours du processus de dépôt. Cette transformation était due à un effet de refroidissement rapide. Une certaine quantité de phases d'oxyde de titane sous forme de titanate d'aluminium (Al_2TiO_5) a également été identifiée. Cependant, la quantité de

phase de TiO_2 était très faible en raison de la réaction de l'alumine pendant que l'oxyde de titane était dissous dans $-Al_2O_3$ pendant le processus de dépôt.

La figure IV.18 rassemble les diagrammes de diffraction des rayons X des dépôts d' $Al_2O_3-3TiO_2$ élaborés à partir des distances de tir de : 80mm, 100mm et 120mm

En raison de la bonne adhérence des dépôts sur les substrats, ainsi que de leur faible épaisseur, la détermination des phases étrangères par diffraction des rayons X a été menée directement sur les dépôts.

La composition de phases présentes dans les revêtements, fabriqués en variant la distance de projection, a été étudiée par une analyse de diffraction des rayons X. Les spectres de diffraction X du revêtement $Al_2O_3-3TiO_2$ (AT3) a révélé la présence de quatre phases : une phase majoritaire Al_2O_3 de structure cubique a face centré, une phase secondaire Al_2TiO_5 de structure orthorhombique, une phase Ti_3O_5 de structure monoclinique avec quelques traces de TiO_2 (rutile) de structure hexagonal.

Les spectres de diffraction des revêtements sont montrés à la figure IV.18. En général, les pics de diffraction ont été semblables pour les 3 paramètres. Al_2O_3 a été la phase principale identifiée à de hautes intensités. Les phases de : Al_2TiO_5 et de Ti_3O_5 ont aussi été observées en petites quantités.

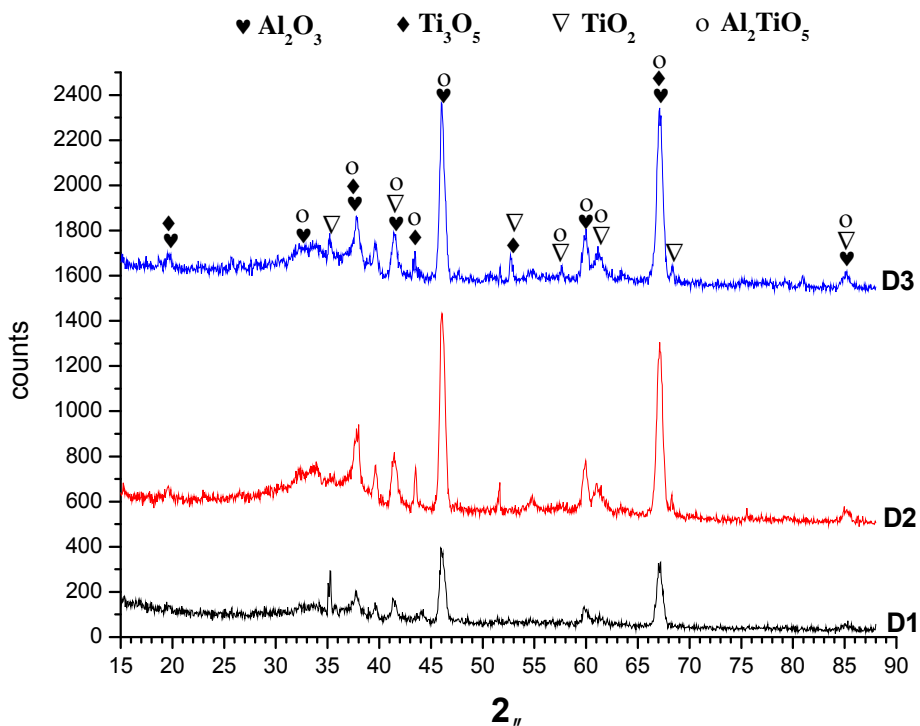


Figure IV.18. Diagrammes de diffraction X typique du revêtement plasma de $Al_2O_3-3TiO_2$ à une différente distance de tir : 80mm, 100mm, 120mm

.5. Évaluation des paramètres APS sur les propriétés mécaniques :

.5.1. La dureté :

La dureté des revêtements peut se mesurer soit sur la base de la surface ou sur la section transversale du rechargement. Cependant, en raison de la nature lamellaire de la structure de certains rechargements, il se peut que les valeurs de dureté varient en fonction de l'emplacement de la mesure. Une machine spéciale de mesure de la dureté Vickers permet de mesurer avec précision en degrés Vickers (HV) la fine section, transversale du rechargement. Différents niveaux de charge peuvent être présélectionnés en fonction de la dureté du rechargement. Plus la charge appliquée est faible, plus les exigences d'état de surface sont importantes.

Le revêtement $\text{Al}_2\text{O}_3 - 3\text{TiO}_2$ a été mesuré pour dureté sur la surface de la coupe polie. Les mesures de micro-dureté de Vickers étaient effectuées sous une charge de 20 gf pendant 15 secondes sur les coupes transversales des revêtements. Un total de la zone de pointe de l'indentation du diamant a été déterminé en mesurant la taille de l'indentation après l'échantillonnage déchargé.

.5.1.1. La dureté en fonction de la distance de projection :

Les résultats démontrent que la distance de pulvérisation est un paramètre important qui a influencé sur la dureté. La figure IV.19 montre un graphique de dureté par rapport à la distance de tir réglée à 80 mm et à 100mm. La plus élevée et la plus faible dureté du revêtement des spécimens à une distance de projection de 80 mm étaient 721.91Hv (P2) et 518.03Hv (P3). La plus élevée et la plus faible dureté des échantillons de revêtement à la distance de projection de 100 mm étaient de 774.16Hv (P6) et 661,71Hv (P7).

La dureté maximale des échantillons pour la distance de projection (80 mm et 100 mm) était identifié au réglage du courant de 650A et d'un débit de poudre de 26 g / min. Le graphique montre que en augmentant la distance de projection, la dureté du revêtement augmentera.

À des distances plus courtes, le faisceau de plasma frappe le substrat et le surchauffe considérablement, causant des particules excessivement fondues éclabousser, créer un revêtement moins dense [57]. C'est croit qu'une plus longue distance de projection c-à-dire un temps suffisant pour que la poudre demeure et fondue correctement et donc produit une dureté élevée de Revêtement [58].

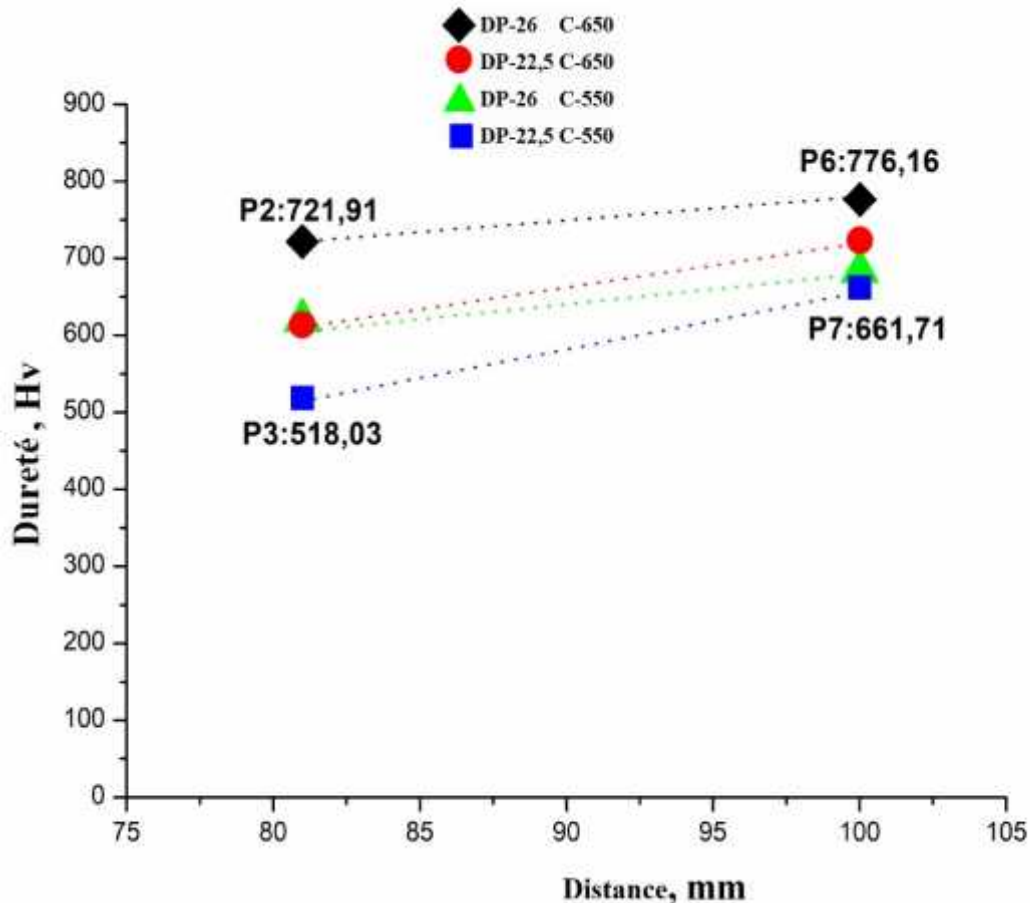


Figure .19. la dureté Vs Distance de projection

.5.1.2. La dureté en fonction de Courant :

La figure IV.20 montre un graphique de dureté par rapport au courant à 550A et 650A. Le plus haut et la plus basse valeur de la dureté des spécimens à l'ensemble actuel à 550A étaient 631.87Hv (P8) et 486.15Hv (P3). La plus élevée et la plus faible dureté des spécimens au niveau actuel de 650A étaient 774.16Hv (P6) et 649.00Hv (P1).

La plus haute dureté des éprouvettes pour les deux courant (650A et 550A) a été identifié lors de la distance de projection est de 100 mm et débit de poudre de 26g/min. Le graphique montre que, si on augmente le réglage du courant, il augmentera la dureté des revêtements. Plus on augmentant le réglage du courant, plus l'énergie fournie au faisceau de plasma. Comme un résultat, plus de particules fondues et donc la dureté du revêtement augmentait [58].

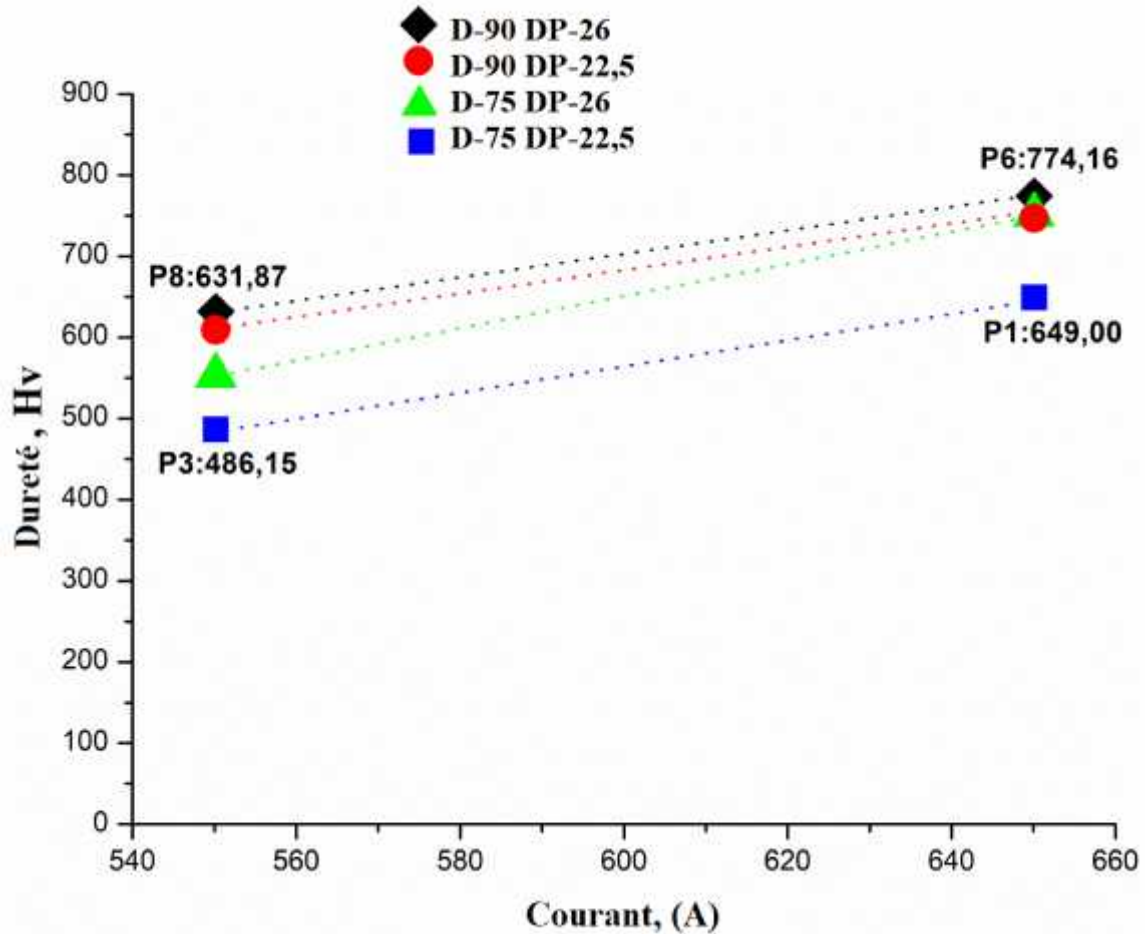


Figure . 20. La dureté Vs courant

.5.1.3 la dureté en fonction du débit de poudre :

L'effet du débit de poudre sur la microstructure des revêtements pulvérisés par plasma est représenté sur la figure IV.21 à 22,5 g / min et à 26 g / min. La dureté la plus élevée et la plus faible des spécimens au débit de poudre de 22,5 g / min était de 726,72Hv (P5) et 460,85 Hv (P3). La dureté la plus élevée et la plus faible des spécimens au débit de poudre fixé à 26 g / min étaient 774.16Hv (P6) et 560.41Hv (P4).

Le profil graphique montre qu'en augmentant le débit de poudre, il augmentera la dureté du revêtement. On s'attend à ce que, en augmentant le débit de poudre, le taux de matériau déposé augmente. Par conséquent, la dureté du revêtement augmentait. Cependant, en garantissant des couches de revêtement homogènes et de moins de porosité, le courant devrait également être augmenté pour s'assurer que les poudres sont fondues correctement lorsque le débit de la poudre a été augmenté.

La plus grande valeur de dureté des échantillons pour le débit de poudre de réglage (22,5 g / min et 26 g / min) a été identifiée à une distance de pulvérisation de 100 mm et à un courant de 650 A.

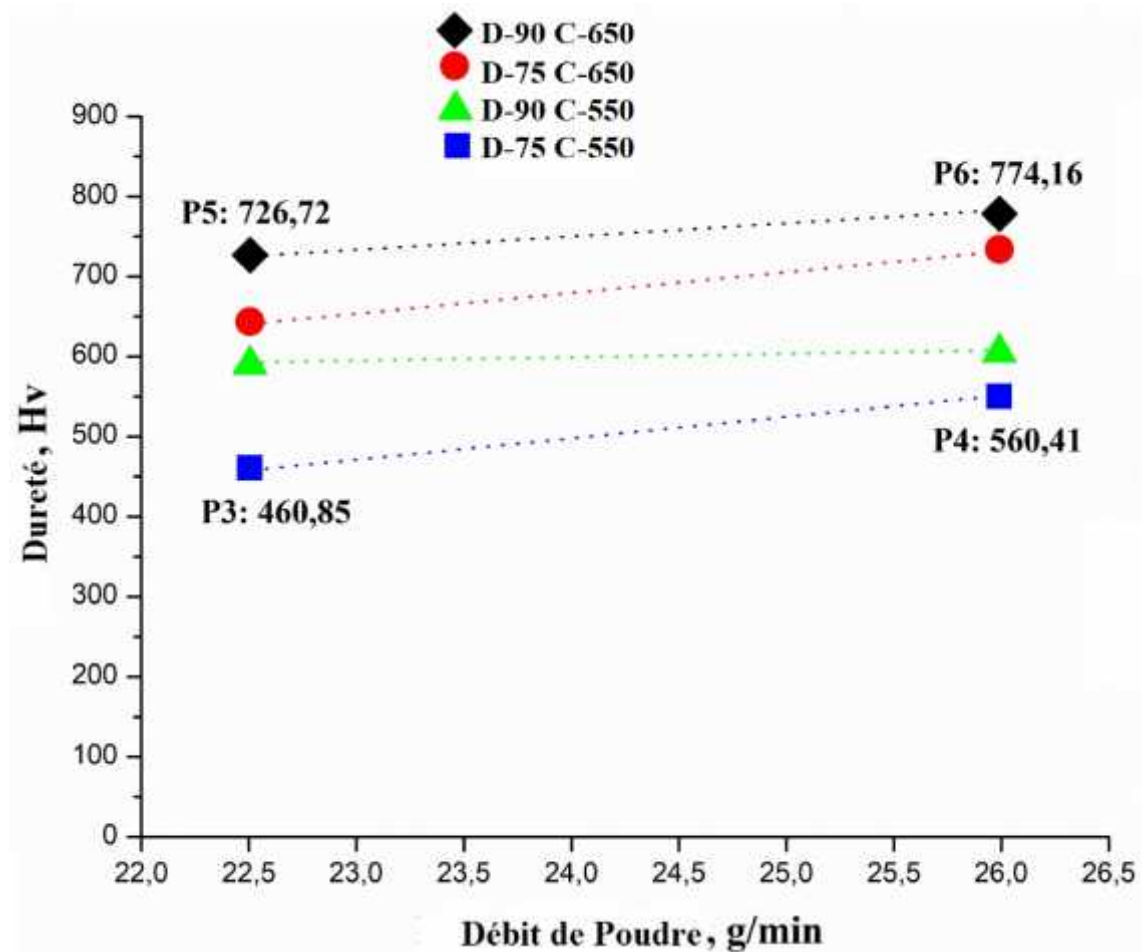


Figure . 21. La dureté Vs débit de poudre

.5.2. L'adhérence du dépôt :

L'adhérence est l'un des principaux tests d'exigence technique appliquée pour la technologie de revêtement dur. L'échantillon composite a été chargé en tension jusqu'à ce qu'il soit échoué perpendiculaire à la surface de revêtement et au maximum la charge avant l'échec a été mesurée pour calculer la force d'adhérence.

.5.2.1 l'adhérence en fonction de la distance de tir :

Le graphique de la force d'adhérence en fonction de la distance de tir de 75 mm à 90 mm de poudre de revêtements Al_2O_3 - 3% TiO_2 sont représentés sur la figure IV.22, on constate que l'adhérence la plus élevée et la plus faible au revêtement à des distances de pulvérisation de 75 mm sont 11,19 MPa (P2) et 5,15 MPa (P3). Et que le plus haut et les

plus faibles forces d'adhérence du revêtement à la distance de pulvérisation de 90 mm sont 8.51 MPa (P6) et 6.56 MPa (P7).

La force d'adhérence la plus élevée a été identifiée au réglage des paramètres pour un débit de poudre de 26 g / min et réglage de courant à 650 A. Au réglage des paramètres spécifiés, augmentation de la distance de tir de 75 mm à 90 mm réduit la force d'adhérence du revêtement. Scientifiquement, une distance de tir optimale est importante pour assurer une bonne adhérence du revêtement.

Une distance de pulvérisation trop courte produira une faible force d'adhérence due à une surchauffe et le stress interne qui en résulte dans le revêtement. En revanche, une distance de pulvérisation trop longue réduira l'adhérence en raison du refroidissement et de la décélération des particules agitées dans le faisceau de plasma [58].

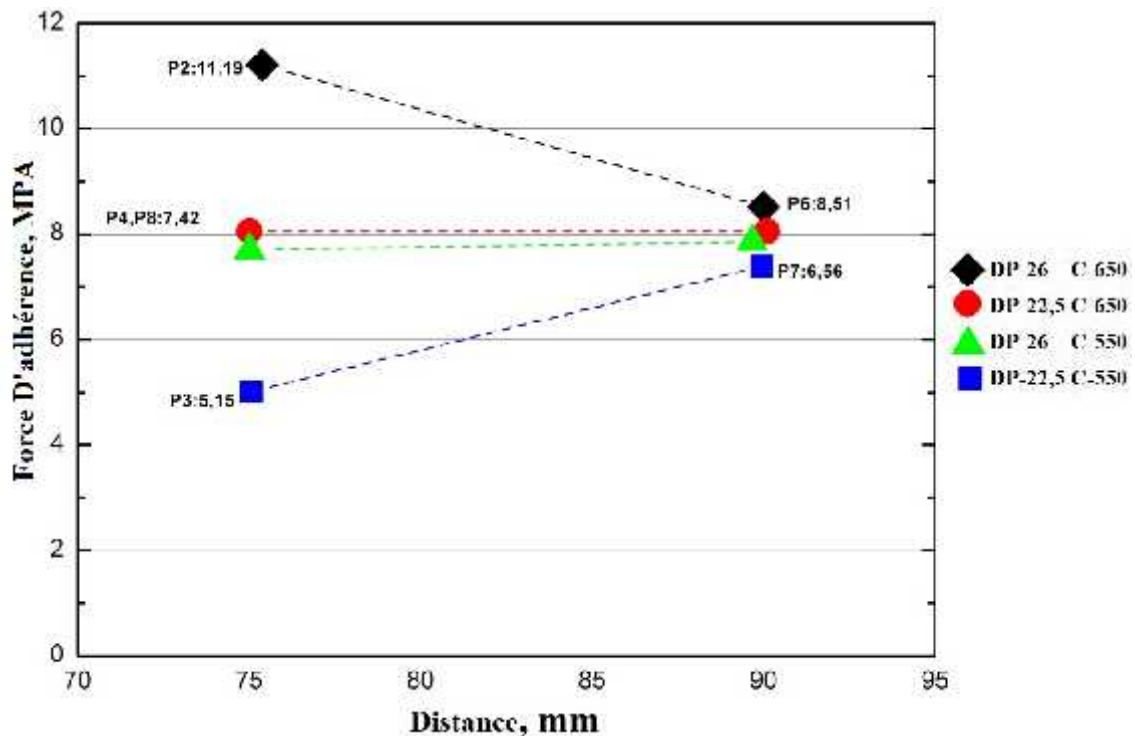


Figure. .22. l'adhérence en fonction de la distance de tir.

.5.2.2 l'adhérence en fonction de débit de poudre :

Le graphique de la résistance à l'adhérence en fonction de débit de poudre à 22,5 g / min et 26 g / min pour la poudre Al_2O_3 -3% TiO_2 de revêtement est représenté sur la figure IV.23, l'adhérence la plus élevée et le plus bas point du revêtement pour la poudre 22,5 g / min sont 8,21 MPa (P1) et 4,91 MPa (P3) [58-59].

Les plus grand et les plus faibles valeurs d'adhérence du revêtement pour le débit de poudre de 26 g / min sont de 11,67 MPa (P2) et 7,55 MPa (P4).

Le graphique montre que l'augmentation de taux de poudre augmente la force d'adhérence du revêtement. Les spécimens du revêtement à la distance de pulvérisation de 75 mm et réglage actuel de 650A présenté la plus haute force d'adhérence du revêtement.

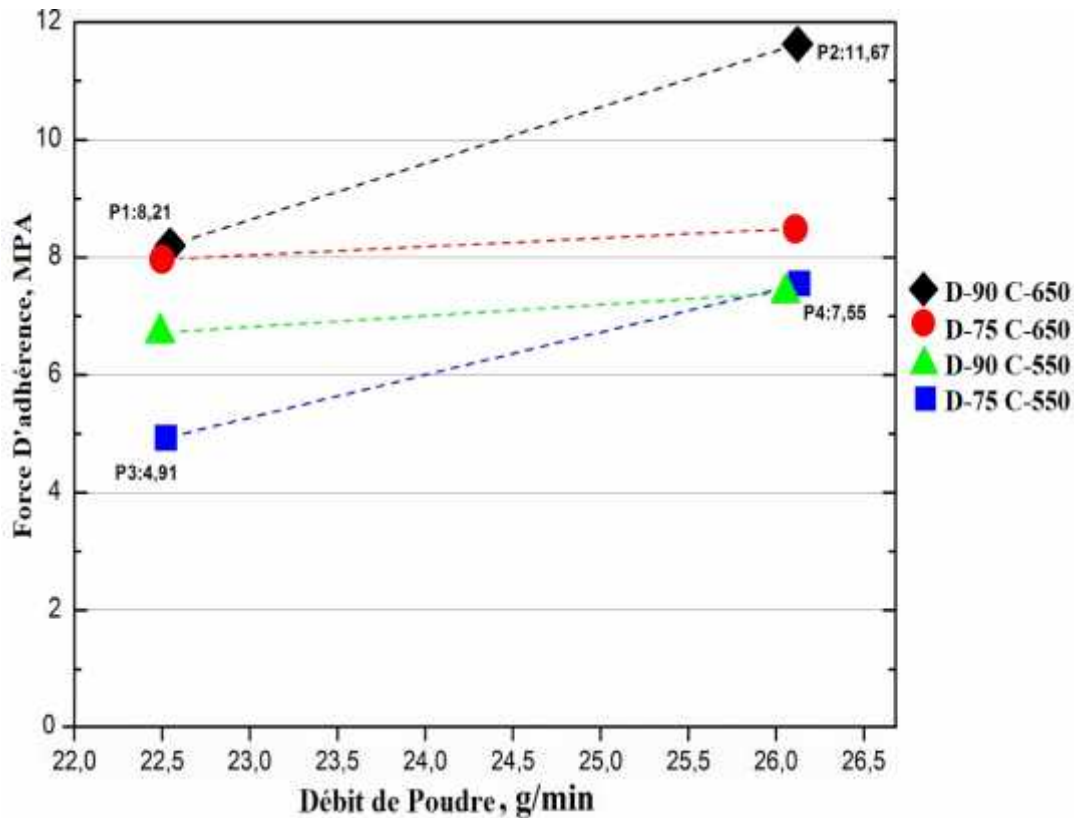


Figure. .23. l'adhérence en fonction de débit de poudre

.5.2.3. L'adhérence en fonction de courant électrique :

Le graphique de la force d'adhérence en fonction de courant est montré à la figure IV.24, au réglage de 550 A et 650 A. Le plus haut et les plus faibles forces d'adhérence pour le réglage actuel de 550 A sont de 7,42 MPa (P4 et P8) et de 5,1 MPa (P3). Le plus haut et les plus faibles valeurs d'adhérence pour le courant de 650 A sont : 11,48 MPa (P2) et 8,2 MPa (P5). Ça peut être observé que la plus haute force d'adhérence était identique à la distance de pulvérisation de 75 mm et débit de poudre de 26 g / min.

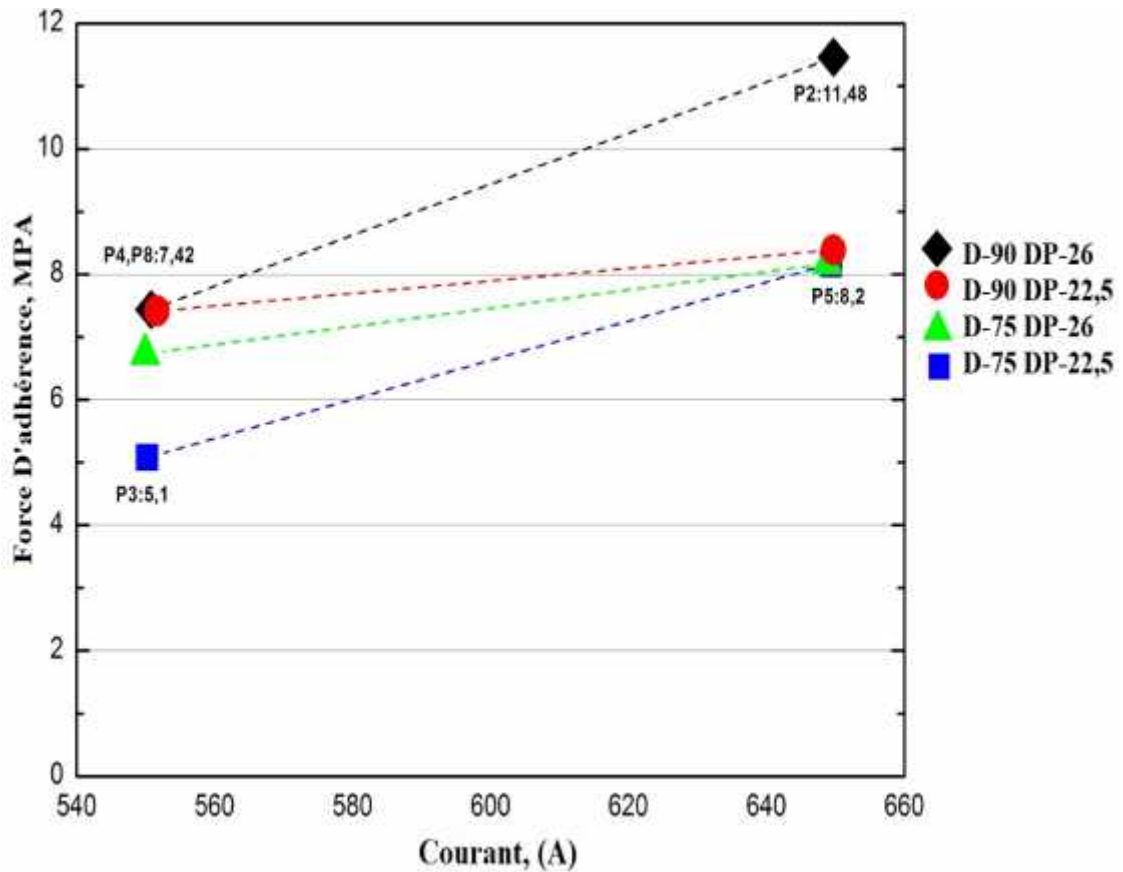


Figure. .24. l'adhérence en fonction de courant.

Le schéma graphique montre que l'augmentation le courant augmentera la force d'adhérence du revêtement. Aux réglages des paramètres spécifiés, le spécimen se trouve à 650 A représenté la plus haute force d'adhérence comparée aux autres spécimens. En augmentant le courant, la température du processus a augmenté, donc, plus de particules ont été fondus, et donc une forte force d'adhérence de revêtements produits [52-54-55-58].

Conclusion générale

Conclusion :

L'objectif de ce travail était de faire une caractérisation microstructurale des dépôts réalisés par projection thermique, et de comparer les résultats obtenus en fonction des paramètres opératoires.

A partir de l'étude microstructurale et mécanique menée sur cet alliage rechargé, nous avons exploité des techniques de caractérisation pour extraire les informations suffisantes qui nous permettent d'expliquer les modifications structurales observées.

- L'étude détaillée des caractéristiques morphologiques des différentes structures formées lors de la projection plasma atmosphérique, a été entreprise avec la mise en œuvre de la microscopie optique et électronique à balayage. Elle visait principalement la caractérisation macroscopique de la couche superficielle du substrat lors de la projection.
- L'observation au MEB a montré la présence des pores à l'intérieur de l'alumine-titane déposé.
- Les revêtements d'alumine et de titane sont déposés sur substrats en acier inoxydable avec une couche de liaison intermédiaire Ni20Cr6Al par projection de plasma atmosphérique et ces les revêtements de liaison présentent des caractéristiques de revêtement souhaitables comme l'adhérence.
- Le réglage des paramètres tel que Le taux de poudre, le courant et la distance de tir ont fourni preuve d'influence directe sur les propriétés et performance du revêtement $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3\% TiO}_2$.
- La force d'Adhésion variait en fonction du réglage des paramètres de processus. Augmenter le paramétrage des paramètres de la poudre le réglage de la vitesse et du courant a amélioré l'adhérence du revêtement $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3\% TiO}_2$
- Les résultats montrent l'apparence de micro-défauts tels que microfissures, pores, particules non fondues et semi-fondues dans les revêtements.
- Les résultats indiquent que la microstructure et la micro-dureté pour le revêtement au plasma $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-3\% wtTiO}_2$ dépendent de la puissance de pulvérisation, du débit de la poudre et de la distance. Il est clair que toutes les variables du procédé de revêtement et les microstructures résultantes influent fortement sur la qualité du revêtement. D'autres éléments tels que la préparation du substrat, le revêtement de liaison et le chauffage du substrat pendant le processus de revêtement doivent être considérés de manière cruciale afin de produire une bonne qualité de revêtement.

Vers la fin de cette étude, nous pouvons avancer les remarques et les conclusions suivantes :

- Si la torche est trop rapide, elle augmente les pertes de métal et donne des épaisseurs de dépôt trop minces. Si la torche est trop lente, elle donne des épaisseurs de dépôt irrégulières et élève la température du substrat.
- Une valeur optimale du pas de balayage doit permettre d'établir une texture fine de la surface du dépôt .En général, une valeur de pas de balayage variant entre 5 mm à 15mm.
- Les principaux paramètres accessibles à l'opérateur sont le choix du mélange de gaz plasmagène, le courant d'arc et le diamètre de tuyère. Les propriétés d'un mélange de gaz plasmagènes sont intrinsèquement liées à la composition de ce dernier.
- Une valeur optimale de la distance de projection doit permettre d'établir une valeur de température juste des particules et doit être maintenue tout au long de la trajectoire à effectuer.et la valeur optimale de la distance de projection variant entre 80 mm à 110mm.

Dans le futur, afin d'optimiser les conditions de projection et pour obtenir des dépôts durs et de qualités présentant des faibles taux de porosité il est intéressant d'étudier l'influence des autres paramètres de projection tel que : le préchauffage du substrat, l'angle de projection, diamètre de buse. Ainsi de faire des tests come : test d'usure, test de ténacité, test de rayure.

Bibliographies

Bibliographies:

- [1] P. FAUCHAIS, M. VARDELLE, plasma spray: Study of the coating generation, ceramics international, vol. 22, 1996, p.295-303.
- [2] P. FAUCHAIS, A. VARDELLE, B. DUSSOUBS, Quo Vadis Thermal Spraying, J. of Thermal Spray Technology 10 (1), p. 44 – 46, 2001
- [3] A. Prôner, Revêtements par projection thermique, technique de l'ingénieur, Vol. (MD3), 1645(1999), 1-20.
- [4] S. Beauvais, Thèse doctorat « Etude de l'influence de la porosité sur les propriétés électriques de dépôts réalisés par projection plasma », Ecole de Mines de Paris, 2003
- [5] S. Audisio, M. Caillet, A. Galerie et H. Mazille, « Revêtements et Traitements de Surface (ed.) Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 1998.
- [6] L. Pawloski, « The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings », (ed.) JohnWiley and Sons, Chichester, 1995.
- [7] E.D. Kubel, Advance Materials and Processes, 132(1987), 69-75
- [8] E. Pfender, Thermal Spray, Advances in Coatings Technology, ASM International, materials Park, Ohio, USA, (1992), 1-10
- [9] Y.Danis, rechargement par soudage TIG, sem., SNS (2009).
- [10] L. Pawloski, « The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings », (second ed.) JohnWiley and Sons, Chichester, 2008.
- [11] S. Nourouzi, thèse doctorat : « Contribution à l'étude du procédé Arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive », Université de Limoges, 2004.
- [12] Yan-mei Jiang, Pulvérisation cathodique assistée par ordinateur, thèse de doctorat en science de l'Université d'Orsay, 1992.
- [13] P. Morisset, Chromage dur et décoratif, Centre technique des industries mécaniques 1988, p 976.
- [14] J. Benard, J. Philibert, A. Michel et J. Talbot, Livre : Métallurgie générale, 2^{ème} édition ; Masson, 1984.
- [15] Robert Lévêque, Traitements et revêtements de surface des métaux, Dunod, Paris, 2007.
- [16] T. Matsushima, thèse de doctorat. L'université d'Osaka, Japon, 1991.
- [17] J.L. Vossen et W.Kern, Thin film processes Ed.Academic press 1978.
- [18] D. Bouchier, thèse de doctorat (Orsay, 1985) p. 122.
- [19] Chen Bao-qing, La technologie de pulvérisation cathodique en chinois, Editions scientifiques du ministère de l'industrie de Chine, 1990.

- [20] Donald M. Mattox, Handbook of Physical Vapor Deposition (PVD) Processing (Second Edition), Elsevier inc. 2010.
- [21] Béranger G., Mazille H., “Approche scientifique des surfaces et de leurs traitement. Introduction.” *Technique de l’ingénieur M1424-4*.
- [22] Schoop M.U., “Improvements in or connected with the coating of surface with metal, applicable also for soldering or uniting metals and other materials.” United Kingdom Patent office 5,712 A.D. 1910, and JTST, Vol. 10, No 1, March 2001
- [23] Historical Patent #1 “Method of electric-arc heating and apparatus therefore specification forming part of letters” Patent No 641,767 January 23, 1900 and JTST Vol 5, No 3, September 1996
- [24] Schoop M.U., “Apparatus for spraying molten metal and other fusible substances.” Application filed, February 19, 1914 and US Patent 1, 133,507 Patented Mar, 1915.
- [25] Muehlberger E., “Method and apparatus for effecting high-energy dynamic coating of substrates”, US Patent 3,839,618 oct.1, 1974.
- [26] Muehlberger E., “A high energy plasma coating process”, Welding Institute, 7-th International Metal Sparying Conference, 1974, pp 245-256
- [27] Smith R.W., Novak R., “Advances and applications in U.S. thermal spray technology.” I, Technology and materials, Powder metallurgy international, Vol. 23, No 3, 1991, pp 147-155.
- [28] Fauchais P., Vardelle A., Dussoubs B., “Quo vadis thermal spraying”, pp 1-32 of Thermal Spray 2001 : New Surfaces for a New Millennium, Ed. C.C. Berndt, K.A. Khor and E.F. Lugscheider, Pub. ASM international, Materials Park, OH-USA, 1360+ pages (Singapore)
- [29] A. PRONER, Revêtements par Projection Thermique, (éd.) Techniques de l’Ingénieur, Vol. (MD3), 1645(1999), 1-20.
- [30] R.W .Smith, R .Novak, Advances and application in us thermal spray Technologie and Materials, Powder Metallurgy international, vol 3, (1991), pp 147-165.
- [31] K. Korpiola, P. Vuoristo, Effect of HVOF Gas Velocity and Fuel to Oxygen Ratio on the Wear Properties of Tugsten Carbide Coating Practical Solutions for Engineering Problems,_(Ed.) C.C. Berndt, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1996), pp177-184
- [32] B. Arsenault, J.G. Legoux, H. Hawthorne, HVOF Process Optimization for the Erosion Resistance of WC-12Co and WC-10Co-4Cr Coatings: New Surfaces for a New Millennium, (Ed.) C.C Berndt, K.A. Khor, E. Lugscheider, ASM International,

- Materials Park, Ohio, USA, (2001), pp1051-1060.
- [33] Thermal Spraying: Practice, Theory and Application, Committee on Thermal Spraying, American Welding Society, Miami, USA, 1985, pp3-12.
- [34] M.L. Thorpe, Thermal Spray Applications, Advanced Materials and Processes, Vol. 10, 1988, pp69-75
- [35] Weston M. Stacey. (ed.), "Fusion Plasma Physics". WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. Georgia, 2005
- [36] H. Drznick Z. Babiak, H.D. Steffens, Metallurgical Aspects of Spraying Using Cored Wires Containing Ferrochrome or Chromium Carbide Powders, Proceedings of 12th ITSC, London, England, June 1989, pp257-270
- [37] Elise NOGUÈS – DELBOS Densification de dépôts de zircone yttrée projetés par plasma d'arc Ar-H₂ et N₂-H₂ pour leur utilisation dans l'industrie des semi-conducteurs. Docteur de l'université de Limoges (2007)
- [38] Eric Legros « Contribution à la modélisation tridimensionnelle de procédé de projection par plasma et application à un dispositif à deux torches ».
- [39] M. Fadhel BEN ETTOUIL. Université de Limoges « Modélisation rapide du traitement de poudres en projection par plasma d'arc »2008
- [40] Mohamed BOUNEDER, « Modélisation Des Transferts de Chaleur et De Masse dans Les Poudres Composites Métal/Céramique en Projection Thermique : Application A La Projection Par Plasma D'arc Souffle Argon Hydrogène », Université de Limoges France. 15 juin 2006.
- [41] Sokolov Dmitry Evguenievitch « Contribution au développement de la projection thermique à très faible pression » Université de Technologie de Belfort-Montbéliard 2009.
- [42] L. Li, B. Kharas, H. Zhang, S. Sampath, Mater. Sci. Eng. (2007).
- [43] «Contribution à l'étude des transferts d'énergie plasma/ particule dans le cas du plasma induction et du plasma soufflé », Thèse de doctorat en Mécanique Appliquée, Acoustique et Matériaux. Université de Technologie de Compiègne, 1991.
- [44] D. Doyen, Méthodes numériques pour des problèmes dynamiques de contact et de fissuration. Thèse de doctorat, Université Paris Est, France (2010).
- [45] R, Jules, étude des problèmes dynamiques de contact et de frottement. Thèse de doctorat, Université Paris Est, France (1998).
- [46] Belhocine Abdelghani, « Obtention et caractérisation de carbure du chrome en film mince». Thèse de Magister université de M'sila 2007.

- [47] Boubaaya Rabah, « contribution à l'étude d'un traitement de conversion de surface d'un acier cémenté et revêtu de films de Chrome ». Thèse de Magister université de M'sila 2007.
- [48] Lachleg Nadia, « caractérisation microstructurale des dépôts par projection thermique » mémoire de master université de Laghouat 2011.
- [49] Chouit Faïrouz, « Elaboration et caractérisation des matériaux de revêtements de types (Ni-Al-Zn) par projection thermique (torche) ». Mémoire de Magister en Science des matériaux Univ. Badji Mokhtar – Annaba 2008.
- [50] JE Döring, R. Vassen, D. Stöver. The influence of spray parameters on particle Properties, Proc. 2002 International Thermal Spray Conference and Exposition, E. Lugscheider, PA. Kammer (Eds), DVS-Verlag GmbH, Düsseldorf, Germany, 2002, pp 440-448.
- [51] W.-Y. Li, C. Zhang, X.P. Guo, G. Zhang, H.L. Liao, C.-J. Li, C. Coddet. Effect of standoff distance on coating deposition characteristics in cold spraying. *Materials & Design*, Vol.29, 2008, pp 297-304.
- [52] D. Wang, Z. Tian, L. Shen, Z. Liu, Y. Huang, Microstructural characteristics and formation mechanism of Al₂O₃-13 wt.% TiO₂ coatings plasma-sprayed with nanostructured agglomerated powders, *Surface and Coatings Technology* 203 (2009) 1298-1303.
- [53] S. Islak, S. Buytoz, E. Ersoz, N. Orhan, J. Stokes, M. Saleem hashmi, I. Somunkiran, N. Tosun, Effect on microstructure of TiO₂ rate in Al₂O₃-TiO₂ composite coating produced using plasma spray method, *optoelectronics and advanced materials – rapid communications* vol. 6, no. 9-10, September - October 2012, p. 844 – 84.
- [54] Xinhua Lin, Yi Zeng, Chuanxian Ding, and Pingyu Zhang, Tribological behaviour of nanostructured Al₂O₃-3 wt% TiO₂ coating against steel in dry sliding, *Tribology Letters*, Vol. 17, No. 1, July 2004.
- [55] Xinhua Lin, Yi Zeng, Xiaming Zhou, Chuanxian Ding Microstructure of alumina 3wt.% titania coatings by plasma spraying with nanostructured powders, *Materials Science and Engineering A357* (2003) 228 234
- [56] Liu Gu, Wang Liuying , Chen Guiming , Wei Wanning , Hua Shaochun , Zhu Erlei, Effect of Spraying Parameters on the Properties of Micro-Plasma Sprayed Al₂O₃-TiO₂ Coatings, *Plasma Science and Technology*, Vol.13, No.4, Aug. 2011
- [57] D. Matejka, B. Benko, *Plasma Spraying of Metallic and Ceramic Materials*. 1989 John Wiley & Sons, United Kingdom.

- [58] A. R. M. Sahab, N. H. Saad, S. Kasolang & J. Saedon,. Impact of plasma spray variables parameters on mechanical and wear behaviour of plasma sprayed Al₂O₃-3%TiO₂ coating in abrasion and erosion application, In *Procedia Engineering* 41 (2012) 1689-1695.
- [59] E. Sa´nchez, E. Bannier, V. Cantavella, M.D. Salvador, E. Klyatskina, J. Morgiel, J. Grzonka, and A.R. Boccaccini, Deposition of Al₂O₃-TiO₂ Nanostructured Powders by Atmospheric Plasma Spraying , *Journal of Thermal Spray Technology* Volume 17(3) September 2008—329.