

N° d'ordre : 25 - 1994

THESE

présentée à

L'UNIVERSITE DE LIMOGES

pour l'obtention du grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES

SPECIALITE " SCIENCES DES MATERIAUX "

par

Mohamed MELLALI

Influence de la rugosité et de la température de surface du substrat sur l'adhérence et les contraintes résiduelles au sein de dépôts d'alumine projetés par plasma

Soutenue le 18 Juillet 1994 devant la commission d'examen

Président :

J. AMOUROUX Professeur, ENSCP, Paris.

Rapporteurs :

J. AMOUROUX Professeur, ENSCP, Paris.
J. LU Docteur es Sciences, Habilité, CETIM.

Examineurs :

D. MORVAN Professeur, ENSCP, Paris.
C. PETOT Professeur, Université de Paris XIII.
J. F. COUDERT H.D.R, Université de Limoges.
P. FAUCHAIS Professeur, Université de Limoges.
A. VARDELLE Professeur, ENSIL, Limoges.
M. BERARDO Docteur, CEA Valhro.
M. DUCOS Directeur adjoint Société SNMI, Avignon.



A mes parents, à mes frères,

A ma femme



Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire de Céramiques Nouvelles et Traitements de Surface de Limoges associé au CNRS (URA 320) équipe "Plasma-Laser-Matériaux" sous la direction de Monsieur le Professeur P. FAUCHAIS. Qu'il me soit permis de lui exprimer ici ma sincère reconnaissance pour m'avoir accueilli dans son équipe et ma gratitude pour les précieux conseils qu'il n'a cessé de me prodiguer tout au long de ce travail.

A Monsieur le Professeur J. AMOUROUX de l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Paris, j'exprime ma profonde reconnaissance pour avoir accepté de présider ce jury et d'examiner ce mémoire.

Monsieur J. LU, Docteur es sciences, du CETIM, (actuellement Professeur à l'Université Technologique de Troyes), m'a aidé pour la mesure des contraintes résiduelles. Qu'il en soit vivement remercié ainsi que pour avoir bien voulu accepter de juger ce travail.

Monsieur D. PETOT, Professeur à l'Institut Galilée de l'Université de Paris XIII; Monsieur D. MORVAN, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure de Chimie de Paris; Monsieur M. BERARDO, Docteur, CEA Valhro; Madame A. VARDELLE, Professeur à l'Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieurs de Limoges; Monsieur J. F. COUDERT, Habilité à Diriger des Recherches à l'Université de Limoges; Monsieur M. DUCOS, Directeur adjoint de la SNMI, m'ont fait l'honneur de juger ce mémoire et de participer à ce jury. Qu'ils trouvent ici l'expression de mes plus vifs remerciements.

Je remercie également les personnes qui ont participé à la mise en oeuvre des dispositifs expérimentaux en particulier Monsieur A. GRIMAUD.

Je n'oublierais pas non plus tous ceux du laboratoire qui m'ont apporté leur aide et leur soutien, Madame M. ENSERGUEIX et Mademoiselle M. F. ELCHINGER, Messieurs M. VARDELLE, A. DENOIRJEAN, B. PATEYRON, G. DELLUC, M. PEYRONNENC et G. ROCHETTE.

Merci également à toute l'équipe "Plasma-Laser-Matériaux" et à tous ceux, qui de près ou de loin, m'ont conseillé et m'ont permis de mener à bien ce travail.



SOMMAIRE

INTRODUCTION GENERALE	1
<u>CHAPITRE-I</u>	
PROJECTION DES MATERIAUX PAR PLASMA THERMIQUE	
I-1 INTRODUCTION	5
I-2 LES PARAMETRES CONTROLANT LA QUALITE DES DEPOTS.....	6
I-3 TORCHE A PLASMA UTILISEE.....	6
I-3-1 Généralités.....	6
I-3-2 La torche utilisée	8
I-4 INJECTION DES POUDRES DANS LE JET PLASMA.....	9
I-4-1 Poudre utilisée	9
I-4-2 Injection des poudres dans le jet plasma	11
I-4-3 Choix des conditions de projection	12
<i>I-4-3-1 Conditions liées à la torche</i>	<i>12</i>
<i>I-4-3-2 Distance de tir.....</i>	<i>14</i>
I-5 ECRASEMENT DES PARTICULES	17
I-6 PREPARATION DU SUBSTRAT.....	22
I-6-1 Nettoyage des matériaux avant sablage.....	23
<i>I-6-1-1 Dégraissage par immersion à froid.....</i>	<i>23</i>
<i>I-6-1-2 Dégraissage par immersion à chaud.....</i>	<i>23</i>
<i>I-6-1-3 Dégraissage en phase vapeur.....</i>	<i>23</i>
<i>I-6-1-4 Utilisation des ultrasons</i>	<i>24</i>
<i>I-6-1-5 Technique utilisée</i>	<i>24</i>
I-7 CREATION DE LA ZONE D'ACCROCHAGE.....	24
I-7-1 Systèmes de projection d'abrasif.....	25
<i>I-7-1-2 Sableuse à dépression (ou Giffart).....</i>	<i>25</i>
<i>I-7-1-3 Systèmes à surpression</i>	<i>26</i>
I-7-2 Principe de sablage.....	27
I-7-3 Abrasifs utilisés pour le sablage	27
I-7-4 Conditions de sablage.....	30

<i>I-7-4-1 Ouverture de la buse</i>	30
<i>I-7-4-2 Distance buse-échantillons</i>	30
<i>I-7-4-3 Angle de sablage</i>	32
<i>I-7-4-4 Pression de projection d'abrasifs</i>	32
<i>I-7-4-5 Durée de l'opération du sablage</i>	34
<i>I-7-4-6 Recyclage des abrasifs</i>	36
<i>I-7-4-7 Nettoyage après sablage et avant projection</i>	37
<i>I-7-4-8 Nature des matériaux</i>	38
I-8 CHAUFFAGE DU SUBSTRAT ET DU DEPOT	39
I-8-1 Influence du gaz plasmagène.....	40
I-8-2 Distance et puissance de la torche.....	40
I-8-3 Influence de la poudre.....	40
I-8-4 Barrière d'air comprimé.....	41
I-8-5 Soufflettes d'air comprimé dirigées sur la surface du dépôt.....	42
I-9 VITESSE RELATIVE TORCHE-SUBSTRAT	42
I-9-1 Chevauchement des cordons.....	42
I-9-2 Ajustement de la vitesse de rotation.....	43
I-10 MICROSTRUCTURE DES DEPOTS	46
I-11 POROSITE DES DEPOTS	47
I-12 ADHERENCE DES DEPOTS	48
I-13 METHODES D'EVALUATION DE L'ADHERENCE DES DEPOTS	51
I-13-1 Test de traction.....	51
I-13-2 Test par essai de cisaillement.....	52
I-13-3 Test d'indentation.....	53
<i>I-13-3-1 Indentation statique</i>	53
<i>I-13-3-2 Test d'indentation interfaciale</i>	54
<i>I-13-3-3 Test de la rayure</i>	54
I-14 Test basé sur les mécanismes de fracture.....	55
<i>I-14-1 Méthode de courbure à 4 points</i>	55
I-15 Test par ultrasons.....	56
I-16 CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LES DEPOTS	58
I-16-1 Genèse des contraintes résiduelles dans les dépôts.....	58
I-16-2 Méthodes de mesures de contraintes.....	59

I-16 CONCLUSION.....	59
BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE-I	62

CHAPITRE-II

**ETUDE DU SABLAGE ET CARACTERISATION DES SURFACES SABLEES
PAR RUGOSIMETRIE ET ANALYSE D'IMAGES**

II-1 INTRODUCTION.....	72
II-2 LES METHODES PROFILOMETRIQUES.....	72
II-3 LE TRAITEMENT D'IMAGES	73
II-3-1 Préparation des substrats.....	73
II-3-2 Appareillage utilisé	73
II-3-3 Profil d'une surface.....	74
<i>II-3-3-1 Procédure de traitement du profil</i>	75
i) Lecture des points constituant le profil.....	75
II-3-4 Calcul théorique des caractéristiques	80
<i>II-3-4-1 Droite de régression linéaire</i>	80
II-4 MISE AU POINT DU SABLAGE AU LABORATOIRE.....	82
II-4-1 Choix des abrasifs et des matériaux.....	83
II-5 PREMIERS TRAVAUX EFFECTUES	86
II-5-1 Equipement de la sableuse à dépression	86
<i>II-5-1-1 Contrôle du déplacement du pistolet de sablage</i>	87
<i>II-5-1-2 Angle de sablage et distance</i>	87
<i>II-5-1-3 Mouvement des échantillons</i>	87
<i>II-5-1-4 Boîtier de commande de la sableuse</i>	88
<i>II-5-1-5 Recyclage des abrasifs</i>	89
II-5-2 Conditions de sablage	89
<i>II-5-2-1 Ouverture de la buse</i>	89
<i>II-5-2-2 Distance et angle de sablage</i>	90
i) Influence de l'angle de sablage.....	91
ii) Influence de la distance.....	92
<i>II-5-2-3 Angle et pression de sablage</i>	92
<i>II-5-2-4 Pression de l'air comprimé et taille des abrasifs</i>	93
<i>II-5-2-5 Nature du substrat, abrasifs, et durée de sablage</i>	93

II-5-3 Conclusion	94
II-6 SABLEUSE A SURPRESSION	96
II-6-1 Principe	96
II-6-1-1 Equipement auxiliaire.....	96
II-6-1-2 Abrasifs-Matériaux.....	96
II-6-2 Résultats expérimentaux	96
II-6-3 Débit d'abrasif	97
II-6-4 Trace d'impact d'abrasif.....	98
II-6-5 Durée du sablage.....	99
II-6-6 Distance de sablage.....	106
II-6-7 Pression du sablage	111
II-6-8 Usure de l'abrasif.....	116
II-7 CONCLUSION	125
BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE-II	127

CHAPITRE-III

**MISE AU POINT DE LA MESURE DES TEMPERATURES DE SURFACE DES
DEPOTS PROJETES PAR PLASMA**

III-1 INTRODUCTION.....	130
III-2 EMISSIVITE APPARENTE DES MATERIAUX	131
III-2-1 Matériaux utilisés.....	131
III-2 2 Dispositif expérimental	131
III-2-2-1 Pyromètre monochromatique 7000-D/50.....	131
III-2-2-2 Montage de mesure	131
III-2-2-3 Principe de la méthode.....	132
III-3 MESURE DE FACTEUR D'EMISSION APPARENT	133
III-3-1 Principe du calcul	133
III-3-2 Sablage des échantillons	134
III-3-3 Dépôts d'alumine	135
III-4 RESULTATS EXPERIMENTAUX	135
III-4-1 Emissivité apparente	135
III-4-1-1 Alliage d'aluminium AU4G.....	135
III-4-1-2 Fonte grise FT25 ou FGL250	135

III-4-1-3 Acier 34CD4.....	137
III-4-1-4 Acier 100C6.....	137
III-4-1-5 Dépôts d'alumine.....	137
III-5 CONCLUSION.....	139
III-6 FLUX THERMIQUES REÇUS PAR UNE CIBLE.....	140
III-6-1 Calorimétrie.....	140
III-6-2 Détermination du profil de flux.....	140
III-6-3 Dispositif expérimental.....	141
III-6-4 Distance torche cible.....	143
III-7 TEMPERATURE DE SURFACE D'UN SUBSTRAT.....	144
II-7-1 Torche immobile.....	144
III-7-2 Fluctuations de températures dues au mouvement de la torche.....	146
III-8 PREMIERS TRAVAUX EFFECTUES.....	147
III-8-1 Température de préchauffage.....	147
III-8-2 Conditions expérimentales.....	148
II-9 CONDITIONS EXPERIMENTALES DE PROJECTION.....	151
III-10 CONCLUSION.....	158
BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III.....	159

CHAPITRE-IV

INFLUENCE DE LA TEMPERATURE ET DE LA RUGOSITE DE SURFACE DU SUBSTRAT SUR L'ADHERENCE ET LA COHESION DES DEPOTS PROJETES PAR PLASMA

IV-1 INTRODUCTION.....	162
IV-2 METHODES DE CARACTERISATION.....	162
IV-2-1 Distribution de taille des poudres.....	162
IV-2-1-1 Analyse de la poudre par sédimentation.....	162
IV-2-1-2 Analyse d'images.....	163
IV-2-2 Rugosité.....	163
IV-2-3 Structure cristalline.....	164
IV-2-4 Microdureté.....	164
IV-2-5 Découpage des échantillons et des dépôts.....	164
IV-2-6 Polissage.....	164

IV-2-7 Porosité.....	165
<i>IV-2-7-1 Le porosimètre à mercure</i>	165
<i>IV-2-7-2 Traitement d'images</i>	165
<i>IV-2-7-3 Mesure par poussée d'Archimède</i>	166
IV-2-8 Etude par microscope électronique à balayage.....	166
IV-2-9 Mesure d'adhérence et de cohésion des dépôts.....	167
<i>IV-2-9-1 Forme des échantillons et des éprouvettes</i>	168
<i>IV-2-9-2 Adhésif utilisé</i>	168
<i>IV-2-9-3 Assemblage des éprouvettes</i>	168
IV-3 PROJECTION ATMOSPHERIQUE.....	172
IV-3-1 Banc de tir	172
IV-3-2 Mouvement de la torche	173
<i>IV-3-2-1 Alimentation des générateurs de plasma</i>	173
<i>IV-3-2-2 Distributeur de poudre</i>	174
<i>IV-3-2-3 Porte-échantillons</i>	174
<i>IV-3-2-4 Dispositif de refroidissement</i>	175
IV-4 PREPARATION DES ECHANTILLONS	175
IV-5 POUDRE UTILISEE	175
IV-5-1 Caractéristiques de la poudre.....	175
<i>IV-5-1-1 Composition chimique</i>	176
<i>IV-5-1-2 Distribution de taille de la poudre</i>	176
<i>IV-5-1-3 Structure cristalline de la poudre</i>	177
IV-6 ETUDES PRELIMINAIRES	178
IV-6-1 Définition du rendement pondéral.....	178
IV-6-2 Choix des conditions de projection	178
IV-6-3 Mesures du rendement de projection.....	180
<i>IV-6-3-1 Sans contre débit</i>	181
<i>IV-6-3-2 Avec un contre débit de gaz porteur</i>	181
IV-6-4 Caractérisation des dépôts d'alumine.....	182
<i>IV-6-4-1 Porosité et microdureté des dépôts</i>	183
<i>IV-6-4-2 Adhérence des dépôts d'alumine</i>	184
<i>IV-6-4-3 Etude de l'adhérence dans les conditions de tir</i> <i>du laboratoire</i>	185

i) Poudre d'alumine (-45+22.5 µm)	185
ii) Poudre d'alumine (-90+45 µm)	186
IV-7 ETUDE DE L'EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES PROPRIETES DES DEPOTS.....	187
IV-7-1 Conditions de l'étude	187
IV-7-2 Propriétés des dépôts.....	188
<i>IV-7-2-1 Résultats</i>	188
i) Alliage d'aluminium (AU4G).....	188
ii) Fonte FT25	189
iii) Acier 34CD4	189
<i>IV-7-2-2 Discussion des résultats</i>	190
i) Condition (I)	190
ii) Condition (II) (P+B+R).....	193
iii) Conditions III (R+SP).....	196
iv) Condition IV (P+R).....	196
v) Condition V (P+4R).....	198
<i>IV-7-2-3 Influence du refroidissement sur l'état de surface</i>	198
<i>IV-7-2-4 Etude des phases par diffraction des R-X</i>	202
IV-7-3 Effet de charge.....	203
<i>V-7-3-1 Conditions expérimentales</i>	203
<i>IV-7-3-2 Résultats de mesures</i>	204
<i>IV-7-3-3 Discussion des résultats</i>	204
i) Charge de 3 kg/h de poudre	204
IV-7-4 CHAUFFAGE PAR FOUR ELECTRIQUE	205
IV-7-5 ETUDE DE L'INFLUENCE DU SABLAGE ET DE LA TEMPERATURE.....	206
<i>IV-7-5-1 Conditions de refroidissement</i>	206
<i>IV-7-5-2 Conditions de sablage</i>	207
i) Substrat en fonte FT25	207
ii) Substrat en Ti6Al4V.....	210
iii) Substrat en acier inoxydable 304L.....	213
IV-7-6 Influence de l'épaisseur du dépôt.....	213
IV-7-7 Micro-analyse (EDAX)	214
IV-7-8 Conclusion.....	216
BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE IV.....	219

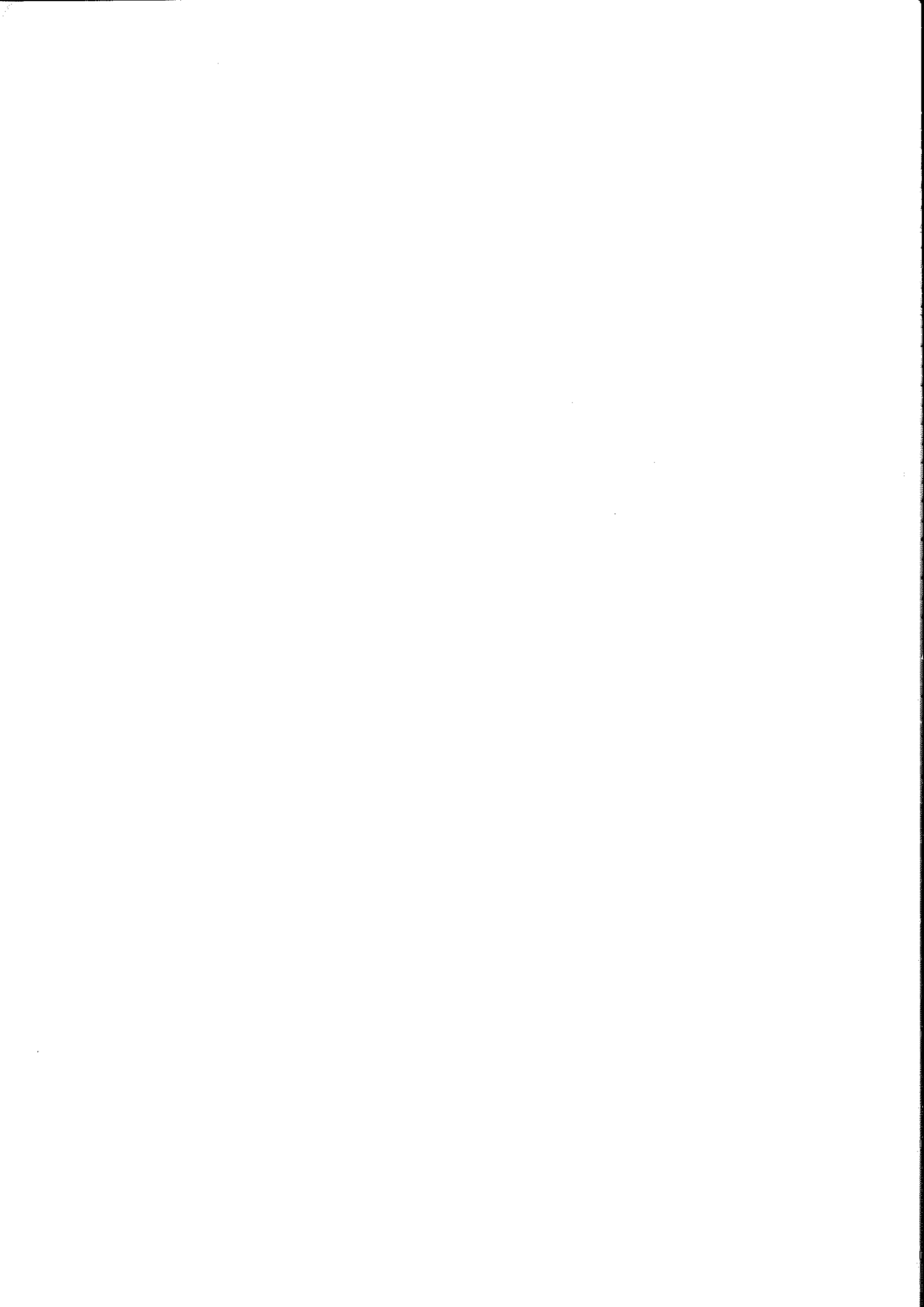
CHAPITRE-V**ETUDE DES CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LES DEPOTS
D'ALUMINE PROJETES PAR PLASMA THERMIQUE**

V-1 MODELISATION DES CONTRAINTES DANS LES DEPOTS	223
V-1-1 Problèmes spécifiques aux contraintes dans les dépôts	223
V-1-2 Les contraintes de préparation du substrat	224
V-1-3 Les contraintes de trempe dans les lamelles	225
V-1-4 Les contraintes générées par le refroidissement	229
<i>V-1-4-1 Evaluation de la contrainte moyenne</i>	231
i) Méthode de la courbure	232
ii) Méthode de Hasui	234
iii) Méthode de Clyne	234
iv) Méthode de Hseuh et al	235
v) Influence de la température de tir	236
vi) Influence de l'épaisseur du dépôt sur la contrainte moyenne	239
vii) Influence de l'épaisseur du substrat	240
<i>V-1-4-2 Evaluation de la distribution des contraintes</i>	242
<i>V-1-4-3 Calculs plus sophistiqués</i>	245
V-2 Mesure des contraintes résiduelles des dépôts	246
<i>V-2-1 Méthode par diffractométrie R-X</i>	246
<i>V-2-3 Trou incrémental</i>	248
i) Principe de la méthode	248
<i>V-2-3 Méthode de la courbure</i>	249
V-3 RESULTATS EXPERIMENTAUX	250
V-3-1 Détermination des contraintes par mesure de la courbure finale	250
<i>V-3-1-2 Nature et forme des éprouvettes</i>	250
<i>V-3-1-2 Evaluation du rayon de courbure ρ</i>	251
<i>V-3-1-3 Calcul de l'erreur relative</i>	252
V-3-2 Conditions expérimentales de projection	253
<i>V-3-2-1 Poudre utilisée</i>	253
<i>V-3-2-2 Mesure de la flèche f</i>	255
V-3-3 Résultats expérimentaux	255
<i>V-3-3-1 Sablage des éprouvettes</i>	255
<i>V-3-3-2 Après dépôts</i>	256

i) Calcul théorique du rayon théorique d'après Hseuh et al [18].....	258
ii) Déformation moyenne dans le dépôt.....	258
iii) Contrainte moyenne dans le dépôt.....	259
iv) Erreur relative sur la contrainte évaluée.....	260
V-3-3-3 <i>Distribution des contraintes dans les dépôts d'après Hseuh</i>	262
V-3-3-4 <i>Eprouvettes épaisses (XC38) de 3 mm d'épaisseur</i>	265
V-4 CONTRAINTES DE SURFACE DES DEPOTS.....	267
V-4-1 Analyse des contraintes par Diffraction R-X.....	267
V-4-1-1 <i>Choix des conditions de diffraction</i>	267
V-4-1-2 <i>Conditions de projection</i>	267
V-4-1-3 <i>Préparation des échantillons</i>	267
V-4-1-4 <i>Condition de refroidissement du dépôt</i>	267
V-4-1-5 <i>Conditions de mesure des contraintes</i>	268
V-4-1-6 <i>Résultats expérimentaux et discussion</i>	269
V-4-2 Refroidissement après le tir.....	270
V-4-2-1 <i>Conditions utilisées</i>	270
V-4-2-2 <i>Résultats expérimentaux et discussions</i>	270
V-5 DISTRIBUTION DES CONTRAINTES EN PROFONDEUR DES DEPOTS REALISES PAR PLASMA.....	271
V-5-1 Méthode de trou incrémental.....	271
V-5-1-2 <i>Rappel du principe de la méthode du trou incrémental</i>	271
V-5-1-3 <i>Conditions de projection</i>	271
V-5-1-4 <i>Conditions expérimentales pour la détermination des contraintes résiduelles</i>	272
V-5-2 Résultats expérimentaux.....	272
V-5-2-1 <i>Influence du préchauffage</i>	277
V-5-2-2 <i>Influence de la nature du substrat</i>	279
V-5-2-3 <i>Influence de l'épaisseur du dépôt</i>	279
V-5-2-4 <i>Influence du débit de poudre</i>	284
V-6 CONCLUSION.....	288
BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE V.....	289
 CONCLUSION GENERALE.....	 292

ANNEXE DU CHAPITRE-I	i
SCHEMA DE LA TORCHE A PLASMA UTILISEE DANS CE TRAVAIL.....	ii
ANNEXE DU CHAPITRE-II.....	i
A-I RESULTATS LIES AU SABLAGE	ii
I-1 angle et pression de sablage.....	iii
<i>I-1-1 Conditions de sablage</i>	<i>iii</i>
<i>I-1-2 Influence de l'angle</i>	<i>iii</i>
<i>I-1-3 Influence de la pression.....</i>	<i>iii</i>
I-2 Pression de l'air comprimé et taille d'abrasif.....	iv
<i>I-2-1 Conditions de sablage</i>	<i>iv</i>
<i>I-2-2 Contribution de la pression.....</i>	<i>v</i>
<i>I-2-3 Contribution de l'abrasif.....</i>	<i>v</i>
I-3 Pression, taille d'abrasif et matériaux.....	vi
II-2 CARACTERISTIQUES DE SURFACE.....	viii
II-2-1 Rugosité moyenne Ra	viii
II-2-2 Rugosité totale Rt.....	viii
II-2-3 Longueur d'évaluation (lm)	ix
II-2-4 Longueur du profil (P)	ix
II-2-5 Taux macroscopique de sablage.....	ix
ANNEXE DU CHAPITRE-V	i
A-I RESULTATS DES MESURES DES CONTRAINTES RESIDUELLES.....	ii
A-II MODULE D'YOUNG	vi
II-1 MESURES STATIQUES	vii
II-1-1 Flexion à 3 points.....	vii
II-1-2 Flexion à 4 points.....	vii
II-2 METHODES DYNAMIQUES	viii
II-2-1 Méthode de résonance (vibration libre).....	viii
II-2-2 Méthode classique d'échographie ultrasonore.....	viii
A-III CONTRAINTES RESIDUELLES.....	ix
III-1 CONTRAINTES DE TREMPÉ DANS LES DEPOTS PLASMA.....	x

III-2 CALCUL DEVELOPPE PAR HSEUH ET EVANS (LAMES MINCES)	xii
III-2-1 Cas partiellement plastique	xiii
<i>III-2-1-1 Dans le dépôt</i>	<i>xiii</i>
<i>III-2-1-1 Dans le substrat</i>	<i>xiii</i>
i) Région plastique.....	xiv
ii) Région élastique.....	xiv
III-2-2 Cas totalement plastique	xv
<i>III-2-2-1 Dans le dépôt</i>	<i>xv</i>
<i>III-2-2-2 Dans le substrat</i>	<i>xv</i>
III-3 DISTRIBUTION DES CONTRAINTES D'APRES M.K Hobbs.....	xvi
III-4 CALCUL DES CONTRAINTES DILATOMETRIQUES SANS FLEXION ...	xvi
III-5 TRAITEMENTS UTILISE POUR LA DETERMINATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES PAR LA DIFFRACTION R-X	xviii
BIBLIOGRAPHIE DES ANNEXES	xix



Introduction générale

...

Introduction générale

La projection par plasma thermique a connu un développement quasi-exponentiel au cours des dix dernières années même si la crise, ayant affecté en particulier les industries aéronautiques au cours de ces deux dernières années, a ralenti cette progression.

Elle permet en effet de déposer des revêtements de tout matériau ayant un point de fusion séparé de quelques centaines de degrés du point de vaporisation ou de décomposition. L'épaisseur de ces revêtements peut varier de quelques 0.05 à plusieurs millimètres sur pratiquement n'importe quel substrat.

Dans le développement des céramiques haute technologie, la projection plasma représente une grande partie du marché actuel et elle est d'autant plus facilement acceptée que la notion de revêtement est mieux acceptée dans les bureaux d'étude que celle de céramique massive. Cependant, la recherche dans le domaine a encore un certain retard par rapport aux développements industriels dont beaucoup se sont faits par la méthode essai-erreur. Ceci est certainement dû à la complexité des phénomènes mis en jeu et à la sophistication des techniques à utiliser pour caractériser les jets de plasma et les particules en vol ou lors de leur écrasement.

L'équipe Plasma Laser Matériaux de l'URA 320 s'est spécialisée depuis maintenant plus de dix ans dans l'étude des jets de plasma, des particules en vol, de la génération microscopique du dépôt. Pour ce qui est des dépôts eux-mêmes, elle appliquait les "recettes" données dans la littérature à savoir :

- une bonne préparation de surface avec un sablage "adéquat", sans que l'on sache d'ailleurs très bien à quoi correspondait ce terme. Des valeurs de Ra comprises entre 3 et 12 μm sont généralement citées pour des céramiques de type oxyde de granulométrie inférieure à 45 μm . Le laboratoire, pour sa part, a utilisé un Ra de 10 à 12 μm .

- un maintien de la température du dépôt et du substrat pendant le tir en dessous de 150°C afin d'éviter les problèmes des contraintes résiduelles. Ces contraintes sont souvent rencontrées avec des dépôts céramiques dont le coefficient de dilatation est souvent éloigné de celui des substrats. La technique utilisée pour maintenir une basse température étant de stopper une grande partie du flux thermique du plasma par une barrière d'air comprimé placée à 10 ou 15 mm en amont du substrat et de refroidir le substrat et le dépôt par un jet d'air comprimé soufflé à la surface du dépôt.

- un déplacement relatif torche-substrat tel qu'il y ait chevauchement des cordons du dépôt à 0.5 fois la largeur du cordon, les essais de chocs thermiques des barrières thermiques de zircone stabilisée à 8% en poids d'Yttrine ayant montré que c'était là le meilleur réglage. (thèse de D. Bernard)

Mon travail a donc eu pour but une étude systématique de l'influence des paramètres de préparation du substrat et du contrôle de la température pendant le tir sur les propriétés des dépôts (dureté, adhésion/cohésion, porosité, phases cristallines, contraintes résiduelles).

Les paramètres de tir : nature du gaz plasmagène, torche, injection des particules, ont été naturellement ceux qui avaient été optimisés auparavant au laboratoire.

Comme matériau de base, l'alumine fondue-broyée a été choisie pour deux raisons :

- c'est une des céramiques les plus difficile à fondre du fait des valeurs élevées de sa chaleur spécifique et de sa chaleur latente.

- son coefficient de dilatation est relativement très faible et des contraintes élevées de différentiel de dilatation sont rapidement générées si on ne contrôle pas soigneusement la température de tir en fonction de la nature du substrat

Enfin, ce matériau disponible très facilement à des prix raisonnables a déjà été beaucoup étudié au laboratoire.

Le plan de ce mémoire est donc le suivant :

- le premier chapitre est consacré à une revue bibliographique des conditions de tir de l'alumine, afin de bien choisir les paramètres de tir.

- le deuxième chapitre est relatif aux problèmes de sablage pour lesquels peu de données existent dans la littérature. Nous nous avons étudié systématiquement l'influence des différents paramètres de sablage sur la rugosité de surface des substrats suivant leurs propriétés mécaniques.

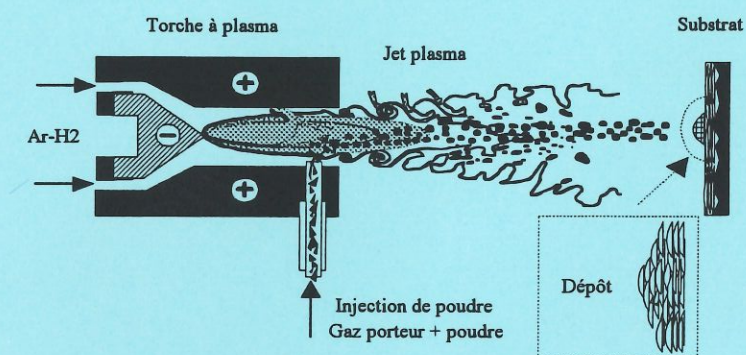
- dans le troisième chapitre, nous décrivons les techniques de pyrométrie mises au point pour contrôler pendant le tir les évolutions de température du substrat et du dépôt, en fonction des diverses méthodes de refroidissement utilisées.

- le quatrième chapitre présente l'influence de la rugosité, de l'oxydation et de la température du substrat sur les propriétés des dépôts obtenus.

- enfin le cinquième et dernier chapitre aborde l'étude des contraintes résiduelles globales ainsi que leur répartition (les mesures par la méthode du trou incrémental étant effectuées par le CETIM de Senlis) en fonction de la nature du substrat, de la température et du mode de refroidissement des substrats et des dépôts avant, pendant et après le tir.

CHAPITRE - I

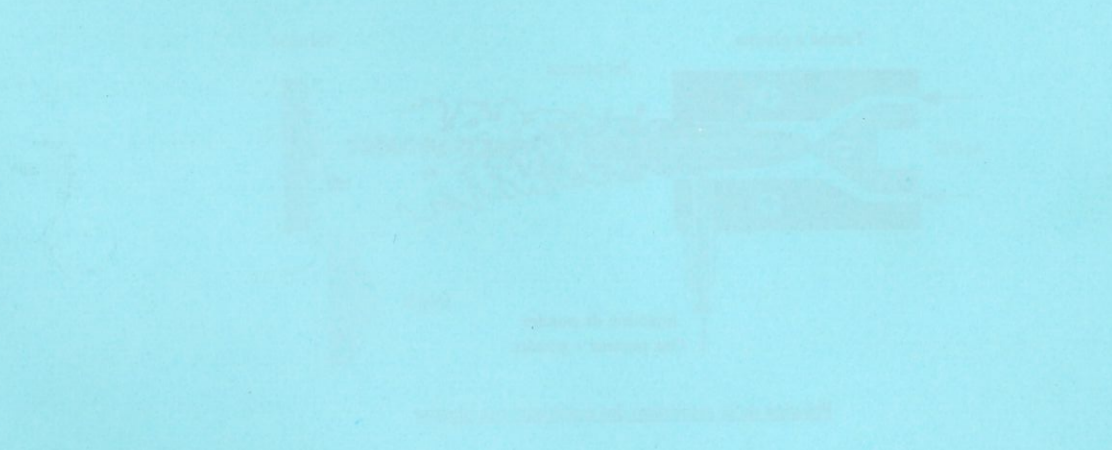
Projection des matériaux par plasma thermique



Principe de la projection des matériaux par plasma

ARTICLE - I

Preparation and Properties of Polyethylene Glycol



I-1 INTRODUCTION

La projection par plasma fait partie de l'ensemble des procédés de projection thermique qui permettent de projeter des matériaux métalliques et non métalliques fusibles sur des substrats préalablement préparés pour former un dépôt [1, 2].

La projection thermique est apparue en 1900 avec le "Schoopage" utilisant une torche Oxy-acétylène [3].

En projection, une source de chaleur permet de fondre, partiellement ou complètement, et d'accélérer des particules de la poudre injectée pour qu'elles viennent s'écraser et se solidifier sur un substrat sur lequel elles forment un dépôt.

La projection par plasma consiste à utiliser un jet de plasma comme source de chaleur. L'utilisation d'une source de chauffage par plasma d'arc a été proposée par Reineke dès 1939 [4] et développée par plusieurs sociétés industrielles (aux Etats Unis) en 1950. Ces jets de plasma à la pression atmosphérique, présentent trois caractéristiques importantes : à savoir une grande vitesse (1000 à 2200 m/s), des températures élevées (14000 K en sortie de la tuyère sur l'axe), des enthalpies pouvant atteindre 100 kWh/m³, mais en contre partie leur densité est faible (de l'ordre de 1/30^{ième} de la densité du gaz froid) et leur viscosité jusqu'à 10 fois plus grande que celle du gaz plasmagène froid.

La projection plasma thermique s'est développée grâce à ses applications (isolation et barrière thermique, protection contre l'oxydation et la corrosion, résistance à l'usure, matériaux conducteurs électriques et isolants, implants médicaux ... [1, 2, 4]). Elle a connu une grande évolution technologique et un développement commercial très important (15% d'augmentation du chiffre d'affaire par an de 1987 à 1992).

De nombreux paramètres macroscopiques (environ 60) contrôlent la qualité et la reproductibilité des dépôts [5]. Aussi afin d'optimiser les conditions de projection, l'utilisation de micro-ordinateurs s'est développée [6], les programmes de contrôle étant essentiellement basés sur l'expérience acquise par les essais-erreurs. Depuis quelques temps des méthodes statistiques [7] sont également utilisées, mais en fait une optimisation des dépôts passe nécessairement par la compréhension des phénomènes physiques impliqués.

I-2 LES PARAMETRES CONTROLANT LA QUALITE DES DEPOTS

Les paramètres qui contrôlent la qualité des dépôts sont les suivants [1, 2, 8] :

- l'état de fusion des particules lors de l'impact qui dépend de la torche à plasma utilisée, de la nature des gaz plasmagènes, de l'atmosphère ambiante (air ou contrôlée), de la façon dont sont injectées les particules, de leur nature, de leur distribution de taille, de leur morphologie, du débit de poudre, de la distance torche substrat.

- la nature du substrat, sa préparation (rugosité, état d'oxydation et nettoyage) et sa température avant, pendant et après le tir.

- le déplacement relatif torche-substrat, et enfin le mode de refroidissement du substrat et du dépôt (nature, positionnement).

I-3 TORCHE A PLASMA UTILISEE

I-3-1 Généralités

Son fonctionnement repose sur le principe suivant : un arc est établi entre la pointe d'une électrode en tungstène thorié et d'une anode en cuivre électrolytique de même axe. La colonne de plasma se forme à partir d'une petite tache en fusion à la pointe de la cathode, tache de quelques dixièmes de millimètres carrés pour maintenir des courants d'arc inférieurs à 1000 A. Après accrochage de l'arc sur la paroi de l'anode, le plasma formé se maintient sur une certaine distance en dehors de la tuyère du fait de l'énergie libérée par les recombinaisons atome-atome et électron-ion.

La cathode thermo-émissive est composée d'une tige en tungstène thorié à 2% (pour réduire le potentiel d'extraction des électrons) se terminant en cône, dont l'angle au sommet est adapté au courant d'arc, à l'injection et à la nature des gaz et au diamètre et à la forme de la tuyère appelée anode qui lui est concentrique [9]. Cette électrode est brasée sur un tube en cuivre électrolytique permettant le refroidissement de son extrémité et assurant l'étanchéité de la cathode dans le porte cathode.

L'injection des gaz dans la chambre d'arc peut être radiale, en vortex ou axiale. Plusieurs travaux menés au laboratoire ont montré que le rendement thermique est d'autant meilleur qu'une injection axiale est utilisée [10, 11], type d'injection qui permet également d'allonger les isothermes.

En effet, le mode d'injection des gaz dans la chambre d'arc influe considérablement sur l'expansion de la colonne d'arc, le point d'accrochage de l'arc sur la paroi de la tuyère,

l'écoulement et la longueur du jet plasma à la sortie de la tuyère [12, 13]. En général l'accrochage à l'anode est caractérisé par des sauts brusques du pied d'arc à des fréquences de quelques kHz [14, 15]. Ces fluctuations semblent liées au rayon électrique de la colonne de plasma par rapport à celui de la tuyère et à l'injection des gaz au voisinage de la pointe de la cathode [16]. Des solutions sont d'ailleurs recherchées pour réduire ces fluctuations qui peuvent atteindre près de 50% de la puissance dissipée [17, 18].

En projection à l'air, le jet de plasma à la sortie de la tuyère débouche dans un milieu dense (l'air froid), et les gradients de vitesse induisent par cisaillement la création d'anneaux de vortex dont la coalescence génère des tourbillons de grande amplitude qui entraînent des bulles d'air sous forme de "granulés" dans le jet de plasma (cf figure I-1-a). Celles-ci, lorsqu'elles se mélangent à ce dernier, quand leur température s'est élevée à quelques milliers de degrés, provoquent un refroidissement important du jet plasma [15, 19]. Ce refroidissement est d'autant plus fort que l'air contient de l'oxygène (qui se dissocie à 3500 K à 10^5 Pa) [20]. Il est plus faible lorsque la projection a lieu dans un milieu sous atmosphère d'azote ou d'argon [21]. A titre d'exemple la figure-I-1-b, d'après [22] montre qu'à 20 mm à la sortie de la tuyère il y a déjà 50% d'air dans le mélange plasma Ar-H₂.

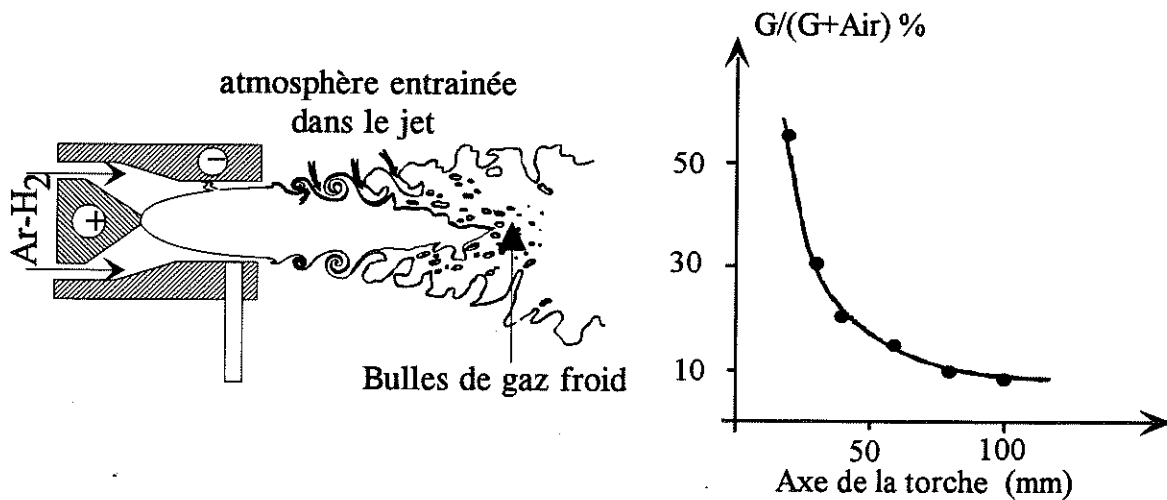


Figure I-1-a : Phénomène de pompage de l'air dans l'écoulement plasma [15].

Figure I-1-b : Evolution du pourcentage d'air en fonction de la distance de la sortie tuyère [22].

On notera que les turbulences et le mélange d'air ambiant au plasma sont d'autant plus importants que la vitesse de l'écoulement du plasma est grande et moins importants lorsque la viscosité du plasma est plus grande. Par exemple la longueur du jet du plasma d'un mélange Ar-(25% en vol) H₂ est la même que celle obtenue avec un mélange Ar-(60% en vol) He, avec 2/3 de la puissance [23]. Ceci est dû à la plus grande viscosité du mélange Ar-He par rapport à celle du mélange Ar-H₂ [24].

I-3-2 La torche utilisée

La torche à plasma utilisée dans ce travail est une torche de tuyère de diamètre interne 7 mm. Ce choix trouve son explication par la suite. Elle est constituée :

- d'une tuyère en cuivre électrolytique avec un premier canal cylindrique de diamètre interne de 12 mm, suivi d'un convergent et d'un second canal de diamètre interne 7 mm et de longueur 28 mm, à l'intérieur duquel s'établit l'arc électrique (cf figure I-2 et annexe du chapitre-I). Parfois ce second canal est divergent ou plus souvent muni d'un prolongateur de forme légèrement divergente et dont la longueur peut atteindre 50 mm. Ce prolongateur est destiné à augmenter le temps de séjour des particules dans le jet en limitant le pompage de l'air ambiant ce qui évite partiellement leur oxydation.

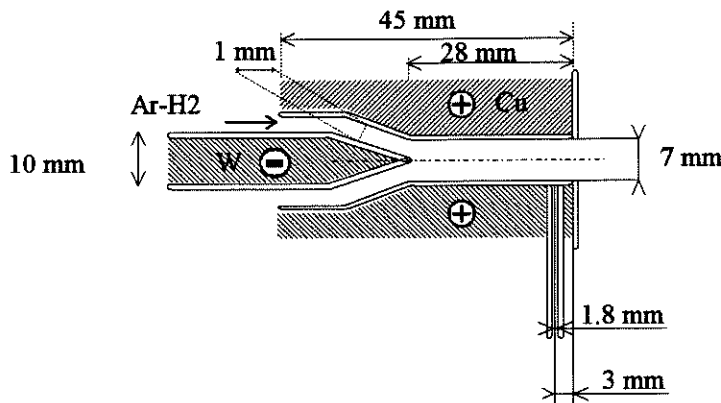


Figure I-2 : Torche utilisée dans ce travail.

- La cathode est constituée d'un cylindre de diamètre 10 mm en tungstène thorié (2% en poids de Thorium), conique à son extrémité avec un angle au sommet de 40°. La distance inter-électrodes est réglable sur environ 1 mm.

- l'injection des gaz dans la chambre d'arc est axiale (parallèlement à l'axe de la cathode), et faite au moyen d'une bague percée de trous de diamètres 0.8 mm.

- La configuration de la torche permet une bonne concentricité des pièces, et un réajustement de la distance inter-électrodes ainsi que le centrage de la cathode par rapport à l'anode.

Cette torche fonctionne avec des intensités allant de 300 A (avec l'argon pur ou le mélange Ar-H₂) à 700 A et un débit total de 60 NI/min. En effet pour améliorer le transfert thermique plasma-particules, en particulier pour des matériaux réfractaires tels que la poudre d'alumine (-45+22.5 μm), un pourcentage d'hydrogène (de forte conductivité thermique) est utilisé jusqu'à environ 25% en volume [25]. Avec un pourcentage supérieur, la longueur du jet de plasma ne varie plus et sa vitesse croît considérablement. Le temps de séjour des particules est alors réduit et les particules sont moins bien fondues.

L'intensité du courant contribue assez faiblement au chauffage du jet plasma, étant donné que la température du jet à la sortie de la tuyère s'accroît seulement de 12000 à 14000 K pour un jet d'Ar-H₂ (25% en vol), lorsque l'on passe de 300 à 700 A. Par contre, l'accroissement de l'intensité entraîne un allongement et un grossissement du jet [11] relativement limités (dans un rapport inférieur à 1.3) et une augmentation importante de sa vitesse ($v^2 \sim$ l'enthalpie) [26].

Un débit total de gaz de 60 NI/min semble être le meilleur compromis pour le diamètre de la tuyère de 7 mm. Un accroissement de débit total entraîne une faible variation de la puissance électrique (tension qui s'accroît de quelques volts) et une variation de la vitesse du jet plasma qui tend cependant vers une limite (cf figure I-3). Un fort débit entraîne aussi une plus grande érosion des électrodes.

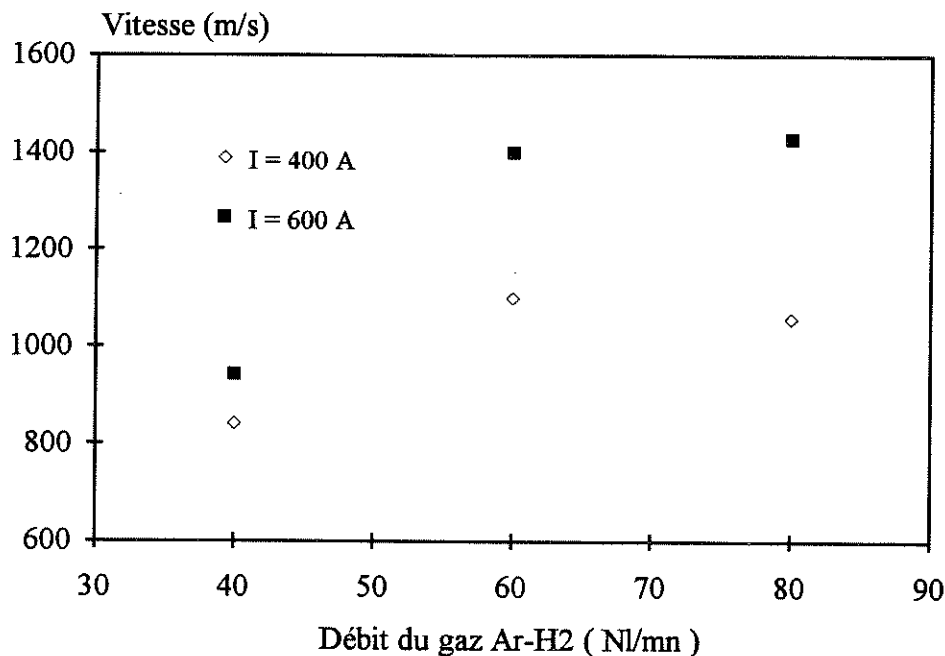


Figure I-3 : Vitesse radiale du jet de plasma en fonction du débit total (Ar-H₂) avec la torche de diamètre 7 mm pour deux intensités de courant d'arc I=400 A, I=600 A [26].

I-4 INJECTION DES POUDRES DANS LE JET PLASMA

I-4-1 Poudre utilisée

Pour une même distribution de taille et une même composition chimique, la morphologie des poudres dépend beaucoup de leur mode de fabrication [27, 28]. Une fusion optimale des particules au moment de l'impact est en particulier fonction de leur morphologie.

En effet, les particules agglomérées (moins denses et mécaniquement fragiles), sont difficiles à entraîner dans les zones chaudes du plasma. Soit elles subissent des chocs thermiques qui les désagrègent lors de leur pénétration dans le jet, soit elles se désagrègent lors de leur transport par le gaz porteur pour donner naissance aux grains élémentaires de quelques microns. Les grains élémentaires qui passent en périphérie du jet sont ensuite pompés dans le panache du jet où ils ne sont pas fondus et viennent créer des défauts dans le dépôt. Par ailleurs, les particules agglomérées qui ont pénétré dans le jet sont souvent, après leur passage dans le plasma, des coquilles creuses contenant un noyau non fondu [25]. Les dépôts ainsi formés contiennent beaucoup de particules infondues et sont très poreux ($P > 10\%$) et leur cohésion est faible. La pénétration dans le jet et l'état de fusion des particules s'améliorent avec la densité des particules. On obtient des dépôts d'autant plus denses et plus cohérents que l'on passe des poudres agglomérées aux poudres agglomérées frittées, puis aux fondues broyées. Ce phénomène est d'autant plus sensible que les poudres sont fortement réfractaires avec une faible conductivité thermique, comme par exemple les poudres de zircone [29-32].

Enfin, plus la distribution de taille est grande plus la quantité de chaleur à apporter aux particules pour assurer une fusion aussi complète que possible est élevée. C'est pourquoi pour les matériaux difficiles à fondre comme l'alumine (chaleur spécifique et chaleur latente de fusion élevées), on utilise généralement une distribution de taille inférieure à $50 \mu\text{m}$, mais en général supérieure à $22 \mu\text{m}$. En effet, en dessous de $20 \mu\text{m}$ la dispersion des trajectoires dans le jet s'accroît et le traitement des poudres est plus inhomogène.

Pour toutes ces raisons notre étude a été effectuée avec de l'alumine fondue broyée ($-45+22.5 \mu\text{m}$). Une bonne fusion de ces particules est obtenue avec un mélange Ar-H₂ (25% en vol d'H₂). Ce pourcentage d'hydrogène assure le meilleur transfert thermique entre le plasma et les particules injectées, sans pour autant trop modifier les propriétés du jet. Au delà de 25%, la viscosité du mélange décroît sensiblement, la vitesse du jet augmente encore et le pompage de l'air ambiant est accru, ce qui entraîne une diminution de la longueur du jet [11].

Afin de ne pas avoir d'effet de charge [33], sauf cas exceptionnel, le débit de poudre est limité à 2 kg/h. C'est également une des raisons qui nous ont fait éliminer les particules trop petites (en dessous de $10 \mu\text{m}$) qui interviennent fortement dans l'effet de charge de par leur forte vaporisation.

I-4-2 Injection des poudres dans le jet plasma

La distribution des particules est réalisée par des systèmes soit mécaniques (à roue, à trémie vibrante), soit de type lit fluidisé. Ces systèmes, en général, n'assurent pas des débits instantanés très constants, mais ils sont fiables autour d'une valeur moyenne.

Habituellement, la poudre est injectée dans le dard du jet plasma par l'intermédiaire d'un gaz porteur, généralement l'argon, au travers un injecteur de diamètre interne de 1.6 mm à 2 mm [34].

La vitesse d'injection des particules, contrôlée par le débit de gaz porteur et le diamètre de l'injecteur, dépend de plusieurs paramètres : la viscosité et la quantité de mouvement du plasma, la localisation de l'injecteur, la distribution de taille, la plage granulométrique, la morphologie et enfin la masse volumique des particules.

Lors de leur transport, les particules entrent en collision avec les parois de l'injecteur, ce qui conduit à une composante radiale de la vitesse d'autant plus grande que la taille des particules est petite, d'où l'intérêt d'éliminer les poudres de taille inférieures à 20 μm . Pour des granulométries de $-45+10 \mu\text{m}$ de particules d'alumine, la poudre en sortie d'injecteur forme un cône avec un angle au sommet de près de 30° [25]. Pour des poudres fines, une injection parfaite dans le coeur du jet plasma pourrait être réalisée à l'aide d'un injecteur à double parois.

Un point critique pour le transfert thermique plasma-particule consiste à optimiser la trajectoire moyenne des particules. Les travaux menés au laboratoire sur les particules en vol et sur le rendement de projection ont montré que la trajectoire optimale correspond à une trajectoire moyenne, coupant l'axe de la torche avec un angle compris entre 3 et 4° (cf figure I-4).

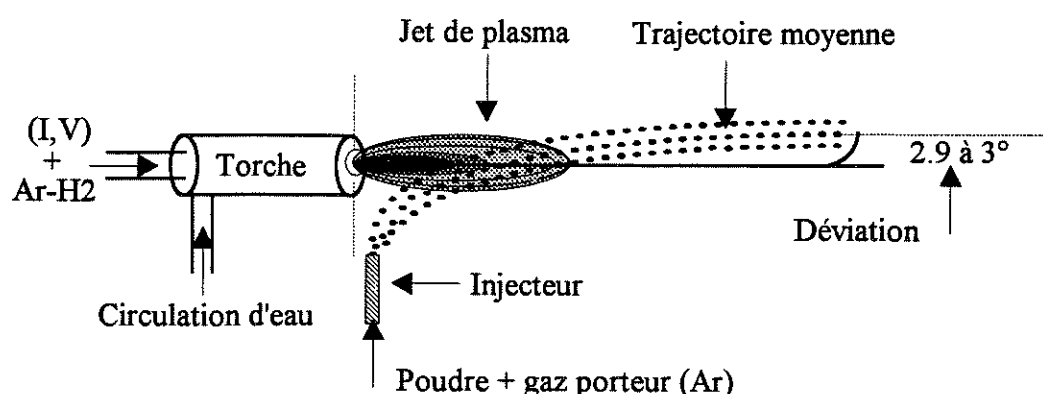


Figure I-4 : Trajectoire moyenne des particules et sa déviation par rapport à l'axe de la torche (résultats obtenus dans nos conditions de travail : Ar-H₂ 45/15 NI/min, 600 A, d=100 mm, 1 kg/h).

Il est clair cependant que la distribution des trajectoires des particules autour de la trajectoire moyenne fait qu'elles subissent des traitements thermiques et de quantité de mouvements très différents. Il en résulte donc une adhérence particule-substrat ou une cohésion microscopique inter particules différentes entre celles qui sont au centre de la trajectoire moyenne et celles qui sont sur les bords. Parfois un deuxième injecteur opposé au premier et avec le même débit de gaz porteur peut être utilisé pour rendre les trajectoires des particules plus axiales dans le jet plasma et accroître le rendement pondéral [35].

Mais il faut cependant être relativement prudent quant aux conséquences que peut entraîner le gaz du deuxième injecteur sur le traitement des poudres, car il semble probable que ce gaz froid additionnel peut apporter des modifications assez importantes de l'écoulement du jet et en particulier refroidir le jet plasma, si les débits d'injection sont trop élevés (supérieurs à 2 NI/min pour un injecteur de diamètre interne 1.8 mm).

I-4-3 Choix des conditions de projection

I-4-3-1 Conditions liées à la torche

Nous appuyant sur les travaux antérieurs, nous avons choisi les conditions de projection permettant le meilleur rendement pondéral de la poudre et donc une fusion maximale des particules d'alumine (-45+22.5 μm). Avec la torche de tuyère de 7 mm de diamètre ces conditions correspondant à un mélange Ar-H₂ (25% en vol d'H₂) pour un débit total de 60 NI/min et un courant d'arc 500 à 600 A.

La cartographie des températures du plasma obtenue au laboratoire pour les conditions décrites ci-dessus est donnée sur la figure I-5.

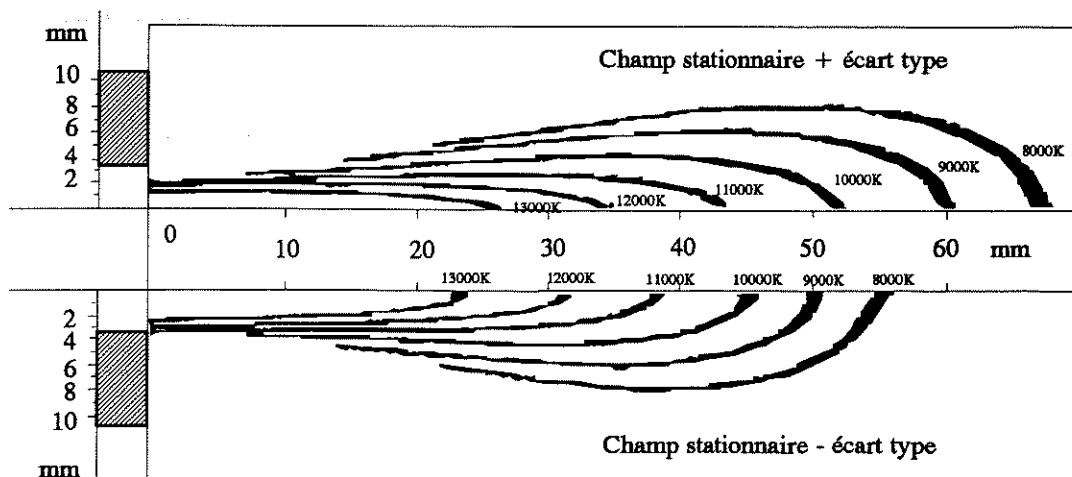


Figure I-5 : Cartographie de la température du plasma Ar-H₂ (45/15 NI/min) selon l'axe de la torche de tuyère $\phi=7$ mm, à 600 A [36]. Températures minimales (bas) et maximales (haut).

Cette cartographie a été obtenue à partir de la raie ArI (727,2 nm) permettant d'accéder à des températures comprises entre 8000 K limite inférieure de détection et 14000 K. Elle ne peut donc être qu'indicative, puisque ce type de mesure surestime les températures sur les bords de jet de plasma. Sur cette figure est illustrée l'influence des fluctuations du pied d'arc qui fait varier la puissance instantanée dissipée. La partie supérieure correspond à une puissance instantanée maximale et la partie inférieure à la puissance minimale.

La figure I-6-a : représente la distribution radiale de vitesse 2 mm après la sortie de la tuyère pour une intensité de courant de 500 A, et la figure I-6-b : représente l'évolution axiale, en fonction du courant d'arc, de la vitesse du jet mesurée sur l'axe à 2 mm de la sortie de tuyère à partir des fluctuations naturelles du pied d'arc [26]. Sur cette figure, nous avons également reporté les résultats obtenus avec une torche équipée d'une tuyère de diamètre 10 mm.

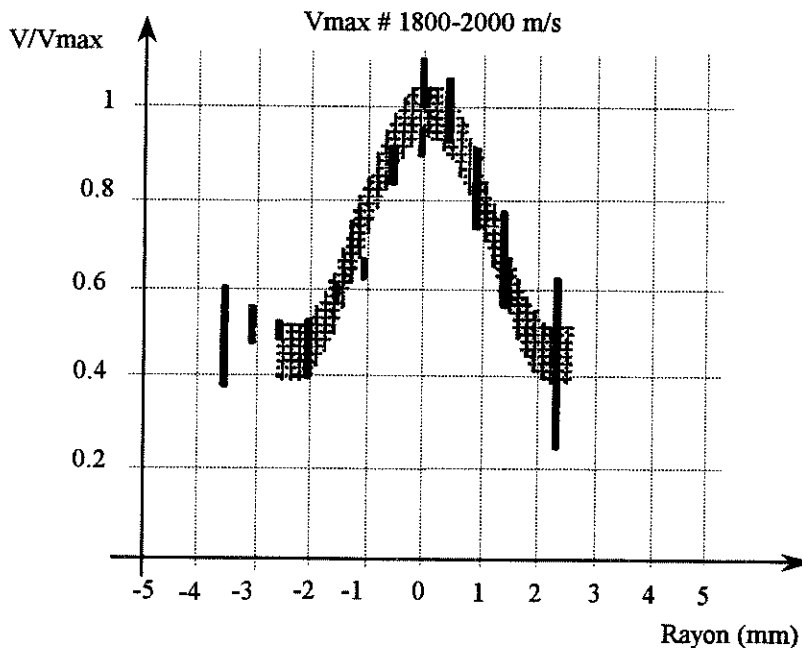


Figure I-6-a : Distribution radiale de vitesse de plasma mesurée à 2 mm de la sortie de la tuyère de la torche pour une intensité de courant de 500 A [26].

Cette courbe montre que pour un même débit de gaz plasmagène (Ar-H₂) et une intensité d'arc donnée, la vitesse de l'écoulement du jet de plasma augmente lorsque le diamètre de la tuyère diminue. Rappelons par contre que la longueur des isothermes de 9000 K est faiblement réduite (dans un rapport de 1.15 quand le diamètre est réduit de 8 à 6 mm) [9] et à diamètre plus petit le temps de séjour des particules sera d'autant diminué.

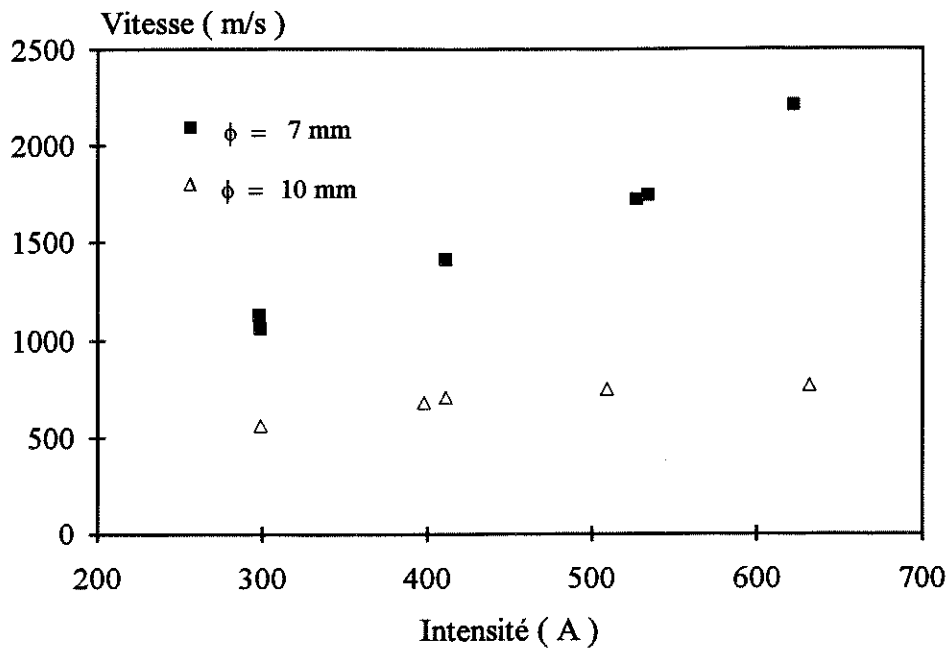


Figure I-6-b : Evolution de la vitesse radiale de plasma Ar-H₂ (45/15 NI/min) en fonction du courant d'arc à 2 mm de la sortie de la tuyère de la torche. Tuyère de diamètre 7 mm et de 10 mm [26].

I-4-3-2 Distance de tir

La distance de tir est l'un des paramètres importants qui joue un rôle à la fois sur la température et la vitesse d'impact des particules et sur la température du dépôt. En effet, si le jet du plasma est plus près de la cible, un échauffement important du substrat peut se produire, tel qu'avec la chaleur apportée par les particules il y ait fusion des pics créés par le sablage et également du fait d'une température de surface excessive, une oxydation importante du substrat. Si la distance est par contre trop grande, la vitesse des particules sera moindre en particulier pour les petites, et leur température de surface sera plus réduite pour les petites que pour les grosses, de plus, la température du substrat sera beaucoup plus faible. Pour une distance trop grande, il en résultera alors une adhérence faible, une mauvaise cohésion inter-particules et une forte porosité du dépôt, car certaines particules pourront se solidifier, au moins en surface, avant d'atteindre le substrat ou les couches déjà déposées.

La distance de tir a donc un effet très significatif sur les propriétés mécaniques des dépôts. Elle modifie les contraintes résiduelles, la dureté, le module de Young et la résistance à la rupture, ces deux derniers paramètres étant très dépendants de la cohésion inter-lamellaires [36]. Par exemple, pour l'alumine ($-45+10 \mu\text{m}$), projetée à différentes distances, la résistance à la rupture passe de 60 MPa à 40 MPa et le module d'Young de 37 GPa à 10 GPa, lorsque la distance varie de 60 mm à 140 mm. Il est donc important d'ajuster la distance de tir de telle manière que la plupart des particules arrivent sur le

substrat au moins dans un état plastique et que l'on puisse facilement contrôler la température du dépôt et du substrat pendant le tir.

Souvent, les meilleurs résultats pour les revêtement projetés par plasma, principalement lorsque l'on veut une faible porosité, sont obtenus lorsque la distance sortie de tuyère-cible coïncide avec le maximum des vitesses des particules [37-38, 22], si toutefois leur état de fusion est bon (ce qui peut être facilement vérifié en étudiant les lamelles écrasées sur des lames en verre traversant rapidement le jet de plasma). Toutefois, ce maximum de vitesse correspond souvent à une distance de 70 à 80 mm pour laquelle le contrôle de la température du substrat et du dépôt devient difficile. Un bon compromis, comme le montrent les travaux antérieurs du laboratoire, semble être une distance de 100 mm qui a été adoptée pour la suite de cette étude.

D'après M. Vardelle, les figures-I-7 et I-8 représentent les distributions axiales des températures de surface et des vitesses des particules d'alumine fondues broyées (-45+22.5 μm) mesurées à 100 mm de la sortie de la tuyère et à 4.5 mm de l'axe de jet pour les conditions de tir utilisées : 45/15 NI/min Ar-H₂ et 300-600 A pour l'intensité.

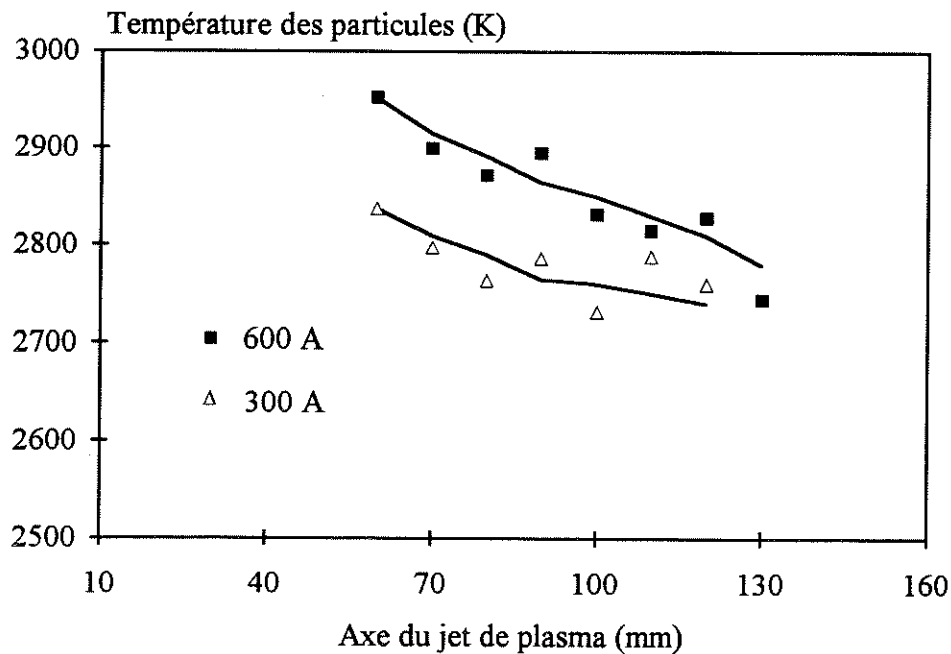


Figure I-7 : Distribution axiale de la température des particules d'alumine (+45-22.5 μm) avec un plasma Ar/H₂ (45/15 NI/min), tuyère de diamètre $\phi=7$ mm.

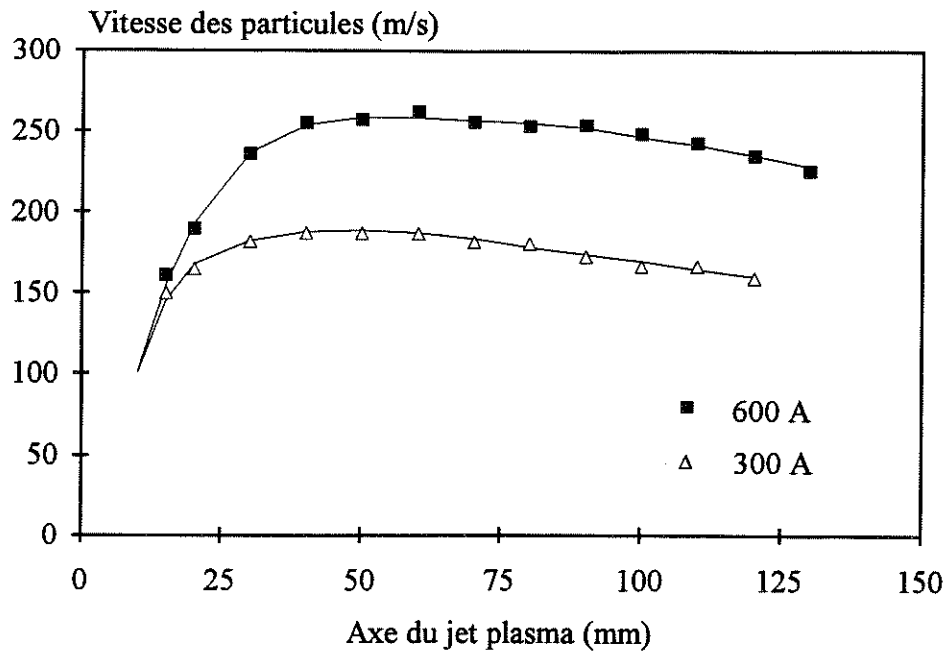


Figure I-8 : Distribution axiale de la vitesse des particules d'alumine (+45-22.5 μm) avec un plasma Ar/H₂ 45/15 NI/mim, tuyère de diamètre $\phi=7$ mm.

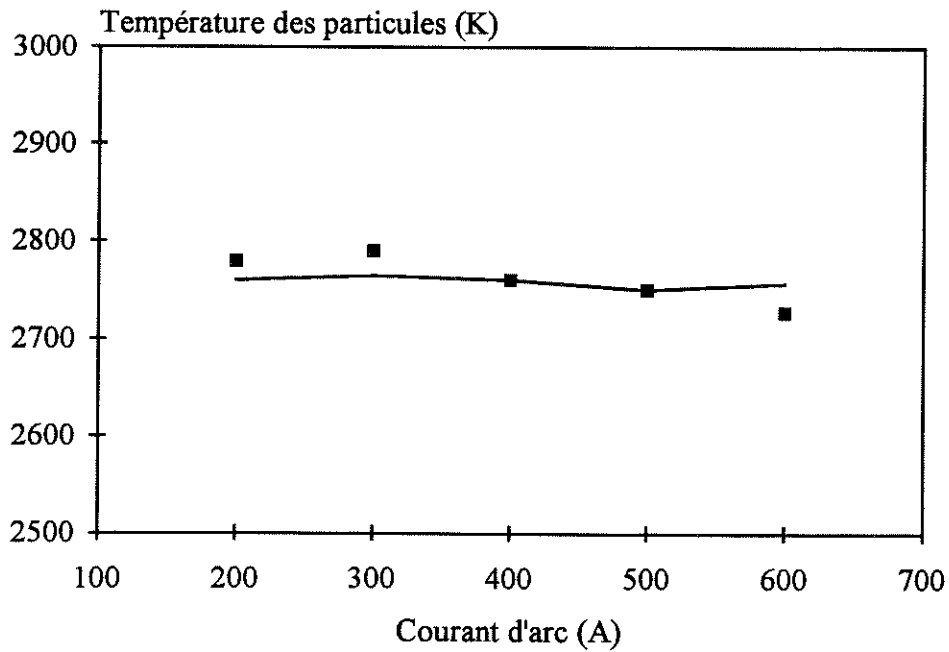


Figure I-9 : Evolution de la température de surface des particules d'alumine (-45+22.5 μm) en fonction du courant d'arc à 100 mm de la sortie de la tuyère et à 4.5 mm de l'axe de jet avec un plasma Ar/H₂ (45/15 NI/mim), tuyère de diamètre $\phi=7$ mm.

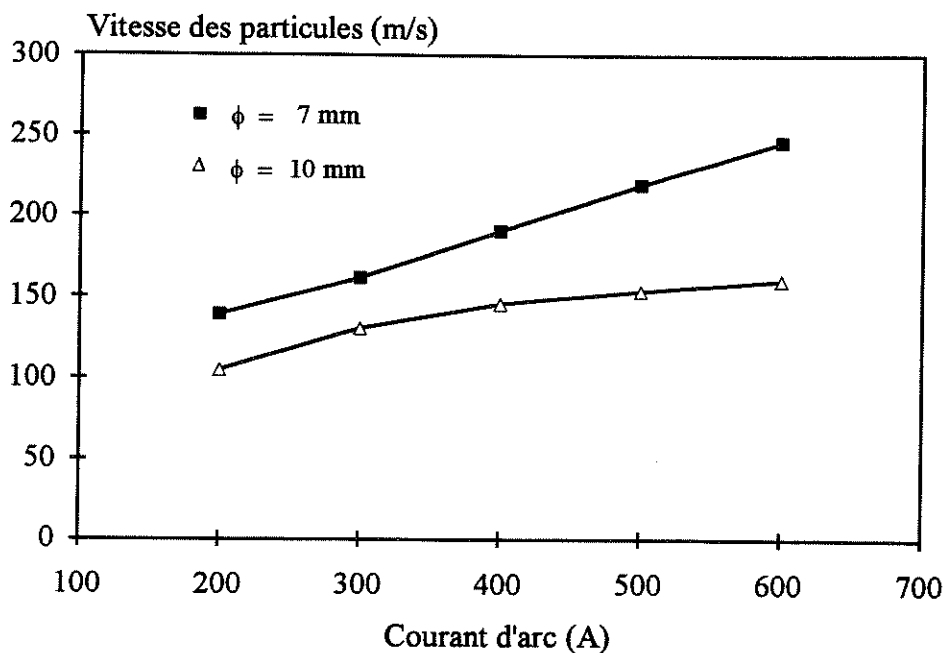


Figure I-10 : Evolution de la vitesse des particules d'alumine ($-45+22.5 \mu\text{m}$) avec le courant d'arc à 100 mm de la sortie de la tuyère et à 4.5 mm de l'axe de jet, plasma Ar/H₂ (45/15 NI/min), tuyère de diamètre 7 et 10 mm.

De la même façon, les figures I-9 et I-10 représentent l'évolution, à 100 mm de la sortie de la tuyère et à 4.5 mm de l'axe de la torche, de la température de surface et de la vitesse des particules en fonction de l'intensité de courant : on constate sur ces 4 figures qu'avec une dispersion de ± 300 K, même à 300 A, les particules sont fondues à l'impact sur la trajectoire moyenne. Le rôle principal du courant d'arc, comme cela a déjà été mentionné figure I-3 pour la vitesse du jet de plasma, est essentiellement d'accroître la vitesse des particules, ce courant joue aussi un rôle sur le diamètre du jet qui est environ 1.3 fois plus gros à 600 A qu'à 300 A, ce qui permet, comme le montrent les mesures de rendement de dépôt, d'accroître celui-ci lorsque I croît.

I-5 ECRASEMENT DES PARTICULES

Le contrôle de la fusion des particules et de leur écrasement sur le substrat peuvent être simplement réalisés par récupération des gouttes en fusion dans l'eau ou sur lame d'acier ou de verre [39].

La projection des poudres dans l'eau révèle leur état de fusion par leur sphéricité (en particulier lorsque l'on part de particules anguleuses comme celles utilisées dans ce travail), leur surfusion par une porosité intragranulaire visible en coupe ou éventuellement une distribution de taille des fines particules décalées vers des valeurs plus faibles que la

distribution initiale, ce qui est dû à l'explosion des particules (cas des poudres agglomérées) ou de leur vaporisation.

La technique des lames de verre ou d'acier disposées à la place du substrat permet de déterminer la forme des particules écrasées. Ces formes, à micro fissuration rayonnante pour les céramiques [40], varient selon les conditions de travail utilisées.

En effet, après avoir été fondues, totalement ou partiellement, et accélérées par le plasma, les particules, lors de leur impact, subissent d'abord une forte variation [40-42] d'énergie cinétique qui entraîne leur déformation et leur aplatissement sous forme de lamelles avec, au début, des vitesses de refroidissement de $5 \cdot 10^8$ à 10^6 K/s. Cette vitesse de solidification extrêmement rapide va déterminer non seulement la microstructure du dépôt, mais aussi sa structure cristalline en particulier pour les matériaux céramiques.

Les études théoriques de Kudinov et Madesjski [43-45], effectuées sur des particules écrasées sur un substrat plat, ont donné une bonne idée qualitative de l'écrasement des particules. La particule liquide se déforme en prenant une forme cylindrique avant qu'elle ne se solidifie. Le temps de déformation est estimé à 10^{-10} - 10^{-9} s par Kudinov. Notons que les récentes mesures effectuées au laboratoire avec des particules de zircone montrent que ce temps est en fait de l'ordre de 1 μ s [40]. La violence du choc génère des ondes de choc, qui se propagent dans la particule en sens inverse de l'écoulement de liquide, le modifiant notablement [46]. C'est pourquoi la forme des lamelles écrasées est dans la pratique très diverse, allant de particules à peine fondues et de forme quasi sphériques à des particules complètement éclatées, en passant par des disques presque parfaits [47].

La figure I-11 montre les formes des lamelles écrasée de l'alumine (+45-22.5 μ m) avec un mélange d'Ar-H₂) et une intensité de 600 A. Le rapport du diamètre de la lamelle D (supposé être un disque) au diamètre initial de la particule d (qui est une sphère lorsqu'elle est fondue) varie avec les conditions de tir. Pour l'alumine, d'après M. Vardelle [48], le rapport D/d est compris entre 3 et 7. Ce degré d'étalement dépend bien entendu de leur température et de leur vitesse à l'impact sur le substrat mais aussi, comme les résultats d'adhérence des dépôts que nous avons obtenus le laissaient supposer, de la température, de la nature et de la rugosité du substrat [49-50].

Des mesures récentes plus sophistiquées montrent qu'il est possible de connaître la température de surface d'une particule et sa vitesse avant son impact, sa température et l'évolution de son diamètre au moment de son écrasement et enfin l'évolution de sa température lors du refroidissement de la lamelle [41, 51, 53]. Etant donné la dispersion des trajectoires des particules et les différents traitements qu'elles ont subis avant l'impact, de telles mesures ne permettent que de déterminer des tendances pour leur degré

d'écrasement, leur temps d'écrasement, le temps et la température de refroidissement d'une lamelle (de la température d'impact à la limite de la détection du pyromètre bichromatique utilisé soit 2000 K).

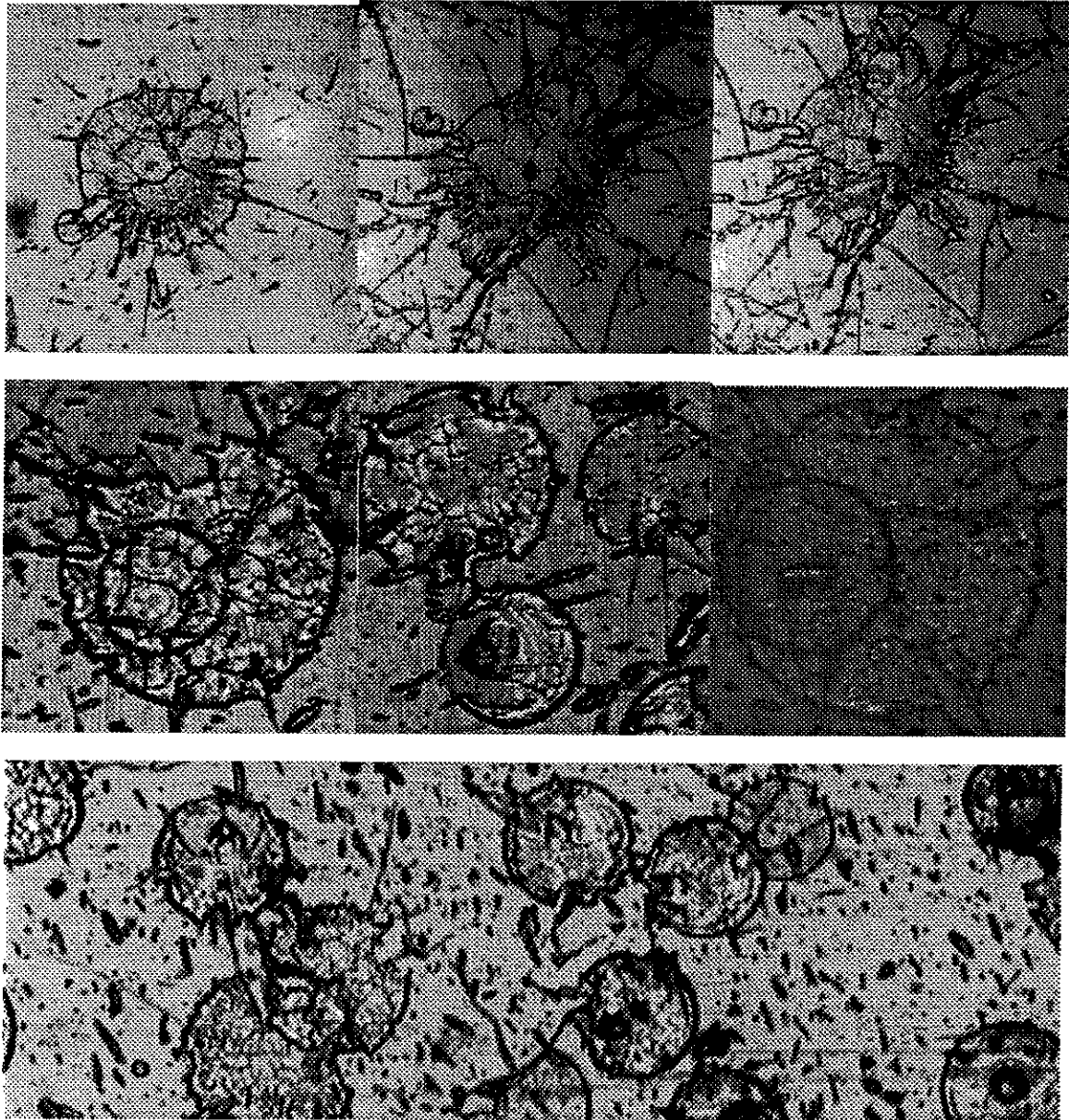


Figure I-11 : Formes des lamelles d'alumine projeté avec un mélange Ar-H₂, une intensité d'arc de 600 A et à une distance de 100 mm.

Par exemple, avec des particules de zircone (-45+22.5 μm) projetées sur un substrat plat d'acier froid (75°C) de rugosité (Ra<0.4 μm), l'évolution du degré d'écrasement en fonction de nombre de Reynolds de la particule au moment de l'impact [54] est en bon accord avec les résultats du travail théorique de Hamatani et al [55] ($\frac{D}{d} = 0.83 Re^{0.2}$, où Re est le Reynolds de la particule $Re = \frac{\rho \cdot v \cdot d}{\mu}$ avec ρ sa densité, v sa vitesse d'impact; d

son diamètre et μ sa viscosité) [55]. Par contre lorsque le substrat est chaud et plan et que les lamelles écrasées sont des disques presque parfaits [56], la formule de Madjeski caractérise assez bien l'écrasement ($\frac{D}{d} = 1.24 \text{ Re}^{0.2}$) [57].

Puisque μ varie comme $\exp(A/T)$, le degré d'écrasement des particules est plus sensible à la température (qui pour des particules de zircone (-45+22 μm) varie de 4300 à 2300°C) qu'à la vitesse des particules (comprise entre 100 et 260 m/s). De plus, le temps apparent d'écrasement et le temps de refroidissement des lamelles dépendent de la nature du substrat et décroissent lorsque l'épaisseur du dépôt croît [52], ce dernier point semblant être dû à la température plus élevée du substrat.

J. M. Houben, dans son étude [46, 58] portant sur des particules de molybdène s'écrasant sur un substrat froid, a montré l'importance de la température, de la vitesse et de la taille des particules lors de leur impact, ces paramètres contrôlant en fait le contact entre la surface du substrat ou des couches de matériaux déjà déposées et la lamelle résultant de l'écrasement de la particule. Ces contacts conditionnent les propriétés thermophysiques des dépôts obtenus. De plus, un paramètre qui est mal connu, à savoir la mouillabilité des particules avec leur substrat, joue un grand rôle dans le contact entre la lamelle et son substrat, et des résultats très différents d'adhérence ainsi que des formes des lamelles écrasées peuvent être obtenus en fonction de la température du substrat, comme l'ont montré les récents travaux au laboratoire [49, 50, 59, 60].

Enfin, lorsque le substrat s'oxyde à haute température (dépôt d'alumine sur de l'acier) l'adhésion des lamelles sur celui-ci devient aussi mauvaise que lorsque le tir est effectué sur un substrat froid [49, 50, 59, 60].

Les travaux effectués précédemment par Zaat [61], montrent qu'en fait l'adhésion sur un substrat plan non rugueux est soit de type liaison Van der Waals, qui implique un état de propreté de la surface impeccable, mais qui cependant, dans tous les cas, correspond à une liaison faible, soit de type diffusionnel si le substrat et le dépôt, alors en général métalliques, peuvent être maintenus à une température élevée pendant le tir, (par exemple 950°C pour un MCrAlY sur un superalliage), ce qui implique de projeter en atmosphère contrôlée, sinon sous vide partiel.

L'accrochage est donc essentiellement de type mécanique sur une surface rugueuse, si le substrat est maintenu à température ambiante ce qui ne permet pas un phénomène diffusionnel ni la formation d'un composé intermédiaire.

La rugosité de la surface joue deux rôles primordiaux : tout d'abord limiter l'étalement de la particule, puis assurer son accrochage purement mécanique lorsque la lamelle écrasée entoure le pic de rugosité adapté à sa taille (cf. figure I-12-a) et le serre lorsqu'elle se contracte lors du refroidissement.

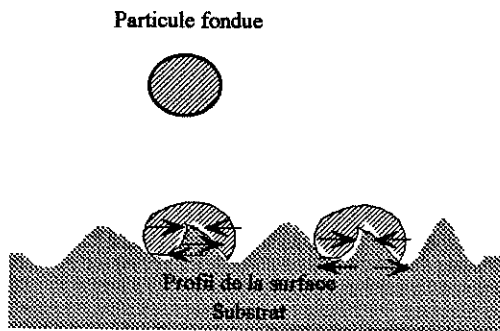


Figure I-12-a : Accrochage mécanique des particules sur les aspérités de surface.

Il est prouvé expérimentalement qu'à froid un matériau poli présente un degré faible d'adhésion. Par contre, celle-ci est d'autant meilleure que le matériau a une rugosité adaptée à la taille des particules.

En effet, pour des dépôts de Cr_2O_3 tirés à moins de 200°C , l'adhérence augmente avec la rugosité de surface [8] jusqu'à une certaine limite dépendant de la taille des lamelles. Toutefois, lorsque la rugosité de surface augmente, le risque d'inclusion des grains de sablage croît également, ce qui peut entraîner un mauvais accrochage [62].

Il convient donc que la rugosité soit adaptée à la taille des particules projetées, comme le montre la figure-I-12-b pour qu'il y ait une bonne adhérence [1]. Par exemple, un R_a de 7 à $13\ \mu\text{m}$ semble convenable à des particules de taille moyenne de $30\ \mu\text{m}$. Par contre, une telle rugosité ne convient pas à des particules de taille moyenne de $10\ \mu\text{m}$.

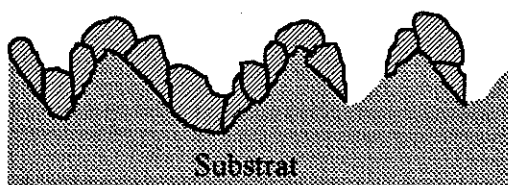


Figure I-12-b : Accrochage en fonction de la taille de la particule.

Nous voyons bien ici le rôle des particules liquides ou presque, au moment de l'impact, et celui du substrat dont la surface doit présenter une rugosité adaptée aux particules projetées. De plus, la surface doit être propre, non oxydée et sans graisse (ce qui diminue également la mouillabilité), afin d'assurer un contact direct entre le dépôt et son support et d'activer, si possible, les liaisons et les interactions qui peuvent améliorer l'adhérence. De plus, comme nous le verrons ultérieurement, il semble que si le substrat rugueux peut être

porté à une température de 300 à 500°C sans trop d'oxydation pour un substrat d'acier, les particules d'alumine sont capables de fondre l'aspérité et de promouvoir un accrochage diffusionnel.

Toutes ces études récentes permettent ainsi de mieux comprendre la génération du dépôt. Dans le chapitre-IV, nous reviendrons sur ces problèmes pour mieux cerner les mécanismes d'adhérence des particules à travers la rugosité et la température du substrat (via le préchauffage) sur la forme des lamelles écrasées et sur leur adhérence avec le substrat ou entre elles.

I-6 PREPARATION DU SUBSTRAT

Les techniques de préparation sont en général celles qui permettent de nettoyer les matériaux, et de modifier l'état géométrique de leur surface, pour qu'ils soient capables de subir avec succès les traitements qui leur sont imposés.

Selon les traitements envisagés, la marche à suivre pour leur préparation doit être étudiée cas par cas, car il n'existe pas de préparation valable dans tous les cas. En particulier, dans le cas de la projection des poudres d'alliage, de céramiques, voire des composites, par plasma thermique, l'état de la surface, à savoir son état physico-chimique et sa rugosité, jouent un rôle très important, notamment sur les propriétés d'adhérence des dépôts. Cette propriété est un critère de qualité important, car il est en effet inutile de réaliser un revêtement aux propriétés remarquables, si celui-ci n'adhère pas à son substrat.

La projection des matériaux par plasma thermique impose donc de réaliser une série d'opérations complémentaires et indispensables dans un ordre bien défini à savoir :

- i) Le dégraissage qui consiste à débarrasser la surface des films passivants et des graisses.
- ii) Le décapage mécanique appelé "sablage ou grenailage" qui permet la création d'un état de surface rugueux.
- iii) Un nettoyage complémentaire, pour éliminer les particules de sablage incluses et éliminer toute trace de graisse ultérieure (par exemple introduite par l'air de sablage), opérations que nous présentons dans cet ordre.

I-6-1 Nettoyage des matériaux avant sablage

C'est la première étape de la préparation des pièces destinées à être revêtues. Elle doit toujours avoir lieu quelques puissent être les traitements ultérieurs. En effet, elle a pour conséquence la destruction et l'élimination de la plupart des impuretés (graisses, inclusions superficielles, etc.) généralement responsables de la mauvaise tenue des revêtements. Les méthodes de dégraissage les plus employées en industrie et dans les laboratoires sont les suivantes [1, 63, 64] :

I-6-1-1 Dégraissage par immersion à froid

Les pièces sont plongées dans le solvant, le temps nécessaire à la dissolution des souillures grasses, puis égouttées et séchées au dessus de la surface du solvant. On peut également utiliser une cuve à ultrasons dans le but d'améliorer l'efficacité du traitement.

I-6-1-2 Dégraissage par immersion à chaud

C'est la même procédure que celle décrite précédemment, mais il faut prévoir en plus la consommation d'énergie pour le chauffage et l'eau pour le refroidissement. Ce procédé a l'avantage d'ajouter l'effet mécanique de l'ébullition du solvant, permettant ainsi le nettoyage des pièces très sales, et de formes complexes.

Cependant les conditions d'utilisation sont très sévères du fait de la toxicité des vapeurs du solvant.

I-6-1-3 Dégraissage en phase vapeur

Les substrats ou les pièces sont placés dans les vapeurs du solvant au dessus du liquide en ébullition. La condensation de la vapeur sur la surface de la pièce, relativement froide, provoque la dissolution et l'entraînement des huiles et graisses souillant les parois. Lorsque les pièces atteignent la température des vapeurs, elles peuvent être ressorties de la cuve, propres et sèches.

Cette méthode est destinée aux pièces de grande dimension et elle nécessite, comme pour la méthode précédente, beaucoup de mesures de sécurité.

Dans l'industrie, le cycle de dégraissage est effectué soit au trempé, soit à la vapeur, soit par combinaison des deux. La fin du cycle est très importante, car elle a pour but de permettre le séchage des pièces traitées pour ne pas entraîner de solvant (en phase vapeur) hors des appareils, à la fois pour des raisons d'économie et de sécurité.

Généralement, les solvants les plus souvent utilisés sont : l'acétone, le trichloréthylène, le trichloroéthane-111... Le choix du solvant dépend du cycle de dégraissage, donc des pièces à traiter, de l'état de la surface, de leurs dimensions, de leurs formes et plus particulièrement de la nature du métal à nettoyer.

D'autres méthodes sont assez similaires, telles que le décapage par des acides comme l'acide chlorhydrique. L'emploi de cet acide nécessite un rinçage très soigné du substrat de façon à contrôler l'attaque. Il est également important de choisir l'acide ou la base en fonction du substrat, afin de ne pas avoir de réaction chimique indésirable.

I-6-1-4 Utilisation des ultrasons

Cette méthode est un complément de l'utilisation d'un dégraissant à froid ou à chaud, de façon à combiner l'action des ultrasons et du solvant, elle est essentiellement utilisée pour les substrats poreux.

I-6-1-5 Technique utilisée

Au laboratoire, nous avons utilisé la méthode des ultrasons combinée à un solvant, le tétrachloroéthane-111, peu volatil, ininflammable, ne présentant pas de risque d'explosion dans des conditions normales d'utilisation, mais toxique.

I-7 CREATION DE LA ZONE D'ACCROCHAGE

Après le nettoyage des pièces, il est nécessaire de créer une rugosité en surface de la pièce à revêtir, afin de permettre aux particules en fusion ou à l'état pâteux de venir épouser les rugosités de la surface et de réaliser ainsi un bon accrochage mécanique. Outre la création d'une grande surface d'adhérence, la rugosité permet également de diminuer les contraintes résiduelles en empêchant leur addition par la séparation des lamelles, notamment pour les contraintes parallèles au substrat qui tendent à provoquer le décollement des dépôts.

Sur le plan industriel la rugosité des surfaces, en général, peut être obtenue par plusieurs moyens qui se différencient par la qualité, le coût d'équipement et le niveau de d'état de surface souhaité. Parmi les procédés, le plus utilisé est le sablage.

Le sablage se fait généralement à l'aide de particules d'abrasifs entraînées par de l'air sous pression et dirigées sur les substrats, créant ainsi, par un phénomène de compression locale, une surface rugueuse et propice à l'adhérence.

I-7-1 Systèmes de projection d'abrasif

Il existe plusieurs systèmes de sableuses sur le marché [63], mais les plus souvent utilisés sont :

- Ceux à dépression.
- Ceux à surpression.

I-7-1-2 Sableuse à dépression (ou Giffart)

Ce système utilise la formation d'un vide partiel créé à la sortie d'une trompe à air comprimé, vide qui aspire les grains stockés dans une enceinte ou dans une trémie. Ces grains sont alors projetés à travers une buse.

L'équipement d'une sableuse de ce type se compose :

- d'une enceinte, dont les faces internes exposées à la projection d'abrasifs sont protégées par des plaques, soit de caoutchouc butyle, soit de matière plastique
- d'un pistolet qui comporte en général : un corps moulé, sur lequel est raccordé latéralement le tuyau d'arrivée des grains aspirés, un injecteur d'air comprimé dans l'axe de projection raccordé au réseau d'air comprimé et une buse de projection de diamètre connu.

Afin d'éviter l'engorgement du tuyau de transport des grains, on dispose d'une entrée d'admission d'air induit au niveau de la prise de la charge. Cette entrée d'air se fait grâce à une tuyère qui permet le réglage d'air et le réglage du débit d'abrasifs. De plus, l'évacuation des poussières produites au cours du traitement est assurée grâce à un dispositif de dépoussiérage (cf. figure I-13).

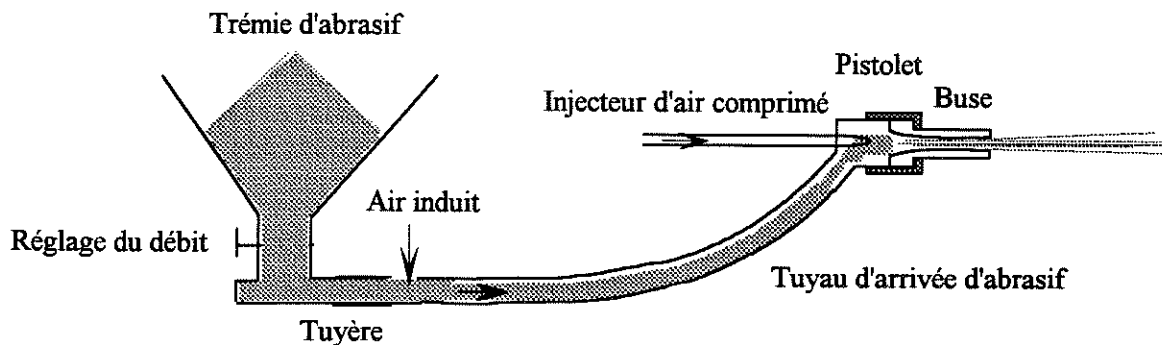


Figure I-13 : Principe de sablage avec le système de projection à dépression

Ce type de sablage a des débits d'abrasif 3 à 5 fois plus faibles que ceux obtenus avec une buse de même diamètre et une sableuse à surpression.

I-7-1-3 Systèmes à surpression

Le principe de ce système est différent; les grains d'abrasif ne sont plus aspirés pour être projetés par un pistolet. Les grains sont propulsés par de l'air comprimé dans un tuyau jusqu'à la buse, dans laquelle ils seront accélérés et projetés vers l'extérieur.

Les grains à projeter sont stockés dans un réservoir muni d'un clapet à sa partie supérieure qui se ferme par mise sous pression d'air comprimé, ce qui permet la coulée des grains d'abrasif pendant le sablage, jusqu'à l'épuisement de la charge contenue dans le réservoir. La réouverture du clapet avec la mise à la pression atmosphérique du réservoir permet son remplissage par l'abrasif utilisé (cf. figure I-14).

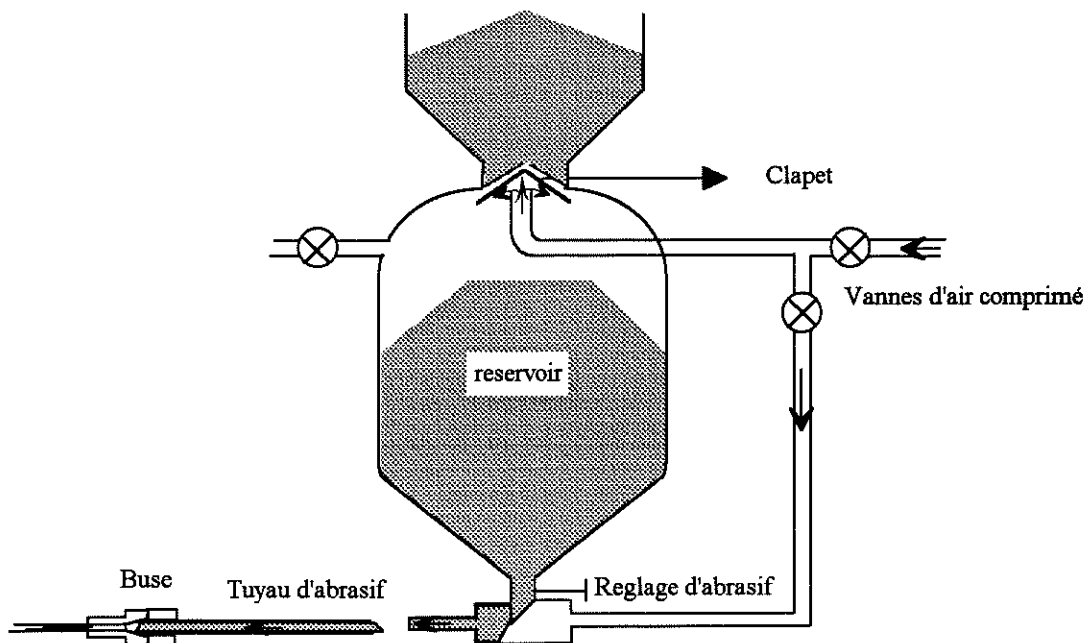


Figure I-14 : Principe du système de projection à surpression

Le mélange grains d'abrasif-air comprimé se fait à l'aide d'une tuyère, dont la forme peut varier selon le constructeur. Elle comporte, en général, un système permettant de faire varier le débit des grains. L'admission de l'air comprimé, dans le réservoir et dans le tuyau vecteur des grains, permet leur coulée libre par gravité. Il assure donc des grandes vitesses des grains et des débits importants d'abrasifs, avec une utilisation plus rentable de l'air comprimé. L'équipement, mis à part la cabine où les opérations de sablage ont lieu, comprend :

- l'enceinte de la sableuse ventilée, avec de plus une légère dépression par rapport à l'extérieur pour faciliter l'évacuation des poussières vers le système de dépoussiérage.

- les buses qui sont généralement caractérisées par leur forme interne, leurs dimensions, leur mode de fixation. Etant donnée l'abrasion intense à laquelle elles sont soumises, elles sont constituées de matériaux à haute résistance, c'est à dire des aciers à forte teneur en chrome et manganèse, voire des céramiques comme le carbure de tungstène ou le carbure de bore. Diverses formes de buses utilisées en projection sont données dans la références [63]. Sur la figure I-15, nous avons indiqué deux formes qui nous semblent les plus employées au niveau des laboratoires de projection thermiques.



Figure I-15 : Formes des buses de projection des abrasifs.

① Cylindrique
(ou conique)

②
Venturi

I-7-2 Principe de sablage

Les abrasifs sont poussés directement par la pression de l'air comprimé et la force d'impact d'une particule dépend de sa quantité de mouvement ($p=mv$), donc de sa masse et de sa vitesse.

La vitesse de la particule est régulée par la pression, le diamètre de la buse, la distance échantillon-substrat, alors que sa masse est fonction de la nature de l'abrasif et de sa taille.

Pour assurer un traitement de sablage, avec un bon rendement et un moindre coût, le choix de l'abrasif, des conditions de sablage et de recyclage de l'abrasif revêtent donc une grande importance.

I-7-3 Abrasifs utilisés pour le sablage

Les abrasifs se différencient par la matière, la forme et les dimensions des grains. Les particules les plus grosses ont une force d'impact plus importante. Il est par exemple intéressant d'utiliser une granulométrie assez élevée (#2 mm) pour obtenir un Ra élevé sur des substrats, dont les valeurs des propriétés mécaniques telles que la dureté et le module d'Young sont importantes, mais il convient aussi de se souvenir que des particules plus petites fournissent une surface beaucoup plus régulière (utilisable pour les dépôts de faible épaisseur) et que les grosses particules de céramiques se brisent beaucoup plus facilement que les petites.

La forme de ces abrasifs est en général ce qui fait la différence d'un traitement à un autre, car les marques imprimées par l'abrasif sur les surfaces des matériaux sont fortement liées à leur forme. On choisit de préférence des grains anguleux plutôt que sphériques, car ces derniers ont tendance à mater la surface plutôt qu'à la sabler.

Les abrasifs utilisés sont le plus souvent des particules dures et anguleuses d'arêtes irrégulières comme le corindon (Al_2O_3), la silice (SiO_2) ou parfois le carbure de silicium (SiC) pour les substrats d'acier ou les super alliages. Par contre, dans le cas de substrats moins durs, tels que le cuivre et l'aluminium, par exemple, des particules d'acier, de fer et de cuivre sont préférables. Quelques abrasifs types sont indiqués dans le tableau I-1.

Abrasifs	Naturel ou fabriqué	Comp. chimi principale	Forme des grains	Densité ρ (100 g/cc)	σ^* en % d'échéant	Dureté Rc
Acier trempé	Fab	Fer	Angul	765	0	100
Fer trempé	Fab	Fer	Angul	740	8	97
Al_2O_3 vierge	Fab	Al_2O_3	Cubique	380	24	76
Al_2O_3 recyclé	Fab	Al_2O_3	Cubique	376	34	66
Garnet	Nat.	Fer-Silice	Cubique	409	46	54
Laitier	Fab	$SiO_2-Al_2O_3$ -Fer	Cubique	279	61	39
Flintbrasive	Nat.	Silice	Angul	261	67	33
Silice	Nat.	Silice	Cubique	261	77	23
Silice	Nat.	Silice	Angul	263	90	10
SiC	Fab	SiC	Angul	281	57	43
Sable standard	Nat.	Silice	Angul	262	84	16

* pourcentage d'abrasif réduit à une taille inacceptable lors d'un test de sablage standard.

Tableau I-1 : Abrasifs utilisés pour le sablage des matériaux [1].

N° Des grains	F8	F10	F12	F14	F16	F20	F24	F30	F36	F46
mm	2.38	2	1.68	1.41	1.19	1	0.70	0.59	0.5	0.35
N° des grains	F54	F60	F70	F80	F90	F100	F120	F150	F180	F220
μm	290	252	212	178	150	126	106	89	75	63
N° des grains	F240	F280	F320	F360	F400	F500	F600	F800	F1000	F1200
μm	44.5	36.5	29.2	22.8	17.3	12.8	9.3	6.5	4.5	3.0

Tableau I-2 : Corindon CRISTALBA, diamètre moyen des grains FEPA (Fédération européenne des fabricants de produits abrasifs), 42-F-1984 relative à la granulométrie des abrasifs agglomérés. Pour les grains F8 à F220, cette norme est équivalente à la norme ANS (American National Standard).

L'étude récente effectuée sur le sablage d'un alliage à base de titane Ti-6Al-4V (% en pds) a conduit aux conclusions suivantes [65] :

- le type d'abrasif et la pression adaptée au type d'abrasif ont une influence marquée sur la rugosité (Ra) de la surface. Les auteurs ont aussi mis en évidence que la rugosité obtenue avec un abrasif d' Al_2O_3 est plus importante que celle obtenue avec un abrasif de SiC de même distribution de taille nominale, pour les mêmes conditions de sablage.

- pour les mêmes conditions de travail, l'abrasif (SiC) se brise en éclat au moment de l'impact et il s'use donc beaucoup plus vite que l'abrasif (Al_2O_3).

Leurs expériences les conduisent à des Ra similaires avec les deux abrasifs pour des conditions de sablage différentes et de plus, ils ont prouvé que l'abrasif Al_2O_3 fournit une meilleure adhérence d'un dépôt d'hydroxyapatite que lors d'un sablage avec du SiC, bien que les conditions de nettoyage soient les mêmes après le sablage. C'est donc peut-être la forme des irrégularités créées en surface de l'alliage de titane par l'abrasif Al_2O_3 qui génère cette différence notable de l'adhérence (cf. figure I-16 [65]).

Bardal [66, 67] et Apps [68] ont examiné l'effet de surface d'un acier sur l'adhérence des dépôts d'aluminium. Apps a remarqué que l'adhérence dépend de l'angle de sablage et plus particulièrement du type d'abrasif utilisé, alors que Bardal a montré que l'adhérence de l'aluminium est liée directement au nettoyage du substrat et au produit de l'aire ($n^\circ \times Ra$) créée par la rugosité (Ra), n étant le nombre de pics et qu'elle ne dépend ni du (Ra) ni de (n) seuls.

Dans tous les cas, il est préférable d'utiliser les abrasifs céramiques, car ils donnent un état plus rugueux, mais il est clair [8, 62, 65, 69] que l'abrasif d'alumine fournit un bien meilleur accrochage que les autres.

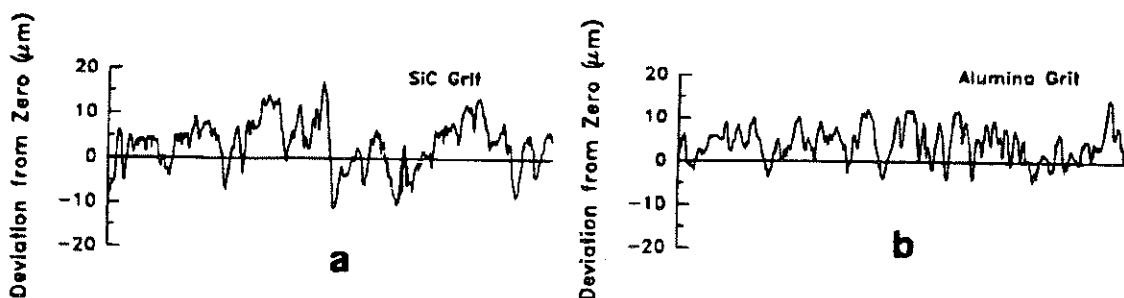


Figure I-16 : Profils de surface d'un alliage (Ti-6Al-4V) sablé avec deux abrasifs de même distribution de taille. a) SiC, b) Al_2O_3 [65].

I-7-4 Conditions de sablage

Outre le type d'abrasif, sa distribution, sa taille et sa forme, les conditions de sablage jouent également un rôle important sur le rendement de sablage (le coût et l'usure de l'abrasif doivent être minimisés) et sur la rugosité de la surface des matériaux à sabler. Les paramètres de sablage doivent être optimisés en fonction du choix de l'abrasif et du matériau à sabler et plus particulièrement de la méthode de projection.

D'après [62, 65, 68, 70, 100], on distingue parmi les paramètres de sablage :

- l'ouverture de la buse de projection d'abrasif.
- la distance de projection.
- l'angle d'inclinaison de la buse par rapport à la normale de la surface à sabler.
- la pression de l'air comprimé.
- la durée du traitement.
- la nature de l'abrasif, sa granulométrie, sa distribution de taille, et son recyclage.

I-7-4-1 Ouverture de la buse

En général, la buse et son ouverture sont choisies en fonction du type d'abrasif et de sa distribution de taille. Plus l'ouverture de la buse est grande, plus on a une grande divergence du faisceau des particules, et plus on couvre la surface. Les débits d'abrasifs ou de grenaille récupérés ainsi que les débits d'air à vide mesurés à la sortie d'une buse, à une pression donnée, augmentent presque proportionnellement à la surface de passage de la buse [71]. Il convient donc de tenir compte de son usure qui peut être rapide et faire varier considérablement son diamètre au cours du temps.

Les buses, en particulier leur formes, leur dimensions et leur nature, dépendent du système de projection (dépression, surpression), du but de décapage, du type d'abrasif, de sa granulométrie, et de sa distribution de taille. Pour les abrasifs céramiques, les buses en carbure de bore sont les plus utilisées, et elles ont un diamètre interne qui varie entre 6 et 10 mm.

I-7-4-2 Distance buse-échantillon

Compte-rendu des débits d'abrasifs soufflés, la distance de travail doit être limitée et elle est estimée devoir varier dans un intervalle de 50 mm à 250 mm. Etant donnée la concentration des particules au moment de l'impact, la limite inférieure permet d'éviter les

collisions et les rencontres probables entre les grains incidents et ceux réfléchis par la surface, ce qui d'une part, limite le traitement de la surface sablée et d'autre part, augmente l'usure de l'abrasif par fatigue. De plus, le taux de recouvrement de la surface sablée diminue notablement du fait de la faible divergence du faisceau d'abrasif. Par contre, au delà de 300 mm, les vitesses acquises sont sensiblement réduites et ne permettent donc plus de réaliser un traitement efficace de la surface.

D.M. Karpinos et al [71] ont étudié l'effet de la distance de sablage à l'aide de billes de fer de distribution de taille 0,4-0,75 mm, sur un acier à faible quantité de carbone (non indiquée dans la publication) de dureté Brinnell d'environ 1,4 GPa, sur du cuivre de dureté Brinnell 0,4 GPa, et sur un alliage d'aluminium de dureté Brinnell d'environ 0,8 GPa, pour une distance de sablage variable. Leurs résultats montrent que l'augmentation de la distance de la sortie de la buse à la surface de l'échantillon permet un accroissement de R_z (μm) jusqu'à des distances de 100 à 500 mm, mais n'a pas le même effet sur le R_z d'un matériau à un autre.

Dans le même esprit, l'étude de Jan Wiggren [62], a porté sur le sablage de l'Inconel-718, à l'aide de l'abrasif Al_2O_3 -(60) c'est à dire $-420+177 \mu\text{m}$. Il a remarqué que la distance de sablage n'a pas d'effet sensible sur la rugosité et sur le résidu d'abrasif (incrûsté dans le substrat) jusqu'à une distance limite maximale au delà de laquelle la rugosité et le résidu tendent à décroître de par la diminution importante de l'énergie d'impact des particules contre le substrat. Il a montré également que cette limite maximale évolue avec la pression de travail (cf. figure I-17).

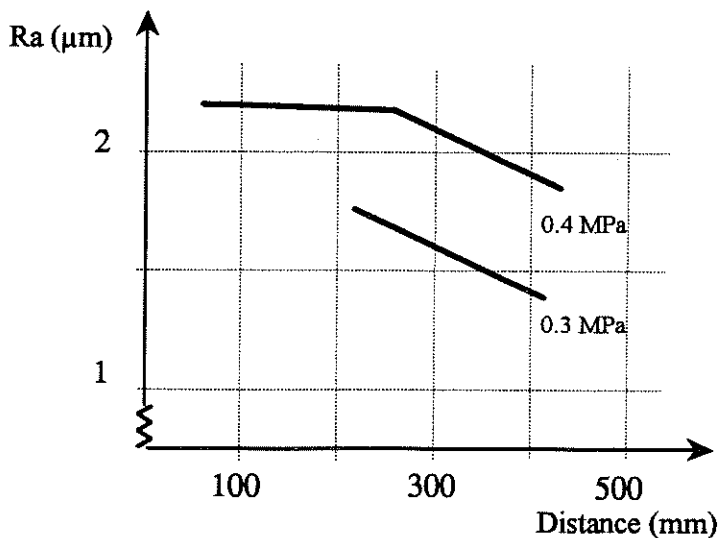


Figure I-17 : Rugosité de surface (Inconel-718) en fonction de la distance de sablage (angle de tir 45° , durée de sablage $2.7.10^{-3} \text{ a}^2\text{s}$ et débit d'abrasif de l'ordre 2 kg/min) [61]. a^2 étant l'aire de la surface sablée de l'échantillon analysé.

I-7-4-3 Angle de sablage

Ce paramètre est également important, car il influe sur le relief des irrégularités créées par l'abrasif en surface. Les angles inférieurs à 60° entraînent une rugosité beaucoup plus faible et un moins bon accrochage (mauvaise adhérence) que ceux compris entre 60° et 90°. La comparaison des résultats obtenus à partir des expériences de Jan Wiggren [62] effectuées avec des angles de tir respectivement de 45° et 90° sur l'Inconel-718, à l'aide de l'abrasif Al₂O₃-(60) de distribution de taille nominale, -420+177 μm, ont montré que l'angle de 90° assure à la fois une rugosité Ra de surface et un pourcentage d'abrasif incrusté en surface plus grands que lors du sablage avec un angle de 45° (cf. figure I-18).

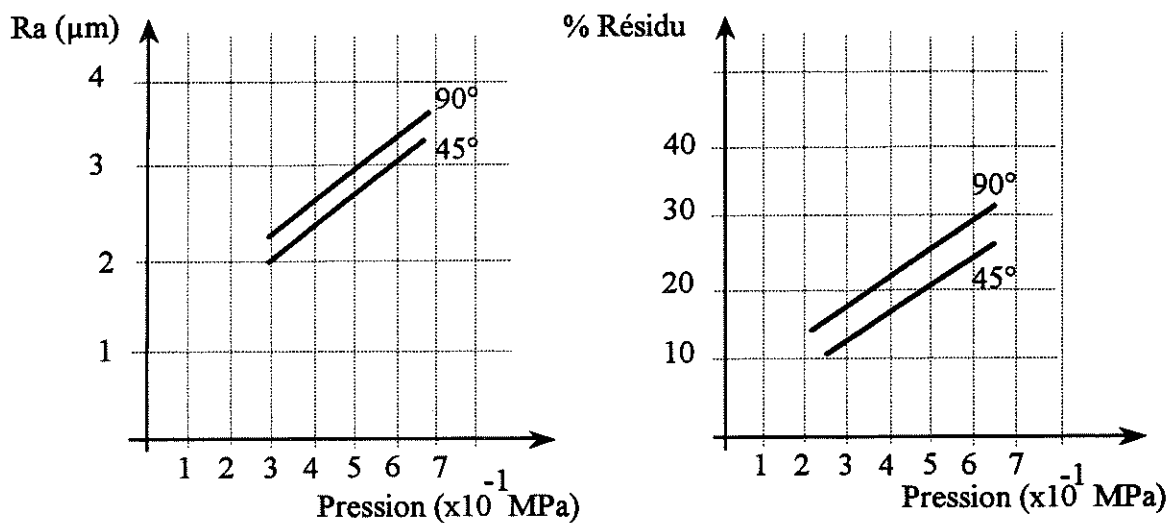


Figure I-18 : Influence de l'angle de sablage (45°, 90°) sur le Ra de surface (Inconel-718) et le résidu d'abrasif en alumine (60) pour différentes pressions de sablage, pour une durée de $3 \times 10^{-3} \text{ s}$, distance de 150 mm et un débit de 2 kg/min [62].

D'autres auteurs tel que Apps [70] ont également confirmé que l'angle de sablage influe sur l'adhérence des dépôts sablés avec des abrasifs métalliques. En ce qui concerne la nature des abrasifs, les abrasifs céramiques sont beaucoup moins sensibles à la variation d'angle que les abrasifs métalliques [1].

I-7-4-4 Pression de projection d'abrasifs

La pression de l'air de projection d'abrasif est conditionnée par le système de sablage. En effet le système à dépression nécessite des pressions plus élevées (dans un rapport de 2 à 3) que le système à surpression pour les mêmes conditions de quantité de mouvement de l'abrasif. De plus, pour une ouverture donnée de la buse et une sableuse de type donné, les débits d'abrasifs évoluent dans le même sens que la variation de la pression de projection [71].

La rugosité R_z (μm) de la surface des matériaux s'accroît avec l'augmentation de la pression d'air comprimé. Par exemple, pour un substrat en cuivre, elle peut varier entre 20 et 30 μm , contre 10 à 25 μm pour l'acier, et de 15 à 28 μm pour l'aluminium, lorsque la pression varie de 0,1 à 0,5 MPa et ce, avec un abrasif de billes de Fer de distribution de taille 0,4-0,75 mm.

L'étude similaire conduite par Jan Wiggren [62] sur le sablage de l'Inconel-718 à l'aide de l'abrasif Al_2O_3 (-420+177 μm) a montré qu'une augmentation de la pression entraîne un effet proportionnel à la fois sur la rugosité et sur les restes d'abrasifs en surface du matériau. Les inclusions augmentent fortement avec le temps, alors que le R_a tend rapidement vers une limite. Cet effet est dû aux grandes énergies acquises par les particules d'abrasifs. Pour un type d'abrasif donné, à une distance et un angle de tir choisis, il est donc préférable de travailler à des pressions élevées, pendant des durées courtes, afin d'obtenir des rugosités importantes et une faible contamination de la surface par les restes des abrasifs.

En contre partie, le travail à des temps de sablage plus courts (difficiles à contrôler) et des vitesses de particules importantes (à forte pression) peut induire des contraintes résiduelles en compression sur une grande profondeur du matériau, des déformations indésirables de l'état de surface et une usure importante de l'abrasif et de la buse. Parallèlement, le rendement de sablage et la qualité de celui-ci dépendent de la pression d'air comprimé (cf figure I-19), de la distance et de l'ouverture de la buse. Celle-ci doit donc être optimisée en fonction de la taille et de la nature de l'abrasif, de la nature du substrat et de l'opération à effectuer et son érosion soigneusement contrôlée.

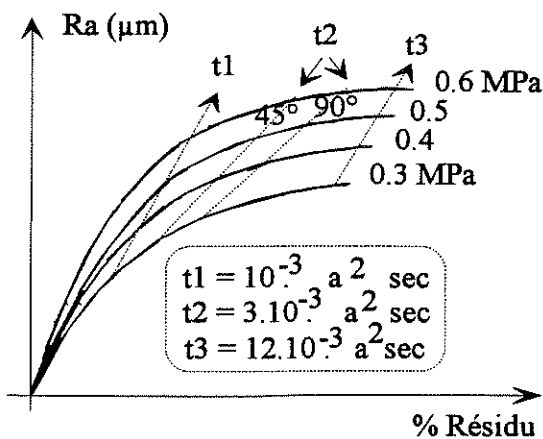


Figure I-19 : Corrélation entre le R_a de surface (Inconel-718) et l'abrasif incrusté en fonction de la pression, de l'angle de sablage et de la durée du sablage [62].

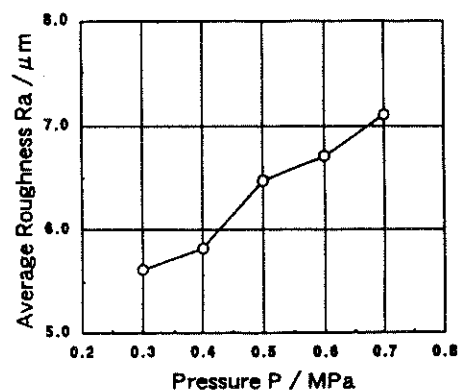


Figure I-20-a : Evolution de R_a en fonction de la pression de l'air comprimé, $t=105$ s, $d=10$ mm, $\alpha=90^\circ$, Abrasif Al_2O_3 [73].

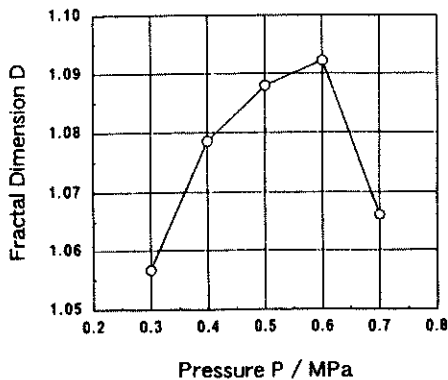


Figure I-20-b : Evolution de la dimension fractale en fonction de la pression dans les mêmes conditions que 20-a [73].

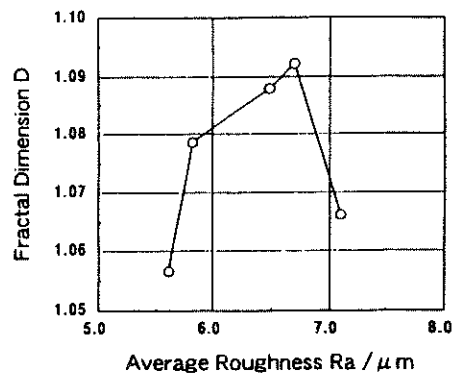


Figure I-20-c : Dimension en fonction de la rugosité Ra de surface en fonction de la pression dans les mêmes conditions que 20-a [73].

Les travaux récents de S. Amada [72, 73], qui portent sur le sablage et l'influence de la géométrie de la surface sablée sur l'adhérence, ont montré que la rugosité croît avec la pression de l'air comprimé (cf. figure I-20-a). Néanmoins, la dimension fractale croît avant de décroître, du fait que la durée est assez prolongée pour de fortes pressions (cf. figure I-20-b). Par ailleurs, comme le montre la figure I-20-c, la dimension fractale des surfaces sablées est indépendante de la rugosité de surface et aucune corrélation n'a été prouvée. Ces résultats révèlent aussi que l'adhérence des dépôts est liée à la dimension fractale plutôt qu'à la rugosité. L'adhérence est d'autant meilleure que la dimension fractale est grande.

I-7-4-5 Durée de l'opération du sablage

La durée du sablage dépend des dimensions des échantillons à sabler et elle doit être rigoureusement contrôlée. Elle affecte directement la qualité de l'état de surface. Par ailleurs, une fois que la surface est traitée, il est inutile de poursuivre le sablage. La rugosité du substrat n'évolue plus après un court laps de temps, correspondant par exemple à 2 ou 3 passages successifs de la buse devant la surface. Sur trois matériaux différents, du plus dur au moins dur, l'auteur [71] a remarqué que la rugosité Rz (µm) passe par un minimum, lorsque l'on accroît la durée du sablage. Cet effet est certainement dû au durcissement de la surface en profondeur et au matage des aspérités créées.

Jan Wiggren [62] a fait une approche théorique du temps de sablage, durée pendant laquelle une surface d'un matériau est exposée aux particules d'abrasifs :

$$t = \frac{3,2 \cdot a^2 \cdot N}{\pi \cdot \phi \cdot V_p}$$

a : rayon de la surface sablée (mm), N : nombre de passes, ϕ : diamètre d'impact pour un point fixe (mm), V_p : vitesse de déplacement de la buse (mm/s).

Ses résultats sur la rugosité Ra (μm) montrent que celle-ci augmente notablement dans les premières secondes de sablage, puis diminue légèrement ou demeure constante avec la durée de sablage (cf. figures I-21 et I-22). De même, ses mesures spectrométriques (Fluorescence R-X) montrent que le pourcentage de résidus d'abrasif en surface de matériaux sablés augmente avec le prolongement du sablage. Ces inconvénients doivent être évités par un bon contrôle de la durée de sablage, afin de le rendre moins coûteux en limitant l'usure de l'abrasif et en évitant une texture indésirable des surfaces sablées.

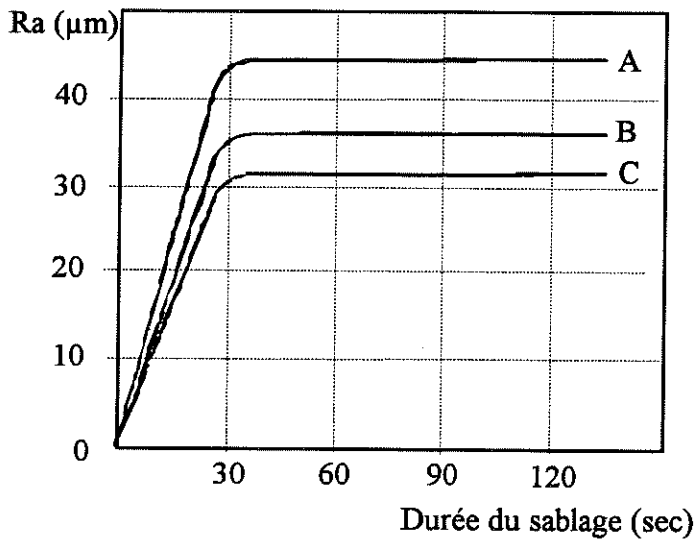


Figure I-21 : Ra de surface d'un alliage de titane sablé avec du corindon, en fonction de la durée du sablage pour différentes pressions. A) 0.5 MPa, B) 0.3 MPa, C) 0.2 MPa [69].

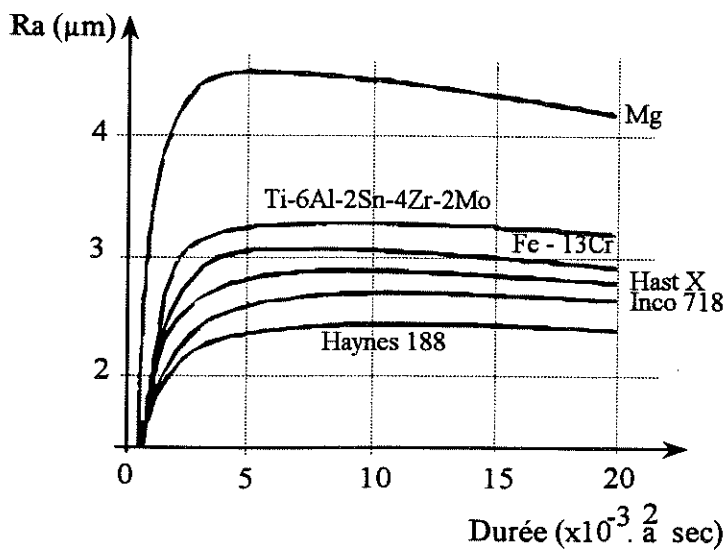


Figure I-22 : Ra de surface de différents matériaux en fonction de la durée du sablage, avec un angle de 45°, à une distance de 150 mm, une pression de 0.4 MPa et un débit de 2 kg/min [62].

I-7-4-6 Recyclage des abrasifs

Quelles que soient la nature de l'abrasif utilisé et les conditions envisagées, la granulométrie de cet abrasif diminue très rapidement à l'usage (cf. tableau I-3 [1]). Il est donc nécessaire de suivre son évolution. Le recyclage peut se faire mais, lorsque la modification globale de la distribution de taille est de 20% par rapport aux conditions de départ, il faut procéder à un changement d'abrasif. Les abrasifs céramiques durs et fragiles s'usent dix fois plus vite que les abrasifs métalliques et il est important de les dépoussiérer, de les nettoyer, de les régénérer fréquemment et de les changer quand cela est nécessaire.

A titre d'exemple, la comparaison de deux abrasifs de même distribution de taille, un d'alumine, l'autre de carbure de silicium, montre que ce dernier s'use beaucoup plus vite que l'alumine pour une même durée de sablage de 2 minutes (cf. figure I-23) [65].

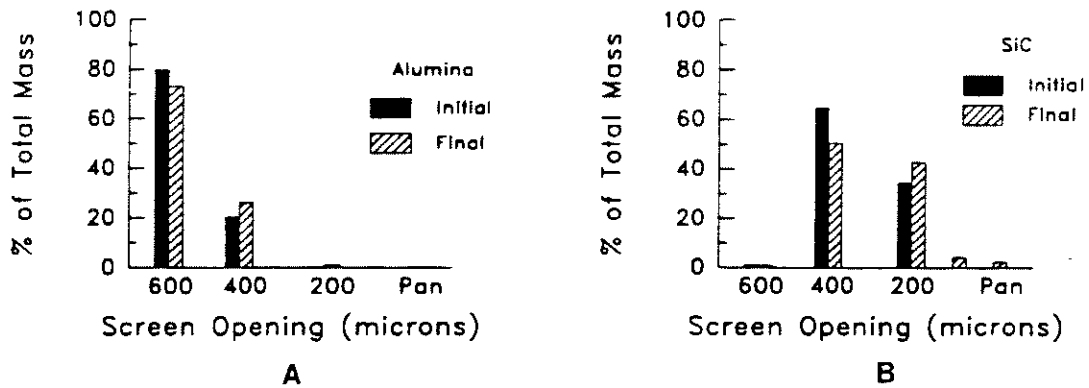


Figure I-23 : Usure des abrasifs après 2 minutes d'usage a) Al_2O_3 , b) SiC [65].

En industrie, les systèmes de sablage sont équipés de systèmes d'épuration d'abrasifs, ce qui permet un recyclage et des états de surface semblables. Le tableau I-3 donne ainsi une idée du nombre de cycles que peuvent subir différents abrasifs.

Matériau	Nb de recyclages possibles
Alumine	10
Fer trempé	15
Acier	100
Garnet	7

Tableau I-3 : Durée de vie de quelques abrasifs [1].

I-7-4-7 Nettoyage après sablage et avant projection

Lorsque la surface est préparée, il est important de la nettoyer avant la projection. Les méthodes de nettoyage sont les mêmes que celles évoquées au début de ce paragraphe, et ont pour but essentiel d'enlever les poussières et les particules d'abrasifs incrustées dans le substrat. Le nettoyage à l'air comprimé, suivi d'un traitement aux ultrasons dans un bain de solvant compatible avec la nature du substrat, est la procédure la plus utilisée. Par ailleurs, toute contamination de la surface par les inclusions d'abrasifs ou par un film passivant avant projection a un effet négatif sur l'adhérence des dépôts, et plus particulièrement sur des dépôts exposés à de hautes températures ou fortement sollicités mécaniquement.

Certaines conditions de sablage telles que l'angle de sablage, la pression et la durée du traitement augmentent les inclusions d'abrasif dans les matériaux [62, 65] et le nettoyage correspondant doit être efficace. De plus C.F.C Baxter [74] a prouvé que lorsque la couche d'oxyde formée sur la surface préparée devient visible à l'oeil nu (l'acier bleuit), l'alumine projetée sur cet acier n'adhère plus. Il convient donc d'effectuer le tir sur la surface activée par le sablage dans un délai inférieur à 20 minutes [8].

Les auteurs de [65] ont comparé l'effet du nettoyage aux ultrasons en présence d'un détergent à celui de l'air comprimé à sec sur un matériau à base de titane (Ti-6Al-4V (% en pds)) sablé à l'aide de deux abrasifs différents Al_2O_3 et SiC, de même distribution de taille nominale (36). Ils ont alors montré que le nettoyage aux ultrasons est plus efficace que celui à air comprimé dans les deux cas (cf figure I-24). Par contre, l'adhérence d'un dépôt d'hydroxyapatite semble améliorée lors d'un nettoyage à l'air comprimé, comparé à un nettoyage aux ultrasons (cf. figure I-25). Cet effet est probablement dû à la formation d'un film passivant en surface du matériau par une réaction avec le détergent.

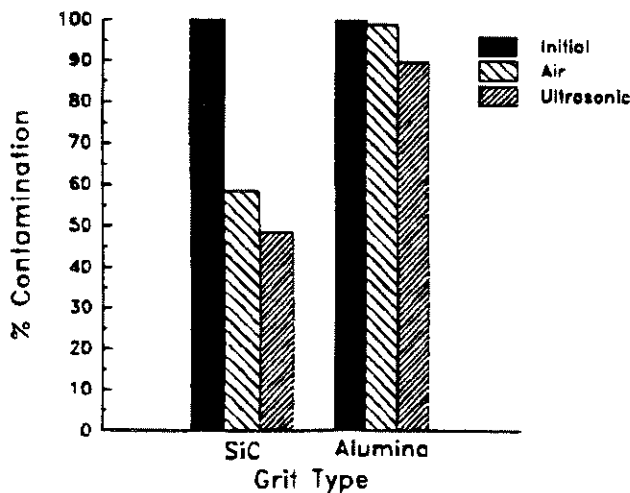


Figure I-24 : Influence des procédés de nettoyage sur l'abrasif incrusté en surface de (Ti-6Al-4V (% pds)) sablée dans les mêmes conditions. a) SiC, b) Al_2O_3 [65].

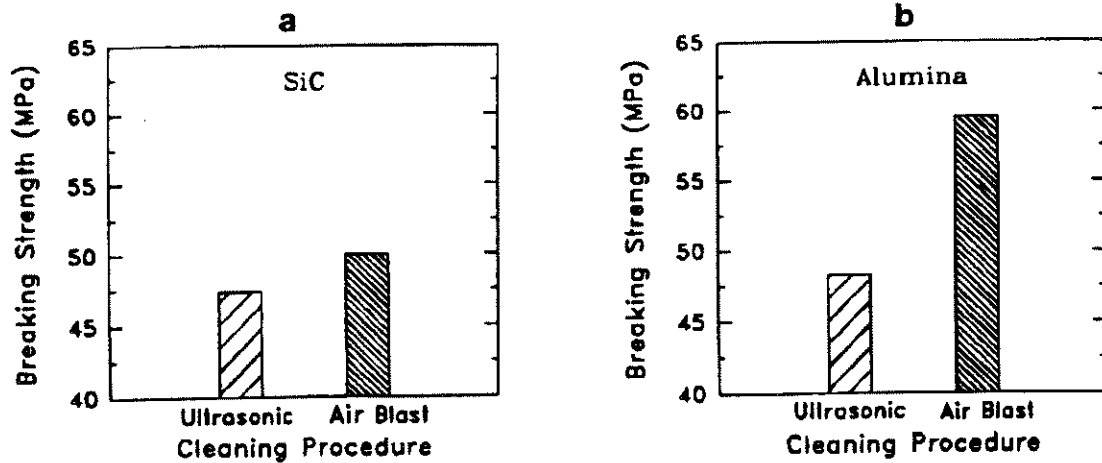


Figure I-25 : Influence de type d'abrasif et du nettoyage sur l'adhérence d'un dépôt d'hydroxyapatite projeté par plasma sur un alliage (Ti-6Al-4V) [65].

I-7-4-8 Nature des matériaux

Les conditions de sablage dépendent du matériau à sabler, principalement à travers ses propriétés mécaniques (en particulier sa dureté et son module d'Young). Ces paramètres conditionnent le choix du type d'abrasif ainsi que les conditions de sablage. Finalement, la méthode de nettoyage doit être adaptée à la nature du matériau à sabler, afin d'éviter une recontamination de la surface par des oxydes bien que ces derniers existent toujours sous forme de films très minces. Pour les matériaux les plus durs, il est conseillé d'utiliser les abrasifs céramiques, alors que les abrasifs métalliques sont bien adaptés aux matériaux les moins durs. Plus le matériau est dur, plus la rugosité de surface diminue, toutes conditions de sablage égales par ailleurs [71]. De même, plus le module d'Young du matériau s'accroît, plus la rugosité diminue. Cette bonne corrélation a été prouvée par J.Wiggren [62] (cf. figure I-26).

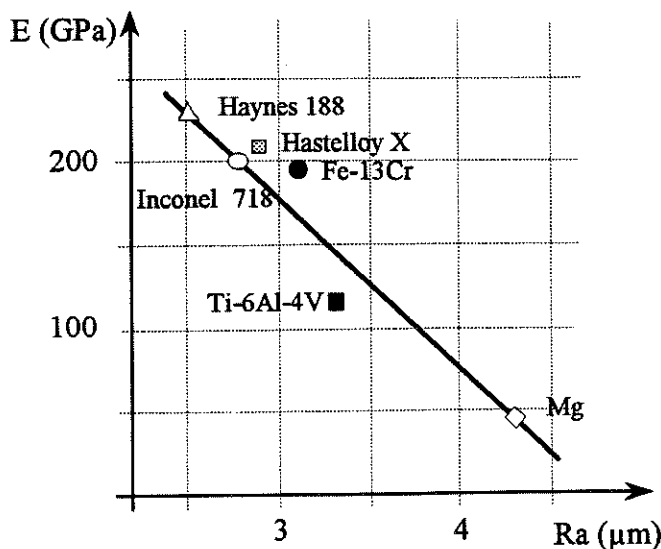


Figure I-26 : Corrélation entre les modules d'Young et la rugosité de différents matériaux pour les mêmes conditions de sablage [62].

I-8 CHAUFFAGE DU SUBSTRAT ET DU DEPOT

Les principaux paramètres qui participent à l'échauffement de l'ensemble dépôt-substrat sont les flux de chaleur provenant à la fois du plasma et des particules déposées.

Ces flux de chaleur dépendent de plusieurs paramètres : l'environnement du jet de plasma, les caractéristiques de la torche à plasma utilisée (diamètre de la tuyère, puissance électrique), du débit du gaz plasmagène et sa nature, de la distance de tir et du mode de refroidissement.

Dans divers laboratoires [75-77], comme à Limoges [78-81], des efforts ont été faits pour développer la conception de calorimètres destinés à la mesure des flux thermiques provenant du jet de plasma. Le principe de la mesure est basé sur un écoulement unidirectionnel de la chaleur dans l'élément de mesure protégé par un ou plusieurs anneaux de garde. Bien entendu, l'écart de température entre l'élément de mesure et le premier anneau de garde doit être aussi faible que possible (en principe nul), condition nécessaire pour garantir l'hypothèse d'un écoulement unidirectionnel.

Trois familles de fluxmètres ont été utilisées et réalisées dans des matériaux dont les caractéristiques thermoélectriques sont bien connues : le constantan, le platine, le chromel et enfin le cuivre.

- les capteurs à inertie (transitoire) qui permettent la détermination de la quantité de chaleur accumulée en fonction du temps. Pratiquement, lorsque l'épaisseur de l'élément de mesure est très faible, le flux thermique est obtenu directement par dérivation de la loi de température.

- les calorimètres à équilibre (isotherme) où l'équilibre se réalise entre le flux à mesurer entrant par la paroi "chaude" du capteur et le flux sortant par l'arrière, obtenu par circulation d'un fluide de refroidissement.

- les calorimètres où l'on mesure la température en deux ou trois points en transitoire et où l'on "remonte" au flux par une méthode inverse.

Les résultats cependant s'avèrent difficilement comparables du fait que les conditions expérimentales sont différentes : conception et utilisation limitée des capteurs, conception de la torche à plasma, diamètre de la tuyère, puissance électrique dissipée, gaz plasmagènes utilisés, distance de tir..., mais les résultats obtenus au laboratoire permettent au moins de décrire les tendances d'évolution du flux thermique en fonction des paramètres de projection.

I-8-1 Influence du gaz plasmagène

En accord avec les conductivités thermiques des différents gaz plasmagènes [20], et en dépit de la dilution du gaz plasma par l'air ambiant, le flux de chaleur mesuré sur l'axe de la torche est plus important avec le mélange Ar-H₂ (45/15 NI/min) qu'avec les autres gaz plasmagènes comme par exemple Ar-He (40/60 NI/min). Les valeurs les plus faibles sont obtenues avec l'argon pur [60 NI/min] [81].

I-8-2 Distance et puissance de la torche

Pour les conditions de tir utilisées (tuyère $\phi=7$ mm, Ar 45 NI/min, H₂ 15 NI/min), lorsque la distance de tir varie de 40 à 120 mm, le flux thermique maximal est considérablement réduit pour atteindre avec une puissance dissipée de 38 kW, seulement 2 MW/m² à 100 mm contre 12 MW/m² à 40 mm. A une distance fixée, le flux de chaleur mesuré est pratiquement proportionnel à la puissance électrique au rendement thermique de la torche, puis au rendement qui varie assez peu. Il croit avec cette dernière cf. figure I-27 d'après [80].

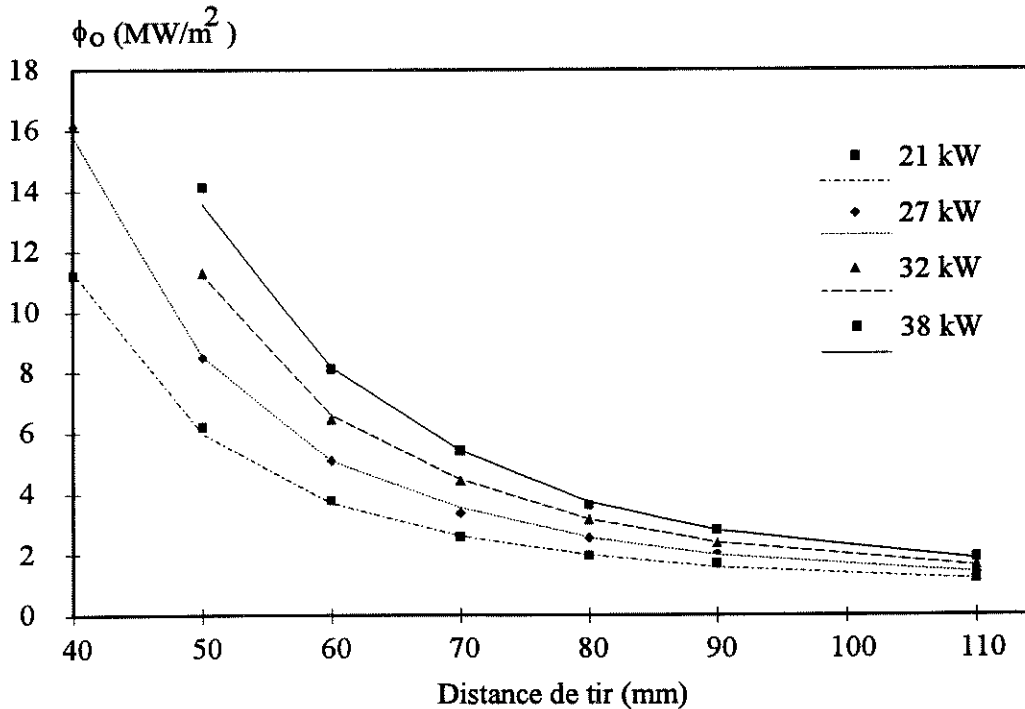


Figure I-27 : Evolution du flux thermique en fonction de la distance et de la puissance électrique de la torche ($\phi = 7$ mm), pour un mélange d'Ar-H₂ (45/15 NI/min) [80].

I-8-3 Influence de la poudre

Le flux de chaleur apporté par la poudre en général dépend du nombre de particules accrochées sur la cible. Il est donc en première approximation proportionnel au rendement pondéral de projection, ainsi qu'au débit massique de poudre injectée.

Lors de la projection de poudre d'alumine ($-45+22.5 \mu\text{m}$) avec un débit de 1 kg/h effectués à une distance de tir de 100 mm, avec un mélange Ar-H₂ (45/15 NI/min) le flux thermique est sensiblement égal au flux transmis à la cible par le plasma [80].

Etant donné que les flux de chaleur transmis à un substrat sont importants, en particulier à faibles distances de tir, il est indispensable de refroidir le substrat et le dépôt pendant le tir et de connaître l'évolution de la température du dépôt lors de la projection. Pour limiter l'échauffement du substrat, et garder le dépôt-substrat à des températures comprises entre 150°C et 550°C, des refroidissements à jets d'air comprimé sont généralement utilisés.

I-8-4 Barrière d'air comprimé

Ce mode de refroidissement assure une forte réduction des flux de chaleur du jet plasma. Il est assuré par une fente (de dimensions 13x1 mm²) placée orthogonalement au jet du plasma, souvent à de faibles distances du substrat (comprises entre 15 et 20 mm) pour que les particules ne soient pas trop décélérées avant l'impact, et trop refroidies lors de la traversée du jet d'air comprimé froid. Pour un débit de 35 Nm³/h, le flux maximum du jet de plasma (sans barrage) est réduit dans un facteur de 6 à une distance de 80 mm et dans un facteur de 5 à 100 mm (cf figure I-28). Ceci montre que la barrière assure un bon arrêt des gaz chauds qui arrivent au substrat.

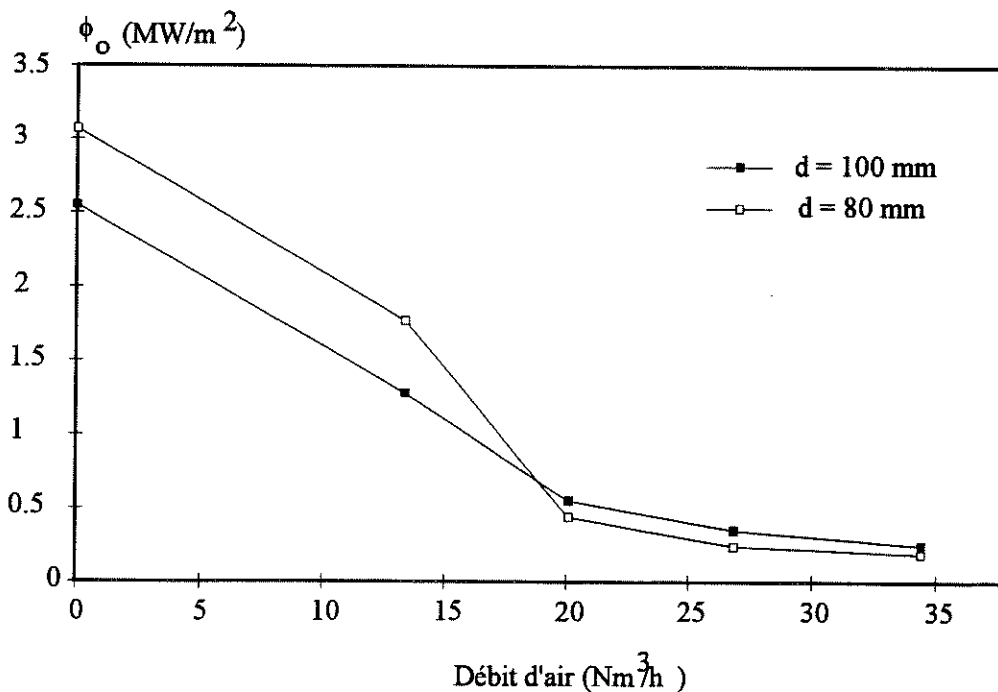


Figure I-28 : Influence du barrage d'air comprimé sur le flux reçue par la cible à une distance de 80 et de 100 mm de la torche ($\phi=7 \text{ mm}$), pour un mélange Ar-H₂ (45/15 NI/min) [80].

Si cette barrière d'air empêche l'échauffement du support lors de la réalisation du dépôt, elle a plusieurs effets sur la réalisation des dépôts. Lorsque les particules traversent cet écran, leurs températures de surface sont réduites de 300 à 400 K, ainsi que leur vitesse axiale de quelques dizaines de mètres par seconde. De plus, les particules les moins rapides passant en périphérie du jet sont éliminées, en particulier les plus fines [48, 82].

I-8-5 Soufflettes d'air comprimé dirigées sur la surface du dépôt

Le refroidissement des dépôts peut aussi être assuré par des jets d'air comprimés soufflés directement à l'aide des fentes sur la face avant du dépôt, mais du côté opposé au plasma lorsque le dépôt est effectué sur un cylindre (afin de ne pas refroidir les particules à l'impact). Souvent une ou plusieurs soufflettes sont utilisées et l'équilibre des échanges thermiques entre la chaleur apportée par le plasma et les particules et les flux évacués est atteint dans les premières secondes de la projection, si un préchauffage du substrat est effectué. Cet équilibre dépend de la complexité et de la géométrie du montage, de l'épaisseur du support-échantillons et des substrats utilisés.

La température moyenne de la surface du dépôt dépend de la façon dont sont évacués les gaz soufflés en surface, de la quantité d'air froid apportée (pression), des dimensions des fentes (vitesse du gaz à la sortie) et de leur positionnement par rapport à la torche et au substrat.

Ces études sur le mode de refroidissement, via le contrôle de la température de préchauffage, de celle des surfaces des dépôts pendant le tir, sont décrites dans le chapitre-III avec les avantages et les inconvénients relatifs à tel ou tel mode utilisation.

I-9 VITESSE RELATIVE TORCHE-SUBSTRAT

I-9-1 Chevauchement des cordons

La vitesse relative torche-substrat est l'un des paramètres qui intervient dans l'échauffement du substrat et la cohésion inter-cordons. La forme des cordons déposés peut être assimilée à celle d'une Gaussienne [81], dont sa hauteur (h) dépend du débit de la poudre, du rendement pondéral et de la vitesse de translation de la torche alors que sa largeur (L) dépend des conditions de projection (diamètre de la tuyère, intensité, mélange de gaz plasmagène), de la distribution de taille de la poudre, du diamètre interne de l'injecteur ...

La mesure des deux paramètres (h et L), qui caractérisent un cordon (cf. figure I-29), est obtenue en projetant sur un substrat immobile, la vitesse de déplacement de la torche étant par ailleurs connue (cf. figure I-30).

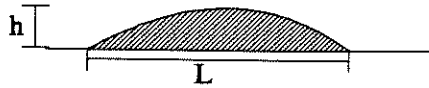


Figure I-29 : Coupe d'un cordon.

h : hauteur du cordon, L : largeur du cordon

En effet, pour un débit de poudre et un rendement pondéral connus, la hauteur diminue linéairement avec l'augmentation de la vitesse de translation de la torche.

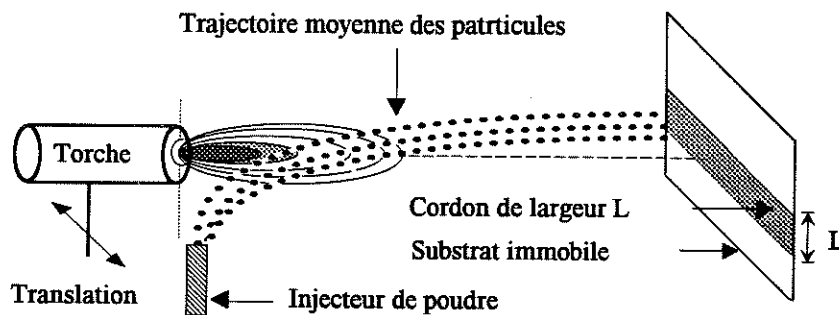


Figure I-30 : Largeur d'un cordon formé avec la torche mobile et la cible fixe.

Dans la pratique cependant, s'il est possible d'obtenir des vitesses de rotation élevées, les vitesses de translation des torches qui pèsent quelques kg sont limitées à 1 m/s. On est donc souvent dans une situation telle que, lorsque la pièce cylindrique (ou le porte échantillon) a un diamètre limité, le recouvrement des cordons varie de $1/10$ à 1 comme indiqué sur la figure I-31. Avec un recouvrement à 1 le cylindre a fait un tour complet lorsque la torche s'est déplacée de L . Avec un recouvrement de $1/10$, le tour est fait lorsque la torche s'est translaturée de $L/10$.

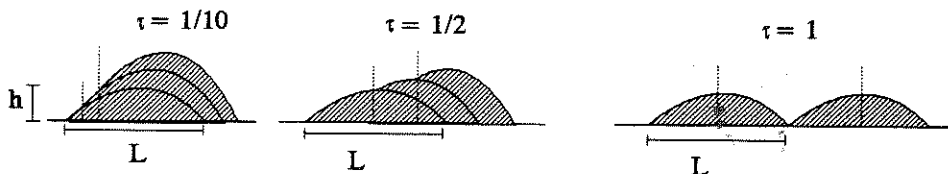


Figure I-31 : Exemple de recouvrement des cordons.

I-9-2 Ajustement de la vitesse de rotation

Pratiquement, afin d'ajuster la vitesse de rotation du substrat à celle de translation la torche pour avoir un recouvrement donné des cordons, nous avons effectué le calcul simple suivant :

Soit V_t la vitesse de la translation de la torche, L la largeur du cordon, et τ le taux de recouvrement, la torche doit se déplacer du pas $x = L \cdot \tau$ (τ étant un facteur sans unité compris entre 0 et 1), pendant que le substrat en rotation accomplit un tour complet.

Pour effectuer ce parcours R , la torche mettra une durée $t(s) = \frac{x}{V_t}$, correspondant également à celle d'un tour effectué par les échantillons. Ceci conduit à une fréquence angulaire de rotation $f(tr/s) = \frac{V_t}{L \cdot \tau}$ correspondant à une vitesse angulaire $\omega = 2\pi \cdot f$.

La vitesse (tangentielle) d'entraînement des échantillons fixés sur une circonférence de rayon r peut s'écrire $V_r(m/s) = r \cdot \omega$. En remplaçant ω par sa valeur dans l'expression liant la vitesse de translation à la vitesse de rotation, on obtient :

$$V_r = \frac{2\pi \cdot r \cdot V_t}{L \cdot \tau}$$

Par exemple, dans le cas présent où le rayon du porte échantillon utilisé est de 60 mm et la largeur du cordon L est de l'ordre de 12 mm, l'expression précédente redevient :

$$V_r = \frac{31.42 V_t}{\tau}$$

Remarquons donc qu'à une vitesse de translation de la torche donnée, la vitesse de rotation augmente, lorsque le taux de recouvrement des cordons τ diminue, alors que pour un taux de recouvrement fixé, la vitesse de translation conditionne celle de la rotation des échantillon.

Par exemple, pour une vitesse de translation V_t de 16 mm/s, et pour un cordon de largeur 12 mm, si l'on veut faire chevaucher les cordons avec un taux de recouvrement $\tau = \frac{1}{2}$, la vitesse linéaire de rotation correspondante est de l'ordre de 1 m/s. Le tableau I-4 donne quelques valeurs à titre d'exemple.

Pratiquement, pour un rendement pondéral donné (conditions de projection fixées, débits de poudres ...) et pour un taux de recouvrement choisi, un accroissement de la vitesse de translation de la torche doit engendrer à la fois une augmentation de la rotation des échantillons et principalement une diminution de la hauteur du cordon, donc un gradient thermique faible au sein du cordon, étant donné que le nombre de particules accrochées par unité de surface diminue. Le choix des conditions de projection, liées aux mouvements de la torche et les échantillons, dépend de la qualité du dépôt prévue.

V_t vitesse de translation de la torche (mm/s).	τ Taux de recouvrement des cordons (sans unité).	f fréquence de rotation des échantillons (tr/min).	V_r vitesse de rotation des échantillons (m/s).
16 mm/s	1/2	160	1.01
16 mm/s	1/10	800	5.03
26 mm/s	1/2	260	1.63
26 mm/s	1/10	1300	8.17

Tableau I-4 : Exemple du choix de recouvrements avec les vitesses liées aux mouvements de translation de la torche et de rotation des échantillons fixés sur un cylindre de diamètre $r=60$ mm et pour un cordon de largeur $L=12$ mm.

Il semble, pour les céramiques mauvaises conductrices de la chaleur, que pour des vitesses lentes, les contraintes thermiques importantes subsistent dans les cordons, (entraînant une fissuration inter-cordons). Celles-ci s'ajoutent aux contraintes de trempe des particules (qui conduisent à la fissuration des lamelles déposées). Il en résulte donc une hétérogénéité des propriétés du dépôt et un état de surface moins régulier. Mais par contre, l'échauffement (quantité de chaleur provenant à la fois de la poudre et le plasma) du substrat semble moins important, ce qui conduira probablement à une bonne adhérence du dépôt-substrat (oxydation moins importante de l'interface dépôt-substrat).

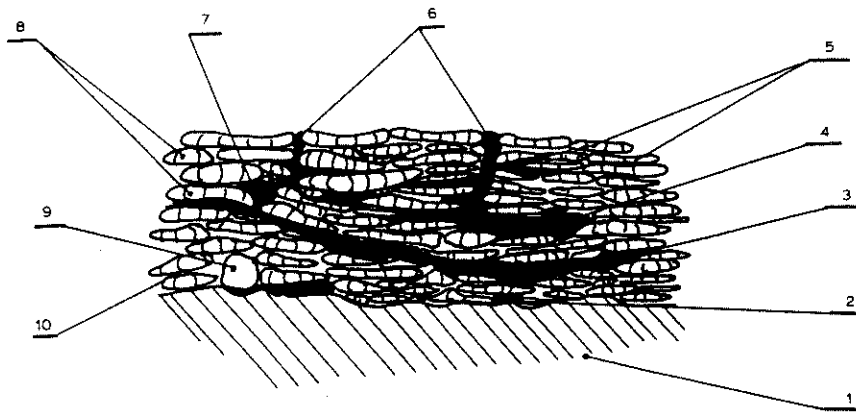
Il est donc important de corréler la vitesse de translation de la torche au débit de poudre projetée, à son rendement pondéral et enfin aux propriétés des dépôts. De telle vitesse doit conduire à une réduction d'oxydation du substrat.

A titre d'exemple, l'étude effectuée par D. Bernard [83], pour des dépôts de Zircoyt ($-60+10 \mu\text{m}$), projetés avec une torche Plasma-Tehnik avec une puissance de 40 kW, (80 V, 500 A, Ar-H₂ 70-15 NI/min), à une distance de 80 mm de la cible et avec un refroidissement en permanence sur la face avant du dépôt, montre qu'un recouvrement des cordons à $\tau=1/10$ provoque des macro-fissures dans le dépôt qu'avec un recouvrement égal à 1 ou 1/2. Ceci est dû probablement aux gradients thermiques induits aux seins des cordons et certainement à l'oxydation de l'interface pendant le tir (chauffage excessif du dépôt et du substrat).

Il est important de noter en conclusion que la translation de la torche, la rotation subie par les échantillons, le rendement pondéral et le refroidissement contrôlent la qualité du dépôt, car ces paramètres contrôlent l'oxydation de l'interface dépôt-substrat et conditionnent les variations thermiques périodiques et l'évolution de la température moyenne des dépôts en cours de tir.

I-10 MICROSTRUCTURE DES DEPOTS

Du fait de la manière dont les particules s'écrasent et s'étalent avant de se refroidir, parallèlement à la surface des substrats, les dépôts projetés par plasma ont en général une structure lamellaire, caractérisée par des micro et macro-fissures et des micro défauts formés par le contact incomplet entre les lamelles au cours de la projection, voire l'inclusion de particules mal ou non fondues (cf figure I-32). Par conséquent, leurs propriétés mécaniques sont plus faibles que celles des matériaux massifs. Cette microstructure souvent poreuse dépend des conditions de projection. On peut parler de la qualité du dépôt, mais cette notion est relative, étant donnée la grande variété des utilisations possibles. Par exemple, les revêtements doivent être denses, lorsqu'ils doivent résister à l'usure, mais doivent être poreux pour des utilisations en tant que barrières thermiques [84].



1- substrat, 2- défauts d'adhérence, 3- stratification due au passage de la torche, 4- stratification due à des contraintes résiduelles, 5- fissuration à l'intérieur d'une lamelle, 6- fissuration verticale et porosité ouverte, 7- porosité fermée, 8- grain fondu, 9- grain infondu, 10- inclusion d'air (gaz) entre les lamelles.

Figure I-32 : Microstructure d'un dépôt projeté par plasma avec différents défauts [85].

Généralement, les dépôts d'alumine sont en phase γ (souvent avec une fraction de quelques % de la phase α), du fait que son énergie libre de solidification ou de nucléation est inférieure à celle de la phase α [86-87].

Cette fraction de phase semble provenir : soit des grains de poudre non fondus complètement (noyau composé de la phase α) (cf figure I-33), soit des particules passant en périphérie du jet plasma et pas ou peu fondues, soit d'une transformation de la phase γ

successivement en δ , puis en θ et enfin en alumine α dans les zones chaudes du dépôt atteignant au moins 1100°C, suivant le cycle :

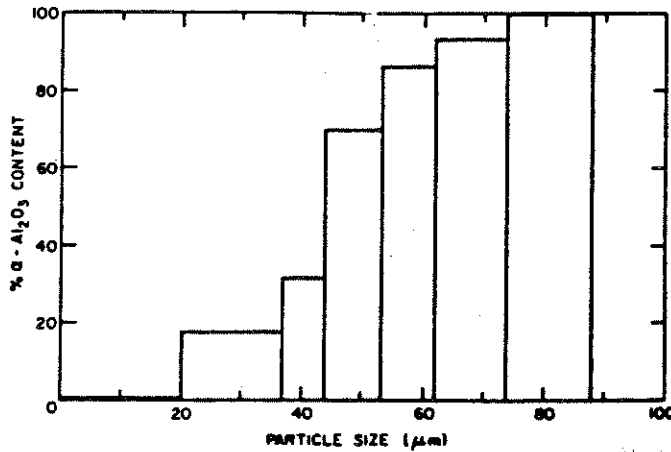
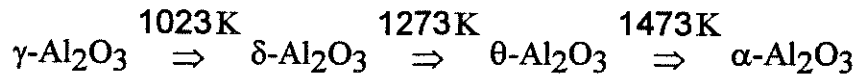


Figure I-33 : Evolution de la fraction de la phase α en fonction du diamètre des grains des particules d'alumine projetées dans l'eau [88].

I-11 POROSITE

Dans les dépôts projetés par plasma, la porosité est en général inférieure à 10% selon la nature du matériau et les conditions de projection [89]. Pour de nombreux usages, cette porosité doit être aussi réduite que possible, mais ce n'est pas toujours le cas. Par exemple, les revêtements résistant à l'usure ont besoin d'être denses [90], mais s'ils sont utilisés comme surfaces abrasives, ils doivent être fortement poreux [91].

Pratiquement, la porosité peut apparaître soit à l'issue d'un mauvais étalement des lamelles insuffisamment fondues, soit du fait des vides qui ne peuvent pas être remplis complètement (emprisonnement de l'air ou des gaz dans des poches) [2, 92].

Notons qu'à côté de ces phénomènes créant la porosité [93], existent également des micropores et des micro-fissures au sein des lamelles, d'une taille de l'ordre de dixièmes de microns en moyenne, dus aux faibles contacts inter lamellaires [94] (souvent limités à moins de 30% de la surface de la lamelle) et aux contraintes de trempe [95].

La porosité varie suivant plusieurs paramètres :

- la nature de la poudre, sa taille : par exemple des particules d'alumine de diamètres inférieurs à 30 μm , généralement complètement fondues, conduisent à des faibles porosités (quelques %).

- la puissance dissipée dans la torche qui doit être suffisante pour fondre si possible toutes les particules projetées.

- la distance de projection, qui doit être telle que les particules tombant sur le substrat soient toujours à l'état liquide. Par exemple, les dépôts réalisés avec la zircone partiellement stabilisée voient leur porosité augmenter de 4% à 7% lorsque la distance de tir varie de 80 à 160 mm [96]. En projetant de l'alumine (-48+16 μm) avec un plasma Ar-H₂ (35/11 Nl/min), (P=35 kW), Powlovski [93] a obtenu une porosité totale de 9% avec une distance torche-substrat de 90 mm et 11% pour 130 mm.

- la température du substrat avant tir qui doit être optimisée en fonction de la nature du substrat et sa rugosité, tout en évitant l'oxydation du substrat avant tir. Cette température assure un bon contact des lamelles aux substrats et aux lamelles déjà déposées tout en réduisant la porosité [49, 59] et en augmentant les propriétés des dépôts [97].

- les conditions de refroidissement du dépôt qui doivent contrôler la température du tir, tout en minimisant ainsi les contraintes résiduelles entraînant la fissuration [59].

- la vitesse relative torche substrat, qui conditionnent l'épaisseur des cordons et l'échauffement local du substrat, doit être optimisée de telle façon à assurer un bon contact inter-lamellaires (diminution de la porosité) et un échauffement moins important du substrat, échauffement qui peut entraîner une oxydation de l'interface dépôt-substrat par le passage des gaz chauds au travers le dépôt.

Les prétraitements à haute température des dépôts diminuent la porosité, mais ils engendrent ainsi des effets indésirables, (comme dans le cas des barrières thermiques qui voient leur conductivité thermique augmenter, ainsi que lors de leur usage à haute température [104]). Dans le cas d'alumine, la transformation de la phase γ en phase α au delà de 1000°C engendre des contraintes résiduelles dues à la contraction volumique. Les ajouts, par exemple à base de dioxyde de titane (quelques pourcents en poids), dans la poudre de départ d'alumine réduisent la porosité et assurent une forte densité et une bonne finition de la surface des dépôts [98].

I-12 ADHERENCE DES DEPOTS

La projection de céramiques par plasma pose de façon aiguë le problème de l'interaction céramique/substrat. L'adhérence entre un dépôt et un substrat se réalise par l'intermédiaire des points de contacts entre les lamelles écrasées et les aspérités de surface des substrats sablés [1, 2, 8, 65, 72, 73, 99, 100]. Toutefois, l'ensemble des liaisons

physico-chimiques pouvant s'établir à l'interface des deux corps en contact introduit plusieurs mécanismes qui peuvent être classés en 3 groupes majeurs [61, 101] :

- accrochage mécanique.
- accrochage métallique (métal-métal).
- accrochage chimique.

L'adhérence mécanique a été prouvée expérimentalement : un matériau poli présente un degré plus faible d'adhésion qu'un matériau sablé [99]. Cette adhérence augmente avec la rugosité et avec la propreté de la surface [8]. D'après S. Amada [73], l'adhérence mécanique est liée à la dimension fractale de la surface sablée plutôt qu'à la rugosité, elle est d'autant meilleure que la dimension fractale augmente (cf figures I-34 et I-35). Néanmoins, dans certains cas sans préchauffage du substrat, cet accrochage mécanique est bien limité par les gradients thermiques dans le dépôt et le substrat et par les contraintes dues aux différences dilatométriques qui se manifestent au cours du tir et au cours du refroidissement (cf chapitre-V). Cette adhérence s'améliore toutefois si une interdiffusion chimique se manifeste à l'interface [102].

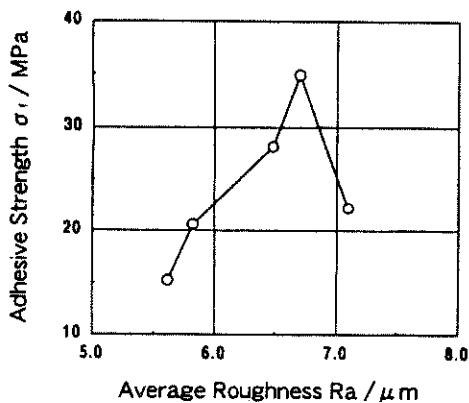


Figure I-34 : Adhérence en fonction de la rugosité [73].

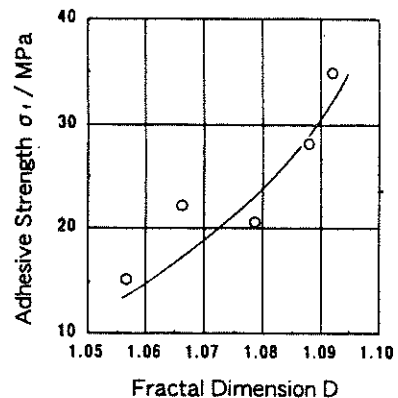


Figure I-35 : Adhérence en fonction de la dimension fractale du profil [73].

En effet, à température élevée (sans formation d'oxyde fragile à l'interface), le contact s'améliore aussi entre le dépôt et le substrat par les forces résultant des interactions moléculaires, par l'interdiffusion des atomes du substrat dans le dépôt et réciproquement ou par la formation d'un composé défini (non fragile), phénomènes mis en évidence dans le cas des métaux : diffusion de molybdène dans l'aluminium (probablement par fusion locale des aspérités de la surface du substrat d'aluminium par le molybdène) [105] et formation de

deux composés FeMo ou Fe₂Mo dans le cas de molybdène sur l'acier [47, 103] (l'effusivité de molybdène étant supérieure à celle de fer).

Dans le cas d'un couple céramique-métal, sans oxydation du substrat, ces phénomènes diffusionnel et réactionnel sont d'autant améliorés que l'effusivité du matériau projeté est supérieure à celle du substrat et que la durée du contact est plus élevée.

$$\sqrt{\kappa_c \cdot c_{p_c} \cdot \rho_c} > \sqrt{\kappa_s \cdot c_{p_s} \cdot \rho_s}$$

κ_c et κ_s : étant les conductivités thermiques de la céramique et du métal, c_{p_c} et c_{p_s} : les chaleurs spécifiques de la céramique et du métal. ρ_c et ρ_s : les densités de la céramique et du métal.

Une conductivité thermique élevée du matériau projeté et du substrat influence également la température du contact et apparemment l'adhérence du dépôt [104].

De nos jours, dans le cas du couple céramique-métal, ces mécanismes (diffusionnel et réactionnel) ne sont pas encore identifiés, mais dans certains cas, sous traitements thermiques à haute température le phénomène diffusionnel est observé [105].

Les études récentes ont montré qu'un préchauffage du substrat avant tir, sans oxydation du substrat, améliore de plus l'adhérence des céramiques sur les métaux ou sur les céramiques [49, 50, 59-60] (cf chapitre-IV). Ceci est bien confirmé par les travaux récents de M. Vardelle sur l'écrasement et la vitesse de trempe des particules. Dans tous les cas, un bon contrôle du préchauffage du substrat (température de contact résultant de la température atteinte au niveau de la couche sablée avant tir et celle provenant des particules) semble pouvoir aussi favoriser les phénomènes diffusionnels et réactionnels au niveau de l'interface, en particulier dans le cas de métal-métal.

Sans entrer dans le détail, en tenant compte toutefois des difficultés expérimentales, à considérer une phase liquide de céramique sur un métal, on se doit de tenir compte de l'importance de la mouillabilité dans les liaisons céramique-métal. En particulier, sur le plan pratique, les données de la mouillabilité permettent d'exclure les systèmes incompatibles et les conditions aboutissant à des liaisons inadaptées. Toutefois, l'adhésion entre deux corps est très complexe, ce phénomène requiert la compréhension et la maîtrise de la thermodynamique, de l'état structural et de la géométrie des interfaces.

I-13 METHODES D'EVALUATION DE L'ADHERENCE DES DEPOTS

L'adhérence entre deux matériaux, en l'occurrence du substrat et du revêtement, s'exprime comme la force ou l'énergie nécessaire pour rompre l'interface d'un couple donné. Plusieurs tests permettent la détermination plus au moins directe de cette force. Deux grandes méthodes se dégagent pour évaluer l'adhérence des dépôts :

- méthodes non destructives (qualitatives mais elles sont en voie de développement par le CETIM).
- méthodes destructives (quantitatives).

Si l'on veut accéder à des résultats quantitatifs, actuellement seules les méthodes destructives peuvent le permettre. Les principales et les plus souvent utilisées sont :

I-13-1 Test de traction

C'est une mesure quasi-directe de la force d'adhérence. Elle est déterminée par les tests standards. Un grand nombre d'essais doit être réalisé, compte tenu de la dispersion des mesures. Le dispositif le plus souvent utilisé est indiqué sur la figure I-36 [8, 106-109].

F (force appliquée)

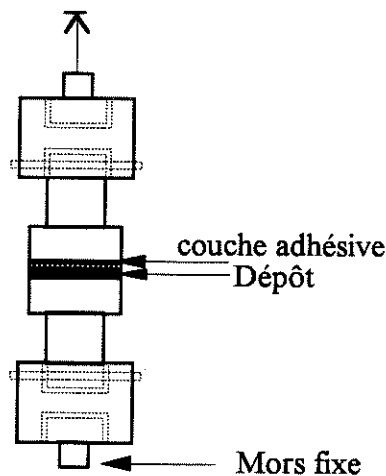


Figure I-36 : Auto-alignement des éprouvettes et l'échantillon (dépôt-substrat) [106].

Dans le cas de son application aux revêtements plasma, suivant la région où la rupture a lieu, il est nécessaire de différencier les ruptures cohésives qui se produisent au sein du revêtement des ruptures adhésives à l'interface et des ruptures adhésives/cohésives (cf chapitre-IV).

Le test consiste à soumettre un dépôt substrat par l'intermédiaire de deux éprouvettes collées de part et d'autre du dépôt et du substrat à une force à vitesse constante. La valeur d'adhérence σ_a est le rapport de la force maximale (F_m) atteinte à la rupture et de l'aire de la surface du dépôt (S), à la condition que la contrainte appliquée soit uniforme sur toute l'aire de la surface revêtue [73] :

$$\sigma_a = \frac{F_m}{S}$$

F_m : force de traction atteinte à la rupture,
 S : la section du dépôt.

Dans la pratique, ce test est avantageux par sa rapidité, mais un mauvais alignement de l'ensemble pourrait induire d'autres contraintes que la traction, telles que les contraintes de cisaillement. Par ailleurs, dans le cas de dépôts très poreux, il est difficile d'aboutir à des résultats rigoureux, du fait de la pénétration de la colle qui peut atteindre le substrat, ceci d'autant plus que l'épaisseur du dépôt est faible.

Pour s'affranchir du problème de collage, plusieurs configurations ont été réalisées. Comme le montre la configuration indiquée sur la figure I-37, à la contrainte de frottement s'ajoute une contrainte de cisaillement qui peut induire une rupture du dépôt à la périphérie du pion-matrice plutôt qu'à l'interface.

Le cisaillement peut être limité et le frottement est plus réduit en utilisant une partie conique au niveau de la zone de séparation pion-matrice (cf figure I-38) et par exemple une plaque métallique mince collée sur le dépôt [8, 109]. En effet, en plus du coût et des difficultés de préparation et d'usinage imposées (pion-matrice doit être du même métal), après sablage, on introduit des forces de frottement dont on vérifie qu'elles sont négligeables (par exemple $\alpha > 40^\circ$) et des contraintes résiduelles durant la projection (par le chauffage et le refroidissement) au voisinage du contact pion-matrice-dépôt par chauffage et par refroidissement.

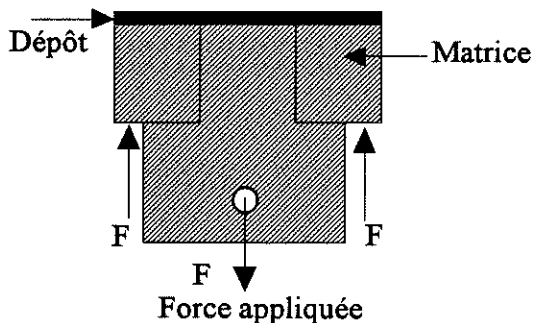


Figure I-37 : Configuration du substrat d'après Sharivker [110]

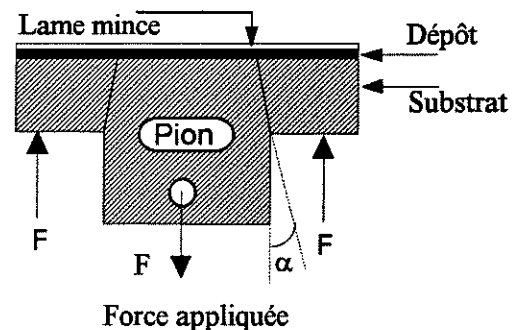


Figure I-38 : Configuration du substrat d'après [8, 109]

I-13-2 Test par essai de cisaillement

On distingue plusieurs configurations [1, 8, 109] permettant simplement d'estimer la contrainte de cisaillement : test simple, tige et anneau, anneau à serviette ...

La connaissance de la force maximale à la rupture et celle de l'aire de la surface de contact dépôt-substrat permettent d'accéder à la contrainte de cisaillement nécessaire au

décollement du dépôt. A titre d'exemple, le test simple indiqué sur la figure I-39 consiste à appliquer de part et d'autre des éprouvettes deux forces égales et opposées, la contrainte de cisaillement à la rupture est donnée par l'expression :

$$\tau = \frac{F_m}{S}$$

F_m : force atteinte à la rupture. S : aire de la surface de contact dépôt-substrat.

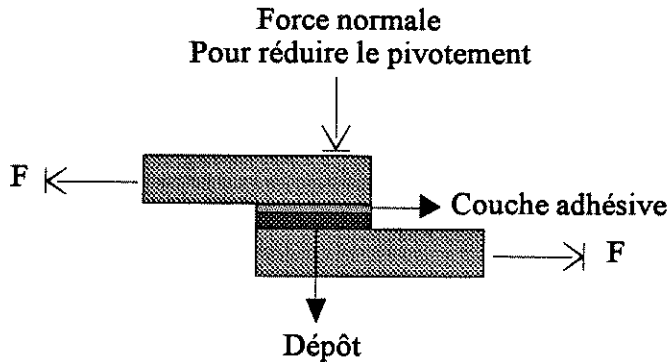


Figure I-39 : Test de cisaillement par forces opposées [109].

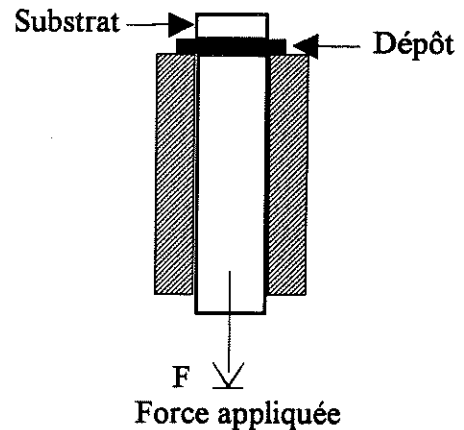


Figure I-40 : Tige et anneau [109].

Ce dispositif est contrarié d'une part par l'alignement difficile à réaliser et d'autre part par la difficulté à obtenir une contrainte uniforme sur toute l'aire du contact dépôt-substrat. Néanmoins, le cisaillement pur pourrait être aussi obtenu avec le test à tige et anneau (indiqué sur la figure I-40).

I-13-3 Test d'indentation

I-13-3-1 Indentation statique

L'étude par indentation est utilisée depuis que l'on s'est intéressé aux propriétés des matériaux, elle consiste à faire pénétrer un indenteur dans un échantillon perpendiculairement à la surface. Le chargement conduit à la création d'une impression rémanente à la surface et un tel contact est de type élastoplastique. On distingue 3 types de fissures produites par la charge : médiane, radiale et latérale.

La mesure quantitative de la liaison à l'interface dépôt-substrat K_C (sensible à l'état de contrainte dans la céramique) peut être fournie en développant un modèle approprié à l'extension de la fissure latérale [111]. Cette dernière se propage au niveau de l'interface sous certaine condition de charge et d'épaisseur du dépôt de la céramique. Toutefois, les

fissures médianes et radiales qui forment une fissure elliptique (modèle half-penny) permettent aussi la mesure de la ténacité du matériau [112].

Cette méthode est aussi limitée par l'état de surface, la longueur des fissures, la durée et la vitesse d'application de la charge ...

Les essais d'indentation fournissent les éléments de compréhension des mécanismes mis en jeu par des phénomènes très divers : corrosion, frottement ...

I-13-3-2 Test d'indentation interfaciale

Cette méthode consiste à appliquer une charge croissante à l'interface dépôt-substrat [112-113] au moyen d'un indenteur (Vickers, Knoop).

La charge est appliquée au dépôt jusqu'à la fissuration de l'interface dépôt substrat. Dès lors, on peut donc estimer la qualité d'adhérence des dépôts en terme de ténacité, en analysant le système de fissures formées et les déformations provoquées.

Ce test est ainsi sensible à la rugosité du substrat à l'interface qui augmente la résistance au cisaillement d'une part et d'autre part oriente ou s'oppose à la propagation des fissures induites par la charge appliquée. Dans le cas de sous couche métallique à l'interface céramique-substrat, la détermination de l'adhérence dépôt-sous-couche est plus fiable du fait de la réduction de la rugosité de cette interface [112]. De plus, les valeurs obtenues en terme de ténacité sont aussi influencées par les contraintes résiduelles de l'interface [112].

I-13-3-3 Test de la rayure

Celui-ci est destiné à estimer l'adhérence des dépôts minces et durs fortement adhérents. La surface du dépôt est rayée à l'aide d'un indenteur (pointe en diamant) sur lequel on applique une force constante ou croissante. L'adhérence (contrainte moyenne) est évaluée par la charge critique de frottement F_c pour laquelle apparaît une décohésion entre le dépôt et le substrat [114-115].

$$\sigma_a = \frac{4 \cdot F_c}{\pi \cdot d^2} \quad \text{et} \quad F_c = \frac{S}{\mu_c \cdot \nu_c} \sqrt{\frac{2 \cdot E_d \cdot W_c}{e_d}}$$

d : largeur de la rayure, S : section de la rayure, E_d : module d'Young du dépôt, W_c : travail correspondant à l'arrachement du dépôt, e_d : épaisseur du dépôt, μ_c : coefficient de frottement correspondant à F_c , ν_c : coefficient de Poisson de dépôt.

La morphologie de la fracture ou l'observation de l'écaillage est examinée par microscopie (optique ou électronique) et éventuellement par le suivi des émissions acoustiques qui accompagnent la charge de décohésion.

La charge critique F_c est influencée par de nombreux paramètres relatifs aux conditions d'essais et aux propriétés du dépôt et du substrat (Vitesse de montée en charge, vitesse de déplacement, rayon d'indenteur et son usure, les facteurs de frottement, module d'Young ...). Elle ne s'applique pas aux dépôts épais, mais il semble que celle-ci pourrait s'étendre à l'évaluation de l'adhésion lamelles (splats)-substrats.

I-14 Test basé sur les mécanismes de fracture

L'adhérence des dépôts peut être aussi abordée sous l'aspect mécanique de fracture. On peut évaluer la forme de l'extension de la fissure critique, l'énergie élastique libérée par unité de surface de la fissure créée (critère de Griffith) G_c et par extension le facteur d'intensité critique à l'interface K_C [116, 117]. L'adhérence est alors évaluée en terme de ténacité.

La procédure expérimentale est cependant basée sur le principe qui permet d'établir une condition d'équilibre entre l'énergie élastique de la force extérieure (définie par la géométrie de l'échantillon et la charge appliquée) et la propagation d'une fissure stable. Le critère d'équilibre d'énergie dérive du taux d'énergie de déformation G :

$$G = \frac{\partial(W - U)}{\partial A}$$

W étant le travail de la force extérieure (Joule), U l'énergie élastique stockée dans le système (Joule) et A l'aire de la surface de la fissure (m^2).

Le test le plus développé est le test de la courbure à 4 points, du fait qu'il permet en général d'étudier les propriétés mécaniques d'un revêtement [112, 118] et les déformations à la rupture par un suivi de fissuration par émission acoustique [112].

I-14-1 Méthode de courbure à 4 points

Une poutre revêtue d'un dépôt est soumise à une charge de part et d'autre de deux appuis internes entre lesquels la poutre est soumise à une contrainte constante (c'est à dire un moment de flexion constant entre les appuis) (cf figure I-41). Pour une réponse purement élastique le taux d'énergie de déformation G est donnée par [119] :

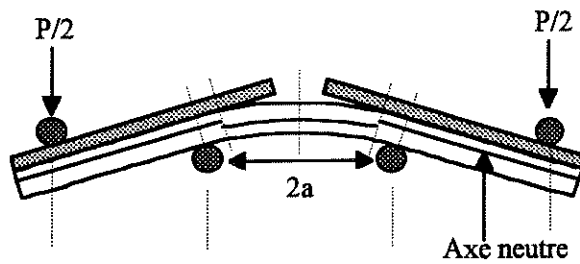


Figure I-41 : Test de courbure (ou de flexion) à 4 points.

$$G = \frac{p^2}{4 \cdot b} \frac{\partial C}{\partial a}$$

$P/2$: force appliquée nécessaire à l'extension d'une fissure (N), b : largeur de l'éprouvette (m), $2a$: longueur de la fissure, $\frac{\partial C}{\partial a}$: variation de la compléance en fonction de la longueur de la fissure (m/N^{-1}).

Lorsque G excède une valeur critique G_c , la défaillance du dépôt se produit par la propagation de la fissure, on évalue donc l'adhérence :

$$K_{1C} = \sqrt{\frac{E \cdot G_c}{1 - \nu^2}}$$

E : module d'Young (MPa), ν : coefficient de Poisson.

L'évaluation de K_{1C} suppose que le module d'Young, le coefficient de Poisson soient connus.

Pour des interfaces moins tenaces que le matériau de base, la fissure suit l'interface même si l'intensité de la contrainte à l'extrémité de la fissure n'est pas purement de Mode I (ouverture de fissure) et peut avoir un comportement de cisaillement de Mode II. Ce partage entre le mode I et le mode II est défini par $\text{tg}(\Psi) = \frac{K_{1C}(\text{II})}{K_{1C}(\text{I})}$ (rapport entre l'énergie par unité de surface en mode I ($\Psi=0^\circ$) et celui du mode II ($\Psi=90^\circ$)).

Le taux de croissance d'énergie de déformation G dépend de la géométrie de la charge et des propriétés élastiques des deux matériaux, il peut varier de façon importante avec l'angle Ψ [119-120]. Par exemple, dans le cas de double cantilever, Ψ peut varier de 0 à 5° et de 35 à 60° dans le cas de la courbure à 4 points. Les études récentes de S. J. Howard et al [119-120], ont montré que les contraintes résiduelles influent sur les valeurs du taux d'énergie de déformation du fait qu'elles interviennent à l'équilibre global d'énergie.

I-15 Test par ultrasons

Cette méthode consiste à envoyer une onde ultrasonore sur l'ensemble dépôt-substrat. Après que l'interface ait été traversée deux fois, l'analyse de l'intensité de l'écho réfléchi permet d'évaluer la qualité de l'adhérence [121, 122]. Le domaine des fréquences de travail

est compris entre 2 et 7 MHz et les expériences sont souvent effectuées en immersion sous l'eau.

Le parcours de toute la surface de la pièce selon deux axes, par des intervalles précis, permet de donner une information sur les défauts d'adhérence, grâce à des enregistrements des profils des échos et il est même possible de relever la forme des défauts de l'interface analysée à l'aide d'un traitement d'image [121]. Les résultats sont d'autant meilleurs que le substrat est mince.

Le test par ultrasons est une méthode comparative : l'adhérence est d'autant meilleure que l'intensité de l'écho de base réfléchi est forte (cf figure I-42). Une bonne corrélation a été obtenue entre cette méthode et celle de traction sur des dépôts de Ni-Cr projetés sur l'acier (cf figure I-43).

Les méthodes non destructives, basées essentiellement sur les analyses ultrasonores sont de plus en plus développées et sont en cours d'étude expérimentale (Communication privée de CETIM). Elles consistent à déceler des défauts d'adhérence au niveau de l'interface, voire dans les dépôts. Bien qu'actuellement elles ne permettent de donner qu'un résultat qualitatif, ces méthodes présentent un intérêt majeur et évident pour le contrôle en service des revêtements de pièces importantes.

Par cette brève description des techniques de mesures de l'adhérence du dépôt, il est important de conclure qu'il n'existe pas de test idéal comme test de mesures et les valeurs obtenues d'un tel test sont relatives.

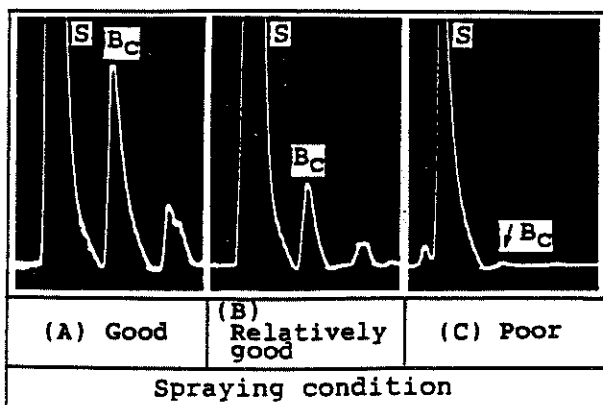


Figure I-42 : Différents échos de l'interface dépôt substrat [121].

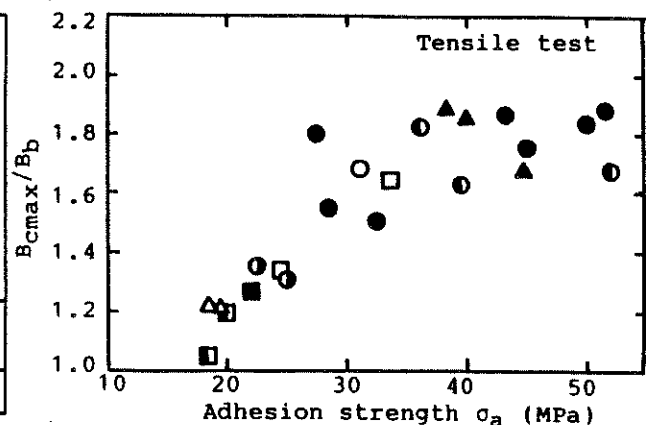


Figure I-43 : Corrélation entre le test de traction et le test à ultrasons [121].

I-16 CONTRAINTES RESIDUELLES DANS LES DEPOTS

Les contraintes résiduelles, appelées aussi contraintes internes, sont par définition les contraintes qui existent dans une pièce mécanique en l'absence de toute sollicitation extérieure. Leur origine est fortement liée au mode d'élaboration de la pièce : elles peuvent être induites par un traitement mécanique, thermique ou chimique et être localement, soit de traction, soit de compression. A l'échelle de la pièce, leur somme au repos est nulle pour garder l'équilibre mécanique.

Dans les revêtements projetés par plasma, les contraintes résiduelles sont l'une des caractéristiques les plus importantes à contrôler dans ce type de matériau. Leur effet sur la qualité des dépôts est non négligeable; elles peuvent affecter l'adhérence/cohésion des dépôts et leurs modules d'Young d'une façon catastrophique, par écaillage et par fissurations. Leur nature influence la résistance au frottement (dépendant du contact interlamellaire), la résistance à la corrosion sous contrainte et enfin la durée de vie sous cyclage thermique.

I-16-1 Genèse des contraintes résiduelles dans les dépôts

A part les contraintes laissées par le mode de préparation dans les substrats (par exemple les contraintes de compression dans le sablage), l'histoire thermique pendant le tir est à l'origine de la genèse des contraintes résiduelles dans les dépôts et dans le substrat. Les principales causes en sont :

- la trempe rapide des lamelles qui engendre des contraintes de tension en cours de tir, nettement plus importantes dans le cas des métaux et plus faibles dans le cas des céramiques [36, 123-124].

- les paramètres de tir induisent aussi des gradients thermiques dans l'ensemble dépôt-substrat en cours de réalisation. Ces gradients induisent des contraintes de tension dans le dépôt et le substrat. (Par exemple la contrainte thermique s'exerçant en surface à un instant donné peut s'exprimer par [125]) :

$$\sigma_{th} = \frac{3 \cdot \beta \cdot E \cdot \alpha \cdot \Delta T}{(1 - \nu)}$$

E : module d'Young du dépôt, α : coefficient de dilatation thermique du dépôt, ν : coefficient de Poisson, ΔT : gradient de température, β : sévérité de refroidissement

- les transformations de phases qui altèrent les contraintes à l'échelle structurale. Par exemple, la transformation de la phase γ de l'alumine en phase α induit des contraintes de

tension. Généralement, les dépôts d'alumine sont en phase γ et sa probabilité de nucléation est plus faible à moins que la température dans le dépôt atteigne au moins 1100°C [86] ou que le dépôt ait subi des traitements thermiques.

- le refroidissement à température ambiante engendre des contraintes macroscopiques, dont la nature dépend de la différence entre le coefficient de dilatation thermique du dépôt et celui du substrat (le dépôt étant supposé un milieu continu cf chapitre-V).

I-16-2 Méthodes de mesures de contraintes

Compte tenu de la grande importance pratique des contraintes résiduelles, les progrès dans le développement des méthodes est accrue en passant par des méthodes destructives à des méthodes non destructives. Nous rappelons et nous décrivons dans le chapitre-V le principe de quelques techniques utilisées dans notre travail.

- Méthode de la courbure en continu : cette méthode est développée par Kuroda et Gill [123, 126], elle est basée sur le suivi de la courbure ou de la déformation de l'ensemble dépôt-substrat en cours de tir. La contrainte globale obtenue est la somme des contraintes dilatométrique et de trempe dans le dépôt (annexe du chapitre-V).

- Méthode de la courbure finale qui consiste à relever la courbure d'une lame mince avant et après dépôt et par extension les contraintes résiduelles dans le dépôt.

- Méthode du trou incrémental : destructive, développée par le CETIM, elle permet de connaître le champ de contraintes en profondeur des matériaux [112].

- Méthode de diffraction des rayons X : non destructive, elle permet la connaissance des contraintes moyennes de surface sur quelques dizaines de microns, suivant les conditions opératoires et la nature du matériau analysé.

Dans le chapitre-V nous reviendrons sur l'étude des contraintes dans les dépôts projetés par plasma.

I-16 CONCLUSION

La synthèse de cette revue bibliographique et l'expérience déjà acquise au laboratoire de par les travaux antérieurs nous permettent de définir les principaux paramètres de projection qui seront utilisés par la suite, pour la réalisation des dépôts nécessaires pour améliorer l'étude faisant l'objet de ce mémoire.

Le diamètre interne du canal de la tuyère anode sera égal à 7 mm, ce diamètre permet de générer un jet de plasma adapté au traitement de poudre céramique : à savoir une parfaite fusion des grains, une vitesse d'impact élevée, un taux d'écrasement sur le substrat important.

Après avoir choisi la géométrie de la chambre d'arc utilisée (torche $\phi=7$ mm), les paramètres de fonctionnement de la torche sont définis de façon à obtenir un rendement pondéral maximal, donc une fusion à coeur des grains d'alumine. Pour cette géométrie, les conditions optimales sont :

- Un mélange d'argon et d'hydrogène (25% en volume d' H_2 sur un débit total de 60 NI/min) et une intensité de courant d'arc de 500 à 600 A.

- L'alumine étant un matériau relativement réfractaire, la distribution de taille des grains de la poudre utilisée est comprise entre 22 et 45 μm . Cette gamme de tailles permet d'obtenir une fusion parfaite des grains avec les paramètres de projection précédemment choisis. La morphologie de la poudre est de type fondue broyée, afin de travailler avec des poudres denses ayant une bonne tenue mécanique et une quantité de mouvement suffisamment grande pour assurer une bonne pénétration de la poudre dans le jet de plasma.

Le débit de gaz porteur est égale à 6.5 NI/min et l'injection des poudres est interne à la tuyère, afin d'obtenir une trajectoire moyenne des grains passant dans les zones chaudes du jet de plasma, soit une déviation de 3 à 4° par rapport à l'axe de la torche. Le débit massique de poudre est égal à 2 kg/h, afin d'éviter les effets de charge (sauf indication contraire).

A ce stade, il reste à définir les paramètres relatifs au substrat : sa position par rapport à la torche, la vitesse de déplacement relatif torche-substrat, la température de substrat avant et après tir, l'état de surface du substrat.

La distance torche-substrat est choisie pour respecter un compromis entre une vitesse et une fusion des grains de poudre d'alumine à l'impact les plus élevées possible (distance faible) et un flux de chaleur thermique transmis au substrat relativement peu élevé (distance grande). Dès lors, la distance est de 100 mm : les particules arrivent sur le substrat au moins dans un état plastique et le contrôle de la température du dépôt et du substrat pendant le tir est efficace.

Les vitesses relatives torche-substrat ont été déterminées pour obtenir un taux de recouvrement de 1/2 cordon, ce qui semble être le meilleur choix comme cela a été

démontré dans les travaux antérieurs. De plus de telles vitesses devraient être choisies de façon à éviter l'échauffement excessif du dépôt et une éventuelle oxydation de l'interface pendant le tir.

Enfin, l'adhérence des dépôts au substrat et les contraintes résiduelles induites dans le système dépôt-substrat, entre autres propriétés, doivent être considérées comme des critères de qualité du comportement de leur utilisation (anti-usure, barrière thermiques ...). Pourtant, ces paramètres n'ont jamais fait l'objet d'une étude systématique. Nous nous proposons donc d'étudier l'influence de la préparation de l'état de surface des substrats et de la température du substrat avant, en cours et après tir, sur l'adhérence/cohésion des dépôts et sur les contraintes résiduelles.



BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE-I

- [1] Thermal Spraying, (Pub.) American Welding Society, Miami, F1 USA (1985).
- [2] P. Fauchais, A. Grimaud, A. Vardelle, *Ann. Phys. Fr.* 14, (1989), p. 261
- [3] M. Schoop, Patent DRP 2, 585, 005, Sweden, 49, 270, France 403, 387 and GB 5712.
- [4] R.W. Smith, R. Novak, *Powder Metallurgy International*, 23, (3), (1991), p. 147.
- [5] P. Fauchais, A. Grimaud, A. Vardelle (Pub.) Editions physique, Paris (1986), p. 477-537.
- [6] K. R. Abram, J. Bustamante, R.D. Etzenhouser, in *Thermal Spray Research and Applications*, (Pub.) ASM Int. Oh. USA, (1991), p. 655.
- [7] S. Bisgaard, in *Thermal Spray Research and Applications*, (Pub.) ASM Int. Oh. USA, (1991), p. 661.
- [8] A. Tronche, Contribution à l'étude de dépôts durs projetés par plasma sur des substrats d'aluminium afin de leur conférer des propriétés antiusure et certaines qualités de frottement, Thèse docteur-ingénieur, Université de Limoges, 29 mai 1986.
- [9] M. Vardelle, A. Vardelle, I. Saray, P. Fauchais, Comparaison of classical and axial injection torches to spray alumina coatings, accepted in *Materials and Manufacturing Processes*.
- [10] J. M. Leger, Contribution à l'étude des générateurs à cathodes chaudes à plasma d'azote et d'air fonctionnant à la pression atmosphérique et sous vide partiel, Thèse, Université de Limoges, juin 1990.
- [11] P. Roumilhac, Contribution à l'étude des générateurs à plasma d'arc de type projection à la pression atmosphérique à l'air libre et en atmosphère contrôlée, Thèse, Université de Limoges, juin 1990.
- [12] P. Roumilhac, J. F Coudert, P. Fauchais, In *Thermal Spray Research and Applications* (Pub.), ASM Int. Oh. USA, (1991), p. 11.
- [13] P. Roumilhac, J. F Coudert, P. Fauchais, *Mat.Research. Soc. Symp. Proc.*, 190, (1991), p. 227.

- [14] P. Chvaska and M. Harabovsky, in *Thermal Spray : International Advances in Coatings Technology* (Pub.) ASM Int. Oh. USA, (1992), p. 81.
- [15] E. Pfender, Plasma jet behavior and modeling associated with the plasma spray process Inter. Conf. on Metallurgical Coatings and Thin Films, San Diego, April 1993.
- [16] J.F. Coudert, M.P. Planche, O. Betoule, P. Fauchais, ISPC 11, 1, (198), (1993), p. (ed.) J. Harry, University of Loughbrough, G.B.
- [17] M.F. Zhukov, Basical calculations of plasmatrons, Academy of Sciences of USSR Siberian Branch, (Pub.) Nauka Novossibirsk (1975).
- [18] S. Russ, E. Pfender, J. Heberlin, in *Thermal Spray Coatings : Research Design and Applications*, (Pub.) ASM Int. Oh USA, (1993), p. 97.
- [19] E. Pfender, J. Fincke, R. Spores, *Plasma Chemistry Plasma Processing*, 1, (1991), p. 529.
- [20] B. Pateyron, G. Delluc, M.F. Elchinger, P. Fauchais, *High Temperature Chemical Processes*, 1, (3), (1992), p. 325.
- [21] M. Vardelle, A. Vardelle, P. Roumilhac, P. Fauchais, in *Thermal Spray Technology, New Ideas and Processes* (Pub.) ASM Int. Oh. USA, (1989), p. 117.
- [22] A. Vardelle, Contribution à la mesure statistique des vitesses et des températures de surface de particules injectées dans un jet de plasma d'azote-hydrogène, Thèse de 3^{ème} cycle, Université de Limoges, 30 Avril 1979.
- [23] P. Roumilhac, M. Vardelle, A. Vardelle, P. Fauchais, in *Thermal Spray Technology New Ideas and Processes* (Pub.) ASM Int. Oh. USA, (1989), p. 111.
- [24] B. Pateyron, G. Delluc, M. F. Elchinger, P. Fauchais, Propriétés thermodynamiques et de transport des gaz plasmagènes, banque de données ADEP, Université de Limoges, (1992).
- [25] M. Vardelle, A. Vardelle, and P. Fauchais, *Journal of Thermal Spray Technology*, 2, (1), (1993), p. 79.
- [26] J. F. Coudert, M. P. Planche, O. Betoule, M. Vardelle, P. Fauchais, In *Thermal Spray Coatings : Research, Design and Applications* (Pub.) ASM Int. Oh. USA, (1993), p 19.

- [27] G. Schweir, Plasma spray powder for TBCs, *Advances in Thermal Spraying*, Pergamon Press, (1986), p. 277-286.
- [28] B. A. Kusher, S. Rangaswamy, and A. J. Rotolico, *Proc. 1st Plasma Technik Symposium*, (ed.), P. Huber and H. Eschnauer, Wohlen, Switzerland, 2, (1988), p. 191.
- [29] M. Vardelle, A. Vardelle, A. Denoirjean, P. Fauchais, *Mater. Res. Soc. Symp. Proc. (Pub.) MRS Pittsburgh, Pn, USA*, 190, (1991), p. 175.
- [30] A. Denoirjean, A. Vardelle, A. Grimaud, P. fauchais, E. lugscheider, L. Heijnen, P. Chandler R. McIntyre, T. Cosak., In *Thermal Spray : International Advances in Coatings Technology (Pub.) ASM Int. Oh. USA*, (1992), p. 967.
- [31] S. Dallaire, G. Cliche, *Journal of Thermal Spray Technology*, 2, (1), (1993), p. 39.
- [32] B. Kolman, J. Forman, J. Dubsky, P. Chraska, in *Thermal Spray Coatings : Research, Design and Applications*, (Pub.) ASM Int. Oh. USA, (1993), p. 353.
- [33] A. Vardelle, M. Vardelle, P. Fauchais, P. Proulx, M. Boulos, in *Thermal Spray : Int. Advances in Coatings Technology (Pub.) ASM int. Oh. USA*, (1992), p. 543.
- [34] M. Ducos, V. Reitz, *Advances in Thermal Spraying*, (Pub.) Pergamon Press, New York, N.Y., (1986), p. 187.
- [35] W.C. Roman, W. Winter, A. A Rotunno, K. Fessenden, W. Willer, in *Thermal Spray Research and Applications*, (Pub.) ASM Int. Oh. USA, (1991), p. 49.
- [36] S. Kuroda, T. Fukushima, S. Kitahara, *Proc. of the Int. Ther. Spr. Conf & Exposition Orlando, Florida, USA*, (Pub.), ASM int. Oh. USA, Dec. (1992), p. 325-332.
- [37] A. Borie, *Contribution à la réalisation de revêtements céramiques par projection au chalumeau à plasma*, Thèse de 3^{ème} cycle, Université de Limoges, 16 Mars 1976.
- [38] P. Boch, P. Fauchais, A. Borie, *3rd CIMTEC, Rimini (1977)*, p. 208, (ed.) P. Vincenzini.
- [39] A. Vardelle, M. Vardelle, P. Fauchais, *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, 2, (3), (1982), p. 255.

- [40] A. Vardelle, M. Vardelle, P. Fauchais, *Pure and Applied Chemistry*, 64, (5), (1992), p. 637.
- [41] C. Moreau, P. Cielo, M. Lamontagne, S. Dallaire, M. Vardelle, *Meas. Sci. Technol.*, 1, (1990), p. 807.
- [42] J. M. Houben, Relation of the adhesion of plasma sprayed coatings to the process parameters, size, velocity and heat content of the spray particles, Thesis University of Eindhoven, N.L., (1988).
- [43] V. V. Kudinov, *Plasmennye Pokujtija*, Izd.Nauka, Moskva, (1977).
- [44] J. Madesjski, *Int. J. Heat and Mass Transfer*, 19, (1976), p. 1009.
- [45] J. Madesjski, *Bull. Acad. Pol. Sci.*, 1, (24), (1976), p. 67.
- [46] J. M. Houben, Paper presented at the 2nd American Thermal Spraying Conf. (31oct-2 Nov.1984) Long Beach, CA, USA. (Pub.) ASM int. Oh. USA.
- [47] V.V. Kudinov, P. Yu Pekshev, U.A. Safiullin, in *High Temp. Dust Laden Jets*, (1989), p. 391, (Pub.) VSP, NL.
- [48] M. Vardelle, Contribution à l'étude de la projection de particule d'alumine par plasma : mesure des températures et des vitesses des particules, corrélation avec les structures métastables obtenues, Thèse 3^{ème} cycle, Université de Limoges 26 Mars 1980.
- [49] M. Mellali, P. Fauchais, A. Grimaud, *J. High. Temp. Chem. Proc.*, 1, (3), (1992), p. 186-193.
- [50] M. Mellali, P. Fauchais, A. Grimaud, submitted in 3rd European Congress on Thermal Plasma, Processes, Sept. (1994), Aachen, Germany., Sept 1994, to be published in *J. High Temp. Chem. Proc.* (1994).
- [51] S. Fantassi, M. Vardelle, P. Fauchais, C. Moreau, in *Thermal Spray International, Advances in Coatings Technology* (Pub.) ASM Int. Oh. USA, (1992). p. 755.
- [52] C. Moreau, P. Cielo, M. Lamontagne, *Journal of thermal Spray Technology*, 1, (4), (1992), p. 317.
- [53] S. Fantassi, M. Vardelle, A. Vardelle, M.F. Elchinger, *Thermal Spraying Conference, (Pub.), DVS Düsseldorf, Proc.*, 152, (1993), p. 387.

- [54] S. Fantassi, M. Vardelle, A. Vardelle, P. Fauchais, Accepted in Journal of Thermal Spray Technology.
- [55] H. Hamatani, T. Okada, T. Yoshida, Proc. ISPC, 9, (3), (1991), p. 1527, (ed.) R. d'Agostino, Univ. of Bari, Italy.
- [56] S. Fantassi, M. Vardelle, A. Vardelle, A. Denoirjean, P. Fauchais, ISPC 11, 1, (1993), p. 186, (ed.) Prof. J. Harry University of Loughborough, GB.
- [57] M. Vardelle, A. Vardelle, A. C. Leger, P. Fauchais, D. Gobin, to be published in J. of Thermal Spray Technology.
- [58] J. M. Houben, G.G Van Liempd, Proc. ITSC 10 Essen, (1983), p. 66-71.
- [59] M. Mellali. P. Fauchais, A. Grimaud, Thermal Spraying Conference, (Pub.), DVS Düsseldorf, Proc., 152, (1993), p. 392.
- [60] L. Bianchi. M. Mellali. P. Fauchais, A. Grimaud, ISPC 11, 1, (1993), p. 172, (ed.) Prof. Harry, Univ. of Loughborough, GB.
- [61] J. H. Zaat, Ann. Rev. Mater. Sci., 13, (1983), p. 9.
- [62] J.Wiggren, National Thermal Spraying Conference, Orlando (Sept.1987), (Pub.), ASM. Int., Proc., Oh. USA, (1988), p. 99.
- [63] Techniques de l'ingénieur, Traitements de surface, Métallurgie - M5, p. 1149-1.
- [64] Techniques de l'ingénieur, Traitements de surface, Métallurgie - M5, p. 1450-1500.
- [65] S. J. Yankee, R. L. Salsbury and B. J. Pletka, in Thermal Spray Coatings: Properties, Processes and Applications (Pub.) ASM Int. Oh. USA (1992), p. 475.
- [66] E. Bardal, P.Mold, T. G. Eggen, Brit, Corr. J, 8, (1), (1973), p. 15-19.
- [67] E. Bardal, 7th Int'l Metal Spraying Conference, London, (1973). Paper 32, p. 215-221.
- [68] R.L. Apps, CIT, Memo 130, Cranfield Institute of Technology, March 1974, p. 66.
- [69] D. Lombard, dépôts plasma de zircone et l'alliage métallique utilisées dans les barrières thermiques corrélation : paramètres de projection-microstructure-propriétés thermophysiques, docteur-ingénieur, ENSCI Limoges, 11 juillet 1985.

- [70] R. L. Apps, *The Chemical Engineer* 292, (1974), p. 769.
- [71] D. M. Karpinos, V. G. Zil'Bergerg, A. M. Vyal'Tsev and V. S. Kud, *Powder Metallurgical Material Parts and Coatings*, (1979), p. 675-678.
- [72] S. Amada, H. Yamada, S. Yematsu an Y Saotome, *Proc. of the Inter. therm. Spray Conf. Expo.*, Orlando, Florida, USA, (Pub.) ASM. Int. Oh., (1992), p. 915-920.
- [73] S. Amada, Y. Yamada, *11th Int. Sympo. on Plasma Chemistry*, 1, (Pub.), (ed.) J. Harry, loughBorough, GB, (1993), p. 150-155.
- [74] C. F. G. Baxter, *Plasma sprayed metallic coating*, PHD Thesis, University of Bath, 1977.
- [75] S. Denoyer, *Entropie* (54), (1973), p. 44.
- [76] J. M. Badie, B. Garnier, B. Bonduelle, *Journal de Physique* C5, (51), (1990), p. 273.
- [77] T. Kishgani, J. V. Heberlein, E. Pfender, *ISPC-10*, Bochum, 1, 3-11, (1991).
- [78] E. Mariage, A. Grimaud, P. Fauchais, *Rev. Int. Hautes Temp. Réfract.*, 25, (1989), p. 63.
- [79] E. Mariage, *Mesure de chaleur spécifique et de flux thermiques plasma-paroi : Mise au point des dispositifs expérimentaux et informatisation*, Thèse, Université de Limoges, 20 Déc. 1990.
- [80] F. Monerie-Moulin, F. Gitzhofer, P. Fauchais, M. Boulos, *In thermal plasma applications and metallurgical processing*, (ed.) N. El Kaddah, TMS, (1992), p. 125.
- [81] F. Monerie-Moulin, *Contribution à l'étude des flux thermiques imposées en projection plasma au substrat et au dépôt et à leur influence sur les propriétés du dépôt*, Thèse, Université de Limoges, 14 Dec. 1993.
- [82] M. Vardelle, *Etude expérimentale des transferts de chaleur, de quantité de mouvement et de masses entre un plasma d'arc à la pression atmosphérique et des particules solides*, Thèse d'état, Université de Limoges, 2 Juillet 1987.
- [83] D. Bernard, *Projection par plasma de la couche céramique de barrières thermiques $ZrO_2-7\%Y_2O_3$ - Etude des différents paramètres rentrant en jeu*, Thèse, Université de Limoges, 25 Juin 1990.

- [84] S. C. Yong, C. S. Wu, Surf. and Coatings Tech., 31, (1987), p. 289-295.
- [85] L. Pawlowski, Optimisation des paramètres de projection des céramiques par plasma d'arc. Etude des propriétés physiques et thermiques des couches projetés. Exemple d'application: substrats pour la microélectronique hybride. Thèse d'état, Université de Limoges, 20 juin 1985.
- [86] R. McPherson, J. Mat. Science, 15, (1980), p. 3141-9.
- [87] R. McPherson, J. Mat. Science, 8, (1973), p. 851-8.
- [88] V. V. Kudinov, Plazmennye Pokrytija, Izol. Nauk, Moscou (1977).
- [89] M. Vardelle, J.L. Besson, Ceram. Int., 7, (1981), p. 48.
- [90] K. Furukubo, S. Oki, S. Gohda, in Thermal Spray: Int. Advances in coatings technology (Pub), ASM, Int. Oh. USA, (1992), p. 705-709.
- [91] H. Hermann, Scientific. Am., Sept (1988), p. 78-83.
- [92] Fukanuma, in Thermal Spray: Int. Advances in coatings technology (Pub.) ASM Int Oh. USA, (1992), p. 767-772.
- [93] L. Pawlowski, Surf. and Coat. Tech., 31, (1987) p. 103-16
- [94] R. Mc-Pherson, Thin Solid Films, 112, (1984), p. 91-100
- [95] A. Ohmori and, C. J. Li, Y. Arata, in Thermal Spray Coatings: Properties, Processes and Applications (Pub.) ASM Int Oh. USA, (1991), p. 105-113.
- [96] H.D Steffens, Z. Badlak, W. Brandl, in Thermal Spray Coatings : Properties, Processes and Applications (Pub.) ASM Int Oh. USA, (1991), p. 289-294
- [97] A. Itoh, M. Hiraka, Ayagaki, Proc. of NTSC-93, Anaheim, C.A. (1993), (Pub.) ASM Int. Oh. USA, 1993, p. 593-600.
- [98] G. Durmann, F. N. Longo, Ceramic Bulletin, 48, (2), (1969), p. 221.
- [99] D. H. Janes, Journal of Mechanical Working Tech., 10, (1984), p. 221-232.
- [100] M. Mellali, P. fauchais, A. Grimaud, Proc. of the NTSC-94, Boston, (Pub.) ASM, Int. Oh. USA (1994).

- [101] A. Matting and D. -D. Steffens, Parts 1-3, Metallwissenschaft aund Technik, 17, p. 583-593, 909-922, 1213-1230, 1963. Available under translation register Index Number 72-14247-13H.
- [102] J. A. Petit, Matériaux et techniques, Mars 1988, p. 13-39.
- [103] S. Kitahara, A. Hasui, J. Vacuum Science and Technology, 11, (4), 1974, p 747-53.
- [104] C. P. Bergmann, Proc. of the N.T.S.C, Anaheim, CA, (Pub.), ASM Int., Oh., USA, (1993), p. 537-541.
- [105] Jacqueline Hennaut, Jacqueline Othmezouri and Jacques Charlier, Thin Solid Films, 192, (1990), p. 97-109.
- [106] Thermal Spraying. Determination of tensile adhesive strength. European Standard CEN/TC 240 N53, Jan.1993, (Pub.).
- [107] W. Han, E. F. Rybicki and J. R. Shadley, Proc. of the Intern. Therm. Spray Conf. &Expo. Orlando, Florida, USA, (1992), (Pub.), ASM Int. Oh., USA, (1992), p. 911-914.
- [108] B. A. Chapman, H. D. Deford, G. P. Wirtz and S. D. Brown, MD, 4, p.77-87, W. D Moddeman, C. W. Merten, and D. P. Kramer, eds, American Society of Mechanical engineers, New-York, (1987).
- [109] S. D. Brown, B. A. Shapman, G. P. Wirtz, Proc. of the NTSC-88, (Pub.), ASM Int. Oh., USA, (1988), p. 147-157.
- [110] S. V shavirker, Soviet Powder Metallurgy and métaIs ceramics, 6, (1967), p. 483-485.
- [111] A. El Ikhroufi, Contribution à l'étude des contraintes à l'interface céramo-métallique Ni-Cr (Mo, Si)/ SiO₂-Al₂O₃-K₂O. Influence des conditions de préparation de recuits et de dépôts multiples, Thèse, I.N.P. de Toulouse 30 Mai 1986.
- [112] C. Richard, Etude des caractéristiques mécaniques de revêtement projetés par procédés thermiques, Thèse, Université de Technologie de Compiègne, 18 Dec. 1992.
- [113] M. D. Thouless, Mat. Res. Sos. Symp. Pro., 119, (1988), p. 51-62.

- [114] J. C. Jundal, D. T. Quito, G. Jwolf, *Thin Solid Films*, 154, Nov. 12th (1987), p. 361-375.
- [115] D. S. Rickerby, *Thin Solid Adhesion Surface and Coating Technology*, 36, (1988), p. 541-557.
- [116] P. Ostojic, R. Mc pherson, *Int. J of fracture*, 33, (1987), p. 297-312.
- [117] S. J. Howard, T. W. Clyne, 2nd Plasma Thechnik Symp., Lucerne, (Pub.) Plasma Technik Wohlen, CH, 3, (1991), p. 249-261.
- [118] M. Zouali, Cractérisation par diffraction X de l'état mécanique et microstructural des couches minces métallurgiques et céramiques obtenues par PVD et Plasma, Thèse de L'ENSAM - Paris, 17 Mai 1990.
- [119] S. J. Howard, A. J. Philipps and T. W. Clyne, *Composites*, 24, (2), (1993), p. 103-112.
- [120] Y. C. Tsui, S. J. Howard and T. W. Clyne, Part I and II, submitted To *Acta. Meta., Mater.*, Sept. (1993).
- [121] Y. Suga, Harjanto, J. Takahashi, *Proceeding of the Int. Ther. Spray Conf. & Exposition*, Orlando, Florida, (Pub.) ASM, USA, (1992), p. 247-252
- [122] Y. Namba, H. Nakazato and K. Honma, *Proc. of Intern. Therm. Spray Conf. Expo.* Orlando, Florida, (Pub.) ASM, USA., (1992), p. 241-245.
- [123] S. Kuroda, T.W. Clyne, *Thin Solid Films*, 200, (1991), p. 49-66.
- [124] S. Kuroda, T. W. Clyne. 2nd Plasma Technik Symp., Lucerne, (Pub.) Plasma-Technik, Wohlen, CH, 3, (1991), p. 273-283.
- [125] W. D. Kingery, *J. Am. Ceram. Soc.*, 38, (1), (1955), p. 3-15.
- [126] S.C. Gill, T.W. Clyne, *Met. Trans.*, 21B, (1990), p. 377-385.

CHAPITRE - II

Etude du sablage et caractérisation des surfaces sablées par rugosimétrie et analyse d'images

CHAPTER - II

It is an outline of
characteristics of various
types of changes

II-1 INTRODUCTION

L'adhérence des dépôts projetés par les procédés thermiques passe avant tout par la préparation des substrats [1-9]. Le sablage, souvent utilisé [1-3, 9], permet d'obtenir des surfaces rugueuses qui doivent être caractérisées. La rugosité des surfaces, d'une part assure un accrochage mécanique des lamelles en réduisant les contraintes résiduelles et d'autre part elle constitue les points de soudure du dépôt au substrat. Dans tous les cas, elle joue un rôle sur les mécanismes d'adhérence (ces derniers seront discutés dans le chapitre-IV).

Dans ce qui suit, nous présenterons un procédé expérimental permettant un contrôle du sablage et effectuerons une étude systématique des paramètres jouant sur l'état de surface. Ce travail a d'abord été entrepris dans le cadre d'un contrat industriel et la première étude a été effectuée au sein de la société avec un système à dépression et la seconde partie avec une sableuse à pression.

Pour connaître l'influence des paramètres de sablage et leur reproductibilité, il est nécessaire de caractériser cet état de surface par les paramètres suivants : Ra, Rt, Rp, longueur du profil. On distingue parmi les méthodes de mesures de ces caractéristiques :

- i) les méthodes profilométriques
- ii) le traitement d'image

II-2 LES METHODES PROFILOMETRIQUES

Ce sont les plus utilisées de par leur rapidité et elles sont prises comme référence. Elles utilisent un palpeur à pointe très fine (cône en diamant) pouvant, suivant l'appareil, se déplacer selon un ou deux axes horizontaux et qui, en suivant le profil de la surface, donne un signal électrique transmis à un module électronique. On peut alors obtenir plusieurs données concernant la surface traitée.

Au laboratoire, nous disposons d'un perthomètre Mitutoyo "Surftest 201", préalablement étalonné à l'aide d'une surface étalon de rugosité moyenne Ra de l'ordre de 3 μm et de rugosité maximale (ou totale) Rt de 9.6 μm . Le capteur de cet appareil est équipé d'un palpeur (pointe en diamant de rayon de courbure de 5 μm) qui explore le relief de la surface et restitue un signal électrique proportionnel aux déplacements horizontaux et verticaux du palpeur. La vitesse de déplacement horizontal de palpeur est de l'ordre de 0.05

mm/s. Les données de l'état de la surface, calculées à partir d'une ligne de référence, sont celles définies dans la norme française NFE DIN 4768 et elles peuvent être exprimées soit en micromètre, soit en inch.

II-3 LE TRAITEMENT D'IMAGES

Cette méthode nécessite une préparation des échantillons pour ensuite, à l'aide d'un appareillage adéquat (MO ou MEB), visualiser le profil de la surface sablée et le numériser afin d'accéder à une estimation des caractéristiques géométriques de la surface.

II-3-1 Préparation des substrats

Après avoir sablé une face des échantillons, nous les avons coupés perpendiculairement à la surface opposée, et nous les avons enrobés dans la résine à l'aide de moules de 25 mm de diamètre. Pour cela, nous avons utilisé la résine Mecaprex SS avec un durcisseur au pyroxyde de méthyl-éthyl-cétone traité à 50% dans un plastifiant inflammable (1 goutte/cm³) afin de faciliter le polissage.

Nous avons poli mécaniquement la face coupée (disques en papier recouvert d'abrasif SiC de grade 120 pendant des durées variables de 2 à 5 minutes et par la suite avec des disques de même nature, mais avec des grades d'abrasif respectivement de 305, 500, 1000, 1200 pendant 5 min chacun., puis nous avons achevé l'opération par un polissage fin à l'aide de draps sur lesquels on projette un peu de pâte diamant, dans l'ordre de taille 6, 3 et 1 µm. Notons également qu'entre chaque changement de drap, il est nécessaire de les passer aux ultrasons dans l'eau pour éliminer les particules de diamant. La durée de l'opération de préparation est parfois longue (1 heure) pour aboutir à une coupe bien polie.

II-3-2 Appareillage utilisé

L'appareillage de traitement d'image comporte une caméra vidéo CCD (CUE), placée horizontalement sur un microscope optique métallographique permettant des grossissements allant de 5 à 100. L'image réelle de l'objet est obtenue par transmission ou réflexion de la lumière sur ce dernier. Ce microscope est équipé d'une platine porte-objet à déplacement tri-axial.

La caméra est liée, par l'intermédiaire d'un amplificateur de signal, à un ordinateur monté avec un coprocesseur mathématique et une carte de numérisation d'images. La saisie des images est effectuée sur un moniteur couleur (Sonny) de format 512x512 pixels (cf figure II-1).

Un logiciel appelé Cue-2 [10] est installé sur l'ordinateur compatible avec l'appareillage, nous avons dû l'adapter pour réaliser un traitement des images de profil de rugosité, car il ne possède que les fonctions d'étude de la distribution de taille de particules, de l'écrasement des particules, de la mesure de la porosité des dépôts, de la mesure des épaisseurs des dépôts et des longueurs des fissures dans les dépôts.

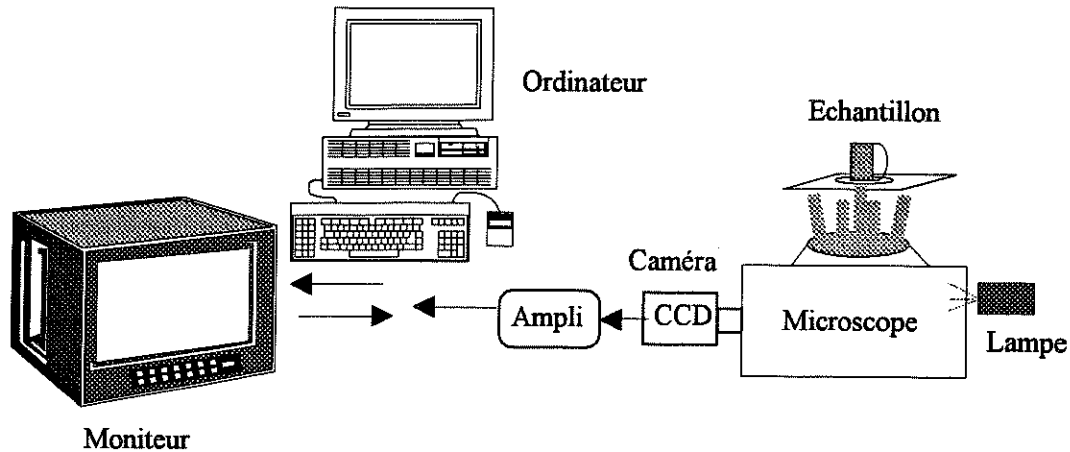


Figure II-1 : Dispositif expérimental d'analyse d'images.

Pour cela, nous avons mis au point une nouvelle méthode d'estimation des caractéristiques des surfaces à partir du profil de surface isolé, puis traité à l'aide d'un programme que nous avons écrit en turbo-basic. Ce programme permet un accès direct à tous les paramètres qui servent à l'étalonnage de l'appareillage, tels que le facteur de transmission de la caméra, le grossissement du microscope, l'unité de mesure et les facteurs de conversion des valeurs objets en mesures réelles.

La capacité de cet ordinateur ne nous permet pas de traiter directement les données statistiques du profil, c'est pourquoi elles sont enregistrées et retraitées par un autre programme, lorsque l'on sort de Cue-2.

II-3-3 Profil d'une surface

Lorsque le menu principal du logiciel apparaît, on positionne l'échantillon préparé sur la platine du microscope et on choisit le grossissement convenable (par exemple 5 fois, valeur utilisée dans ce travail pour pouvoir analyser une longueur représentative de la surface sablée).

On procède éventuellement à une correction de lumière pour la mise au point de l'image. Par la suite, on enregistre le grossissement, l'unité de mesure et on choisit aussi les paramètres des données (longueur du profil par exemple) qui doivent rester intangibles jusqu'à ce que l'on sorte du système pour les traiter à l'aide des fonctions qui permettent leurs modifications dans le logiciel.

Lorsque l'image est saisie plus ou moins améliorée (cf les exemples donnés sur les figures II-2a, II-3-a, II-4-a), on effectue un pré traitement suivi d'une transformation de l'image en binaire par définition d'un seuil: le niveau de gris des pixels situés dans l'intervalle choisi est converti en noir (niveau de gris égal à 0), alors que ceux qui sont hors de l'intervalle deviennent blancs (niveau de gris 255). Cet intervalle est choisi par une comparaison préalable de l'image originale à l'image pseudocolorisée. On obtient alors l'image linéaire représentée sur les figures : II-2-b, II-3-b, II-4-b.

Enfin, on introduit une fonction qui permet de spécifier les limites des objets contenus dans l'image (Cf figures II-2-c, II-3-c, II-4-c), puis on procède à l'inversion des niveaux de gris et l'image est alors prête à l'analyse statistique (Cf figures II-2-d, II-3-d, II-4-d).

II-3-3-1 Procédure de traitement du profil

i) Lecture des points constituant le profil

Lorsque l'image constituant le profil de la surface sablée est isolée sur l'écran moniteur, on exécute le programme lié directement au logiciel Cue2. Il permet le transfert des données fournies par le traitement et il élimine tous les petits objets, et procède à la lecture du profil (objet physique) pixel par pixel en couple (x_i, y_i) (les coefficients de paramètres d'étalonnage de l'appareillage permettront la conversion des pixels en mesures réelles).

Ce programme permet aussi de pouvoir redéfinir la zone de lecture, si nécessaire, pour augmenter la rapidité de l'exécution, par le choix de deux origines (x_0, y_0) en pixels et de deux maxima (x_{\max}, y_{\max}) en pixels pour les axes ox et oy de l'écran graphique du moniteur.

Après avoir enregistré le couple (x_i, y_i) et la longueur réelle du profil et les constantes d'étalonnage, on se sert d'un autre programme exécutable à partir du DOS pour le calcul et l'impression des résultats des données géométriques de la surface, c'est à dire respectivement le R_a , le R_t , le profil, sa longueur et la longueur de la ligne moyenne.

La procédure utilisée pour le traitement et le déroulement de calcul se résume par l'organigramme indiqué sur la figure II-5.

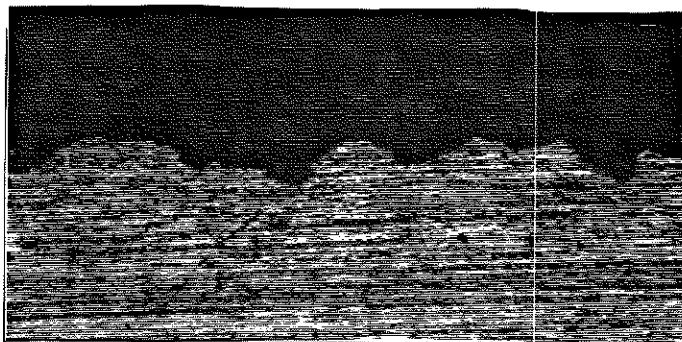


Figure II-2-a : Image brute saisie sur le moniteur.

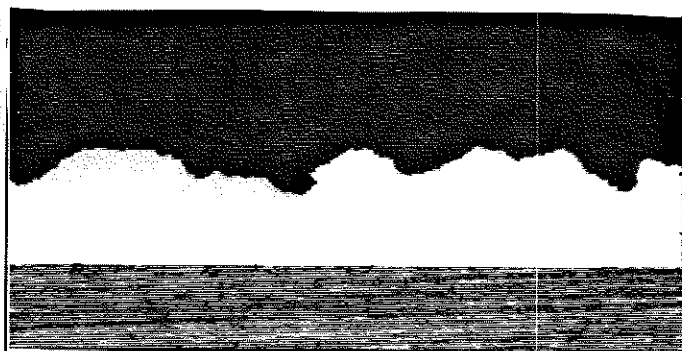


Figure II-2-b : image binaire.

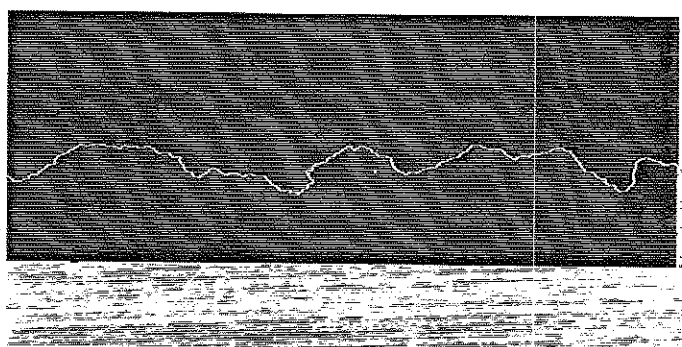


Figure II-2-c : Profil de surface.

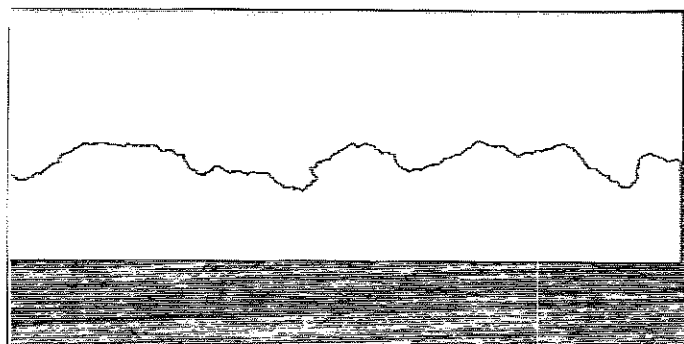


Figure II-2-d : Profil traité.

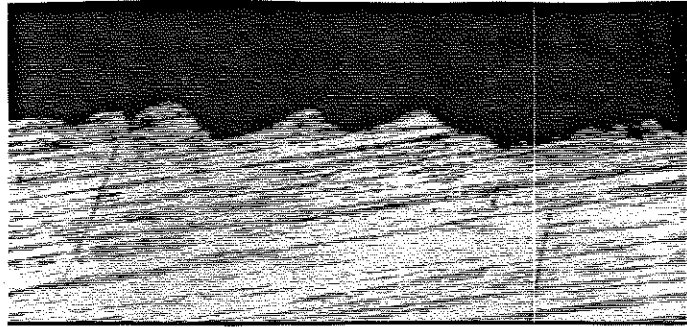


Figure II-3-a : Image brute saisie sur le moniteur.



Figure II-3-b : image binaire.

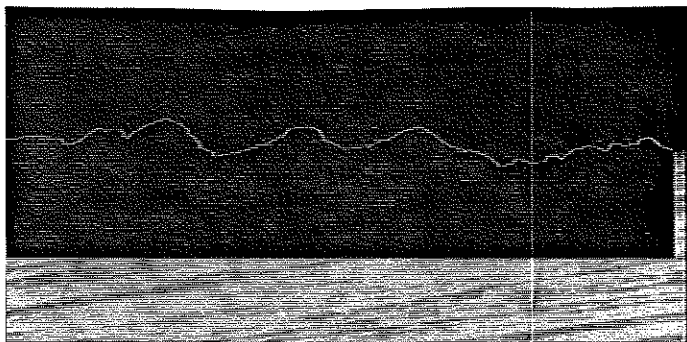


Figure II-3-c : Profil de surface.

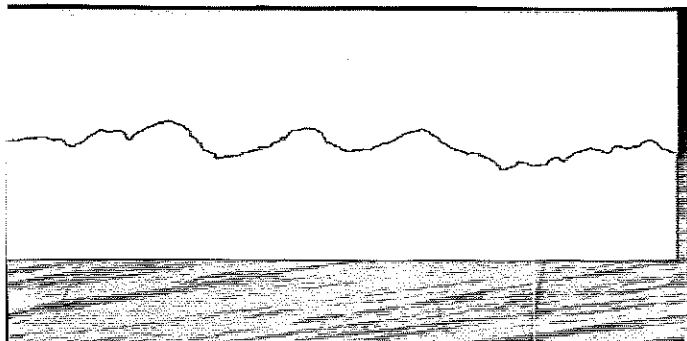


Figure II-3-d : Profil traité.

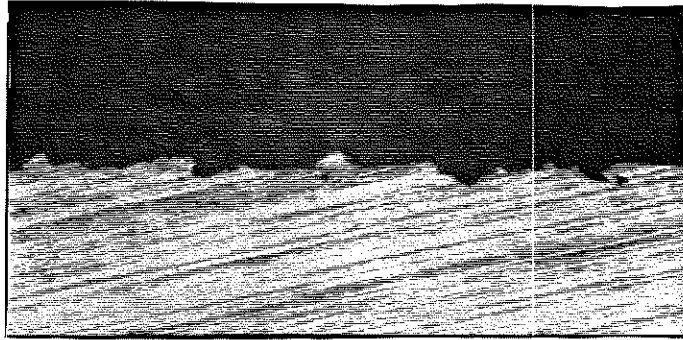


Figure II-4-a : Image brute saisie sur le moniteur.

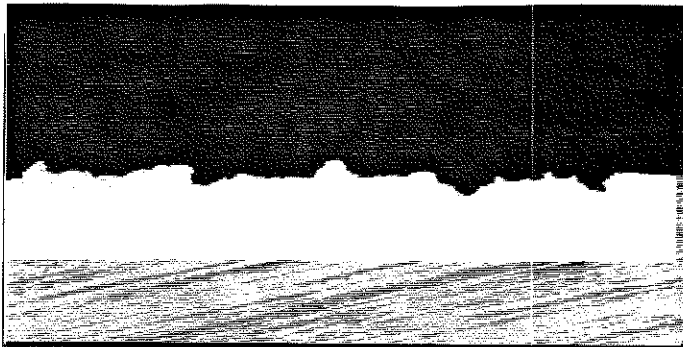


Figure II-4-b : image binaire.

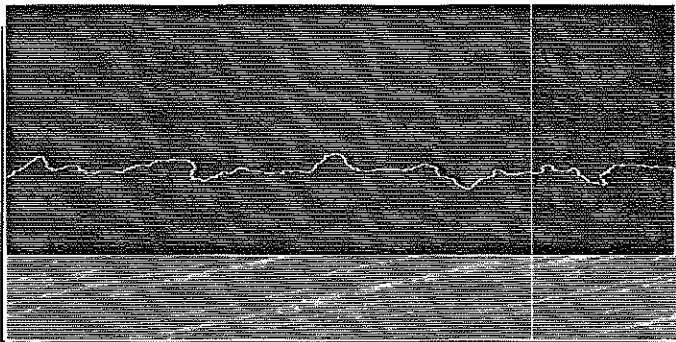


Figure II-4-c : Profil de surface.

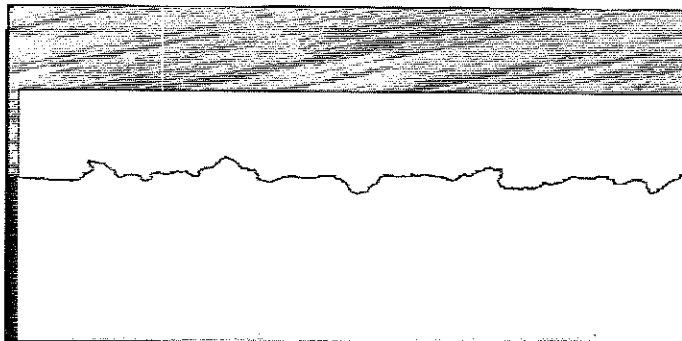


Figure II-4-d : Profil traité.

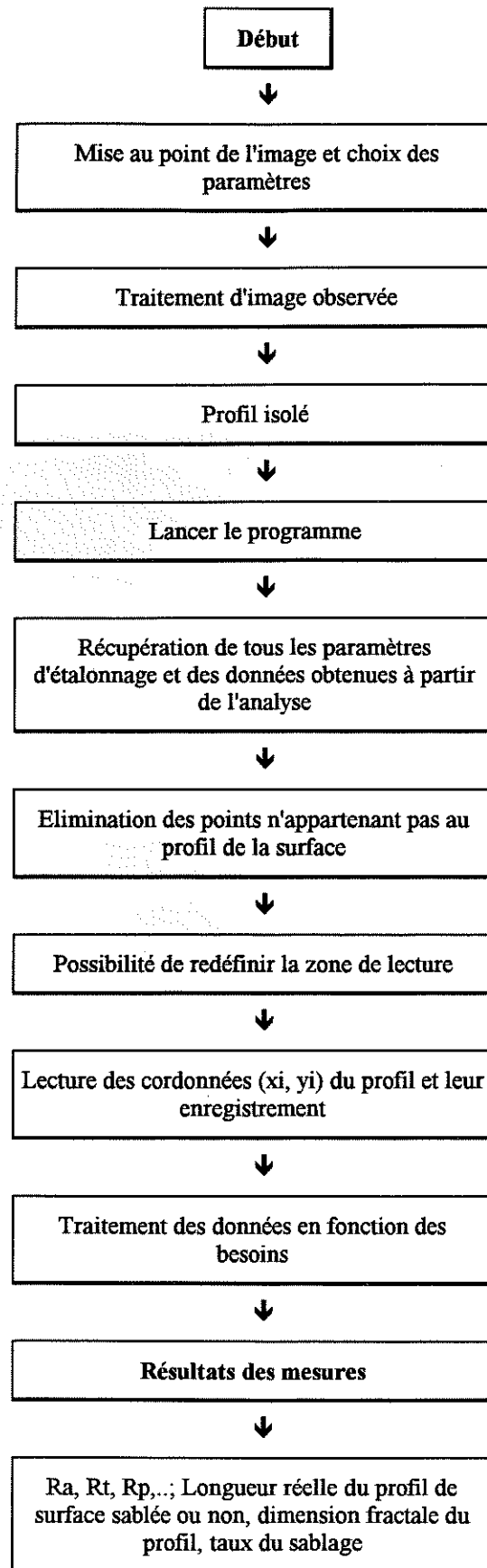


Figure II-5 : Procédure du traitement d'image et de calcul.

II-3-4 Calcul théorique des caractéristiques

II-3-4-1 Droite de régression linéaire

En général, les caractéristiques géométriques des surfaces (profil, rugosité) sont calculées à partir des profils explorés par des palpeurs. Les évaluations se font par rapport à la ligne moyenne du profil enregistré appelée ligne de référence. Elle coupe le profil de telle sorte que l'on obtienne une répartition symétrique des surfaces des irrégularités inférieures et supérieures.

Dans le cas d'analyse d'images, après avoir obtenu les coordonnées du profil (x_i, y_i) par rapport à une origine, où souvent à un x_i du profil correspondent plusieurs valeurs de y_i , nous avons appliqué une méthode des moindres carrés sur la longueur du profil. La droite de régression linéaire est assimilée à une fonction algébrique de la forme $y_i = f(x_i, a, b)$ (a étant le coefficient angulaire et b étant l'ordonnée à l'origine de la droite).

L'estimation de a s'obtient en rendant minimale la somme des carrés des écarts (x_i, y_{ri}) entre les valeurs y_i et les coordonnées correspondantes y_{ri} de la droite estimée [11]. Etant donné que souvent chaque x_i correspond à plusieurs valeurs y_i , on utilise une régression linéaire telle que le coefficient angulaire et l'ordonnée à l'origine de la droite soient définis par :

$$a = \frac{N \sum_i x_i y_i - \sum_i x_i \sum_i y_i}{N \sum_i x_i^2 - (\sum_i x_i)^2} \quad (1-a) \quad b = y_m - a x_m \quad (1-b)$$

La droite ainsi estimée passant par le point de coordonnées (x_m, y_m) peut avoir un coefficient angulaire (a) nul. Cependant, pour pouvoir calculer les caractéristiques géométriques par rapport à la ligne moyenne, nous devons recalculer de nouvelles coordonnées (x'_i, y'_i) par rapport à celles de la droite (x_i, y_{ri}) (cf figure II-6-a).

Avec ce nouveau référentiel d'axe Ox' confondu avec la droite de régression, les points du profil de coordonnées (x'_i, y'_i) peuvent être calculés à l'aide des deux expressions suivantes :

$$x'_i = x_i \cdot \cos(\text{Arctg}(a)) + (y_i - b) \cdot \sin(\text{Arctg}(a)) \quad (2-a)$$

$$y'_i = -x_i \cdot \sin(\text{Arctg}(a)) + (y_i - b) \cdot \cos(\text{Arctg}(a)) \quad (2-b)$$

A titre d'exemple, les figures 6-a, 6-b et 6-c représentent les profils des surfaces analysées des images 2-a, 3-a et 4-a, sur lesquelles (a) et (b) correspondent aux profils avant et après transformation des points (x_i, y_i) . Les caractéristiques obtenues par traitement statistique sont ainsi indiquées au dessus de chaque figure.

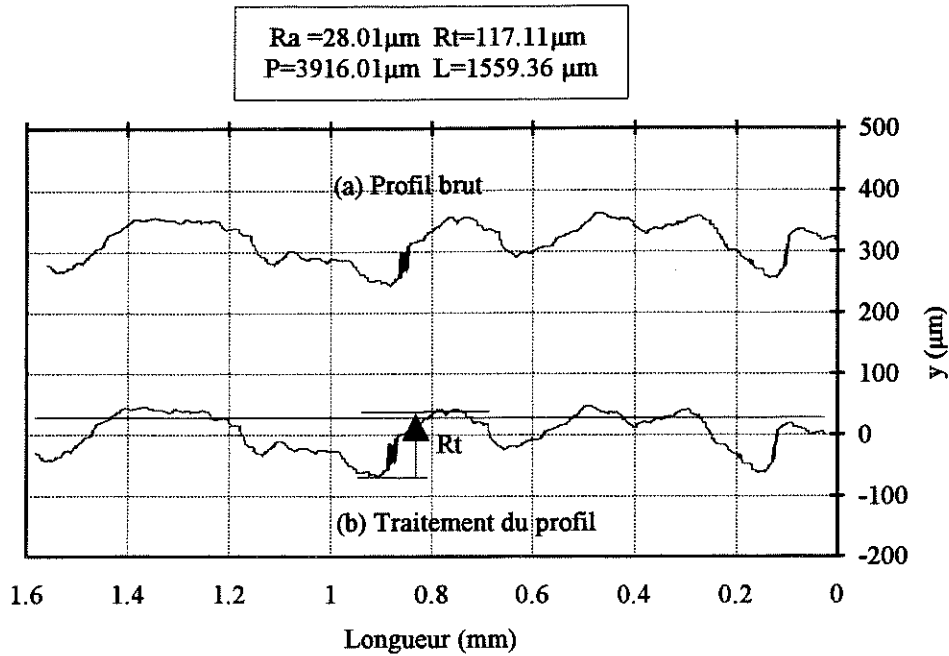


Figure II-6-a : Profils correspondant à l'image de la figure II-2-a.

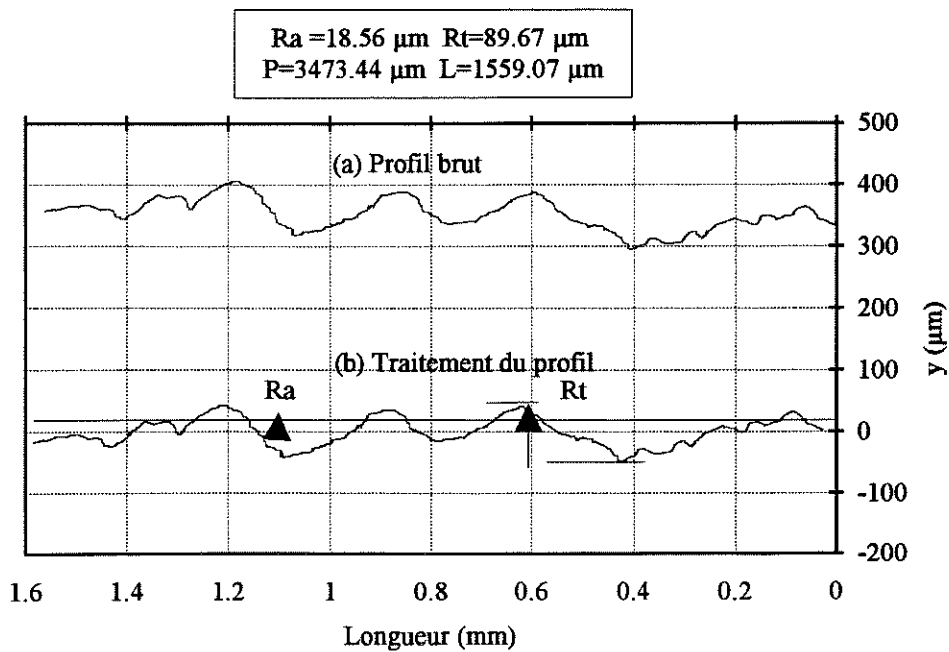


Figure II-6-b : Profils correspondant à l'image de la figure II-3-a.

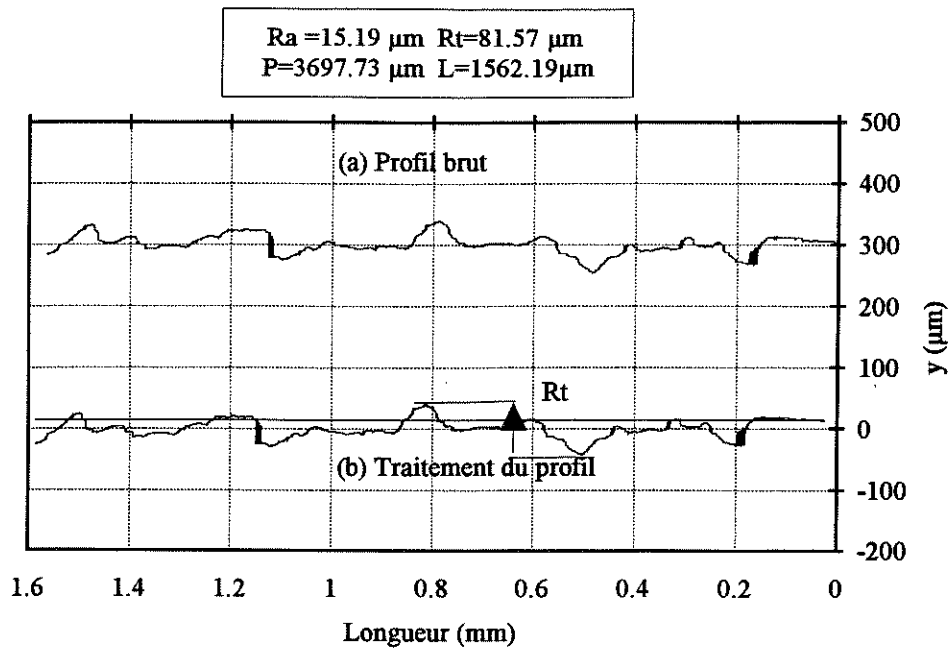


Figure II-6-c : Profils correspondant à l'image de la figure II-4-a.

II-4 MISE AU POINT DU SABLAGE AU LABORATOIRE

Nous avons souligné à travers la bibliographie que le type d'abrasif et sa distribution de taille, ainsi que les paramètres de sablage sont assez dépendants les uns des autres et qu'ils interviennent sur l'aspect des irrégularités créées en surface des matériaux. Afin d'étudier la contribution de chacun des différents paramètres de sablage sur la rugosité de la surface, nous avons tenté de simplifier l'étude effectuée dans le cadre industriel par l'approche statistique de Taguchi [12-16].

Ce procédé est souvent utilisé dans plusieurs domaines scientifiques, afin de déterminer les paramètres qui conditionnent ou qui inhibent un procédé [12]. Pour ce qui est de la projection, l'approche de Taguchi est utilisée pour optimiser l'importance des paramètres de projection sur la qualité des dépôts [13-16].

Pour notre cas, la nécessité de simplifier quelques paramètres et la connaissance de ceux affectant le plus la rugosité de la surface analysée exigent d'effectuer plusieurs expériences. Le résultat obtenu pour chaque paramètre constitue un niveau qui doit être comparé à celui des autres paramètres. La comparaison entre les différences possibles entre niveaux permet de distinguer le paramètre dominant, c'est à dire celui qui correspond aux différences les plus marquées.

II-4-1 Choix des abrasifs et des matériaux

Compte tenu des résultats cités dans la littérature, le choix des abrasifs et de leur granulométrie revêt une grande importance. Il est directement lié au rendement et à l'efficacité du traitement. Nous avons cependant choisi de préférence le corindon (Al_2O_3) dense de différentes granulométries. En effet, le corindon à arêtes particulièrement vives est très abrasif, très anguleux, avec une densité absolue moyenne mesurée par pycnométrie, de l'ordre de 3960 kg/m^3 . Il frappe durement le substrat et agit par une véritable coupe plutôt que par un martelage. De plus, sa dureté lui donne une résistance élevée à l'usure.

Bien qu'il soit fragile, il produit moins de poussières fines que le SiC par exemple, si les conditions de sablage sont bien optimisées. Enfin, il est insensible à l'humidité.

Les figures II-7-a et II-7-b prises au microscope électronique à balayage (MEB) montrent la forme anguleuse des grains d'abrasif (corindon blanc).

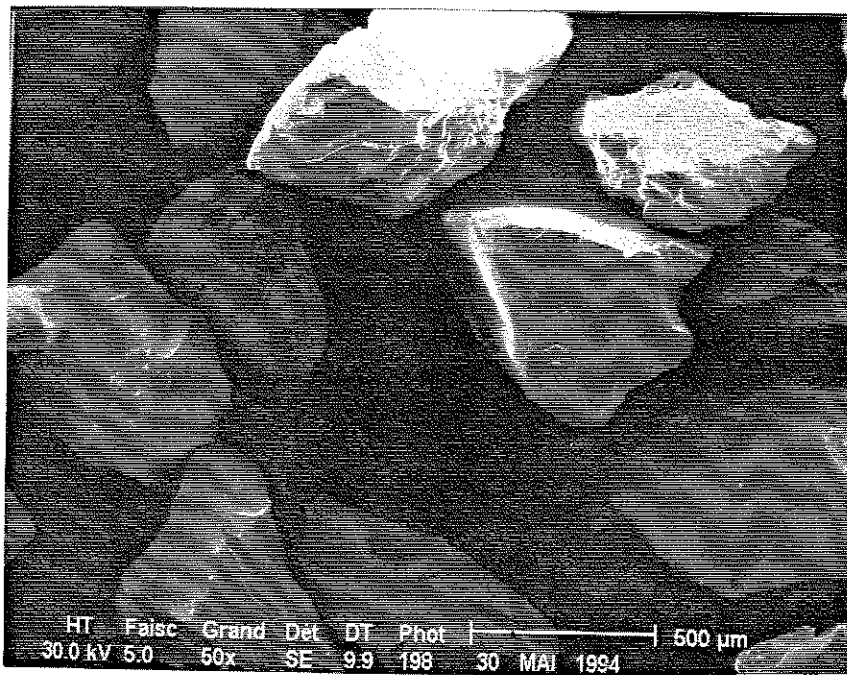


Figure II-7-a : Aspect anguleux des grains d'abrasif de corindon blanc de taille moyenne 0.5 mm.

Le tableau II-1 regroupe les valeurs données en mm des distributions de tailles standard, indiquées par leur norme FEPA, des grains d'abrasifs selon le fournisseur (CRISTALBA Pechiney). Les histogrammes correspondant aux résultats obtenus par tamisage au laboratoire sont donnés sur les figures II-8 et II-9. Plus la taille augmente, plus la distribution obtenue est large.

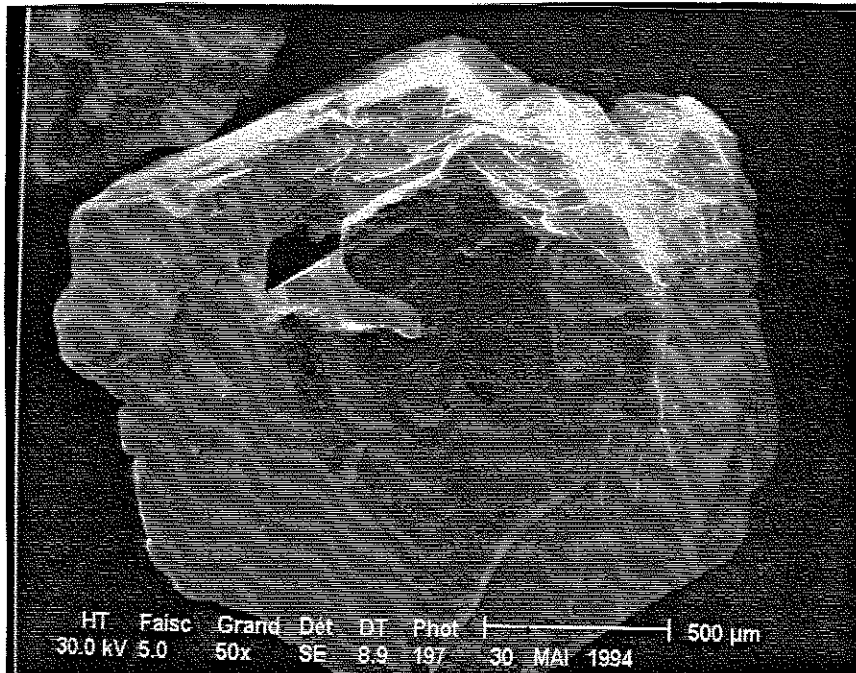


Figure II-7-b : Aspect anguleux des grains d'abrasif de corindon blanc de taille moyenne 1.4 mm.

Nature de l'abrasif Al_2O_3 - (CRISTALBA Pechiney)	Taille Standard (mm) d'après FEPA.
Al_2O_3 -F10 "Noir"	2
Al_2O_3 -F12 "Blanc"	1.68
Al_2O_3 -F14 "Blanc"	1.41
Al_2O_3 -F20 "Blanc"	1
Al_2O_3 -F36 "Blanc"	0.5

Tableau II-1 : Diamètre moyen de la taille des abrasifs en alumine utilisés.

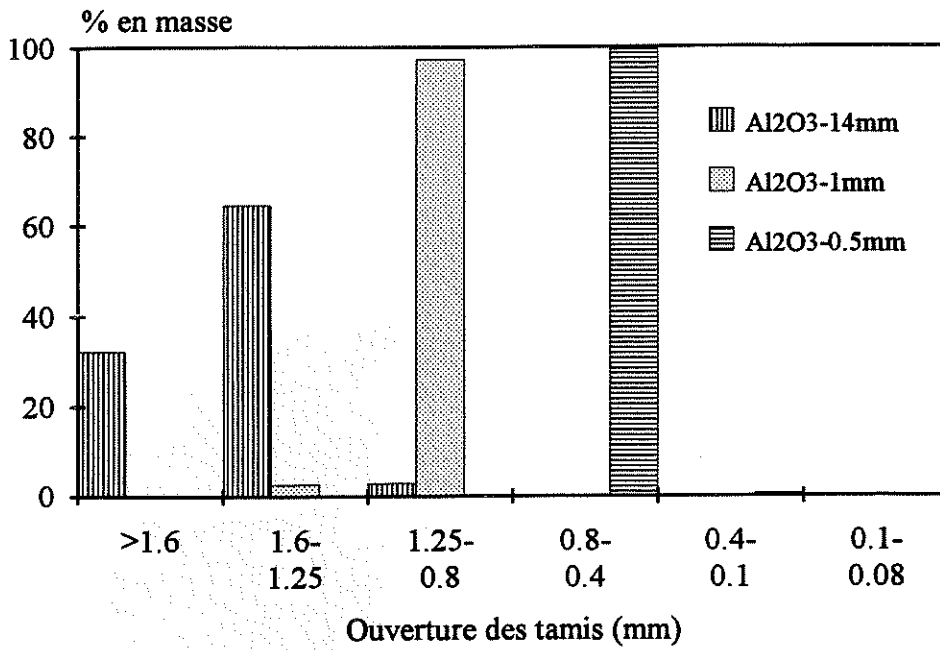


Figure II-8 : Différentes distributions d'abrasifs Al₂O₃ - 0.5, 1 et 1.4 mm.

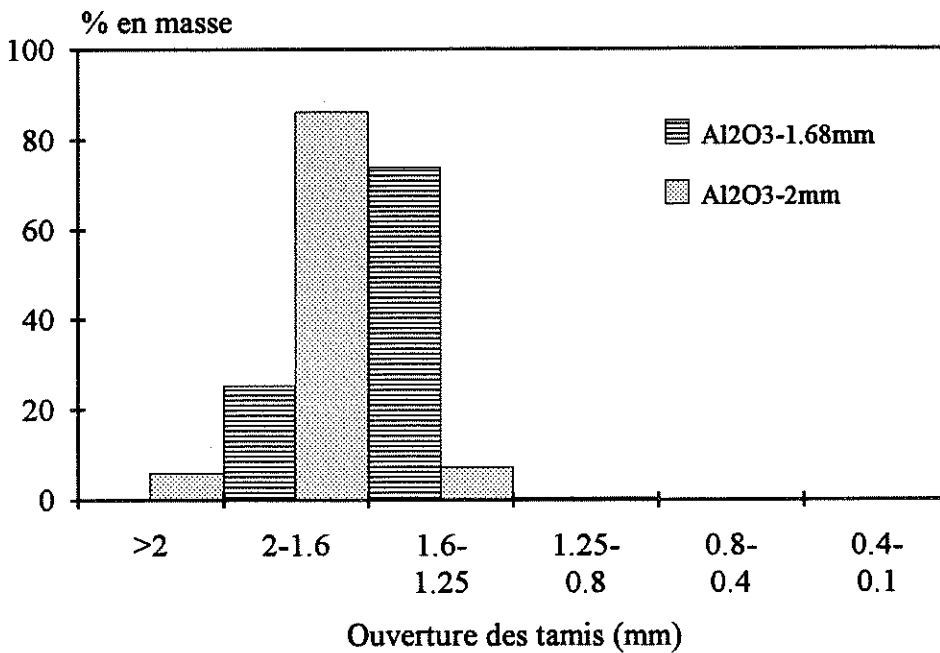


Figure II-9 : Différentes distributions d'abrasifs Al₂O₃ - 1.7 et 2 mm.

Pour ce qui est des matériaux de substrats, nous les avons choisis des moins durs aux plus durs, c'est à dire respectivement l'alliage d'aluminium (AU4G matériau doux), la fonte (FT25), l'acier (E30), l'acier inoxydable (316L), l'acier 100C6 et l'acier 100C6 (matériau dur) trempé dans l'huile, après avoir subi un traitement thermique à 800°C pendant deux

heures. Ces matériaux nous permettront de bien étudier l'effet de la dureté du substrat vis à vis de la rugosité créée en surface par le sablage.

Nous donnons dans le tableau II-2 les modules d'Young correspondant aux données OTUA (1993), et à titre d'indication la dureté apparente Vickers des matériaux étudiés, évaluées à l'aide d'un duromètre type Zwick-321200 sous une charge de 4.902 N (notée HV₅). Chaque résultat constitue une moyenne de six essais réalisés sur chaque matériau.

Matériaux	(HV ₅)	E (GPa)	Tf (K)	$\alpha \cdot 10^{-6} K^{-1}$	Composition chimique
AU4G	~	70-74	933	23-29	0.5% Mn, 4.1% Cu, 0.7% Mg
FT25-FGL250	189±20	125-200	1900	10-12	2.8-3.5% C, 2.8-1.2% Si, 0.4-1% Mn, 0,03-0,03%S
XC38	186±19	202	~	10.9	Fer, 0.38% C
E30	~	209	~	~	~
304L	220±21	200	~	16	Fer, 18% Cr, 10% Ni
100C6	203±20	213	~	~	1.3-1.6 Cr, 0.95-1.1% C, 0.4% Mn
100C6T	946±50	~	~	~	1.3-1.6 Cr, 0.95-1.1% C, 0.4% Mn

Tableau II-2 : Propriétés mécaniques des substrats utilisés lors de l'étude de sablage.

II-5 PREMIERS TRAVAUX EFFECTUES

II-5-1 Equipement de la sableuse à dépression

Nous disposons, au laboratoire, d'une sableuse qui n'était pas équipée de moyens nécessaires pour entreprendre une étude systématique du sablage. Cependant, nous l'avons adaptée grâce à un ensemble de dispositifs électriques et mécaniques auxiliaires, permettant à la fois le contrôle des paramètres de sablage et le fonctionnement de la sableuse.

Le fonctionnement de la sableuse à dépression est le même que celui qui est décrit dans le paragraphe I-7-1-3. Par contre, nous avons apporté beaucoup de changement au niveau du contrôle des paramètres de sablage, changement que nous décrivons dans la suite.

II-5-1-1 Contrôle du déplacement du pistolet de sablage

Nous avons inclus dans la sableuse un système mécanique sur lequel est fixé le support du pistolet, système protégé de l'abrasif par des soufflets. Le mouvement uni axial de ce pistolet est assuré par un moteur électrique (1.5 kW) donnant une vitesse de translation constante du support de pistolet de l'ordre de 12.2 mm/s, il est disposé et fixé sur un banc en dehors de la cabine, dans laquelle se déroulent les opérations de sablage.

L'inversion du sens du mouvement horizontal est assurée par deux butées avec contact électrique, entre lesquelles le pistolet suit son mouvement. On peut donc contrôler la durée du sablage par la vitesse de translation et la distance parcourue entre les butés (via un comptage du nombre de passages effectués par le pistolet). Le retard d'inversion de sens du mouvement du moteur est contrôlé par un relais temporisé de 0.1 à 0.3 secondes.

En ce qui concerne le nombre de passages, il est variable selon le choix de l'utilisateur et il peut être contrôlé à partir d'une passe, deux passes jusqu'à un nombre total de passages correspondant à un relais retardateur de 180 secondes (en moyenne une passe évaluée sur une distance de 13.5 cm correspond à 11 secondes).

II-5-1-2 Angle de sablage et distance

Le support du pistolet en mouvement horizontal entre les deux butées est fixé par serrage mécanique sur une plaque usinée qui lui est adaptée afin de pouvoir définir la distance de sablage et l'angle d'inclinaison du pistolet par rapport à la normale de la surface à sabler. Cependant, la distance de tir est limitée au plus à 300 mm par la géométrie de la cabine de la sableuse.

II-5-1-3 Mouvement des échantillons

Compte tenu du déplacement horizontal du pistolet de sablage, nous avons choisi d'entraîner les échantillons dans un mouvement de rotation. Ce mouvement est bien adapté à la forme des échantillons utilisés par le laboratoire et par ailleurs il nous évite de réaliser un autre montage électrique à inversion de mouvement par des butées. Il nécessite également une protection contre l'abrasif, lors du sablage.

Le porte-échantillon peut être un disque plat tournant, ou un cylindre sur lesquels peuvent être montés et serrés les échantillons de formes différentes.

Nous avons choisi de réaliser ce porte-échantillon en aluminium (moins dur, plus facile à usiner et qui est moins usé par l'abrasif). Les pastilles de 25 mm de diamètre sont fixées par serrage mécanique sur le cylindre (qui peut supporter 12 pastilles sablées dans

les mêmes conditions). Notons que leurs surfaces latérales peuvent être protégées grâce un léger décalage de leur niveau par rapport à celui du cylindre support. Le mouvement du cylindre est assuré par un moteur placé en dehors de la cabine de la sableuse. La vitesse de rotation est réglable à l'aide d'un régulateur, ce qui permet un bon recouvrement de la surface à sabler par le choix de la vitesse relative des échantillons par rapport au déplacement de la buse. Le montage est schématisé sur la figure II-10.

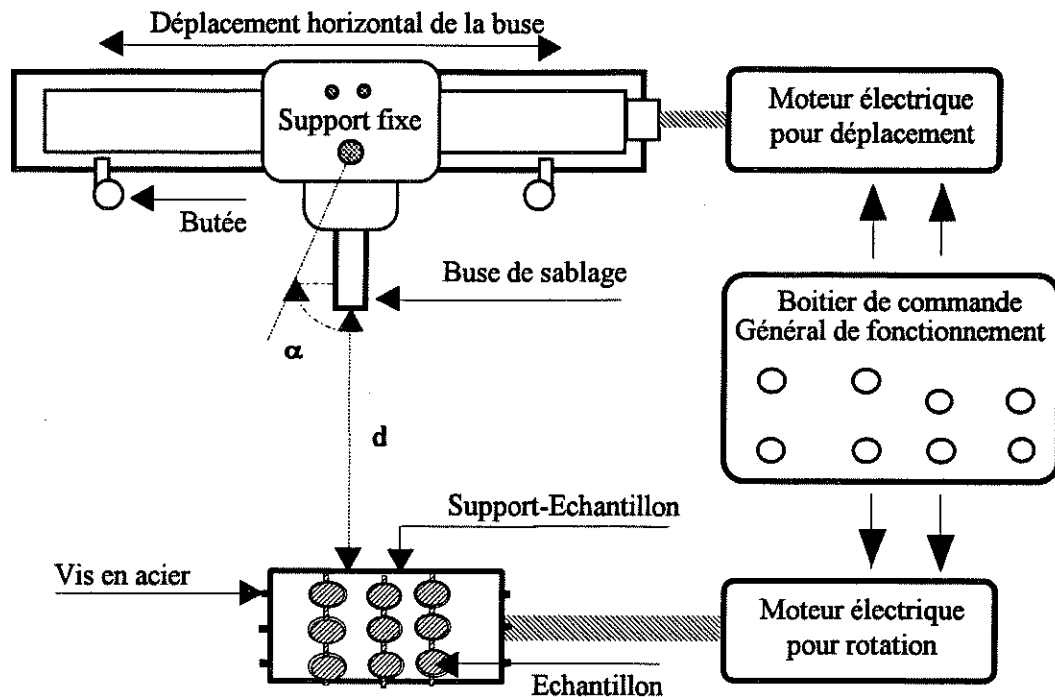


Figure II-10 : Schéma du Dispositif de déplacement du pistolet de sablage et des échantillons.

II-5-1-4 Boîtier de commande de la sableuse

Ce boîtier comporte l'ensemble des circuits électriques de commande de la sableuse. On distingue donc plusieurs fonctions :

- marche et arrêt général de la sableuse.
- autorisation de sablage, soit en manuel, soit en automatique.
- possibilité de déclencher l'inversion du sens du déplacement du pistolet de sablage.
- autorisation, interdiction ou déclenchement de la rotation de la pièce à sabler.
- possibilité de déclencher, d'annuler ou d'autoriser la ventilation de la sableuse.
- réglage de la vitesse de rotation des substrats.

II-5-1-5 Recyclage des abrasifs

Au cours de cette première partie du travail à l'aide d'une sableuse à dépression, nous n'avons pas pu recycler les abrasifs pour plusieurs raisons :

- il est impossible d'alimenter continuellement la sableuse avec des abrasifs, car la trémie est grande et nécessite des quantités d'abrasifs importantes.
- il n'existe pas d'ouverture de récupération des abrasifs usagés. Une telle ouverture est par ailleurs très difficile à réaliser du fait de la géométrie de la sableuse.
- coût du sablage.

C'est pourquoi, afin de conserver la même distribution de taille du même abrasif, nous avons ajouté régulièrement des petites quantités d'abrasif neuf.

II-5-2 Conditions de sablage

II-5-2-1 Ouverture de la buse

Pour une pression d'air comprimé donnée, pour un même abrasif, le débit d'abrasif augmente nettement avec le diamètre de la buse. Par exemple, pour un abrasif Al_2O_3 -F12, trois tuyères de même forme venturi et de diamètres respectifs 8, 8.3 et 9.1 mm, le débit de poudre obtenu pendant une minute varie comme indiqué sur la figure II-11.

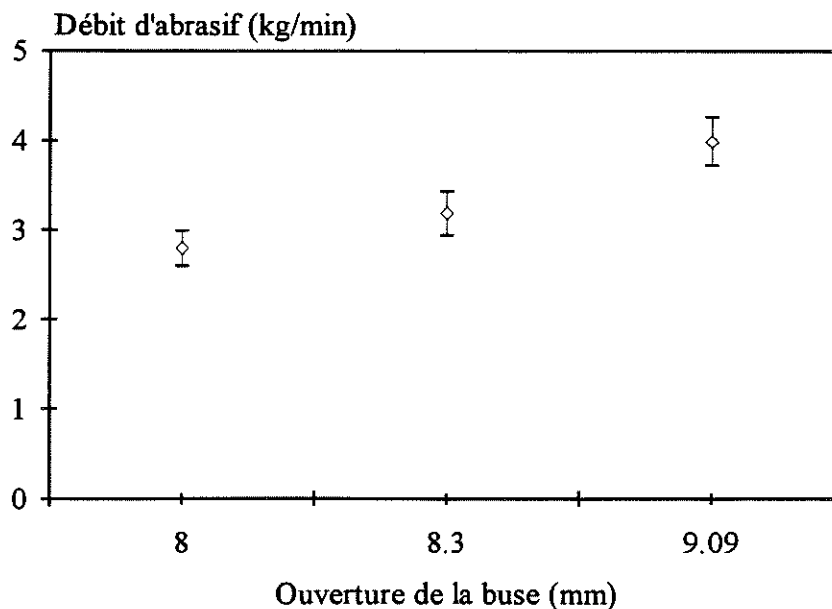


Figure II-11 : débit d'abrasif en fonction de l'ouverture de la buse.

II-5-2-2 Distance et angle de sablage

Pour faciliter l'étude, nous avons usiné un support d'échantillon plat non mobile sur lequel nous avons fixé les échantillons dans le sens du déplacement de la buse de sablage. Par le traitement d'image, nous avons obtenu plusieurs paramètres qui caractérisent l'état de surface des matériaux utilisés pour le sablage. Dans ce qui suit, nous ne donnerons qu'un seul paramètre, le Ra, c'est à dire la rugosité moyenne. Afin de déterminer la contribution de chaque paramètre et pour trouver ceux influençant le plus le Ra de la surface, nous avons procédé à une comparaison des différences entre deux niveaux considérés suivant la méthode de Taguchi. Chaque niveau correspond à la moyenne des valeurs obtenues pour un seul paramètre, toutes choses égales par ailleurs.

Sous une pression de 0.8 MPa, à l'aide de l'abrasif Al₂O₃-F10 (d~2 mm) de débit moyen 3.2 kg/min, nous avons sablé les échantillons pendant un nombre de passages connu correspondant à une durée de sablage de 8 secondes par échantillon. Les valeurs moyennes du Ra obtenues pour chaque matériau sablé dans les conditions choisies (tableau II-3) sont portées dans le tableau II-4, où α est l'angle de sablage, d la distance de tir, ϕ le diamètre de la buse et FX la taille de l'abrasif. Rappelons que chaque valeur de Ra est une moyenne de 6 mesures obtenues par l'analyse d'images.

N° d'essais	α (°)	d (mm)	ϕ (mm)	Taille
1	30	50	8.7	F10
2	30	100	8.10	F10
3	30	150	8.70	F10
4	60	50	8.10	F10
5	60	100	8.10	F10
6	60	150	8.7	F10
7	90	50	8.7	F10
8	90	100	8.7	F10
9	90	150	8.7	F10

Tableau II-3 : Conditions expérimentales.

Essais	AU4G	FT25	XC38	E30	304L	100C6	100C6T
1	16.01	10.50	12.31	12.31	10.01	13.05	3.99
2	10.36	12.70	10.01	12.03	9.81	13.05	6.89
3	15.60	10.04	11.30	11.34	12.89	10.18	6.93
4	16.17	17.46	17.12	14.29	13.12	14.76	7.12
5	20.42	15.32	11.50	16.33	16.09	14.70	7.69
6	21.53	15.41	14.15	11.77	15.02	13.88	6.37
7	20.59	18.97	16.30	20.47	12.52	11.22	5.03
8	20.93	16.35	17.74	20.66	14.40	14.84	8.36
9	20.10	17.22	15.55	22.19	16.39	13.69	6.35

Tableau II-4 : Valeurs obtenues de Ra de surface.

La contribution de chaque paramètre a été évaluée par les différences entre deux niveaux, via l'approche de Taguchi.

i) Influence de l'angle de sablage

N°- angle	AU4G	FT25	XC38	E30	304L	100C6	100C6T
1-30	13.99	11.08	11.21	11.89	10.90	12.09	5.94
2-60	19.37	16.06	14.26	14.13	14.74	14.45	7.06
3-90	20.54	17.51	16.53	21.11	14.44	13.25	6.58
différence 1/2	5.38	4.98	3.05	2.24	3.84	2.35	1.12
différence 1/3	6.55	6.43	5.32	9.21	3.53	1.16	0.64
différence 2/3	1.17	1.45	2.27	6.98	0.31	1.20	0.48

Tableau II-5 : Comparaison des différences de Ra (μm) entre les niveaux considérés (angle).

Nous constatons, d'après le tableau II-5, pour un matériau donné, une différence marquée entre le niveau 1 correspondant à l'angle de 30° et les niveaux 2 et 3 correspondant aux angles 60° et 90° et une légère différence entre les niveaux 2 et 3. Ceci montre que le traitement est d'autant meilleur que l'angle de sablage est choisi entre 60° et 90°.

ii) Influence de la distance

N°- d (mm)	AU4G	FT25	XC38	E30	304L	100C6	100C6T
1-50	17.59	15.64	15.24	15.69	11.88	13.01	5.38
2-100	17.24	14.79	13.08	16.34	13.43	14.20	7.65
3-150	19.08	14.22	13.67	15.10	14.77	12.58	6.55
différence 1/2	0.35	0.85	2.16	0.65	1.55	1.19	2.27
différence 1/3	1.49	1.42	1.58	0.59	2.88	0.43	1.17
différence 2/3	1.84	0.57	0.58	1.24	1.33	1.61	1.10

Tableau II-6 : Contribution de la distance de sablage sur le Ra (μm) et les différences de Ra.

De même, le tableau II-6 indique que l'influence de la distance sur l'état de la surface est peu important, lorsque l'on passe de 50 mm à 150 mm, et elle est faible entre 100 et 150 mm, bien que l'effet diffère d'un matériau à un autre. Toutefois, à une distance de 150 mm, les abrasifs de faible taille ne pourront pas assurer un traitement de surface du fait de leur faible vitesse.

Par comparaison des différences entre les niveaux considérés, notamment celles portées dans les deux tableaux II-5 et II-6, l'angle de sablage apparaît comme étant le facteur qui influence le plus l'état de la surface.

Pour la suite de l'étude, nous avons donc fixé notre choix sur une distance de 100 mm.

II-5-2-3 Angle et pression de sablage

Nous avons sablé les échantillons en faisant varier la pression de l'air comprimé de 0.8 à 1.2 MPa, avec des tirs sous des angles respectivement de 30°, 60° et 90°, à l'aide de l'abrasif Al₂O₃-F10 (de taille nominale 2 mm), avec des durées de sablage et des débits d'abrasifs identiques aux précédents. Les conditions de sablages ainsi que les résultats sont regroupés dans les tableaux II-7 à II-10 de l'annexe du chapitre II.

Comme précédemment, nous constatons dans le tableau II-9 que l'angle de sablage est d'autant meilleur qu'il est compris entre 60° et 90°, étant donné que les différences entre les niveaux 2 et 3 qui leur correspondent sont très faibles et nettement plus grandes par rapport à celles correspondant au niveau de l'angle de 30°.

Pour ce qui est de la pression de 0.3 à 0.8 MPa, son influence est certaine, alors qu'elle ne semble pas avoir d'effet très significatif lorsqu'elle varie entre 0.8 à 1.2 MPa (cf tableau-10 de l'annexe du chapitre-II).

En conclusion, le traitement est d'autant meilleur que l'on sable avec un angle de tir compris entre 60° et 90° et à des pressions au moins égales à 0.7 MPa. Etant donné qu'il modifie beaucoup plus l'état de la surface, il faut noter que l'effet de la pression est plus marqué que celui de l'angle de sablage.

Pour la suite de l'étude, nous travaillons avec un angle de tir de 90°.

II-5-2-4 Pression de l'air comprimé et taille des abrasifs

Pour des abrasifs d'alumine de distribution de taille nominale respectivement de 2-1.68-1-0.5 mm, avec des pressions d'air comprimé respectivement de 0.3, 0.8 et 1.2 MPa et en utilisant une tuyère de diamètre 8 mm, nous avons sablé des échantillons de différents matériaux, avec un angle de tir de 90°, à une distance de 100 mm, pendant les mêmes durées de sablage et avec des débits d'abrasif identiques. Les conditions correspondantes, ainsi que les résultats de mesures de Ra sont présentés dans les tableaux II-11 et II-12 donnés dans l'annexe du chapitre-II; les différences de niveaux relatifs à la pression et à la taille d'abrasif sont indiquées dans les tableaux II-13 et II-14.

On constate que le sablage à une pression de 0.3 MPa est nettement moins efficace que celui obtenu avec 0.8 ou 1.2 MPa, ce qui se traduit, d'après le tableau II-13 de l'annexe du chapitre II, par un écart significatif entre les niveaux 1/2 et 1/3 (Rappelons que le niveau 1 correspond à 0.3 MPa, alors que les niveaux 2 et 3 correspondent aux pressions 0.8 et 1.2 MPa). Par contre, comme précédemment, cet écart demeure plus faible, lorsque l'on passe de 0.8 à 1.2 MPa.

Toutefois au dessus de 0.8 MPa, nous avons constaté une forte usure d'abrasif qui se brise en morceaux après son impact contre le substrat, alors que la rugosité totale n'est que légèrement augmentée. En ce qui concerne les abrasifs, la rugosité de la surface s'accroît régulièrement avec l'augmentation de la taille des grains d'abrasif. Comme le montrent les écarts entre les niveaux 4 et 1 du tableau II-14 de l'annexe du chapitre-II, cette variation est quasi-linéaire avec la taille de l'abrasif. Remarquons que la taille d'abrasif a de loin l'effet le plus important sur la rugosité de surface.

II-5-2-5 Nature du substrat, abrasifs, et durée de sablage

Nous avons sablé trois matériaux, du moins dur AU4G au plus dur 100C6T, à l'aide de quatre abrasifs de même nature Al₂O₃-F10, F12, F20 et F36, sous des pressions de

sablage respectivement de 0.8 et 1.2 MPa, avec un angle de tir de 90° à une distance de 100 mm pendant des durées de 2, 4, 8 et 12 secondes (cf tableaux II-15 et II-16 annexe du chapitre-II).

Ces deux pressions voisines entraînent un effet similaire sur la rugosité, qui se manifeste par un écart moins important que celui obtenu lorsque l'on travaille avec des écarts de pression plus élevés, par exemple entre 0.3 MPa et 0.8 MPa ou encore 1.2 MPa.

En ce qui concerne les abrasifs, l'écart demeure important (différence dans un rapport de 4 lorsque l'on passe d'un abrasif de grande taille à un abrasif de faible taille). De même, le matériau a le même effet, lorsque on compare les résultats obtenus avec un alliage d'aluminium AU4G et un acier 100C6 traité (différence dans un rapport de 3) (cf Tableau II-17).

En ce qui concerne la durée du traitement, il a toujours le même effet que précédemment; l'écart demeure important lors des trois ou quatre premiers passages jusqu'à 8 secondes, puis diminue à nouveau, avant d'augmenter à nouveau. Ceci traduit un durcissement du matériau (ou peut être un arrachement de matière) entraînant un Ra faible.

Pour des pressions suffisamment importantes, c'est à dire qui permettent un traitement efficace, l'effet de la taille d'abrasif est aussi plus important que la nature du matériau, bien que l'écart de différence soit du même ordre. En ce qui concerne la durée du traitement, elle dépend de la nature des matériaux et souvent, la durée optimale, compte tenu de la force d'impact des grains d'abrasifs, est obtenue dans les premiers passages de la buse. Ceci implique donc de contrôler soigneusement le paramètre temps pour un matériau donné, afin d'obtenir une bonne reproductibilité du traitement.

II-5-3 CONCLUSION

Nous avons vu au cours de cette première étude l'interaction de plusieurs paramètres qui interviennent lors du traitement de surface par sablage à l'air comprimé.

La démarche statistique utilisée dans cette étude nous a permis de tirer les conclusions suivantes :

- la rugosité moyenne varie peu avec la distance et il est donc intéressant de choisir des distances convenables qui permettent à la fois une faible usure du sable et une vitesse suffisante des particules. Ces différentes constatations nous ont amenés à choisir une distance de 100 mm.

- l'ouverture de la buse doit être choisie en fonction de la distribution de taille de l'abrasif. En effet, pour un abrasif donné, le débit d'abrasif augmente très sensiblement avec l'augmentation du diamètre interne de la buse, bien que les débits soient réajustables.

- la rugosité moyenne créée augmente avec l'angle d'inclinaison de la buse, lorsque l'on passe d'un angle de 30° à un angle de 60° . La rugosité est presque constante pour un angle de tir compris entre 60° et 90° . Par conséquent, le sablage doit toujours être effectué, dans la mesure du possible, avec un angle compris entre 60° et 90° (si l'on ne tient pas compte de l'incrustation des débits d'abrasif).

- il a été également montré que la rugosité dépendait en grande partie de la pression de l'air comprimé; elle augmente considérablement lorsque l'on passe d'une pression de 0.3 MPa à 0.8 MPa. Par contre, cet accroissement demeure faible lorsque l'on travaille à des pressions comprises entre 0.8 et 1.2 MPa. Lorsque l'on utilise un système à dépression, les pressions de travail doivent être importantes pour obtenir une forte rugosité de la surface.

- de même, il a été montré que la rugosité moyenne (R_a) dépend très nettement de la taille des grains des abrasifs (de même nature), elle croît avec l'augmentation de cette dernière. Il est donc important de travailler avec un abrasif de grande taille (de l'ordre de 2 mm), lorsqu'il est nécessaire de créer une rugosité importante. L'effet de taille est le paramètre important permettant de créer des différences entre l'état de surface de différents matériaux de dureté croissante, si toutefois les autres paramètres sont optimisés.

- l'effet des propriétés mécaniques des matériaux n'est pas négligeable. Il a été montré que la rugosité moyenne R_a diminue, toutes choses étant égales par ailleurs, avec l'augmentation de la dureté des matériaux, et avec l'augmentation de leur module d'Young, en particulier lorsque on passe de AU4G au 100C6 traité.

- en ce qui concerne la durée de sablage, elle doit être soigneusement contrôlée par l'opérateur, car selon les conditions de sablage, de distance, d'angle de tir et d'abrasif utilisé, la durée optimale peut varier de 2 à 5 passages de la buse.

Finalement, cette étude nous a montré que les paramètres influençant le plus la rugosité (R_a) sont dans l'ordre : la taille de l'abrasif, la pression du sablage qui engendre la force d'impact des grains, l'angle de sablage, la nature des matériaux à sabler (notamment leurs propriétés mécaniques), la distance de sablage et finalement la durée de sablage.

tir qui conditionne la surface d'impact, pour une tuyère de la buse de 8 mm de diamètre et dans les conditions de vitesse utilisées, la durée aproximative de traitement (c. à d. durée d'exposition de la surface du matériau au jet d'abrasif en une passe) est de l'ordre de 2.75 à 3 secondes, pour des distances allant de 100 à 200 mm.

II-6-3 Débit d'abrasif

Les débits d'abrasif dépendent en général du choix de la pression de l'air comprimé, de la distribution de taille de l'abrasif et de l'ouverture interne de la tuyère de projection.

Il a été montré avec le système à dépression que le débit d'abrasif augmente avec l'ouverture interne de la buse de projection d'abrasif pour une pression donnée (cf figure II-11). Avec cette nouvelle sableuse, pour un diamètre interne de la buse de 8 mm, nous avons suivi l'évolution des débits d'abrasif projeté pendant une minute, pour des pressions variant de 0.2 à 0.6 MPa.

Les pesées effectuées sur les quantités récupérées dans un seau sont représentées sur les figures II-12 et II-13. Avec une pression et un diamètre de buse connus, le débit d'abrasif est d'autant plus faible que la taille d'abrasif est plus grande (cf figure II-12). Alors que pour un abrasif et une buse donnés, le débit augmente avec l'accroissement de la pression de l'air comprimé (cf figure II-13).

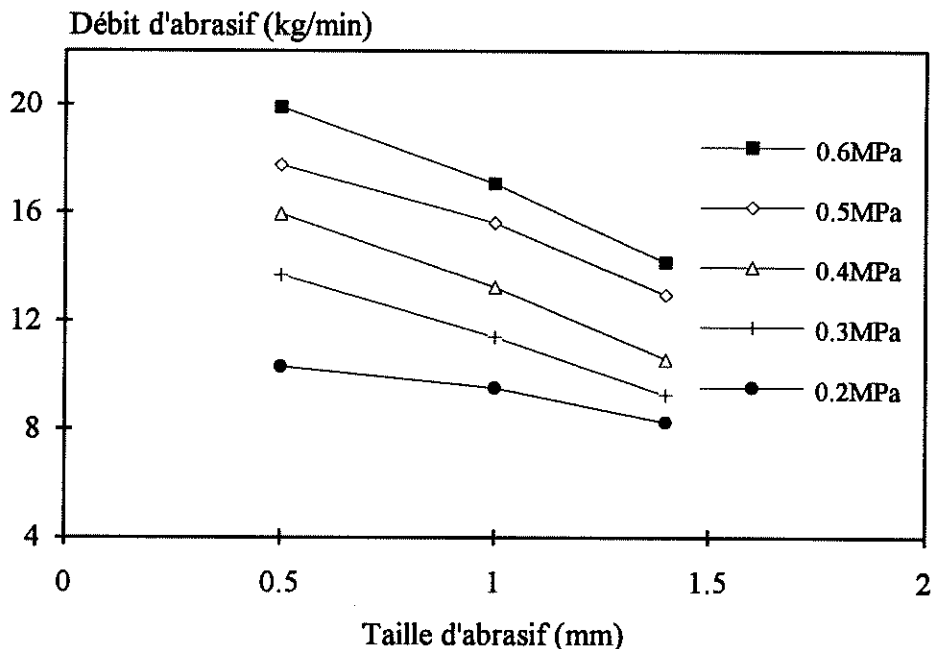


Figure II-12 : Débit d'abrasifs en fonction de la taille moyenne des abrasifs projetés à l'aide d'une buse de diamètre $\phi=8$ mm avec différentes pressions d'air comprimé.

Remarquons que les débits des abrasifs doivent être contrôlés pour une pression et une taille données, afin de travailler dans les mêmes conditions opératoires. Les débits des abrasifs ont été limités de 10 à 12 kg/min, quelles que soient la taille d'abrasif et la pression de l'air comprimé, à l'aide d'une tuyère permettant le réglage des débits d'abrasif.

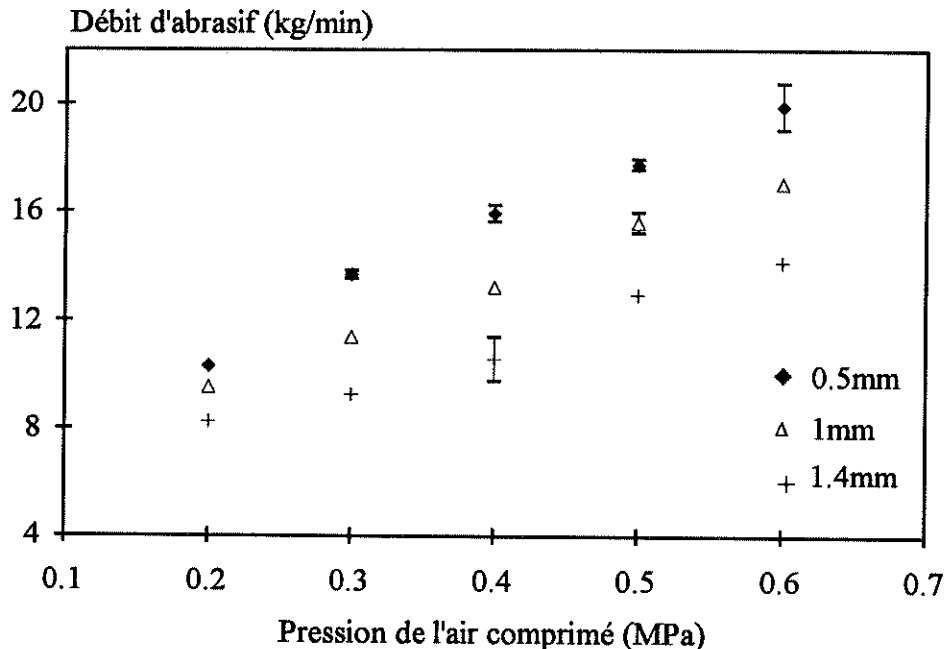


Figure-II-13 : Débits d'abrasifs projetés à l'aide d'une buse de diamètre $\phi=8$ mm en fonction de la pression de l'air comprimé.

II-6-4 Trace d'impact d'abrasif

La buse de diamètre $\phi=8$ mm étant immobile, nous avons sablé les plaques à différentes distances, respectivement entre 100 et 200 mm, à l'aide des trois abrasifs de taille moyenne 0.5, 1 et 1.4 mm, avec deux pressions 0.3 MPa et 0.5 MPa, pendant une durée de deux secondes.

La figure II-14 montre que pour une buse de diamètre donné, la surface d'impact ne dépend ni de la taille d'abrasif ni de la pression de l'air comprimé, et qu'elle dépend de la distance de sablage. Par exemple, pour une distance de 100 mm, le diamètre de la surface d'impact est de l'ordre de 30 mm contre 50 mm avec une distance de 200 mm.

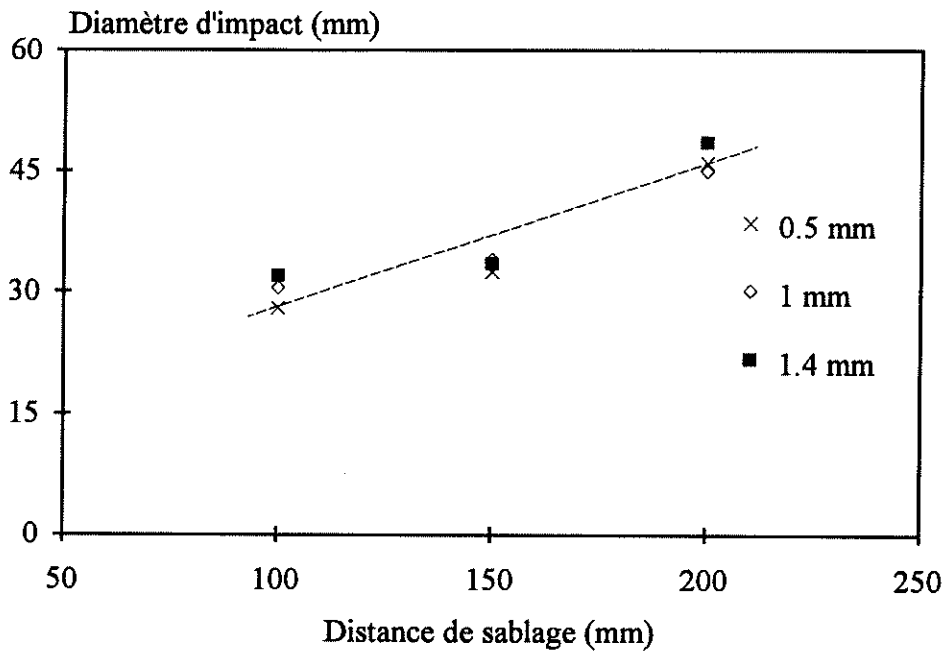


Figure II-14 : Evolution du diamètre d'impact en fonction de la distance du sablage (buse de diamètre $\phi=8$ mm).

II-6-5 Durée du sablage

Pour contrôler la durée du traitement, comme précédemment, nous avons choisi une vitesse constante à la buse de sablage de 12.2 mm/s, et la durée de sablage dépend donc du nombre de passages de la buse au-dessus des échantillons fixés en ligne sur un porte-échantillon plat et immobile.

La distance de parcours de la buse est fixée à 13.5 cm, afin de recouvrir totalement ou partiellement la surface des trois échantillons AU4G, FT25 et 100C6 fixés sur le porte-échantillon.

Avec une pression d'air comprimé de l'ordre de 0.3 MPa, pour une buse de diamètre égal à 8 mm disposée à une distance de 130 mm et avec un angle de tir de 90° , nous avons suivi l'évolution de l'état de surface (R_a , R_t) en fonction du nombre de passages de la buse devant le substrat respectivement en AU4G, FT25 et 100C6. Nous justifierons au paragraphe suivant le choix de la distance de 130 mm. D'après la courbe de la figure II-14, pour une distance de sablage de 130 mm, le diamètre de la surface de l'impact est de l'ordre de 33.5 mm. Cependant pour chaque passe, le temps approximatif d'exposition de la surface du matériau à l'abrasif est de l'ordre de 2.75 secondes.

Dans ces conditions, le sablage a été effectué à l'aide de trois abrasifs d'alumine de taille nominale 0.5, 1 et 1.4 mm et des débits peu différents de l'ordre de 9-10 kg/min, sans recyclage d'abrasif. Les rugosités R_a et R_t représentent chacune une moyenne d'au moins

une vingtaine de mesures effectuées sur chaque surface, dans la direction du déplacement de la buse.

Ces résultats ont été obtenus à l'aide d'un rugosimètre Mituto-SurfTest et ils sont indiqués sur les figures suivantes, qui montrent l'évolution du Ra et du Rt en fonction du nombre de passages de la buse devant les échantillons.

Les variations du Ra sont moins dispersées que celles du Rt comme on pourrait s'y attendre. Le Ra augmente avec la taille d'abrasif et diminue progressivement avec l'allongement de la durée de sablage. Sur l'alliage d'aluminium, le Ra varie peu jusqu'au 6^{ème} passage de la buse (cf figure II-15), ce qui est dû à un durcissement superficiel. Ensuite la matière en surface est arrachée, conduisant à la chute brutale nettement observée sur la figure II-15. Après le matériau semble plus maté que sablé et il est inutile de poursuivre le traitement. Par contre sur les figures II-17 et II-19 représentant les Ra obtenus sur la fonte et sur le 100C6, nous constatons que, du fait de leur dureté, le traitement engendre un arrachement de la matière en surface après quatre passages. Les tendances des Ra et Rt sont similaires (cf figures II-16, II-18 et II-20).

En ce qui concerne la taille de l'abrasif, on constate que plus cette taille est faible moins il y a d'écart entre les Ra obtenus sur différents matériaux (cf figures II-21 à II-23). Dans tous les cas, la rugosité augmente quasi-linéairement avec la taille d'abrasif pour un matériau donné et décroît avec le module d'Young. Des résultats similaires sont obtenus pour le Rt (cf figure II-24). L'influence de la taille de l'abrasif est encore plus nette sur la figure II-25 où nous avons représenté l'évolution du Ra en fonction de la taille de l'abrasif pour les trois matériaux considérés.

Nos observations nous ont permis de constater qu'à partir du troisième passage, le matériau 100C6 commence à s'user en surface alors que l'alliage AU4G continue à se mater et à se durcir de plus en plus. Dans tous les cas, pour un matériau donné, les écarts entre les Ra obtenus pour un passage et ceux obtenus pour 2 à 4 passages sont relativement minimes. C'est pour cela et afin d'étudier l'effet de la distance de sablage que nous avons travaillé uniquement avec 3 passages et qu'entre chaque passage les mesures d'au moins une vingtaine de Ra et Rt ont été effectuées. Notons enfin que la sableuse à pression fonctionnant avec 0.3 MPa permet d'obtenir des Ra similaires à ceux de la sableuse à dépression, mais avec une pression de 0.8 MPa.

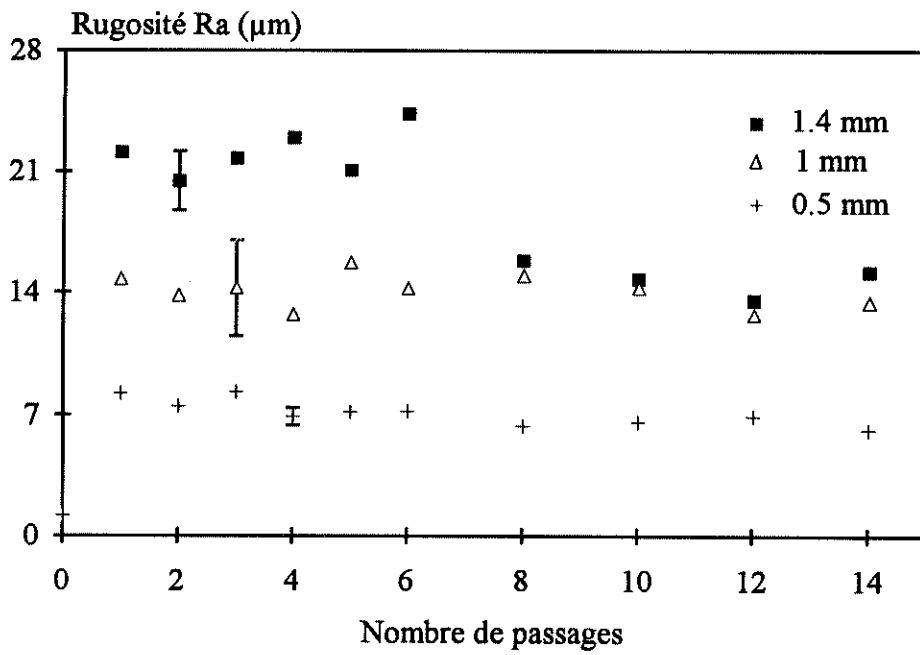


Figure II-15 : Ra de surface d'AU4G en fonction de nombre de passages de la buse ($\phi=8$ mm) et de la taille des abrasifs non recyclés (neufs) : $d = 130$ mm, $P = 0.3$ MPa.

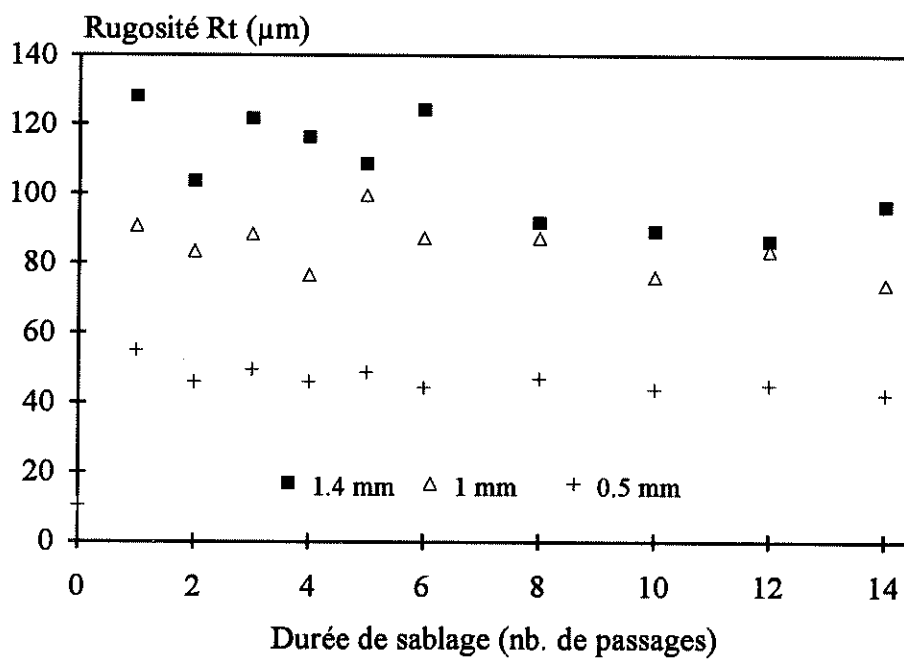


Figure II-16 : Rt de surface d'AU4G en fonction de nombre de passages de la buse ($\phi=8$ mm) avec des tailles d'abrasifs neufs : $d = 130$ mm, $P = 0.3$ MPa.

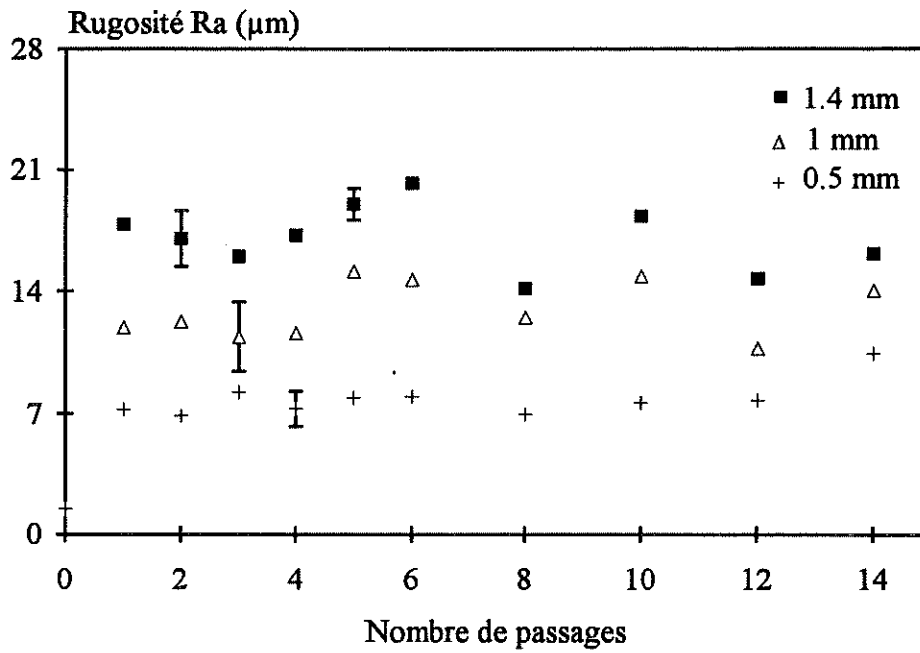


Figure-II-17 : FT25 sablé avec différents abrasifs non recyclés, à une distance de 130 mm et avec une pression de 0.3 MPa.

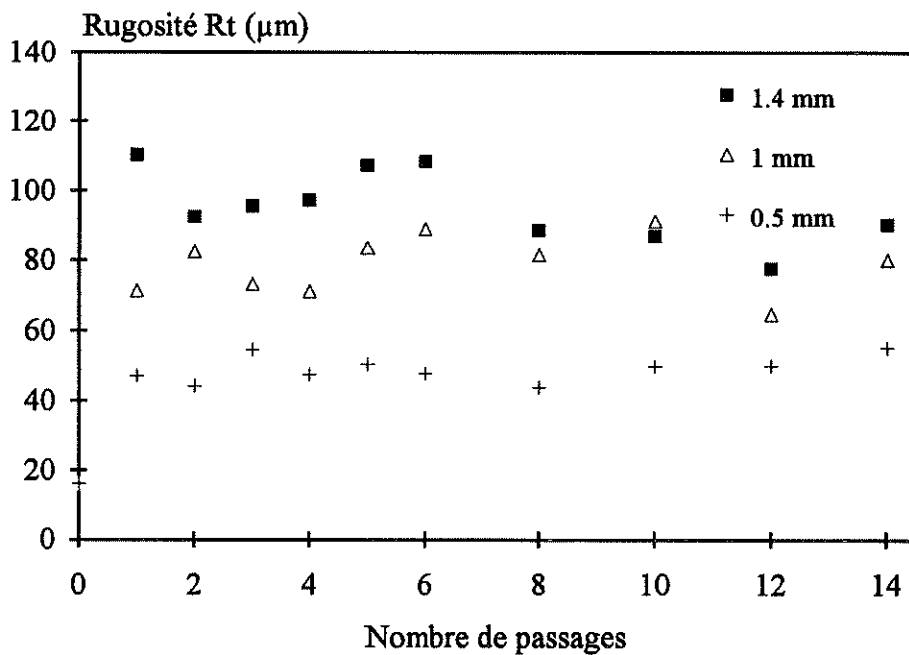


Figure-II-18 : FT25 sablé avec différents abrasifs non recyclés à une distance de 130 mm et avec une pression de 0.3 MPa.

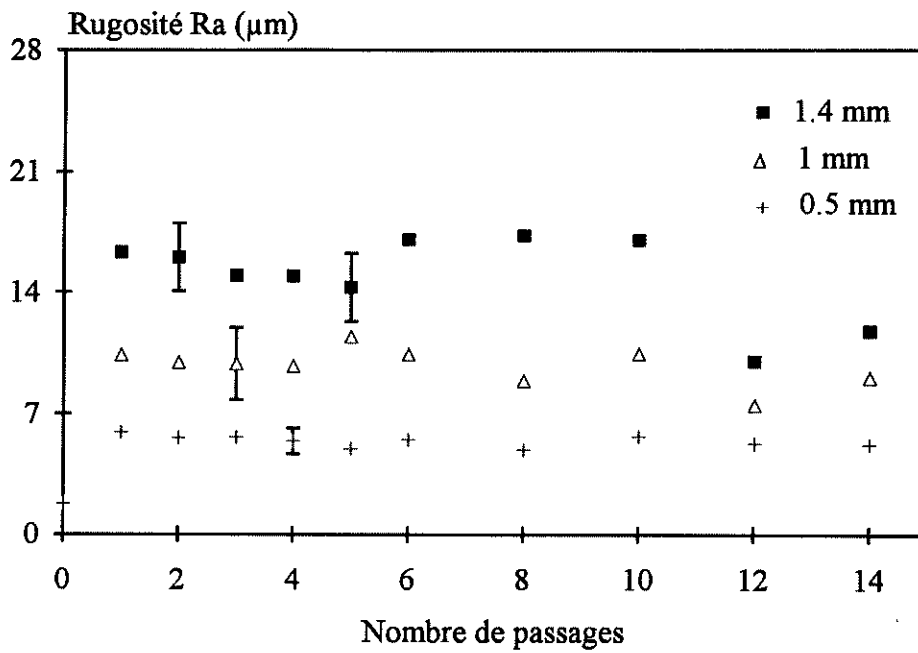


Figure II-19 : 100C6 sablé avec différents abrasifs non recyclés à une distance de 130 mm et avec une pression de 0.3 MPa.

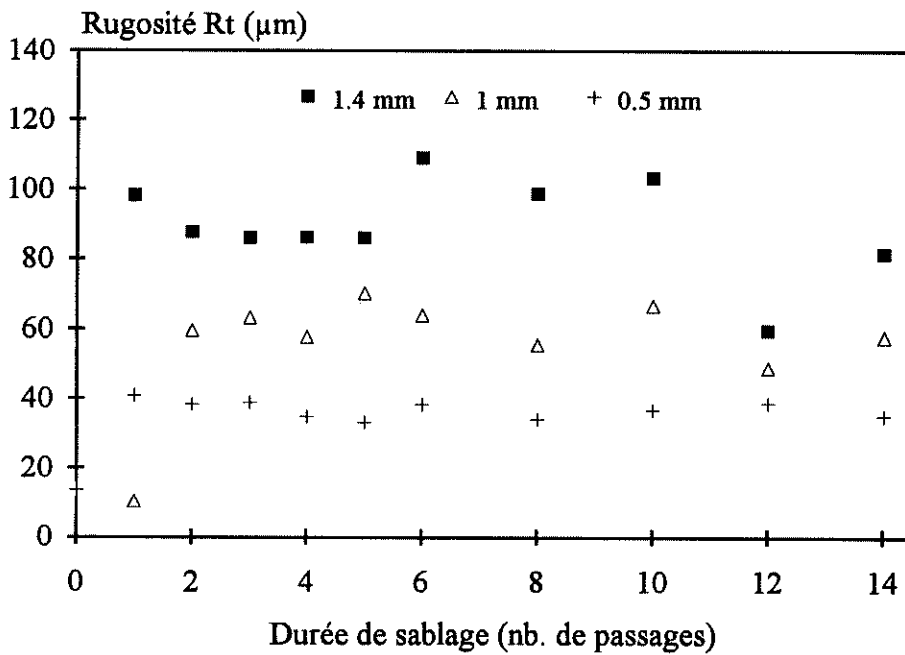


Figure II-20 : 100C6 sablé avec différents abrasifs non recyclés à une distance de 130 mm et avec une pression de 0.3 MPa.

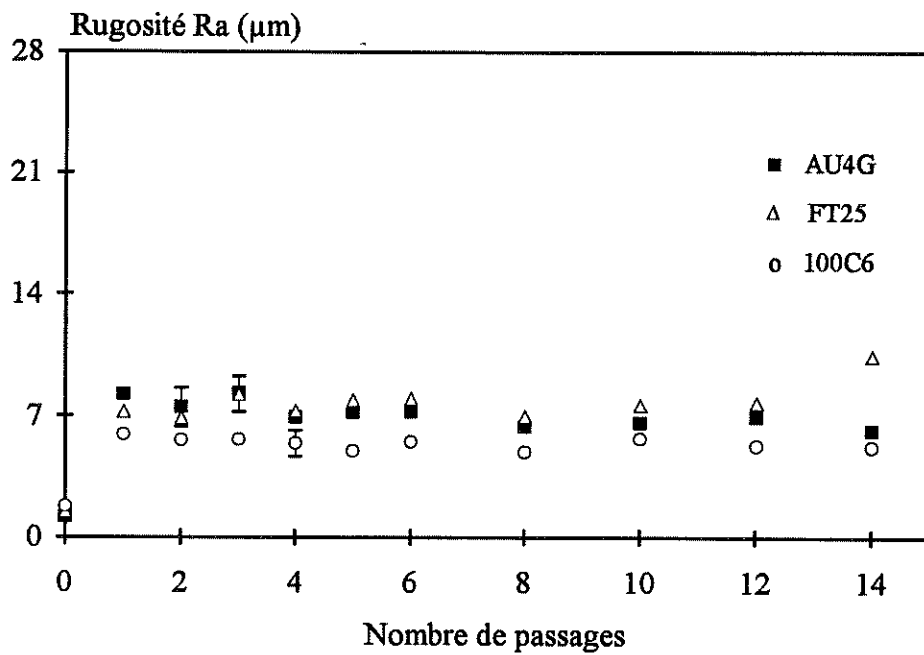


Figure II-21 : Comparaison des Ra de surfaces de trois matériaux sablés avec de l'abrasif neuf en Al₂O₃-0.5 mm, d = 130 mm, P = 0.3 MPa

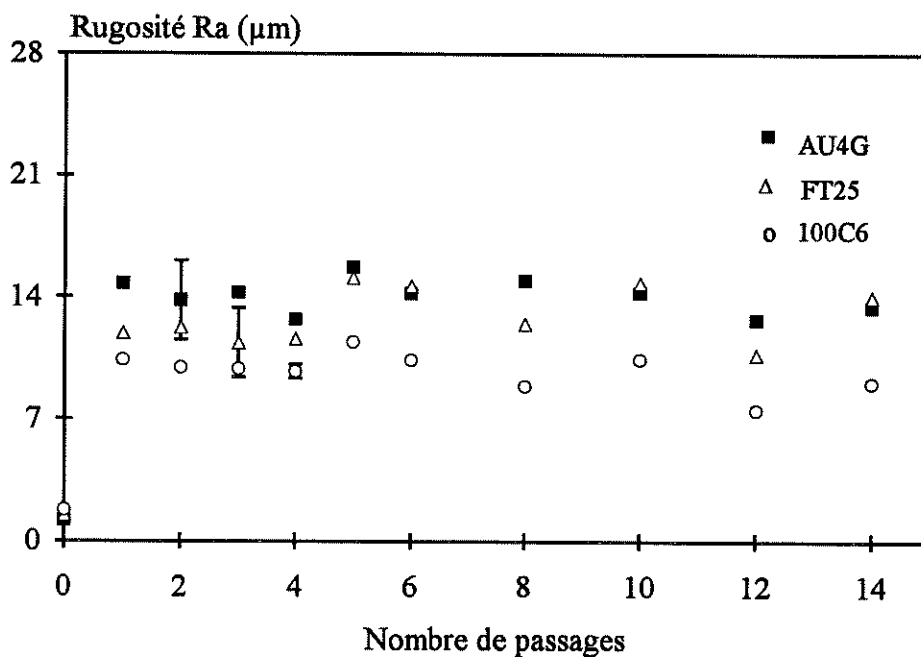


Figure II-22 : Comparaison des Ra de trois matériaux sablés avec de l'abrasif Al₂O₃-1 mm non recyclé, d = 130 mm, P = 0.3 MPa.

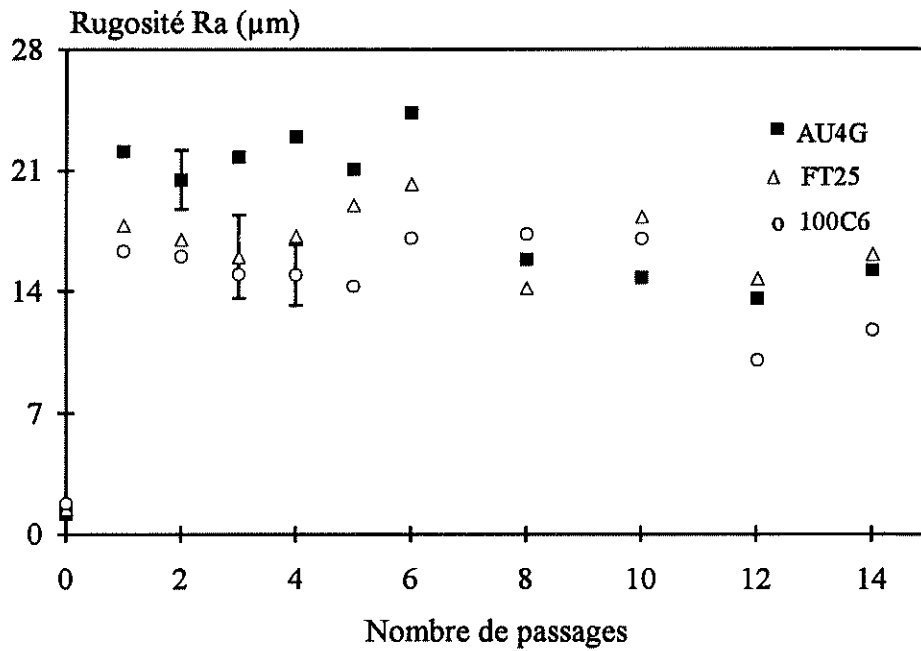


Figure II-23 : Comparaison des Ra des trois matériaux sablés avec de l'abrasif Al_2O_3 -1.4 mm non recyclé, $d = 130$ mm, $P = 0.3$ MPa.

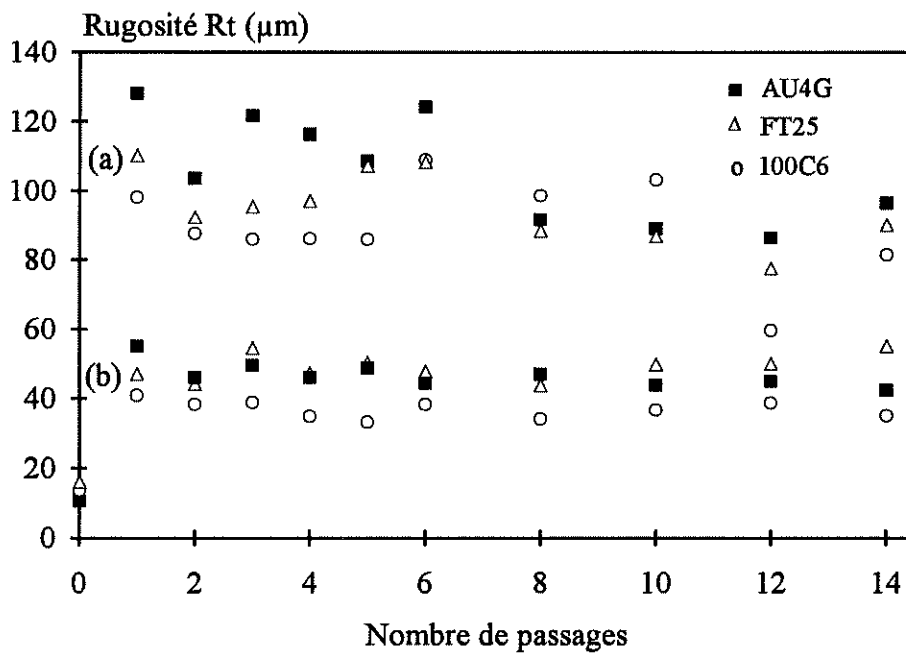


Figure II-24 : Rugosité Rt en fonction de nombre de passages de la buse de diamètre $\phi=8$ mm, (a) : ■- AU4G, Δ - FT25, \circ - 100C6 sablés avec de l'abrasif de taille 1.4 mm et (b) : les mêmes matériaux sablés avec une taille de corindon de 0.5 mm, dans les mêmes conditions que (a) : $d=130$ mm, $P = 0.3$ MPa.

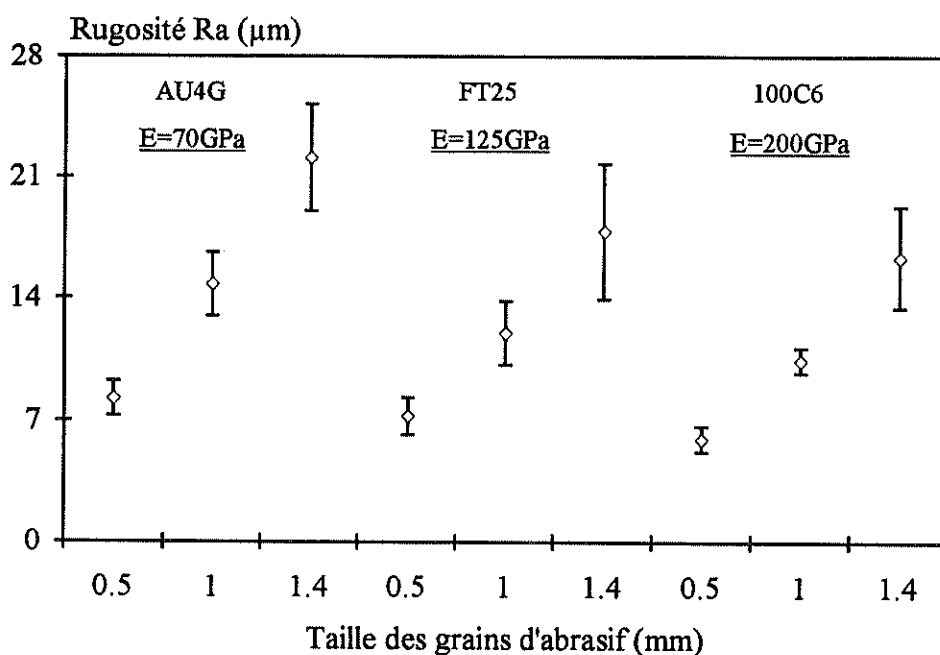


Figure II-25 : Influence de la taille d'abrasif et les propriétés mécaniques des matériaux utilisés, tel que leur module d'Young, sur la rugosité Ra (μm) dans les conditions suivantes : $P = 0.3 \text{ MPa}$, $d = 130 \text{ mm}$, $t = 1 \text{ sec}$ correspondant à 1 passage de la buse.

II-6-6 Distance de sablage

Sans recyclage d'abrasif, nous avons sablé les mêmes échantillons que ceux considérés précédemment, avec un angle de tir de 90° , à l'aide des abrasifs F14-F20-F36 projetés sous une pression de 0.3 MPa , par l'intermédiaire d'une buse de diamètre interne 8 mm en mouvement horizontal, à des distances (sortie de la buse à la surface d'échantillon) variables de 50 à 250 mm . La durée du sablage varie entre une passe et trois passes. Notons que les résultats que nous présentons dans ce paragraphe sont relatifs à un passage. Ceux obtenus pour deux ou trois passages, sont portés dans un rapport interne du laboratoire.

Les figures II-26 à II-38 montrent que, pour un matériau donné, la rugosité croît lorsque la distance de sablage varie de 50 à 100 mm , puis décroît avec une distance au delà de $150-180 \text{ mm}$. Ceci est d'autant plus marqué que l'on considère l'alliage d'aluminium et le 100C6. Ces variations sont dûes uniquement à la variation de la vitesse des grains avant leur impact sur la surface. Plus la distance est faible, plus on assiste à une forte usure d'abrasif et à une réduction de leur vitesse d'impact du fait des interactions intergranulaires et plus la distance est grande plus la vitesse des grains est faible.

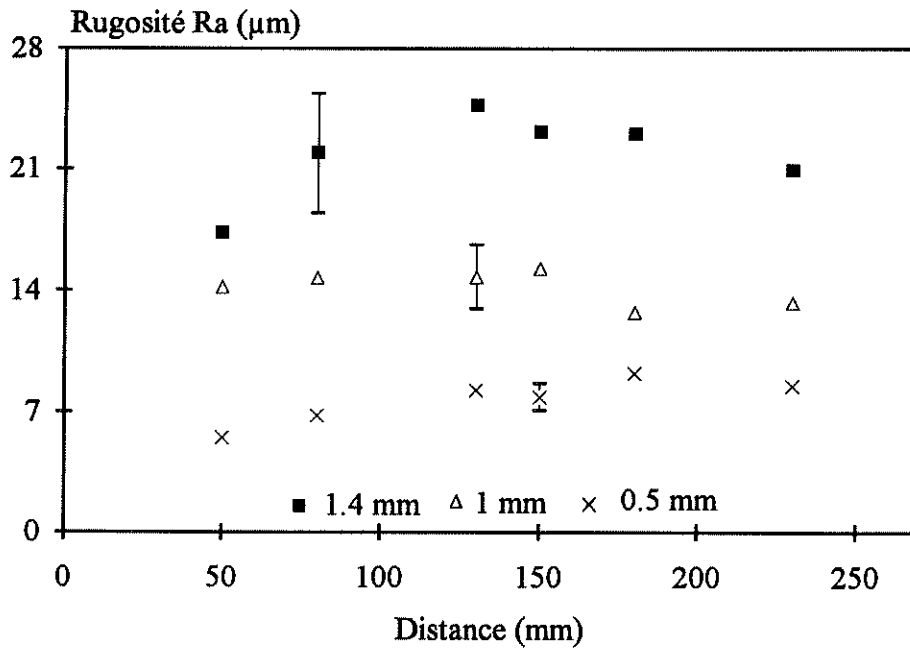


Figure II-26 : Evolution du Ra de surface de AU4G en fonction de la distance : abrasifs de taille 0.5, 1 et 1.4 mm, pression de 0.3 MPa pour correspondre à 1 passage de la buse.

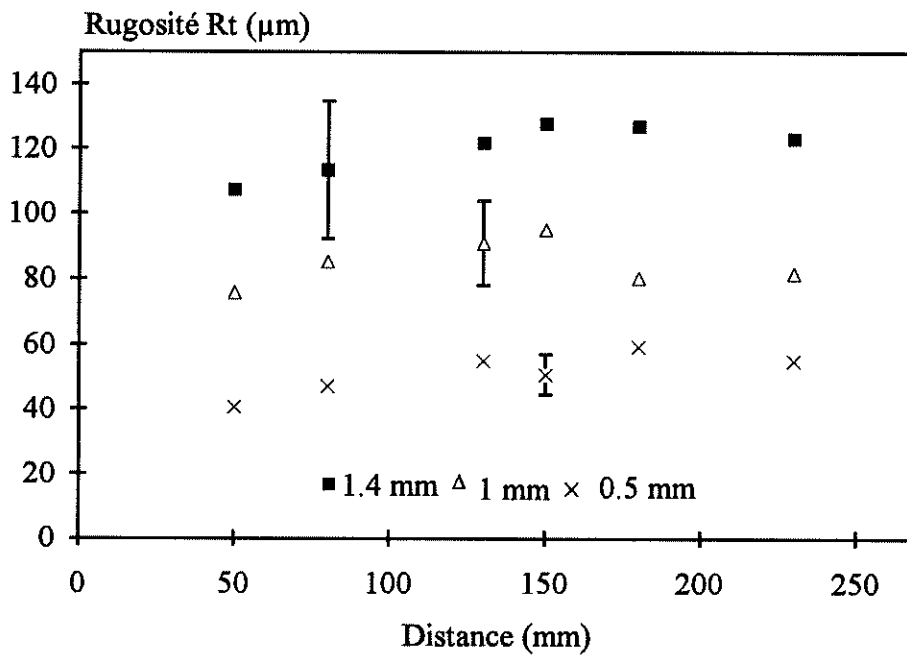


Figure II-27 : Evolution de Rt de surface d'AU4G en fonction de la distance de tir et de la taille d'abrasif, respectivement 0.5, 1 et 1.4 mm, pour 1 passage et avec une pression de 0.3 MPa.

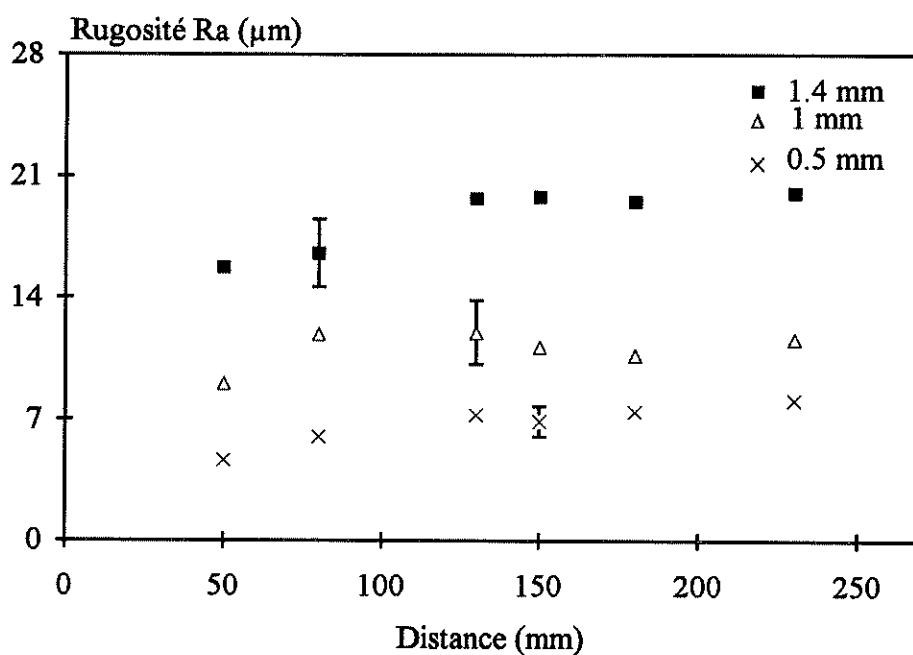


Figure II-28 : Evolution du Ra de surface de FT25 en fonction de la distance : Abrasifs 0.5-1-1.4 mm, avec une pression de 0.3 MPa pour 1 passage de la buse.

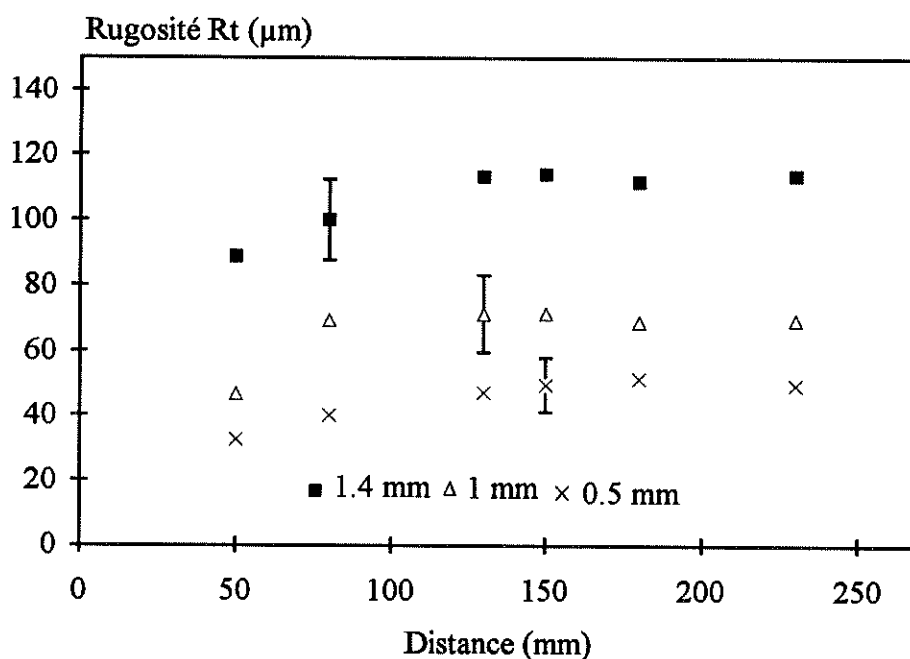


Figure II-29 : Evolution du Rt de surface de FT25 en fonction de la distance de tir et de la taille d'abrasif, respectivement 0.5, 1 et 1.4 mm, pour 1 passage et avec une pression de 0.3 MPa.

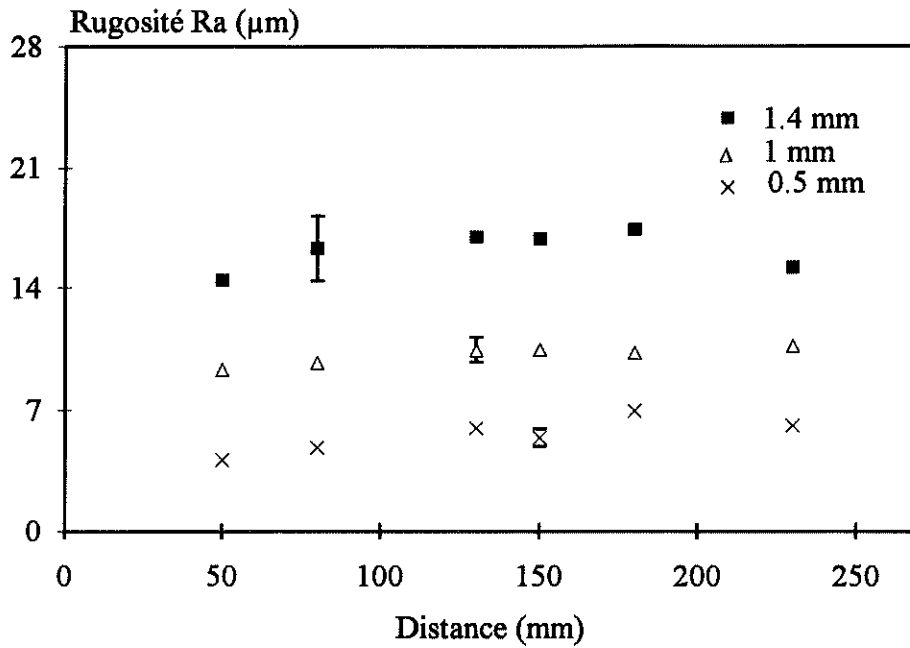


Fig. II-30 : Evolution du Ra de surface de 100C6 en fonction de la distance : Abrasifs de taille 0.5, 1 et 1.4 mm, avec une pression de 0.3 MPa pour 1 passage de la buse.

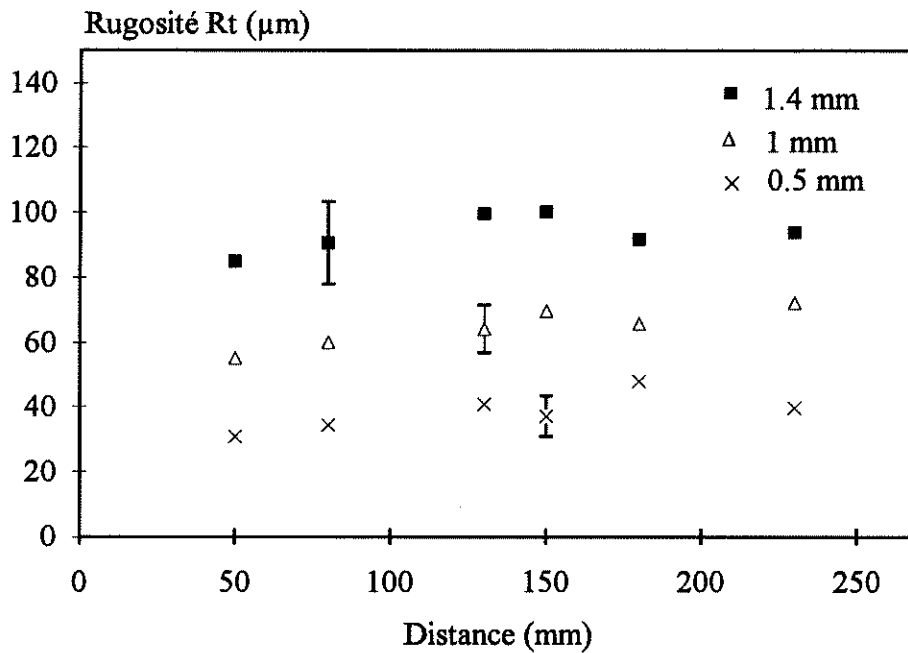


Figure II-31 : Evolution du Rt de surface de 100C6 en fonction de la distance de tir et la taille d'abrasif, respectivement 0.5, 1 et 1.4 mm, pour 1 passage et avec une pression de 0.3 MPa.

La figure II-32 souligne comme précédemment la faible variation du Ra avec la nature du substrat, lorsque l'abrasif n'est que de 0.5 mm alors que la figure II-33 montre

une plus grande sensibilité en fonction de la nature du substrat pour un abrasif de 1.4 mm même si les barres de dispersion sont plus importantes.

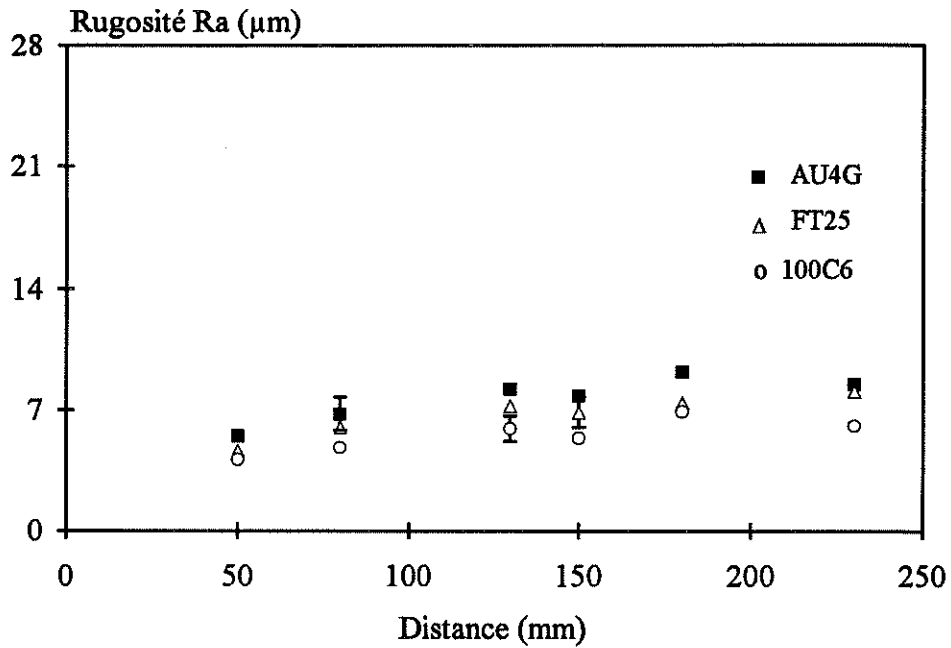


Figure. II-32 : Evolution du Ra de surface des trois matériaux en fonction de la distance : Abrasif 0.5 mm, avec une pression de 0.3 MPa pour 1 passage de la buse.

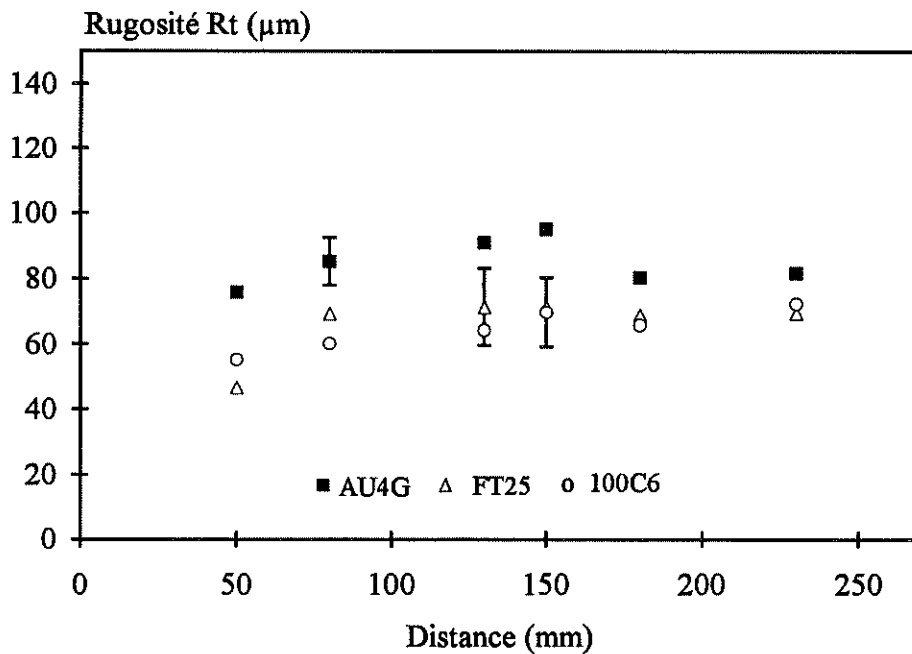


Figure II-33 : Evolution de Rt de surface en fonction de la distance de tir et la nature des matériaux utilisés pour 1 passage et avec une pression de 0.3 MPa et un abrasif de taille 1 mm.

II-6-7 Pression du sablage

Compte tenu des résultats précédents, la distance de projection d'abrasif est de 150 mm, l'angle de sablage est de 90° et la durée de sablage est toujours contrôlée par le nombre de passages de la buse au dessus des échantillons.

En faisant varier la pression de l'air comprimé de 0.2 MPa à 0.6 MPa, nous avons sablé les échantillons AU4G, FT25, et 100C6 avec les trois tailles d'abrasifs respectivement de 0.5, 1 et 1.4 mm. Les résultats montrent (cf figures II-34 à II-36) que la rugosité de surface croît légèrement avec la pression de l'air comprimé. Cette variation est moins nette, si la taille d'abrasif est faible. Par contre, pour des pressions inférieures à 0.2 MPa, l'effet sur la rugosité semble être plus important, mais nous ne l'avons pas systématiquement étudié.

Les figures II-34 à II-36 permettent d'aboutir aux mêmes conclusions que celles des paragraphes précédents, c'est à dire que la rugosité augmente avec la taille d'abrasif et que plus celle ci diminue, moins l'effet de la nature du matériau sablé est sensible.

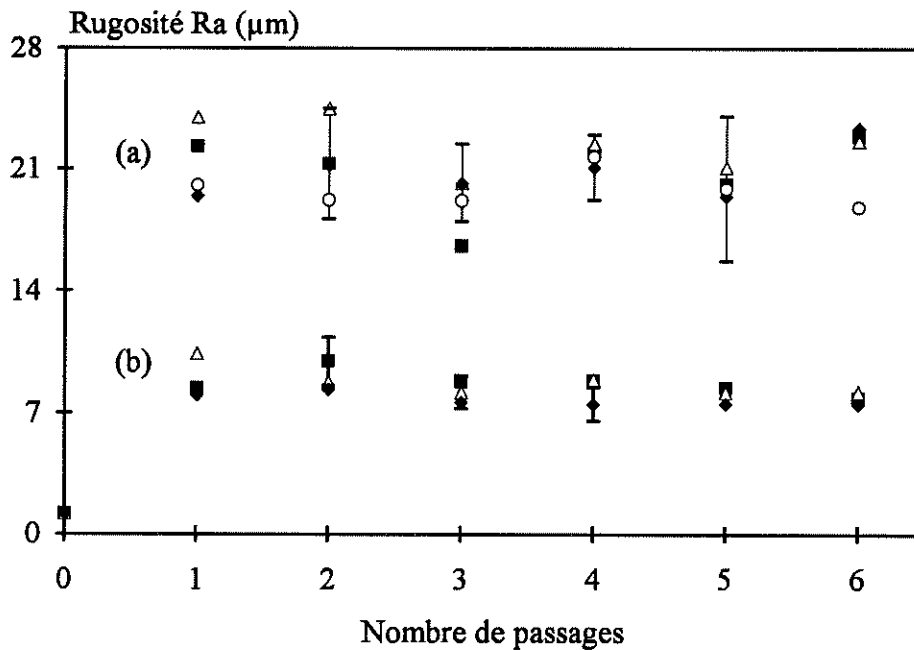


Figure II-34 : AU4G sablé avec deux abrasifs de taille (a) : 1.4 mm et (b) : 0.5 mm, pour des durées variables et avec différentes pressions, respectivement ■- 0.6 MPa; Δ- 0.5 MPa; ◆- 0.3 MPa; ○- 0.2 MPa.

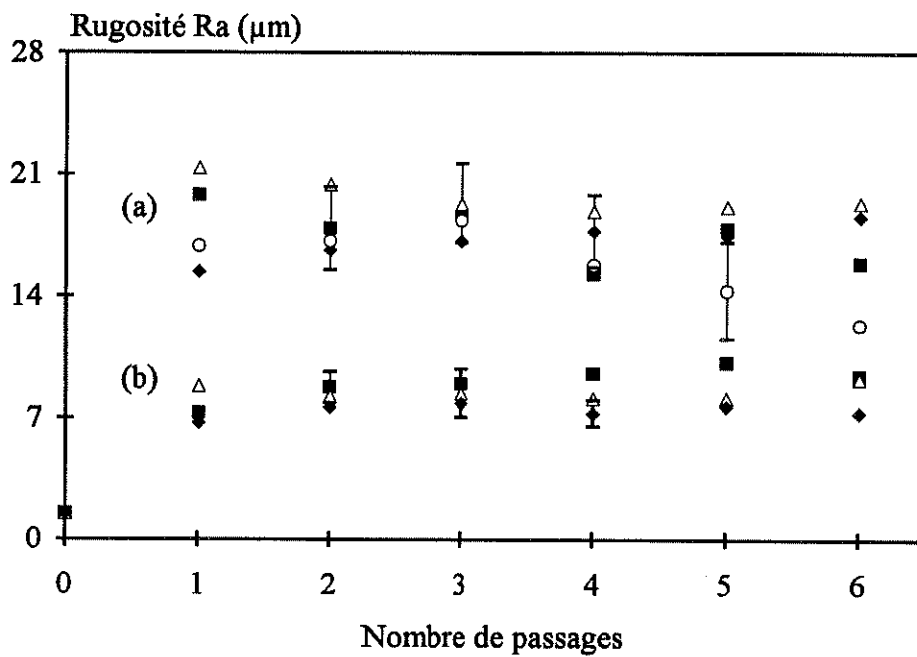


Figure II-35 : FT25 sablé avec deux abrasifs de taille (a) : 1.4 mm et (b) : 0.5 mm, pour des durées variables et avec différentes pressions, respectivement ■- 0.6 MPa; Δ - 0.5 MPa; \blacklozenge - 0.3 MPa; o- 0.2 MPa.

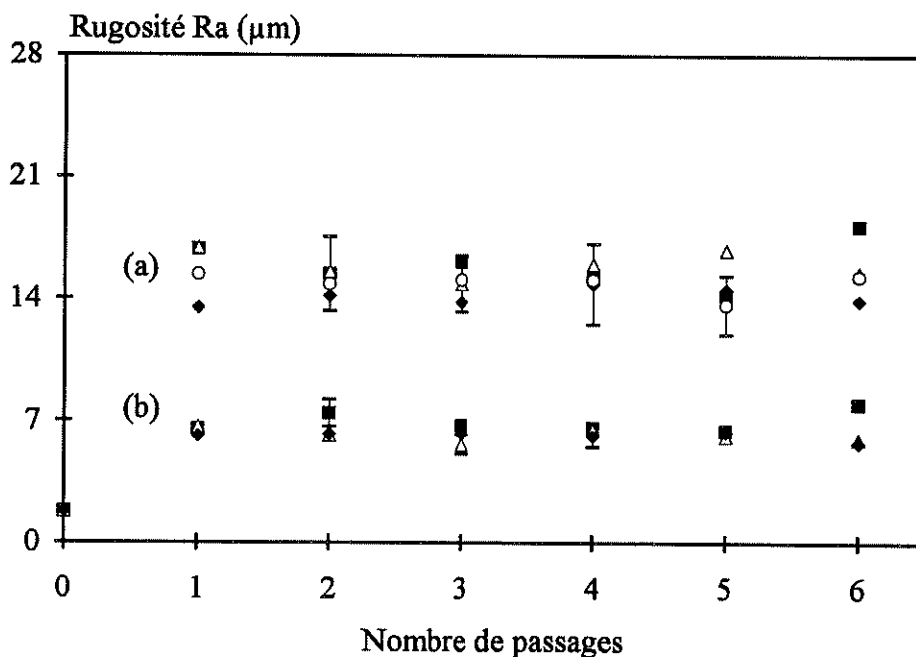


Figure II-36 : 100C6 sablé avec deux abrasifs de taille (a) : 1.4 mm et (b) : 0.5 mm, pour des durées variables et avec différentes pressions, respectivement ■- 0.6 MPa; Δ - 0.5 MPa; \blacklozenge - 0.3 MPa; o- 0.2 MPa.

Pour mieux observer l'effet de la pression, nous avons porté sur les figures II-37 à II-42, relatives à l'alliage AU4G, à la fonte FT25, et à l'acier 100C6 le R_a et le R_t en fonction

de la pression de l'air comprimé, pour un passage donné de la buse; on observe que les valeurs de Ra et Rt varient peu avec la pression.

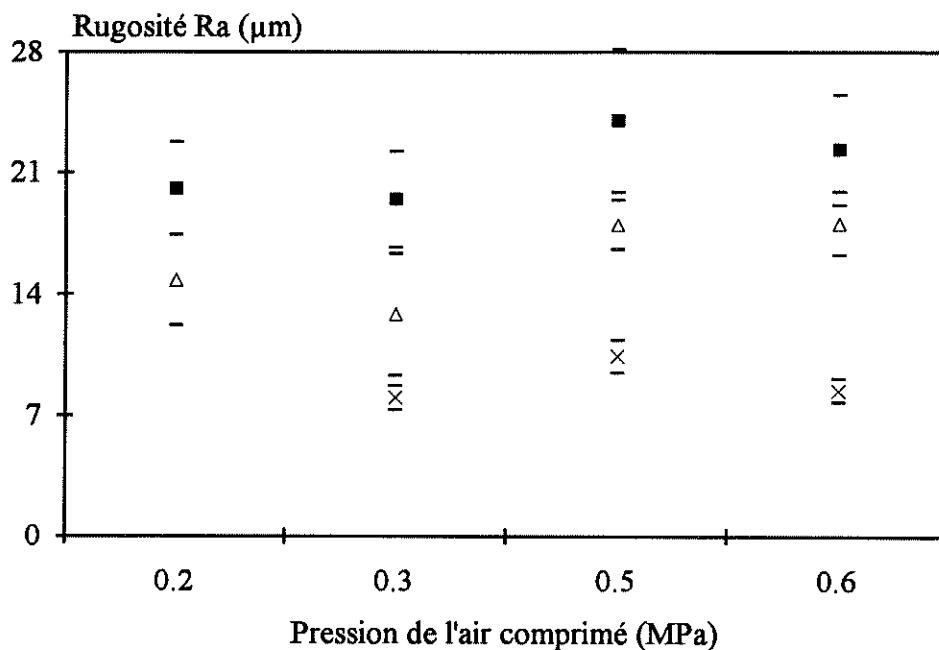


Figure II-37 : Evolution du Ra de surface d'AU4G en fonction de la pression de l'air comprimé pour trois tailles d'abrasif : ■- 1.4 mm; Δ- 1 mm; ×- 0.5 mm pour 1 passage de la buse de diamètre 8 mm.

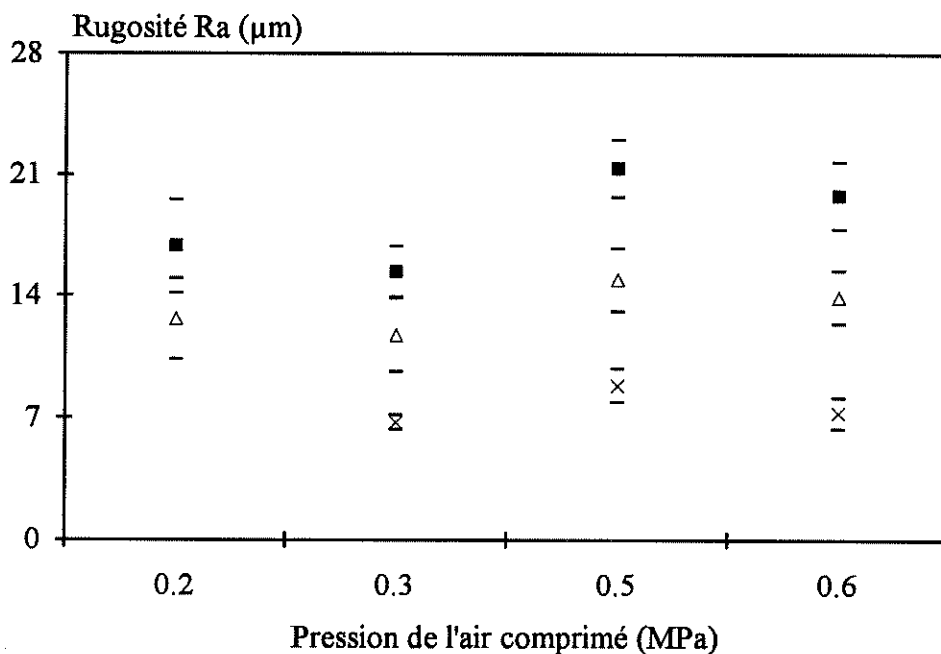


Figure II-38 : Evolution du Ra de surface de FT25 en fonction de la pression de l'air comprimé pour trois tailles d'abrasif : ■- 1.4 mm; Δ- 1 mm; ×- 0.5 mm pour 1 passage de la buse de diamètre 8 mm.

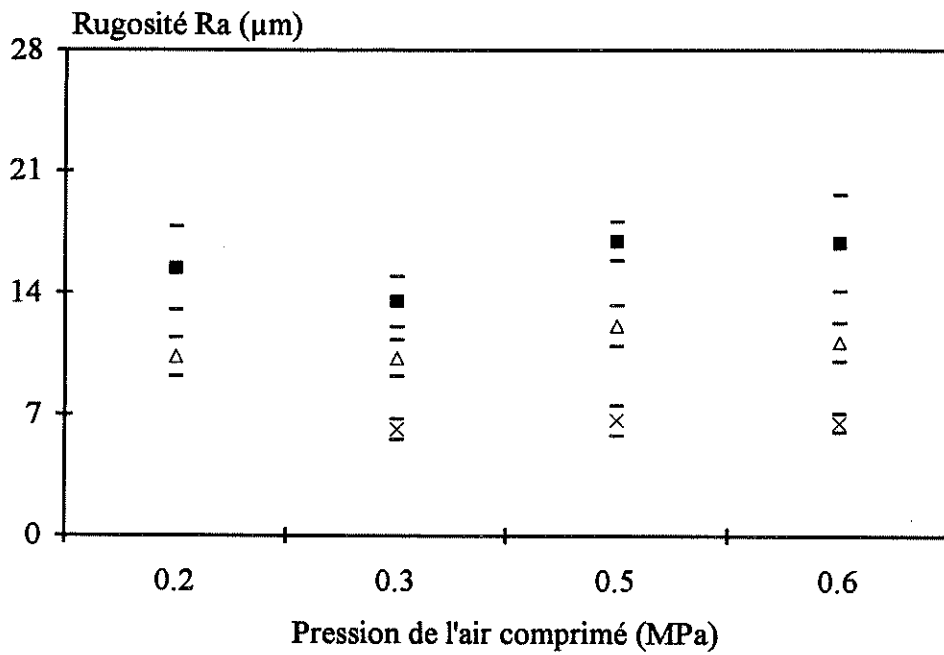


Figure II-39 : Evolution du Ra de surface de 100C6 en fonction de la pression de l'air comprimé pour trois tailles d'abrasif : ■- 1.4 mm; Δ- 1 mm; ×- 0.5 mm pour 1 passage de la buse de diamètre 8 mm.

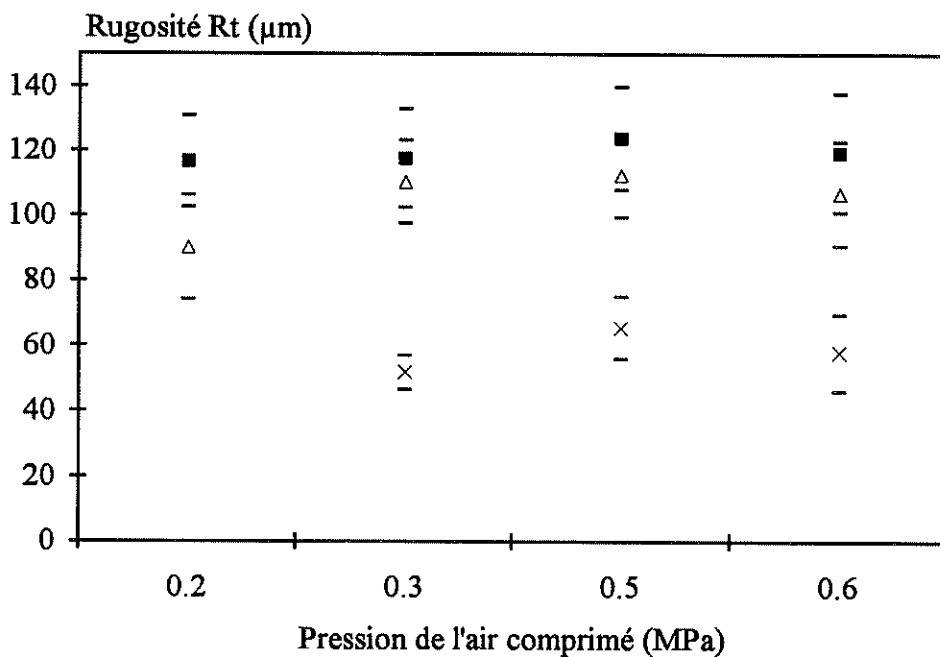


Figure II-40 : Evolution du Rt de surface d'AU4G en fonction de la pression de l'air comprimé pour trois tailles d'abrasif : ■- 1.4 mm; Δ- 1 mm; ×- 0.5 mm pour 1 passage de la buse de diamètre $\phi = 8$ mm.

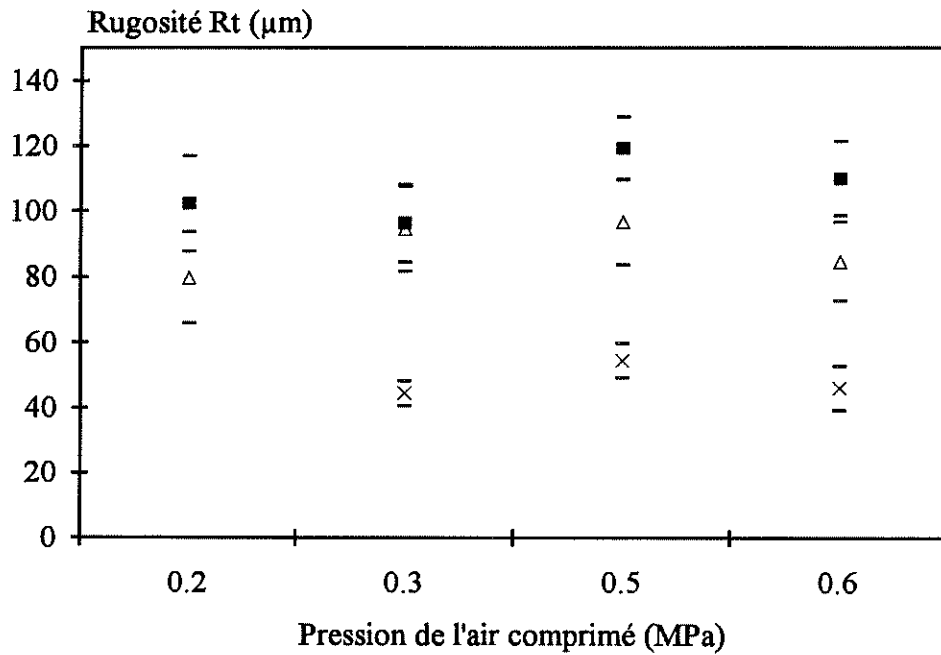


Figure II-41 : Evolution du Rt de surface de FT25 en fonction de la pression de l'air comprimé pour trois tailles d'abrasif : ■- 1.4 mm; Δ - 1 mm; ×- 0.5 mm pour 1 passage de la buse de diamètre $\phi = 8$ mm.

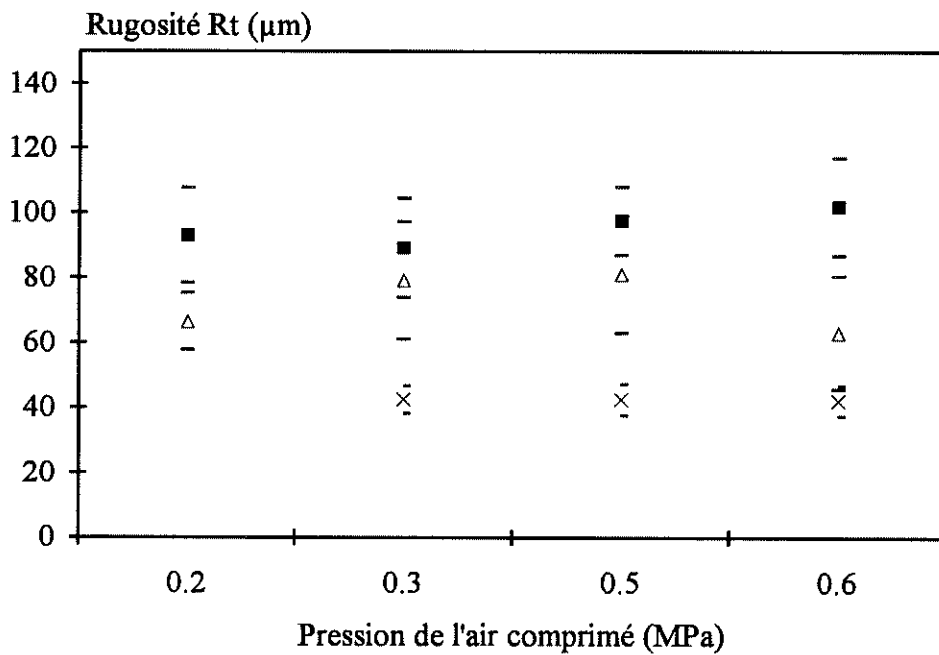


Figure II-42 : Evolution du Rt de surface de 100C6 en fonction de la pression de l'air comprimé pour trois tailles d'abrasif : ■- 1.4 mm; Δ - 1 mm; ×- 0.5 mm pour 1 passage de la buse de diamètre $\phi = 8$ mm.

La figure II-43 enfin montre clairement l'importance de la taille de l'abrasif sur le Ra obtenu.

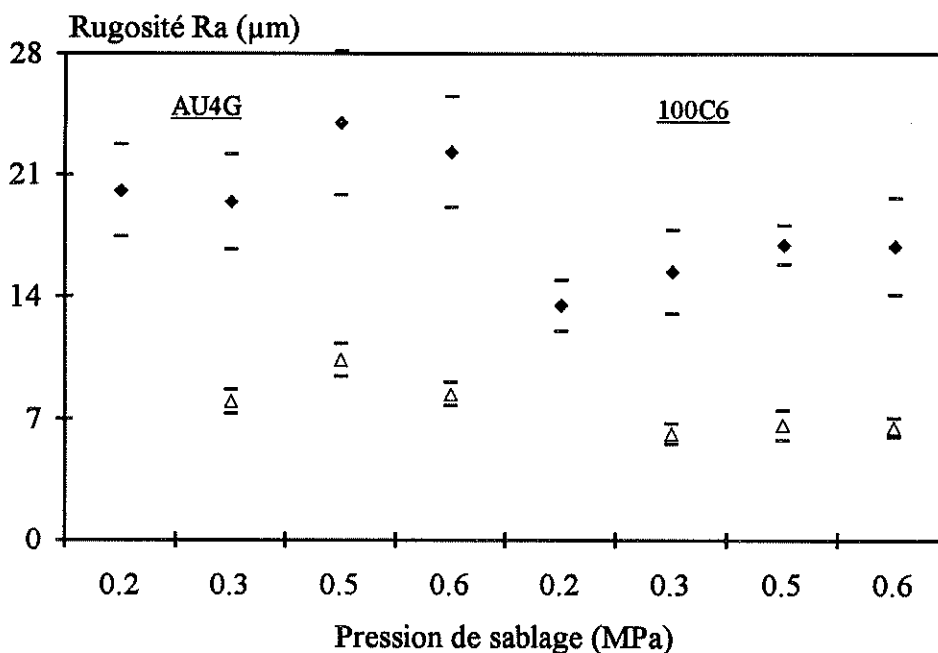


Figure II-43 : Comparaison du Ra de surface d'AU4G et celle du 100C6 obtenue pour un passage de la buse et avec deux tailles d'abrasif : ■- 1.4 mm; Δ- 0.5 mm.

Contrairement au système à dépression qui nécessite des pressions égales au moins à 0.8 MPa pour assurer un sablage des matériaux, le système à surpression, comme le montrent les représentations de Ra et de Rt en fonction de la pression, assure, par son efficacité, un sablage déjà efficace, quant la pression est égale à 0.2 MPa.

II-6-8 Usure de l'abrasif

Dans les paragraphes précédents de cette étude nous avons uniquement travaillé sans recyclage d'abrasif (c'est à dire avec un abrasif neuf) et nous nous proposons ici d'étudier l'effet du recyclage et des paramètres de sablage sur les caractéristiques de la surface telle que le Ra et le Rt.

L'abrasif s'use au fur et à mesure que le nombre de cycles augmente et ceci à une grande influence sur l'état de surface (Ra et Rt) comme le montrent les figures II-44 à II-50. La rugosité diminue linéairement avec le recyclage d'abrasif quelle que soit sa taille.

Quel que soit l'abrasif utilisé, après 5 cycles, les rugosités Ra ou Rt ne varient pratiquement plus. Plus la taille de l'abrasif est grande, plus l'usure est importante et croît encore plus si la pression de l'air comprimé augmente et/ou si la taille d'abrasif est plus grande comme le montrent clairement les figures II-51 et II-52.

Sur les figures II-53 à II-55, nous avons porté la distribution de taille d'abrasif neuf (rectangle en noir) et la distribution d'abrasif de même taille après un cycle pour deux pressions de service respectivement de 0.3 MPa et 0.5 MPa. Elles montrent que même pour une faible taille, une pression plus élevée accroît l'usure de l'abrasif. Notons par exemple qu'après un cycle, la taille d'abrasif (0.5 mm) est déjà réduite de 1/5 par rapport à la taille originale lorsqu'il est entraîné avec une pression de 0.5 MPa, alors que la taille est réduite à 1/4 par rapport à la taille nominale pour l'abrasif (1 mm).

Les figures II-56 à II-58, correspondant à 5 cycles, confirment très largement ces tendances par rapport à la taille nominale avec une pression de 0.5 MPa, presque plus de la moitié des particules ont été réduites et ceci d'autant plus que la taille de l'abrasif était élevée.

Les résultats d'usure en pourcentage de poids sont résumés dans le tableau II-18. Ils montrent que l'usure augmente avec la taille d'abrasif et que plus la distribution de taille est plus étroite (serrée), plus l'abrasif s'use facilement dans les premiers cycles.

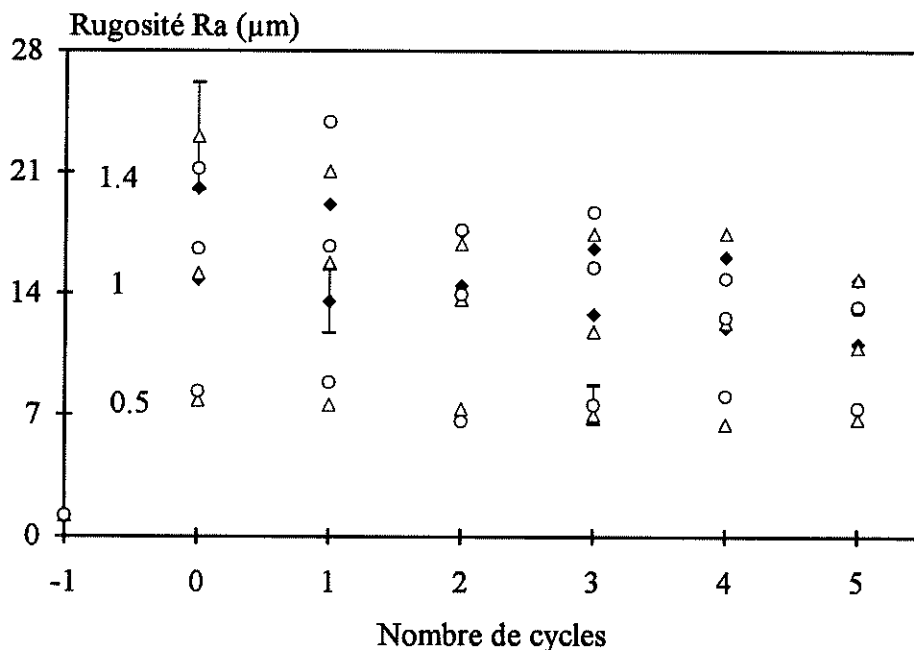


Figure II-44 : Evolution du Ra de surface d'AU4G en fonction du nombre de cycles des 3 abrasifs : 0.5, 1 et 1.4 mm, pour 1 passage de la buse, et avec les pressions suivantes : -♦- 0.2 MPa; -Δ- 0.3 MPa; -o- 0.5 MPa.

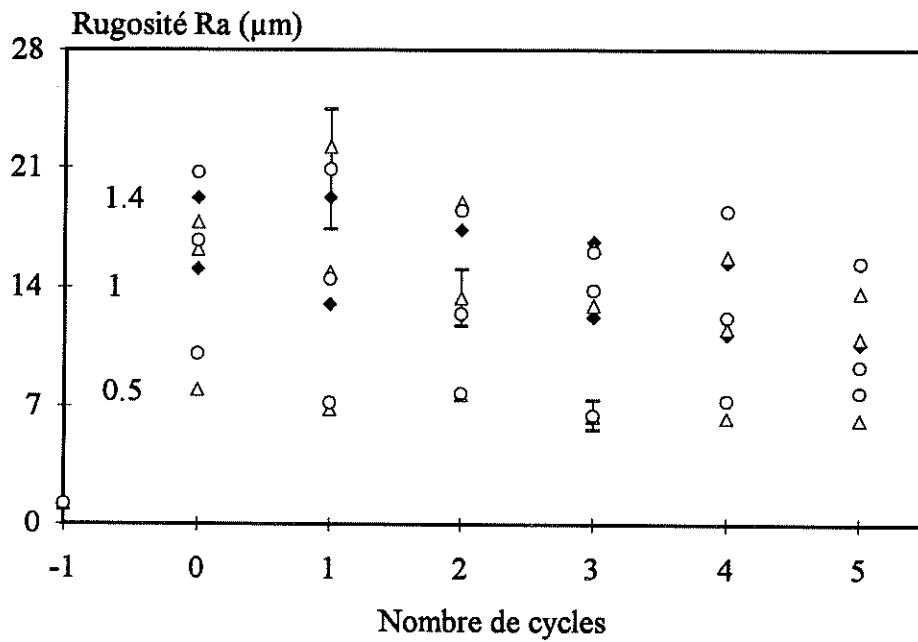


Figure II-45 : Evolution du Ra de surface d'AU4G en fonction du nombre de cycles des 3 abrasifs : 0.5, 1 et 1.4 mm, pour 2 passages de la buse et avec différentes pressions : -♦- 0.2 MPa; -Δ- 0.3 MPa; -o- 0.5 MPa.

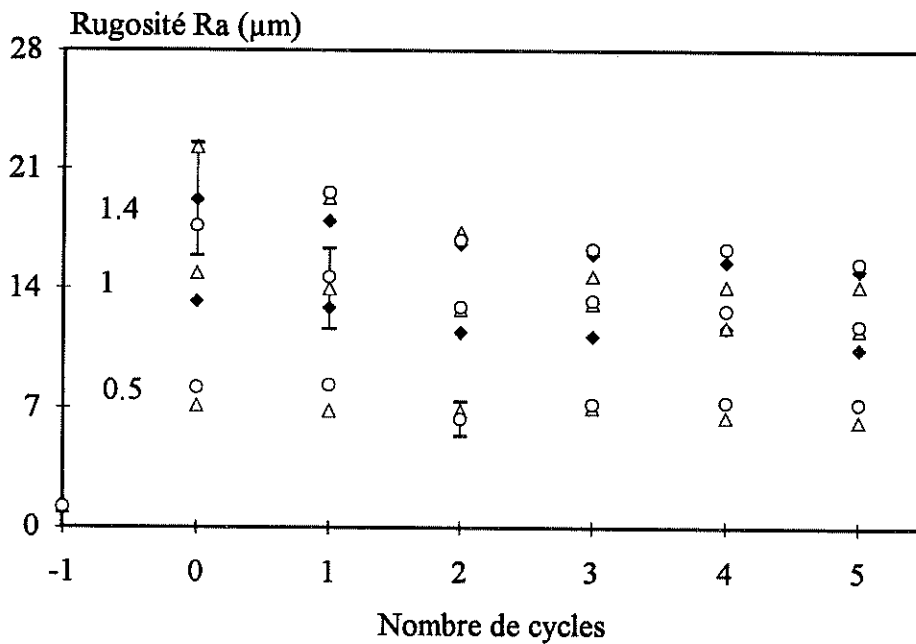


Figure II-46 : Evolution du Ra de surface d'AU4G en fonction du nombre de cycles des 3 abrasifs : 0.5, 1 et 1.4 mm, pour 3 passages de la buse et avec différentes pressions : -♦- 0.2 MPa; -Δ- 0.3 MPa; -o- 0.5 MPa.

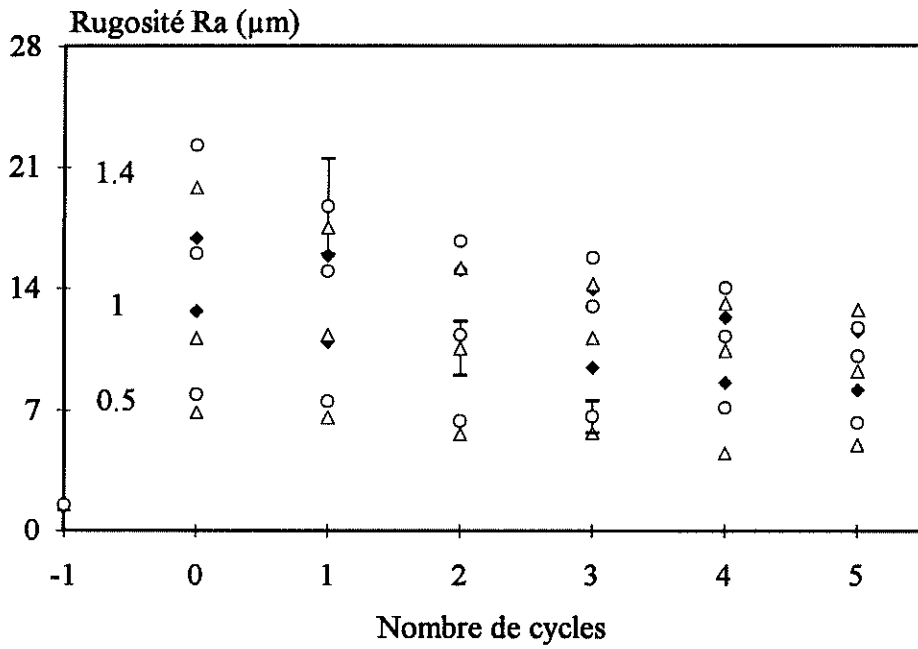


Figure II-47 : Evolution du Ra de surface de FT25 en fonction du nombre de cycles des 3 abrasifs : 0.5, 1 et 1.4 mm, pour 1 passage de la buse, et avec différentes pressions : -♦- 0.2 MPa; -Δ- 0.3 MPa; -o- 0.5 MPa.

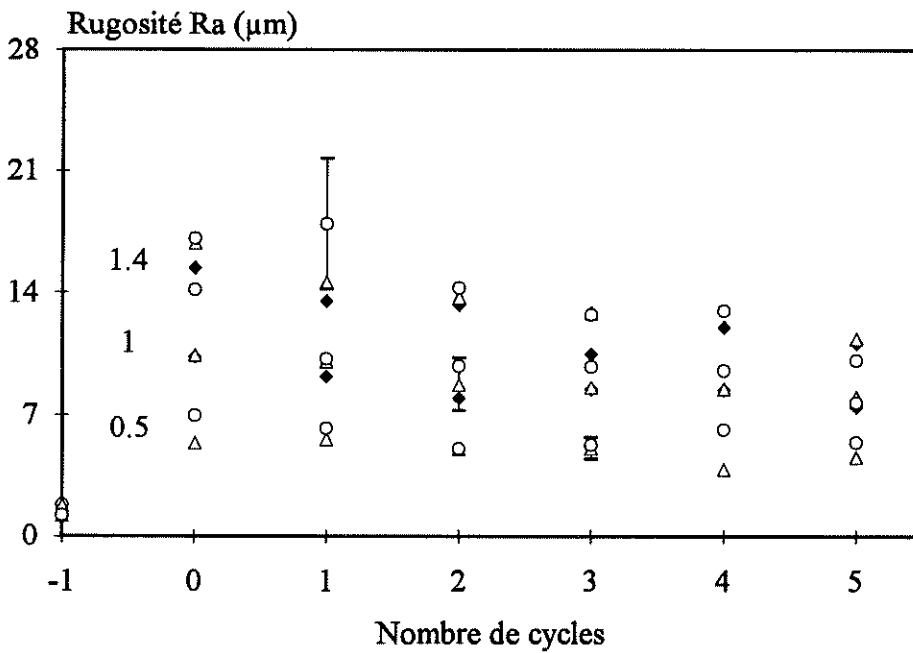


Figure II-48 : Evolution du Ra de surface de 100C6 en fonction du nombre de cycles des 3 abrasifs : 0.5, 1 et 1.4 mm, pour 1 passage de la buse, et avec différentes pressions : -♦- 0.2 MPa; -Δ- 0.3 MPa; -o- 0.5 MPa.

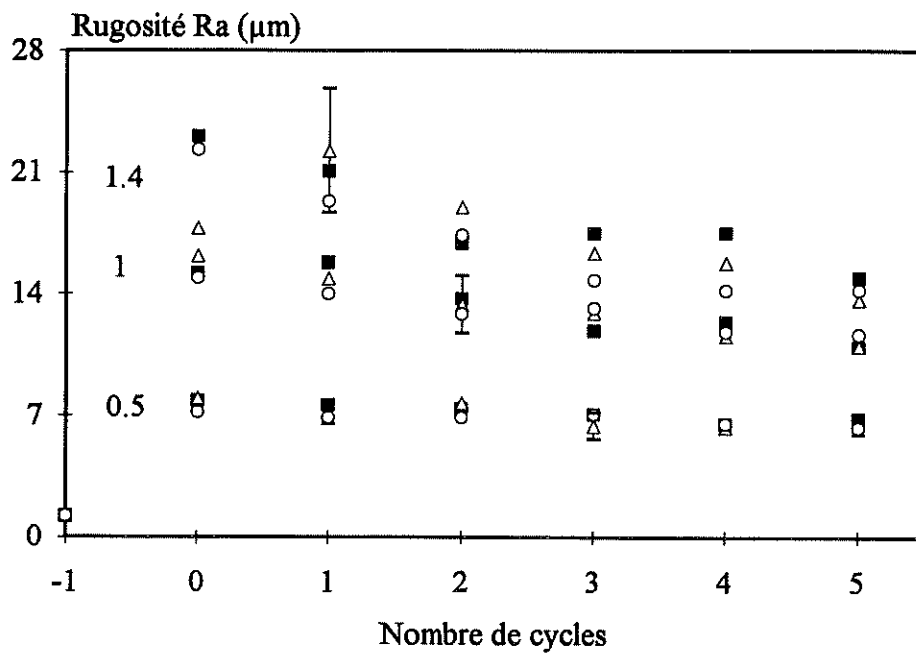


Figure II-49 : Evolution du Ra de la surface d'AU4G en fonction du nombre de cycles des 3 abrasifs : 0.5, 1 et 1.4 mm, avec une pression de 0.3 MPa et pour 3 passages de la buse: -■- 1 passe; -Δ- 2 passes; -○- 3 passes.

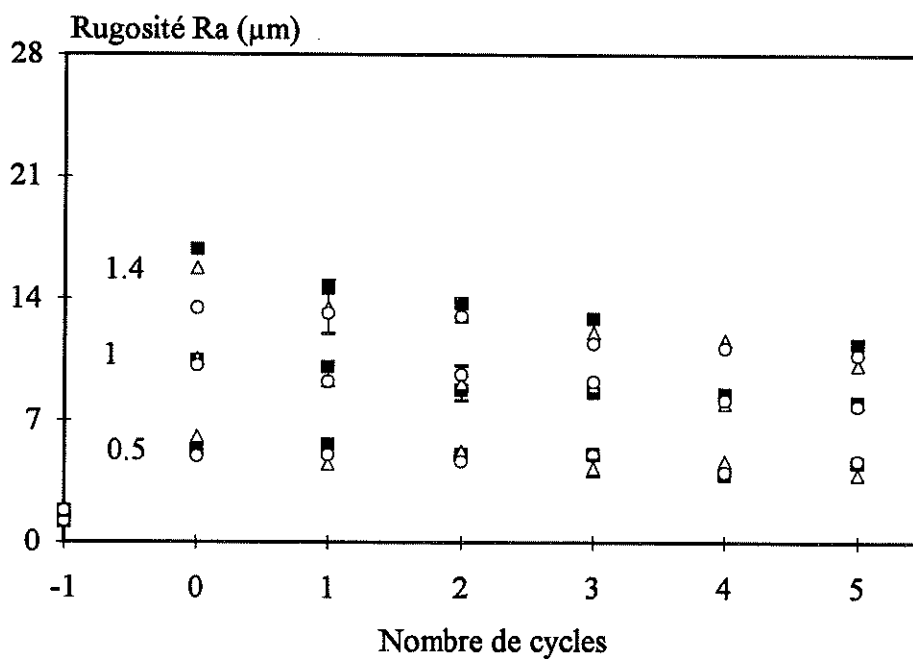


Figure II-50 : Evolution du Ra de la surface de 100C6 en fonction du nombre de cycles des 3 abrasifs : 0.5, 1 et 1.4 mm, avec une pression de 0.3 MPa et pour 3 passages de la buse: -■- 1 passe; -Δ- 2 passes; -○- 3 passes.

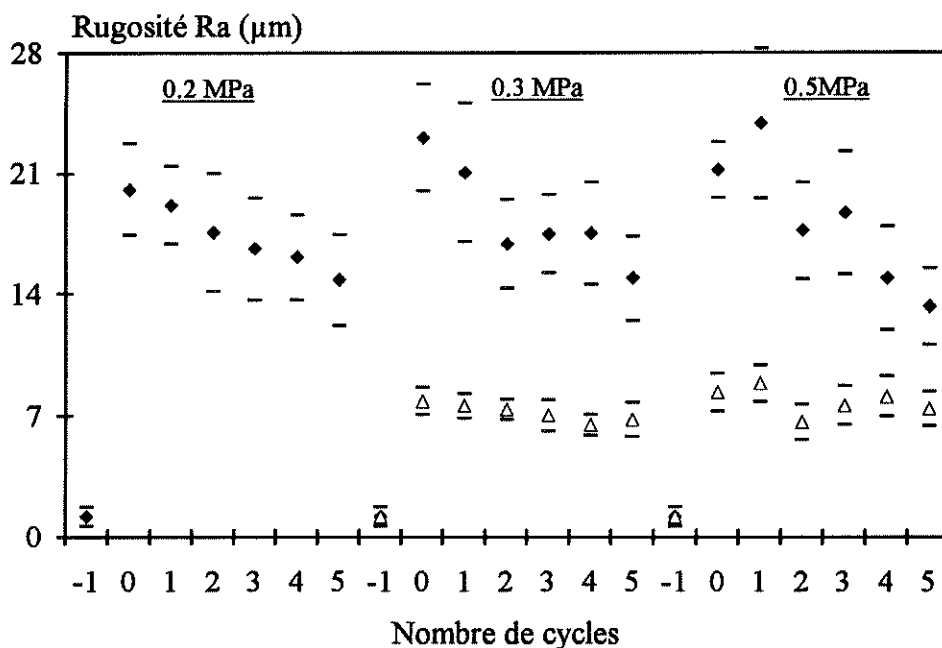


Figure II-51 : Evolution du Ra de la surface d'AU4G en fonction de nombre de cycles des abrasifs de taille :
 ◆- 1.4 mm; Δ- 0.5 mm, entraînés avec différentes pressions et pour 1 passage de la buse (ts = 1 sec).

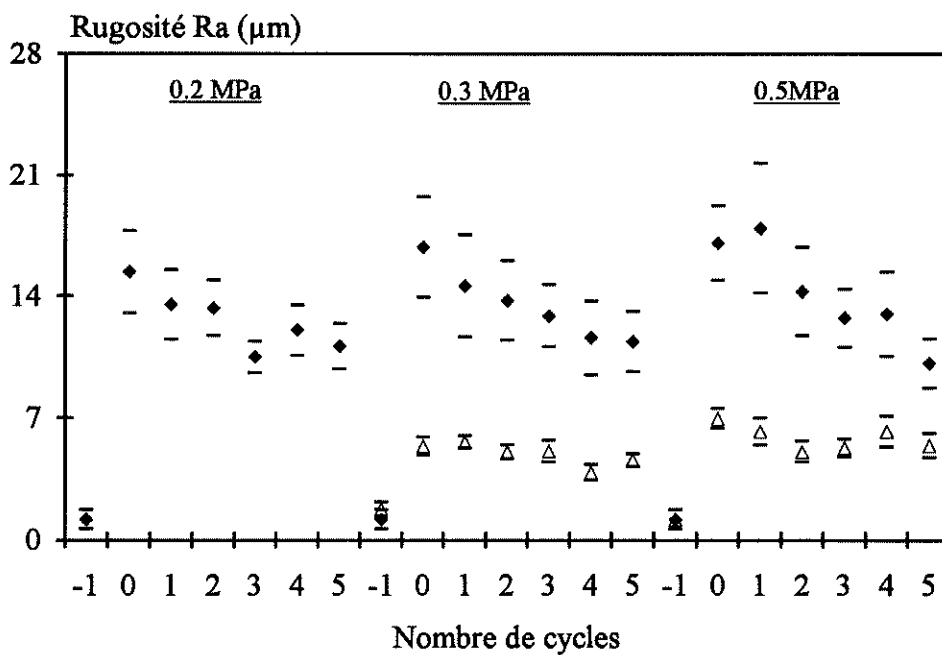


Figure II-52 : Evolution du Ra de la surface de 100C6 en fonction du nombre de cycles des abrasifs de taille :
 ◆- 1.4 mm; Δ- 0.5 mm, entraînés avec différentes pressions et pour 1 passage de la buse (ts = 1 sec).

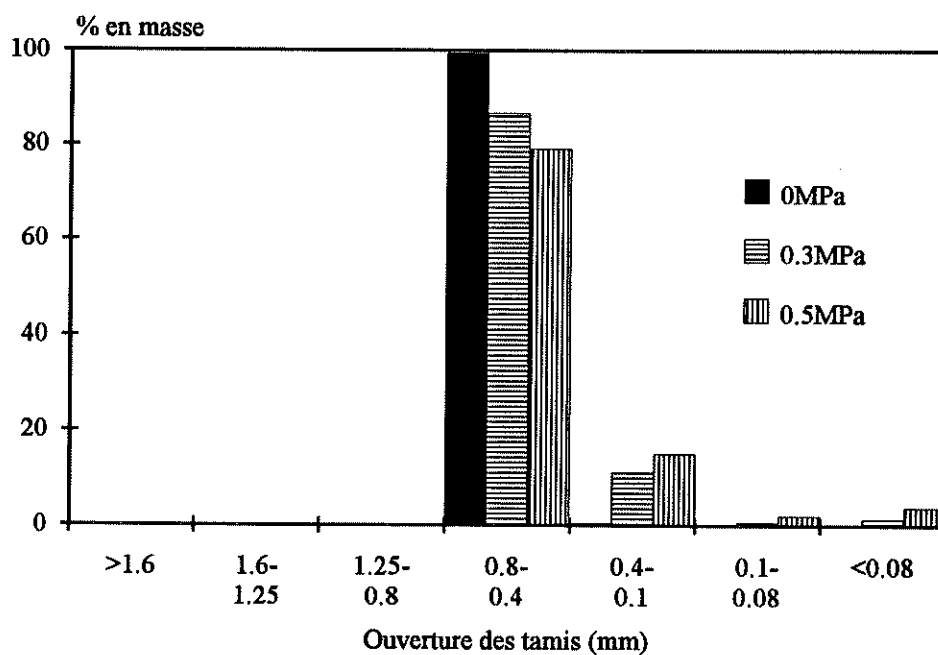


Figure II-53 : Usure de l'abrasif (0.5 mm), après un cycle, projeté à 150 mm avec deux pressions respectivement : 0.3 et 0.5 MPa (0 MPa = abrasif neuf).

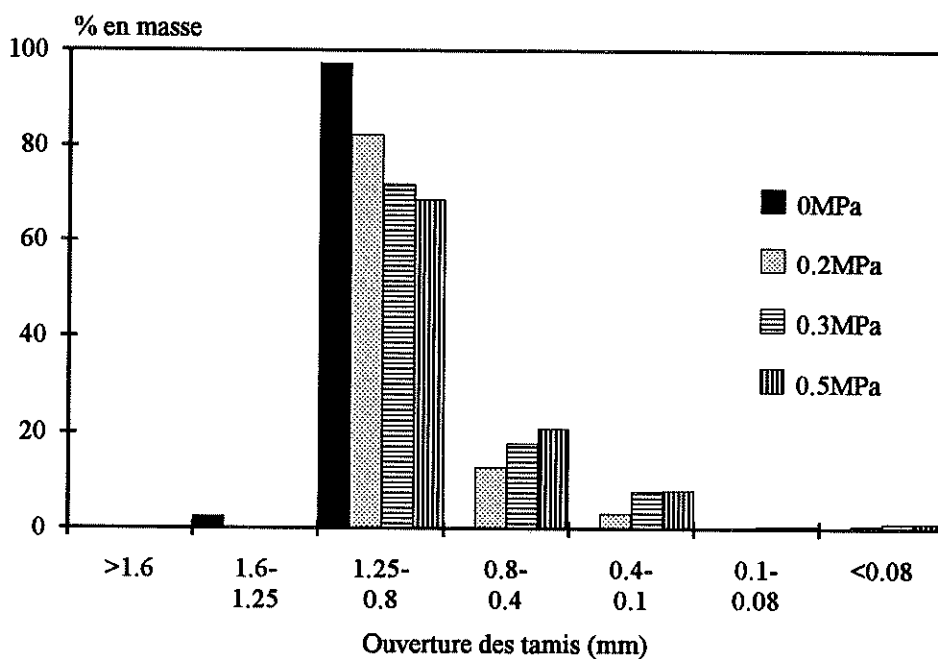


Figure II-54 : Usure de l'abrasif (1 mm), après un cycle, projeté à une distance de 150 mm avec des pressions respectivement : 0.2; de 0.3 et de 0.5 MPa (0 MPa = abrasif neuf).

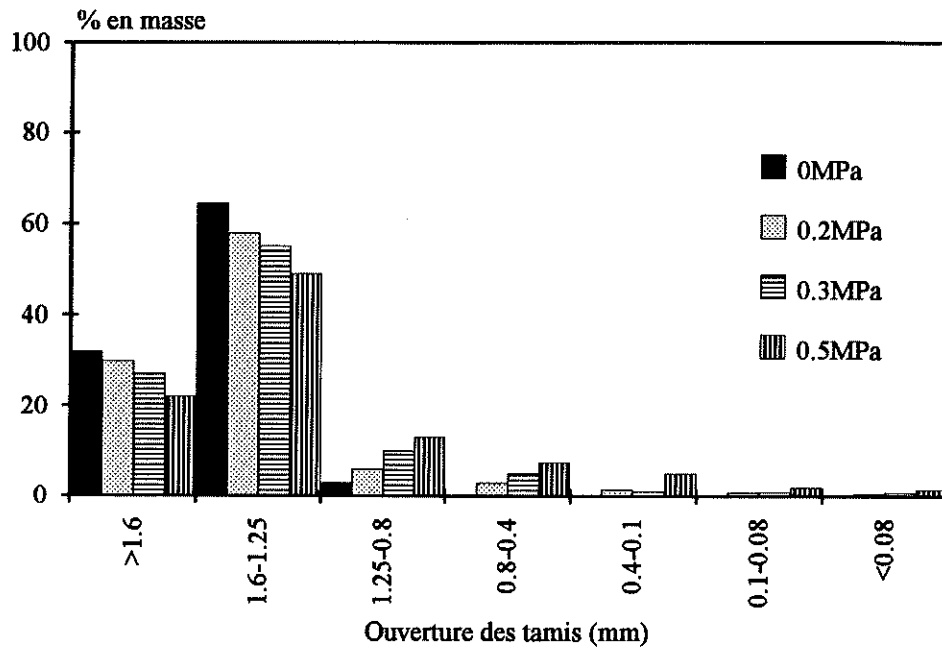


Figure II-55 : Usure de l'abrasif (1.4 mm) après 1 cycle, projeté à une distance de 150 mm avec des pressions respectivement : 0.2, 0.3 et 0.5 MPa (0 MPa = abrasif neuf).

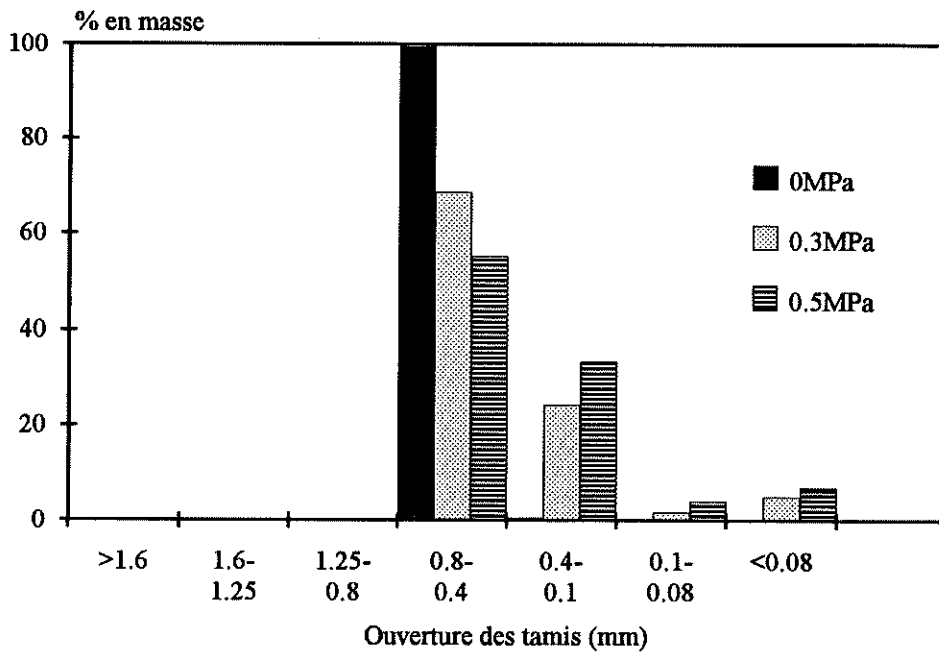


Figure II-56 : Usure de l'abrasif (0.5 mm) après 5 cycles, projeté à une distance de 150 mm avec des pressions respectivement : 0.3 et 0.5 MPa (0 MPa = abrasif neuf).

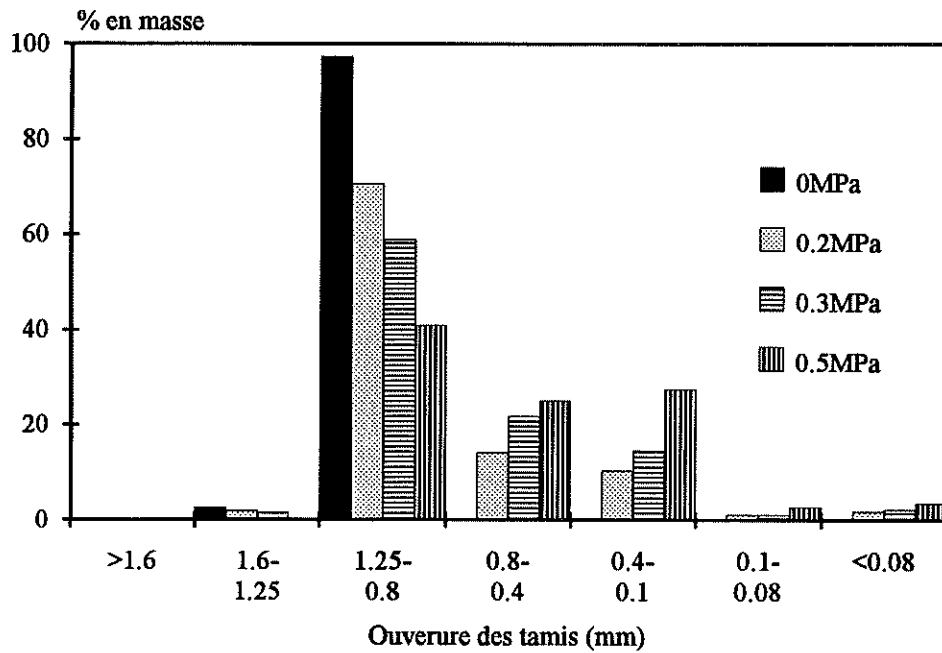


Figure II-57 : Usure de l'abrasif (1 mm) après 5 cycles, projeté à une distance de 150 mm avec des pressions respectivement : 0.2, 0.3 et 0.5 MPa (0 MPa = abrasif neuf).

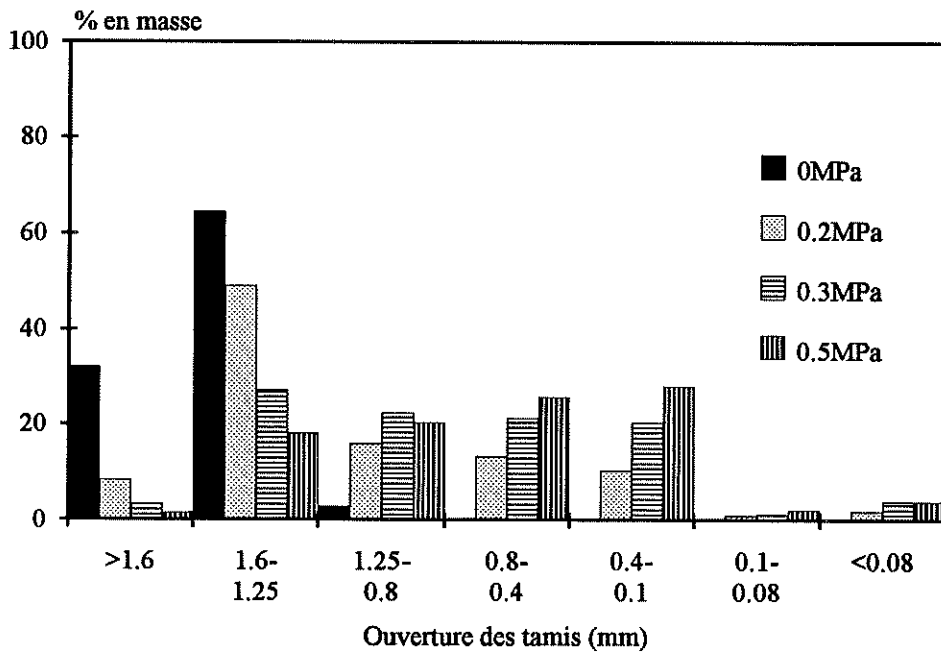


Figure II-58 : Usure de l'abrasif (1.4 mm) après 5 cycles, projeté à une distance de 150 mm avec des pressions respectivement : 0.2, 0.3 et 0.5 MPa, après 5 cycles (0 MPa = abrasif neuf).

	Taille\Pression	0.2 MPa	0.3 MPa	0.5 MPa
1 Cycle	0.5 mm	-	13	20
	1 mm	17	28	31
	1.4 mm	9	15	26
5 Cycles	0.5 mm	-	31	44
	1 mm	27	40	60
	1.4 mm	39	66	77

Tableau II-18 : Pourcentage d'abrasif usé en fonction de la taille et la pression après 1 cycle et 5 cycles d'utilisation.

II-7 CONCLUSION

Le sablage à dépression est de très loin beaucoup moins efficace que celui à pression. Pour un même matériau et le même abrasif, on atteint le même Ra avec une pression de 0.2 MPa en surpression contre 0.8 MPa en dépression. Par contre, ceci est obtenu au détriment d'un débit d'abrasif 3 à 5 fois plus élevé.

Dans tous les cas, la distance de sablage optimale semble être située entre 100 et 150 mm, au delà de 100 mm, les rebonds des particules gênent les particules incidentes et au delà de 150 mm, les particules de taille inférieure à 0.8 mm perdent une partie de leur énergie. On constate d'ailleurs que le diamètre de la torche de sablage est quasi-constant entre 100 et 150 mm.

De tous les paramètres de sablage, le plus efficace pour le Ra ou le Rt, quelles que soit la nature du matériau sablé ($50 < E_c < 250$ GPa), est la taille de l'abrasif, les valeurs du Ra ou du Rt croissent quasi linéairement avec celle-ci et les pentes des droites obtenues sont assez peu sensibles à la valeur du module d'Young E ou à la dureté.

Un angle de sablage compris entre 60 et 90° donne les valeurs les plus élevées des Ra ou des Rt, toutes choses égales par ailleurs. Cependant, d'après la littérature, les résidus d'abrasif inclus dans les aspérités de la surface croissent avec l'angle. Il conviendra donc de les éliminer, mais aussi de les diminuer en optimisant le temps de sablage et la pression de sablage qui jouent un grand rôle dans la création de ces résidus. En effet, le temps de sablage doit être optimisé : au-delà de quelques secondes, les variations du Ra sont très importantes et donc difficilement contrôlables, mais au-delà un plateau est très vite atteint

avant que le Ra ne décroisse. Ceci est dû au durcissement superficiel de la surface, les aspérités créées étant alors arrachées ou matées, suivant la nature du matériau sablé.

De plus, l'augmentation du temps de sablage entraîne très rapidement la diminution de la taille de l'abrasif et ce d'autant plus vite qu'il est gros. Par exemple, après 5 passages de sablage, chaque passage correspondant au temps optimal de sablage, l'abrasif d'alumine de taille 1.4 mm est alors pratiquement centré sur 0.9 mm, lorsque la pression de sablage est de 0.5 MPa et sur 1.1 mm, lorsque le sablage est effectué sur 0.2 MPa. Notons d'ailleurs qu'un seul passage réduit déjà sa taille de plus de 10% sous 0.2 MPa. L'usure de l'abrasif de 0.5 mm est beaucoup plus faible, puisque sous 0.5 MPa, il est alors centré sur 0.4 mm. L'effet de la pression est donc très critique sur l'usure de l'abrasif, par contre la pression n'a que très peu d'effet sur le Ra entre 0.2 et 0.8 MPa (augmentation de moins de 20%) et pratiquement plus d'effet au delà de 0.8 MPa.

Il faut enfin souligner que si l'augmentation de la taille d'abrasif fait croître de façon quasi linéaire les valeurs de Ra et Rt, elle diminue corrélativement le nombre de pics par unité de longueur et qu'un compromis doit être trouvé entre la taille des particules, le Ra et le nombre de pics, comme nous le verrons au chapitre-IV.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE-II

- [1] M. Mellali, P. Fauchais, A. Grimaud, Proc. of the NTSC-94, Boston, (Pub.) ASM Int. Oh. USA (1994).
- [2] A. Tronche, Contribution à l'étude de dépôts durs projetés par plasma sur des substrats d'aluminium afin de leur conférer des propriétés antiusure et certaines qualités de frottement, Thèse docteur-ingénieur, Université de Limoges, 29 mai 1986.
- [3] D. Lombard, dépôts plasma de zircone et l'alliage métallique utilisées dans les barrières thermiques corrélation : paramètres de projection-microstructure-propriétés thermophysiques, Thèse docteur-ingénieur, ENSCI Limoges, 11 juillet 1985.
- [4] J. Wiggren, National Thermal Spraying Conference, Orlando (Sept.1987), (Pub.), ASM. Int., Proc., Oh. USA, (1988), p. 99.
- [5] S. J. Yankee, R. L. Salsbury and B. J. Pletka, in Thermal Spray Coatings: Properties, Processes and Applications (Pub.) ASM Int. Oh. USA (1992), p. 475.
- [6] S. Amada, H. Yamada, S. Yematsu an Y Saotome, Proc. of the Inter. therm. Spray Conf. Expo., Orlando, Florida, USA, (Pub.) ASM. Int. Oh., (1992), p. 915-920.
- [7] S. Amada, Y. Yamada, 11th Int. Sympo. on Plasma Chemistry, 1, (Pub.), (ed.) J. Harry, loughBorough, GB, (1993), p. 150-155.
- [8] D. H. Janes, Journal of Mechanical Working Tech., 10, (1984), p. 221-232.
- [9] Techniques de l'ingénieur, Traitements de surface, Métallurgie-M5 p. 1450-1500.
- [10] Manuel d'utilisation de logiciel Cu-2, laboratoire "Equipe P.L.M". Limoges.
- [11] W. Masiéri, Notions essentielles de de statistique et calcul des probabilités, 3ème éditions ou 4ème éditions, Sivey 1976.
- [12] J. P. Ross, Taguchi Technique For Quality Engineering, Mc GRAW-Hill, Newyor, (1988).
- [13] T. J. Steeper, W. L. Riggs II, A. J. Rotolico, J. E. Nerz, D. J. Varacalle, Jr and G. C Wilson, Proceedings of the 1993 National Ther. Spray. Conf. Anaheim, (Pub.), ASM. Int., Oh., USA, CA, (1993), p. 37-48.

- [14] D. B. Fowier, W. Riggs, J. C. Russ, Ther. Spr. Reseach and Appl., Proc. of the Third Nat. Ther. Spr. Conf. Long Beach, CA, (Pub.), ASM Int., Oh., USA, (1990), p. 303-319.
- [15] Søren Bisgaard, Ther. Spr. Reseach and Appl., Proc. of the Third Nat. Ther. Spr. Conf. Long Beach, CA, (Pub.), ASM Int., Oh., USA, (1990), p. 661-667.
- [16] John E. Nerz, B. A. Kushner, A. J. Rotolico, Ther. Spr. Reseach and Appl., Proc. of the Third Nat. Ther. Spr. Conf. Long Beach, CA, (Pub.), ASM Int., Oh., USA, 1990, p. 669-673.

CHAPITRE - III

Mise au point de la mesure des températures de surface des dépôts projetés par plasma

III-1 INTRODUCTION

Les températures du dépôt et du substrat en cours du tir jouent un rôle essentiel sur l'adhésion/cohésion du dépôt, sur l'étalement des particules (épaisseur et forme), sur les contacts inter-lamellaires, sur la densité des micro et macro-fissures, sur la porosité des dépôts, sur les contraintes de trempes des particules et les contraintes résiduelles. Dans tous les cas, la température du tir définit la structure et les propriétés physiques et mécaniques des dépôts [1, 2, 3, 4].

Il est donc fondamental, avant de caractériser les dépôts, de connaître leur histoire thermique et en particulier l'évolution de leur température de surface "in situ". Lorsque on projette des matériaux mauvais conducteurs thermiques comme les céramiques, on ne peut avoir accès à cette grandeur que par des moyens optiques, et ce d'autant plus qu'en général les pièces à revêtir sont en mouvement.

Des pyromètres bichromatiques permettent la mesure directe de la température de surface sans connaître l'émissivité du matériau, mais ceux ci ne permettent d'accéder qu'à des températures supérieures à 700°C. Or, lors de la projection dans l'air, les températures n'excèdent jamais 600°C, de telles valeurs ne pouvant être mesurées qu'avec les pyromètres monochromatiques IR à bande large ou étroite capables, suivant leur domaine de détection, de mesurer des températures entre l'ambiante et 600°C, à condition de connaître l'émissivité des matériaux.

Au laboratoire, nous avons participé à la mise au point d'un pyromètre bichromatique IR composé de deux pyromètres monochromatiques, possédant chacun une bande de détection différente de l'autre (9 μm et 8 μm), réajustable à l'aide des filtres, afin de pouvoir étendre les mesures à basses températures. Toutefois, les mesures se sont avérées très délicates et difficiles, avec de longs réglages préalables. C'est donc pourquoi nous avons finalement fait porter notre effort d'abord sur une caméra de thermographie IR, puis sur un pyromètre monochromatique IR.

Pour cela, nous avons étudié l'émissivité des dépôts d'alumine et de quelques matériaux sablés, sur lesquels nous n'avions pas beaucoup d'informations, étant donné que l'émissivité est très sensible à l'état de surface.

III-2 EMISSIVITE APPARENTE DES MATERIAUX

L'émissivité d'un corps réel est définie comme la rapport du flux énergétique émis par ce corps à celui du corps noir émis à la même température et dans les mêmes conditions [5, 6].

Les premières études [6-9], menées au laboratoire à l'aide d'une caméra thermographie infrarouge AGA-700 à bande large 2.5 à 6 μm , ont montré que pour les matériaux métalliques, voire les céramiques frittées ou projetées par plasma, il est possible, en ayant déterminé les facteurs d'émission apparents des matériaux, d'atteindre leurs répartitions de températures de surface, et nous avons donc entrepris la même étude avec le pyromètre monochromatique IR, lorsque celui-ci est disponible.

III-2-1 Matériaux utilisés

Nous avons choisi les métaux et les alliages les plus employés au laboratoire : la fonte (FT25), l'alliage d'aluminium (AU4G), l'acier (100C6 et 34CD4), ainsi que les dépôts d'alumine projetés avec une poudre d'alumine α (-44+22,5 μm).

Nous avons effectué ces mesures en chauffant les échantillons dans un four électrique plus facile à régler qu'un jet de plasma.

III-2 2 Dispositif expérimental

III-2-2-1 Pyromètre monochromatique 7000-D/50

Nous avons utilisé un pyromètre monochromatique IRCON-Modeline-PLUS modèle (7000-D/50), muni d'une unité électronique à affichage digital, permettant la mesure des températures de 100°C à 600°C, à partir d'une distance minimale d'approche de 38 cm, avec un temps de réponse variant entre 10 ms et 25 sec. Cet appareil fonctionne dans un intervalle de longueurs d'ondes assez étroit ($\lambda_1=4.8 \mu\text{m}$ à $\lambda_2=5.6 \mu\text{m}$) lui permettant d'être considéré comme un système de longueur d'onde moyenne $\lambda_m=5.2 \mu\text{m}$ d'une part et d'autre part d'être moins sensible à la détection du rayonnement émis par le plasma, relativement plus faible dans cette plage de longueurs d'ondes (rayonnement parasite qui pourrait intervenir lors des mesures de température des dépôts).

III-2-2-2 Montage de mesure

Les échantillons, constitués de pastilles de 25 mm de diamètre et de 4 mm d'épaisseur, sont sertis dans une cavité à l'extrémité d'un cylindre en acier réfractaire de 30 mm de diamètre et de 150 mm de longueur. Ces échantillons sont positionnés de manière à

ce que la surface visée soit dans le plan perpendiculaire à l'axe de la visée du pyromètre optique.

L'ensemble est plongé dans un four tubulaire fabriqué par la Société Adamel Lhomargy. Ce four, pouvant fonctionner à des températures inférieures à 1400°C, est équipé d'un appareil permettant le contrôle de la puissance électrique, la vitesse de montée en température et la température de consigne du four.

Les pastilles sont percées, chacune par un trou central de 0,5 mm de diamètre jusqu'à 1/10 mm de leur surface. A l'aide d'un thermocouple "Chromel-Alumel" de diamètre 0,5 mm traversant tout le four, enfoncé en force dans le trou, on peut relever la température au voisinage de la surface du matériau analysé.

Le thermocouple et les bornes de sortie du pyromètre sont reliés aux entrées d'un scanner (multiplexeur multivoies), afin de relever simultanément les différences de potentiel correspondant aux températures délivrées. Ce scanner renvoie les informations à un ordinateur (HP-9000) où elles sont traitées et enregistrées. On estime que l'erreur relative sur la mesure des températures est de l'ordre de 1%.

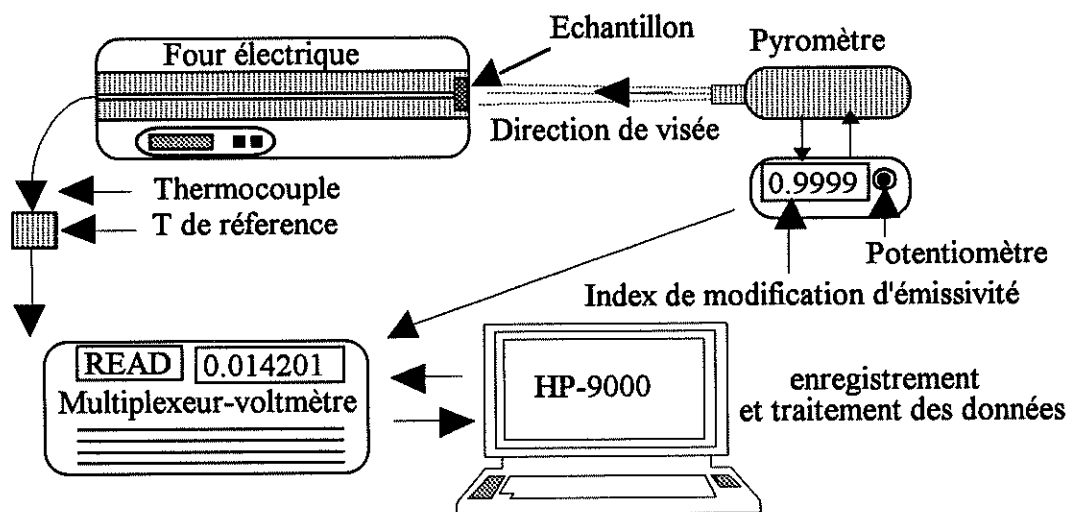


Figure III-1 : Montage utilisé pour la mesure d'émissivité des matériaux.

III-2-2-3 Principe de la méthode

Les pastilles sont visées à angle droit à une distance de 80 cm, supérieure à la distance limite d'approche (38 cm) du détecteur, ce qui permet de viser une petite surface de 10 mm² centrée sur l'axe de la sonde du thermocouple (cf. figure III-1). Nous avons imposé des variations successives de température de consigne du four par palier de 50°C, en respectant une vitesse de montée de 20°C/min. Chaque fois que le régime stationnaire

était atteint (environ 5 minutes), nous avons effectué les enregistrements d'une succession de températures données par le thermocouple, ainsi que celles mesurées par le pyromètre en supposant que la surface rayonne comme un corps noir effectif d'émissivité de 0,999. Simultanément, à l'aide d'un potentiomètre lié à un index d'émissivité du pyromètre, nous avons modifié l'émissivité et la température T_p mesurée par le pyromètre. Lorsque cette dernière atteignait celle donnée par le thermocouple T_t plus l'ambiante T_a ($T_s = T_t + T_a$), on obtenait l'émissivité cherchée de la surface. Enfin, les mesures se poursuivaient jusqu'au moment où l'on atteignait la limite supérieure de l'intervalle de température que le pyromètre pouvait mesurer.

III-3 MESURE DE FACTEUR D'EMISSION APPARENT

III-3-1 Principe du calcul

L'émissivité apparente d'un matériau, mesurée à l'aide d'un système à bande large en appliquant la méthode d'isoflux [7, 8], est donnée par la relation :

$$\epsilon_n(\Delta\lambda, T_t) = \frac{\{T_p^4 \cdot |g(z_{2,p}) - g(z_{1,p})| - T_a^4 \cdot |g(z_{2,a}) - g(z_{1,a})|\}}{\{T_t^4 \cdot |g(z_{2,p}) - g(z_{1,p})| - T_a^4 \cdot |g(z_{2,a}) - g(z_{1,a})|\}} \cdot \epsilon_n(\Delta\lambda, T_p) \quad (1)$$

les indices 1 et 2 sont respectivement relatifs aux limites de la détection ($\lambda_1 = 4,8 \mu\text{m}$ et $\lambda_2 = 5,6 \mu\text{m}$), T_p est la température de surface mesurée par pyrométrie, T_t celle de la même surface mesurée par thermocouple, T_a la température ambiante.

Si l'on considère l'échantillon comme un corps noir à la température donnée par le pyromètre T_p ($\epsilon_n(\Delta\lambda, T_p) = 1$), l'expression est simplifiée :

$$\epsilon_n(\Delta\lambda, T_t) = \frac{\{T_p^4 \cdot |g(z_{2,p}) - g(z_{1,p})| - T_a^4 \cdot |g(z_{2,a}) - g(z_{1,a})|\}}{\{T_t^4 \cdot |g(z_{2,p}) - g(z_{1,p})| - T_a^4 \cdot |g(z_{2,a}) - g(z_{1,a})|\}} \quad (2)$$

La température $T_{i(i=p,a,t)}$ est exprimée en Kelvin et l'expression de $g(z_i)$ (cf figure III-2) est donnée d'après [10] par.

$$g(z_{2,i}) - g(z_{1,i}) = \frac{\int_0^{\lambda_2} L_o(\lambda, T_i) d\lambda - \int_0^{\lambda_2} L_o(\lambda, T_i) d\lambda}{\int_0^{\infty} L_o(\lambda, T_i) d\lambda} \quad (3)$$

avec : $z_i = \frac{\lambda_i}{\lambda_m}$ et $\lambda_m(\mu\text{m}) = \frac{2897.8}{T}$ longueur d'onde du maximum du corps noir et $Lo(\lambda, T_i)$ la

luminance monochromatique du corps noir.

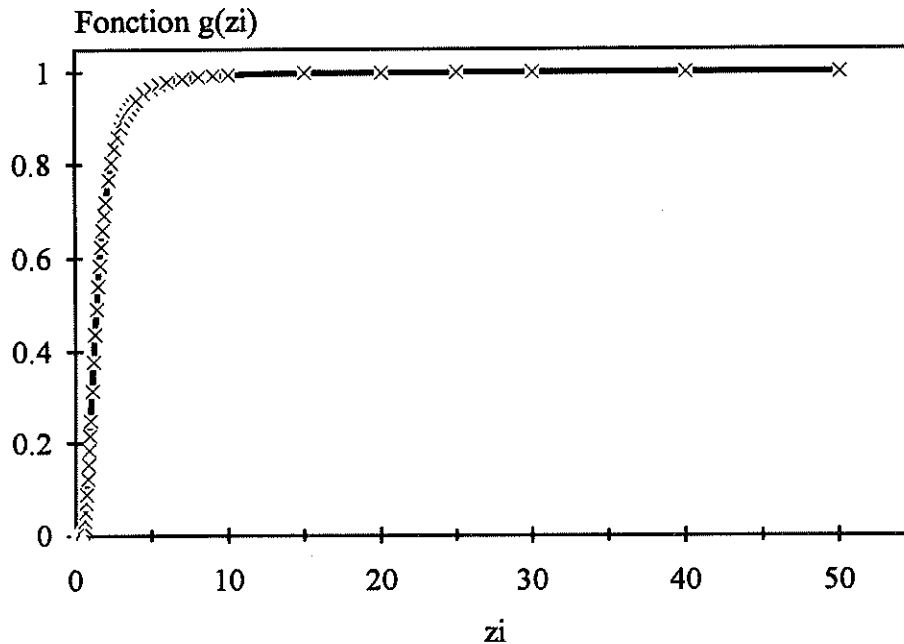


Figure III-2 : La fonction g(zi) en fonction de zi.

Or le pyromètre est à bande relativement étroite, la condition de monochromatisme définie par $\mu = \text{Ln}\left(\frac{\lambda_1}{\lambda_2}\right) < 1$ [11] et la condition de Wien $\frac{C_2}{\lambda_m T} \gg 1$ [5] sont satisfaites.

L'émissivité apparente du matériau peut donc aussi être calculée à partir de la relation de Wien:

$$\epsilon_n(\lambda_n, T_s) = \exp\left[\frac{C_2}{\lambda_n} \cdot \left(\frac{1}{T_s} - \frac{1}{T_p}\right)\right] \quad (4)$$

$C_2=14388 \mu\text{m.K}^{-1}$ est une constante, $\lambda_n=5.2 \mu\text{m}$ est la longueur d'onde moyenne de détection du pyromètre, T_p la température de surface du matériau considéré comme un corps noir et mesurée par le pyromètre, T_s la température réelle de la surface analysée.

Les émissivités apparentes sont calculées à partir des deux expressions; de plus, nous les avons comparées à celles obtenues en modifiant l'émissivité à l'aide du potentiomètre du pyromètre.

III-3-2 Sablage des échantillons

Tous les métaux sont sablés, dans les mêmes conditions à l'aide d'abrasif $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-F14}$, à une distance de 150 mm et avec une pression d'air comprimé de l'ordre de 0.3 MPa, la

rugosité varie peu d'un matériau à un autre et elle est comprise entre 12 et 18 μm (rugosité des tirs).

III-3-3 Dépôts d'alumine

Les dépôts d'alumine analysés ont été réalisés avec la poudre d'alumine α (-45+22.5 μm) fondue broyée, avec deux refroidissements différents, dans les conditions de projection : plasma d'Ar-H₂ (45/15 NI/min), tuyère $\phi=7$ mm, puissance 40 kW et à une distance de 100 mm. L'un est obtenu avec un barrage d'air comprimé disposé à 80 mm de la torche à plasma, c'est à dire à 20 mm des échantillons, ainsi qu'un refroidissement arrière afin d'obtenir une température moyenne de 150°C pendant le tir, l'autre avec un refroidissement arrière maintenu sur la surface du porte échantillon disposé à l'opposé à la torche, afin de maintenir la température à 500°C. Dans les deux cas, un préchauffage a été utilisé.

III-4 RESULTATS EXPERIMENTAUX

III-4-1 Emissivité apparente

Sur les figures III-3 à III-8, nous avons reporté l'émissivité apparente obtenue en faisant varier l'émissivité par le potentiomètre de l'index de l'appareil (notée (a) sur chacune des figures), puis celle calculée par la formule de Wein simplifiée, tout en respectant l'hypothèse $5,2.T \ll C_2$ (notée (b) sur chacune des figures), et enfin celle calculée à l'aide de la formule à bande large (notée aussi (c)).

III-4-1-1 Alliage d'aluminium AU4G

La figure III-3 montre la variation de l'émissivité apparente d'un AU4G en fonction de la température. Entre 100°C et 200°C, l'émissivité apparente diminue légèrement puis se stabilise jusqu'à 500-520°C et croit brutalement pour se stabiliser de nouveau. Cette dernière variation est certainement due à l'oxydation de l'alliage AU4G en surface du matériau. L'émissivité atteinte après 500°C est celle de la couche d'alumine α formée en surface. Remarquons que l'émissivité augmente avec la rugosité de surface, étant donné que celle des alliages d'aluminium non oxydés et de $R_a < 0.5 \mu\text{m}$ est toujours inférieure à 0.3.

III-4-1-2 Fonte grise FT25 ou FGL250

Les mesures ont été effectuées sur un substrat poli mécaniquement $R_a \sim 1 \mu\text{m}$ et sur un autre sablé $R_a \sim 13-16 \mu\text{m}$. Les résultats confirment la différence qu'il y a entre les deux états de surface. L'émissivité apparente augmente avec la rugosité de surface, comme le

montre la figure III-4, ainsi qu'avec l'épaisseur d'oxyde formé en surface pour les températures supérieures à 400°C. Pour le domaine de température inférieure à 400°C, l'émissivité d'une surface rugueuse de fonte est de l'ordre de 0.6 contre 0.25 pour celle d'une surface lisse. Après 500°C, la surface rugueuse comme la surface lisse sont sensibles à l'oxydation, le coefficient d'émission de la surface rugueuse dépassant alors 0.9.

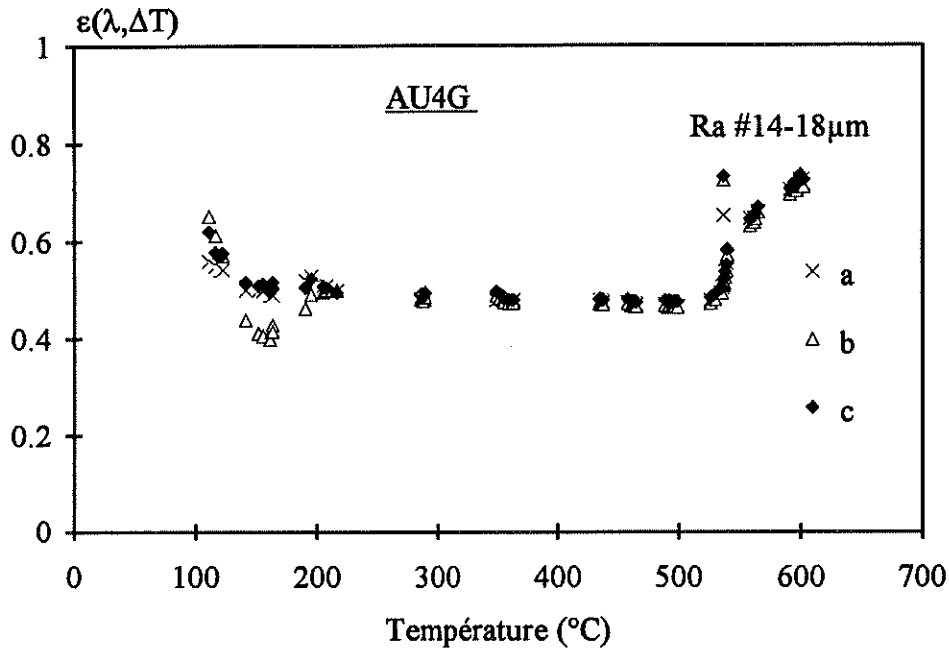


Figure III-3 : Evolution de l'émissivité de l'alliage (AU4G) sablé en fonction de la température.

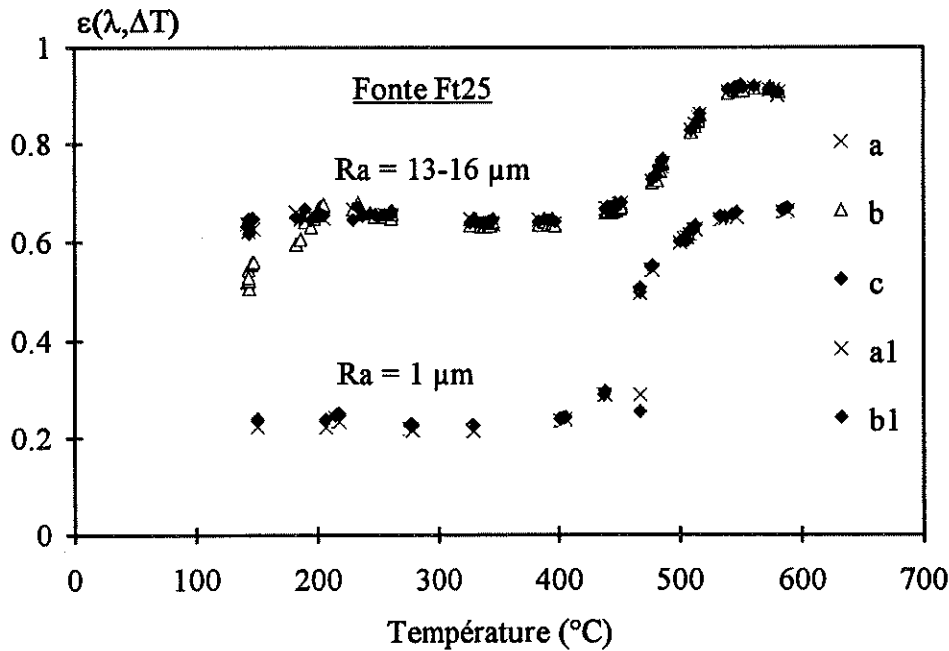


Figure III-4 : Evolution de l'émissivité de la fonte (FT25) sablée ou non en fonction de la température.

III-4-1-3 Acier 34CD4

Dans les mêmes conditions, nous avons effectué les mesures d'émissivité sur l'acier 34CD4 rugueux. Sur la figure III-5, on peut faire les mêmes constatations que précédemment. Entre 150 et 380°C, l'émissivité est de l'ordre 0.6, alors qu'après une zone de transition (380 à 450°C), une brusque variation, dûe également à une oxydation importante du substrat, peut être notée.

III-4-1-4 Acier 100C6

La figure III-6 montre l'évolution de l'émissivité apparente en fonction de la température de l'acier 100C6. Cette émissivité est de l'ordre 0.6 dans un domaine de température 100 à 380°C, et plus proche de 1 après oxydation à partir de 450°C.

III-4-1-5 Dépôts d'alumine

Les figures III-7 et III-8 montrent l'évolution de l'émissivité apparente en fonction de la température des dépôts d'alumine réalisés l'un à 500°C et l'autre à 150°C. Les valeurs de l'émissivité apparente des deux dépôts d'alumine sont équivalentes, elles diminuent très peu avec la température, et elles sont de l'ordre de 0.8 dans le domaine de température 100°C à 600°C. Notons au passage que le Ra du dépôt projeté avec une barrière d'air comprimé est nettement plus faible (~ 5 µm) que celui obtenu sans barrière (~ 13 µm). Ceci est dû à l'élimination des particules non fondues qui passent en périphérie du jet.

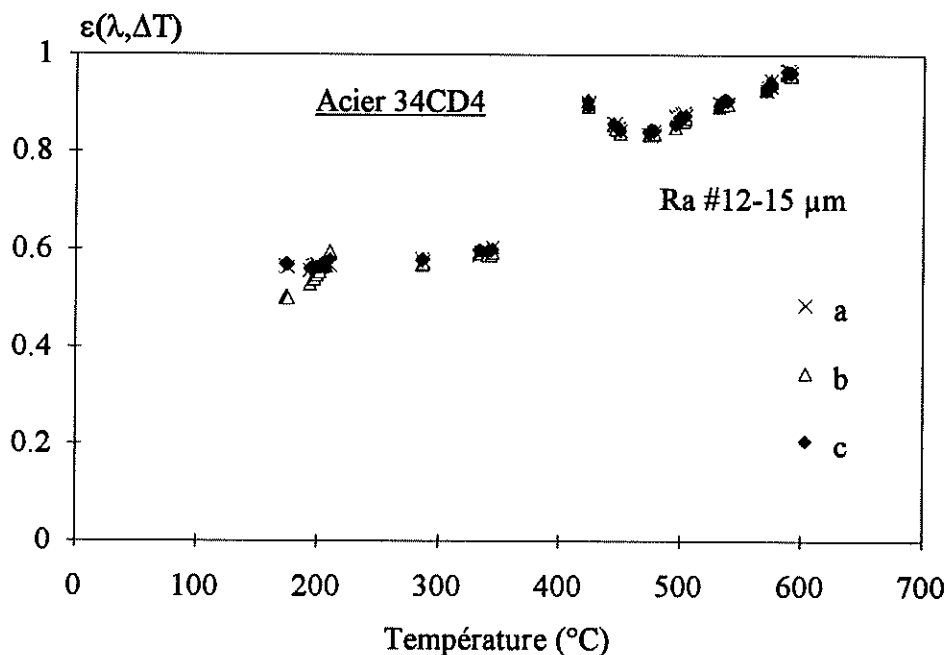


Figure III-5 : Evolution de l'émissivité de l'acier (34CD4) sablé en fonction de la température.

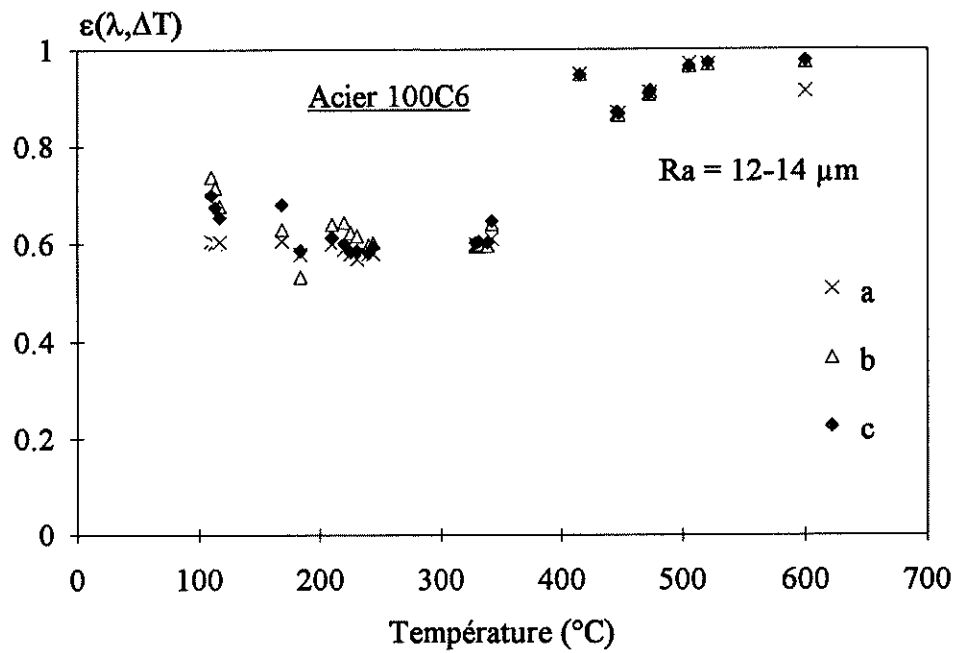


Figure III-6 : Evolution de l'émissivité apparente de l'acier (100C6) sablé en fonction de la température.

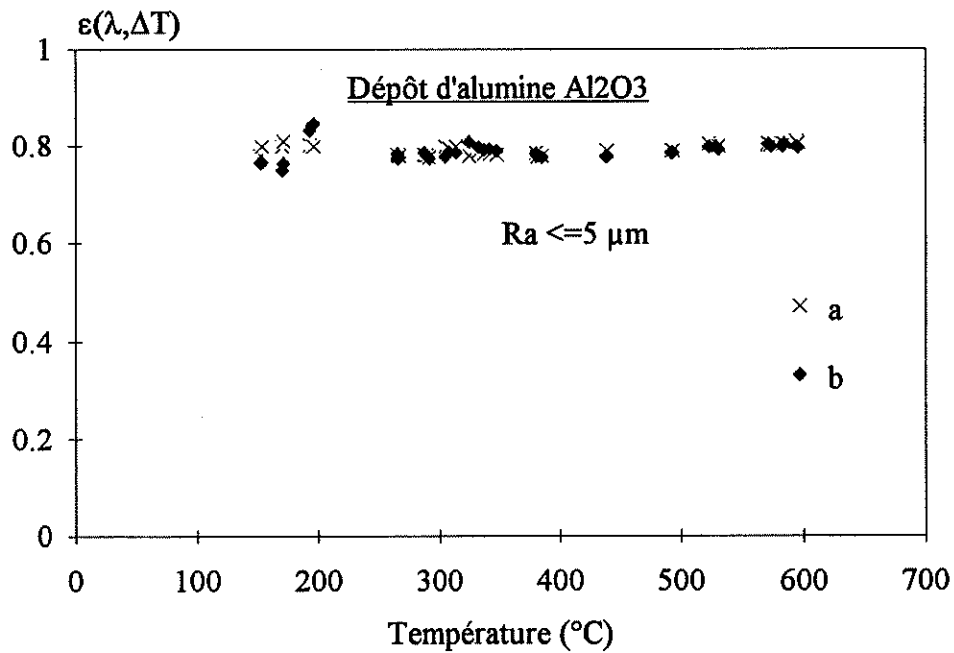


Figure III-7 : Evolution de l'émissivité apparente en fonction de la température du dépôt d'alumine réalisé à 150°C (c'est à dire avec un barrage d'air et une soufflette arrière : B+R).

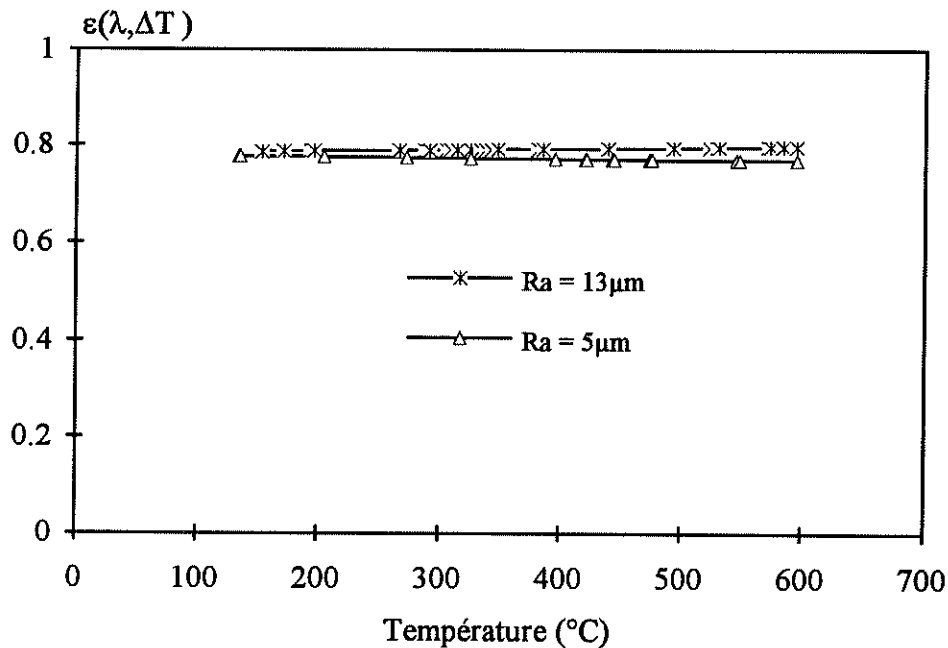


Figure III-8 : Comparaison des émissivités apparentes obtenues pour un dépôt d'alumine réalisé à 150°C (B+R) et 500°C (soufflette arrière seule : R).

Remarque

Il s'agit de l'émissivité d'un dépôt stabilisé. En cours de projection, le dépôt n'est pas stabilisé et les valeurs de l'émissivité peuvent être différentes.

III-5 CONCLUSION

Les résultats, quelle que soit la méthode utilisée, sont en bon accord. L'erreur relative commise dans tous les cas est de l'ordre de 1%, sauf avec la formule à bande large de détection (équation (3)) pour laquelle cette erreur est de l'ordre de 20%, dans le domaine de température 100 à 200°C. Au delà de cette température, elle est de l'ordre de 1%.

L'émissivité apparente $\epsilon(\lambda m, \Delta T)$ de la fonte diminue légèrement au début, ensuite on observe une brusque variation de ϵ vers 480°C, variation que l'on peut attribuer à l'oxydation du matériau. En ce qui concerne l'état de surface, l'émissivité apparente $\epsilon(\lambda m, \Delta T)$ croît avec la rugosité et avec l'oxydation de la surface.

Les mêmes observations ont été constatées sur 100C6, AU4G et 34CD4. Par contre, la température correspondant à la brusque variation de l'émissivité n'est pas tout à fait la même. Cette température dépend de la résistance du matériau à l'oxydation dans ces conditions de travail (chauffage dans un four à l'air).

III-6 FLUX THERMIQUES REÇUS PAR UNE CIBLE

III-6-1 Calorimétrie

Le flux thermique et le rendement de transfert transmis à un fluxmètre à deux cibles concentriques refroidies toutes les deux par circulation d'eau, peuvent être obtenus en effectuant un bilan calorimétrique [12, 13].

Le calorimètre, schématisé sur la figure III-9, est formé de deux parties concentriques refroidies par des circuits d'eau séparés, sous une pression de 1.6 à 2.4 MPa. Les sondes centrale et externe, en laiton, ont respectivement un diamètre de 6.34 mm et 76 mm, la surface recevant le flux de chaleur ayant une épaisseur de 3 mm. Les débits d'eau sont contrôlés par des débitmètres massiques. Un système d'acquisition de données permet de mesurer en continu, les différences entre la température d'entrée et de sortie d'eau de chaque sonde où sont introduits des thermocouples, ainsi que les débits, un ordinateur calculant alors les puissances reçues dans chaque sonde.

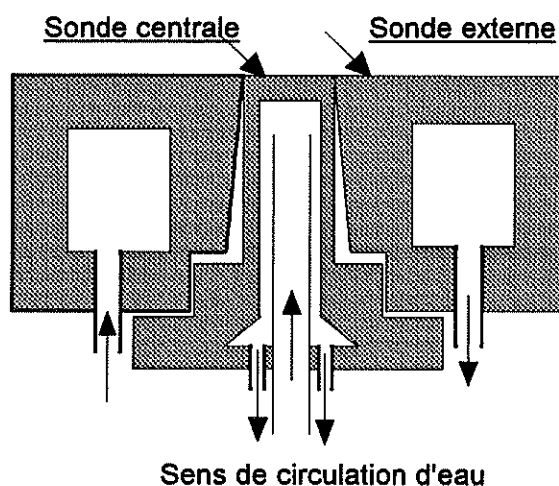


Figure III-9 : calorimètre de mesure de la densité de flux thermique

III-6-2 Détermination du profil de flux

D'après F. M. Moulin [12, 13] le flux de chaleur est de type gaussien :

$$\phi(r) = \phi_0 \cdot \exp\left(-\frac{r^n}{r_g^n}\right) \quad (5)$$

n étant un nombre égal à 2 [13], ϕ_0 étant le flux maximum sur l'axe du jet plasma, et r_g le rayon caractéristique du profil à $1/e$.

Comme le montre l'équation (5), ces deux inconnues sont nécessaires pour déterminer la valeur de $\phi(r)$.

En régime permanent, la connaissance des différences de température entre l'eau d'entrée et de sortie des deux cibles, ainsi que leurs débits dans le circuit permet de calculer les puissances thermiques reçues par chacune des deux cibles du fluxmètre et de déterminer ϕ_0 et r_g , conformément à [13].

III-6-3 Dispositif expérimental

Pour différentes intensités de courant de la torche (tuyère de diamètre $\phi=7$ mm), nous avons mesuré le profil de flux thermique reçu par la cible refroidie, à une distance de 100 mm, avec un mélange plasmagène Ar-H₂ (45/15 NI/min). La chaîne d'acquisition comprend un micro-voltmètre à plusieurs voies, un ordinateur HP-9000 qui permet l'acquisition des données (profil radial du flux thermique reçu par la cible) et le dépeuillement des résultats (cf figure III-10).

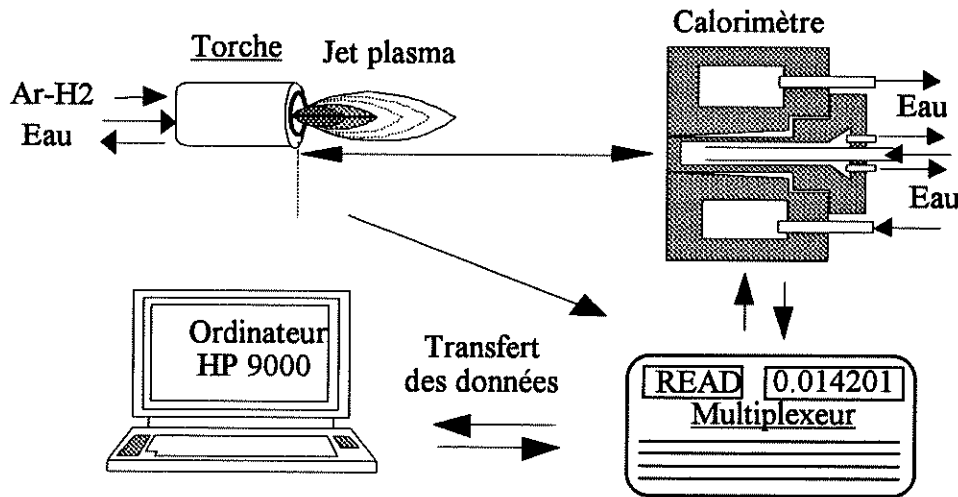


Figure III-10 : Montage utilisé pour la mesure des flux thermiques reçus par une cible froide (calorimètre).

Comme le montre la figure III-11, le flux thermique augmente avec la puissance dissipée dans la torche. Pour nos conditions de travail correspondant à 600 A, le flux maximal est de l'ordre de 2.5-2.6 MW/m².

Lorsque l'on passe de 400 à 600 A, la puissance électrique dissipée varie de 25.6 à 37.2 kW et le rendement thermique de la torche de 0.58 à 0.56, c'est à dire que l'énergie dissipée dans le jet passe de 14.9 kW à 20,8 kW, soit un accroissement dans un rapport de 1.39, alors que le flux maximal n'augmente que dans un rapport de 1.18 (cf figure III-12). Ceci est dû à l'accroissement de la vitesse du jet (cf paragraphe I-4-3) avec I qui accroît le pompage du gaz ambiant et donc le refroidissement du jet par dissociation de l'oxygène.

On peut d'ailleurs constater sur la figure III-12 qu'au delà de 550 A, le flux maximal ϕ_0 devient pratiquement constant, ce qui est en bon accord avec les mesures de Roumilhac [14] qui montre que la longueur du dard plasma ne varie pratiquement pas au delà de

550 A. Si nous avons augmenté l'intensité de courant jusqu'à 700 A, on aurait vraisemblablement constaté une diminution de flux maximal ϕ_0 , car la vitesse du jet aurait continué à croître, et le refroidissement par l'air pompé également.

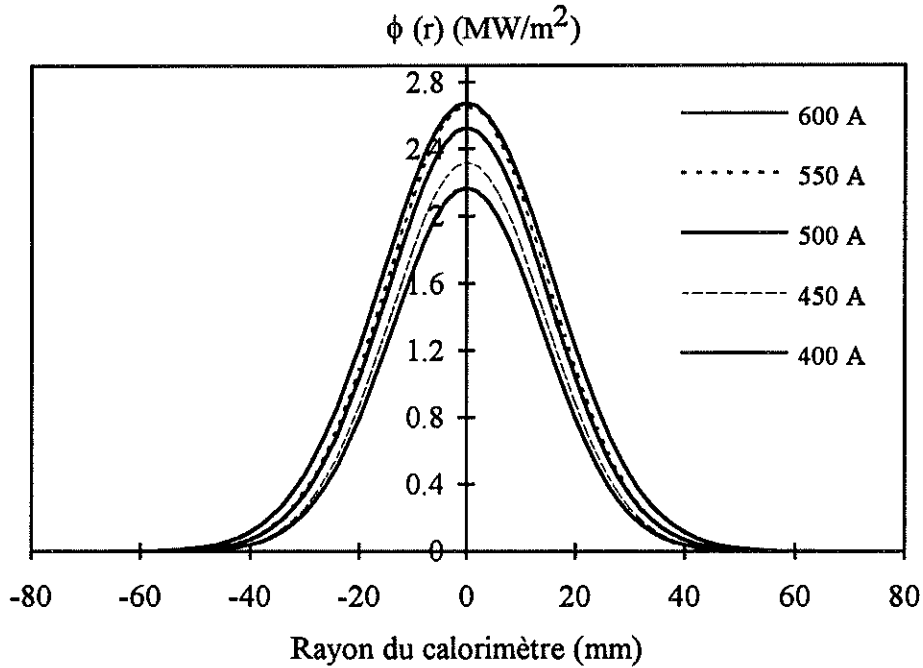


Figure III-11 : Evolution du flux radial en fonction de la puissance (courant d'arc) de la torche ($\phi=7$ mm) à une distance torche-calorimètre de 100 mm.

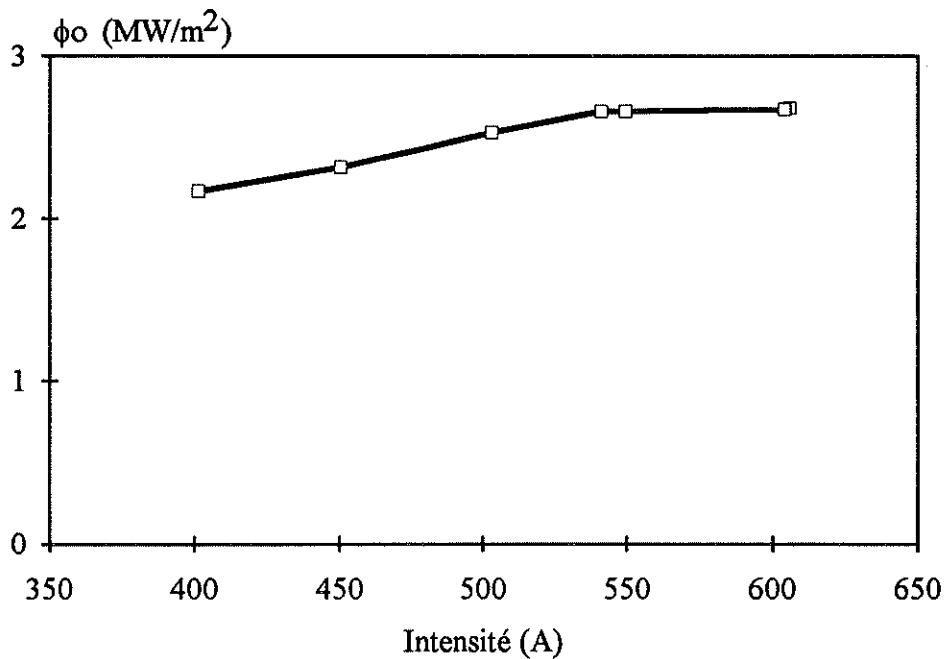


Figure III-12 : Evolution du flux maximal en fonction de l'intensité de courant de la torche ($\phi=7$ mm) à une distance torche-calorimètre de 100 mm.

III-6-4 Distance torche cible

De la même façon, nous mesurons le flux thermique en fonction de la distance cible-substrat en gardant des conditions de génération du plasma identiques (25% H₂ et 75% Ar pour un débit total de 60 NI/min) et avec des intensités égales à 400 A ou 600 A. Les résultats obtenus en régime stationnaire sont indiqués dans la figure III-13.

Lorsque la distance torche-cible augmente, le flux maximal ϕ_0 diminue, toutes choses égales par ailleurs, ce qui montre qu'en ajustant la distance de tir, on peut réduire sensiblement l'échauffement du substrat et du dépôt. Au delà de 100 mm, le flux thermique augmente brutalement et il est difficile de contrôler le refroidissement. C'est donc une des raisons du choix d'une distance de tir de 100 mm qui, par ailleurs, ne réduit pas trop la vitesse des particules avant l'impact, ni leur température de surface.

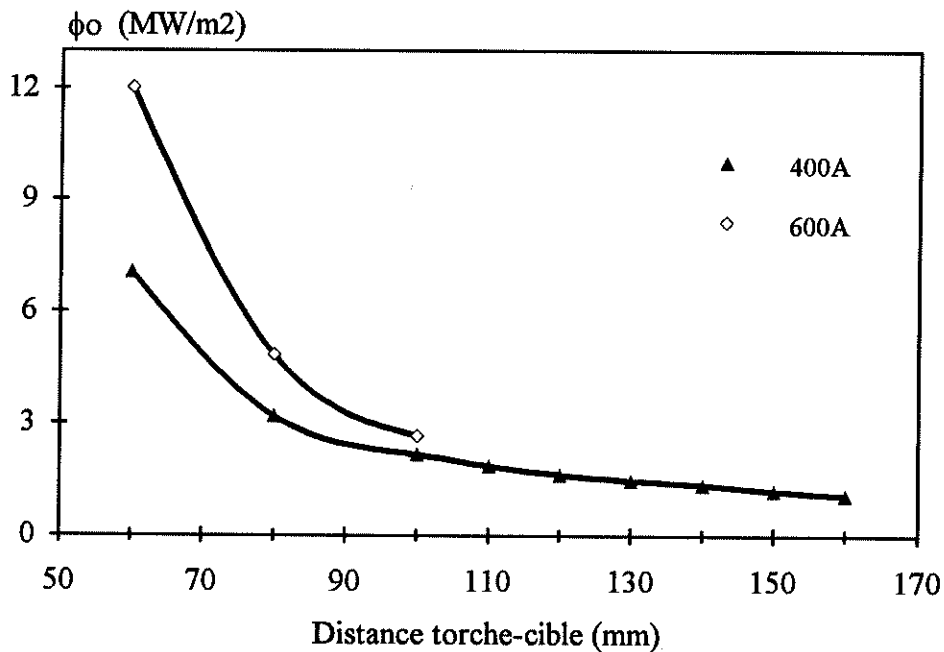


Figure III-13 : Evolution du flux maximal ϕ_0 reçu par une cible en fonction de la distance torche-cible et la puissance électrique de la torche de tuyère $\phi = 7$ mm, avec un plasma Ar-H₂ (45/15 NI/min).

La forte décroissance de ϕ_0 avec la distance peut être expliquée comme suit: comme l'ont montré Pfender et al [15], l'air froid est aspiré par le jet de plasma sous forme de bulles très denses par rapport au gaz plasmagène et qui ne se mélangent pas immédiatement avec lui. Ce mélange intervient au delà du dard du jet, c'est à dire lorsque le plasma s'est refroidi (sa densité a alors crû) et lorsque les bulles d'air se sont réchauffées (leur densité a diminué); ceci correspond à des zones situées au delà de 40 à 50 mm de la tuyère. La dissociation de l'oxygène et le mélange de l'air ambiant, alors plus facile, augmentent considérablement le refroidissement qui se stabilise au delà de 80-90 mm, c'est

à dire lorsque la température de mélange est devenue inférieure à 3500 K, ce qui ne permet plus de dissocier l'oxygène.

III-7 TEMPERATURE DE SURFACE D'UN SUBSTRAT

II-7-1 Torche immobile

Comme précédemment, nous avons travaillé dans les mêmes conditions de production du plasma à savoir 45 NI/min d'Argon et 15 NI/min d'hydrogène, en utilisant la torche ($\phi=7$ mm) et une distance de tir de 100 mm. Nous avons alors mesuré la température de la surface d'une plaque rectangulaire en acier respectivement de 3 mm d'épaisseur, 12 cm de longueur et de 8 cm de largeur, dans laquelle nous avons inséré un thermocouple (Fer-Constantan) soudé et protégé par des tubes en alumine courant le long de la plaque, sauf le point de soudure disposé à 1/10 mm de la surface de la plaque en face de la torche et centré sur l'axe de celle-ci. Les fils (Fer-Constantan) sont connectés à un dispositif donnant la température de référence et ils sont ensuite reliés comme précédemment à la chaîne d'acquisition (cf figure III-10).

Nous avons alors suivi l'évolution de la température au voisinage de la surface de la cible en fonction de plusieurs paramètres que nous décrivons ci-dessous.

La torche est disposée à une distance de 100 mm de la plaque refroidie sur sa face arrière par de l'air comprimé, avec un débit moyen de 405 NI/min.

En faisant varier l'intensité de la torche de 400 à 600 A, la température de la surface de la plaque en régime permanent est obtenue. La figure III-14 montre qu'en augmentant la puissance de la torche, la température de la plaque croît également. Les courbes 1 et 2 de la figure III-14 montrent le cycle obtenu en faisant varier l'intensité, soit dans un sens croissant, soit dans un sens décroissant. Par exemple, pour 600 A, la température au voisinage de la cible pour un régime permanent est de l'ordre de 550°C. La reproductibilité des mesures est assez bonne, comme le montrent les points obtenus à une journée d'intervalle (1 et 2).

Le pourcentage d'hydrogène augmente la puissance dissipée dans la torche par un accroissement de la tension d'arc (par exemple pour une tuyère de $\phi=7$ mm, celle ci est de l'ordre de 24 volts avec l'argon pur, contre à 65-67 volts avec pourcentage de 25% d'hydrogène sur un débit total de 60 NI/min) et ainsi l'enthalpie du plasma et sa vitesse. De plus, l'hydrogène augmente aussi le transfert de la chaleur vers le substrat, par suite de sa forte conductivité thermique.

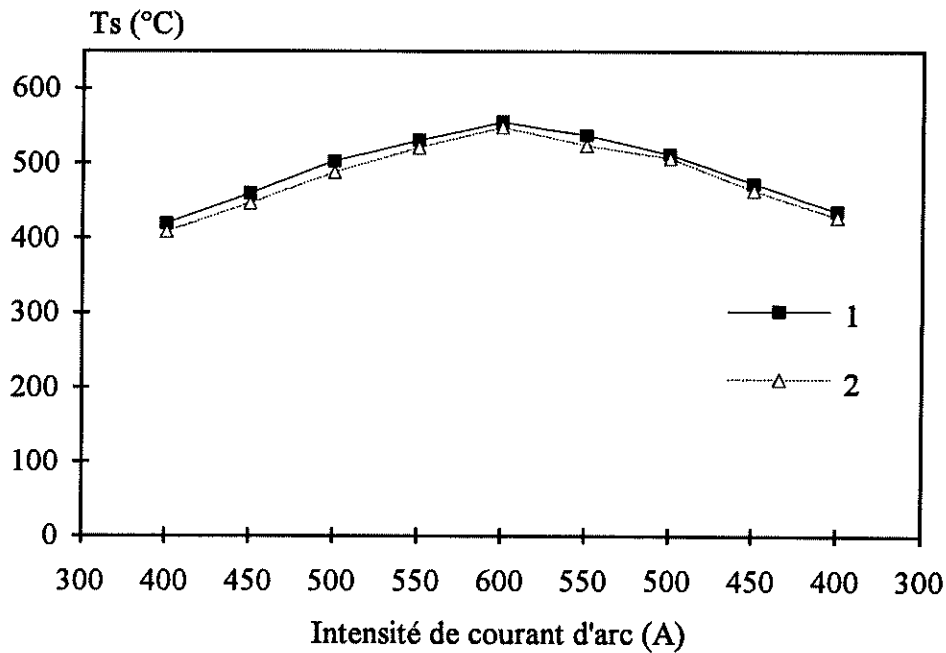


Figure III-14 : Evolution de la température de la plaque d'acier en fonction du courant de la torche ($\phi = 7$ mm), avec un mélange Ar-H₂ (45/15 NI/min), et à une distance de 100 mm.

En ce qui concerne la distance de tir, celle ci joue un rôle important sur le transfert thermique plasma-substrat. Lorsque la distance augmente le transfert thermique est moins important. Par exemple à $I=400$ A, si l'on accroît la distance torche-cible de 100 à 170 mm, l'échauffement de la cible est réduit de plus de 200°C (cf figure III-15).

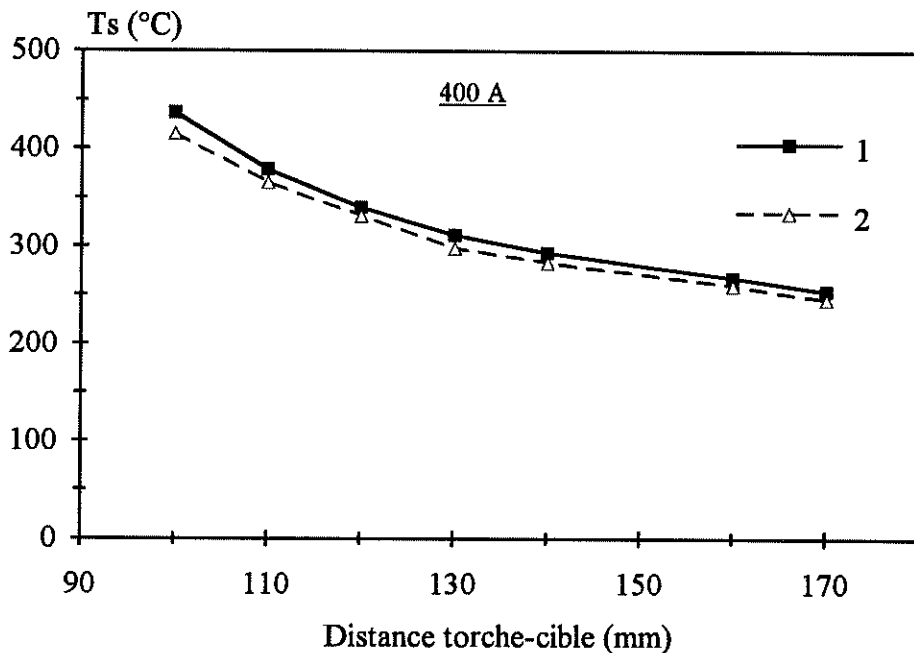


Figure III-15 : Evolution de la température de surface de la plaque d'acier refroidie sur la face arrière par de l'air comprimé, en fonction de la distance torche-cible.

Remarquons finalement que pour nos conditions de travail (45 NI/min d'Ar et 15 NI/min d'H₂, une intensité de 600 A et une distance de 100 mm), le flux de chaleur transmis, soit à une cible froide, soit à une cible non refroidie, est non négligeable. Pour effectuer des dépôts céramiques sur des supports métalliques à faible température de fusion (par exemple l'alliage d'aluminium AU4G), il est donc important de bien contrôler ces flux.

III-7-2 Fluctuations de températures dues au mouvement de la torche

Pour une distance donnée et des conditions de tir décrites dans les paragraphes précédents, le mouvement de la torche entraîne des fluctuations de la température de surface des substrats, fluctuations qui dépendent du parcours de la torche et de sa vitesse. Ces fluctuations peuvent entraîner une hétérogénéité de la distribution de température dans les dépôts et dans le substrat conduisant à une anisotropie de leurs propriétés. Il est important de réduire ces chocs thermiques locaux instantanés lors des tirs. Pour ceci, nous avons effectué quelques essais, afin de voir quelle était leur amplitude autour de la valeur moyenne obtenue en régime permanent, pour des vitesses de translations lentes (environ 16 mm/s) (cf figure III-16).

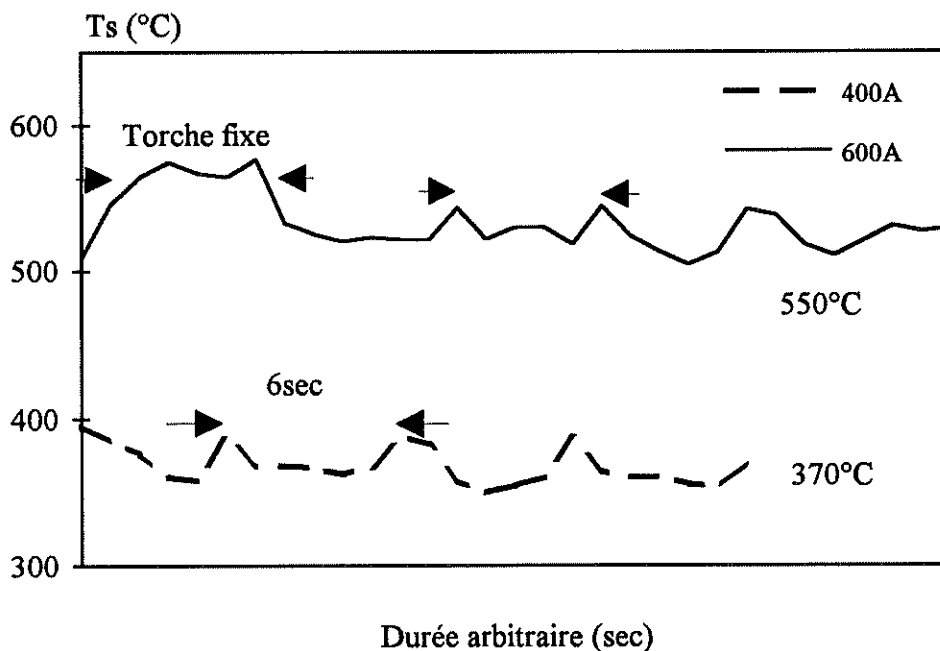


Figure III-16 : Fluctuations de la température dues au mouvement de la torche à plasma.

Les résultats ont été obtenus pour deux puissances différentes, avec un même mélange d'Argon-Hydrogène (45/15 NI/min) et à une distance de 100 mm. Une fois le régime stationnaire de température atteint avec la torche fixe, les fluctuations dues au mouvement de la torche sont de $\pm 35^{\circ}\text{C}$ à 550°C et de $\pm 25^{\circ}\text{C}$ à 370°C . De plus, comme le

montrent les courbes de la figure III-16, la température moyenne chute de quelques dizaines de degrés, après que la torche ait été mise en mouvement.

III-8 PREMIERS TRAVAUX EFFECTUES

III-8-1 Température de préchauffage

La température de préchauffage des substrats métalliques ou céramiques avant dépôt, comme nous le verrons dans le chapitre-IV, améliore les propriétés des dépôts. Il nous semble donc nécessaire de connaître la température avant et en cours du dépôt, ainsi que lors du refroidissement, afin de voir quel est l'effet de celle-ci sur les propriétés des dépôts telles que l'adhérence, la cohésion et les contraintes résiduelles ... (cf chapitre-IV).

Avant de passer aux mesures de température par pyrométrie (c'est à dire avant que le pyromètre ait été acheté) plusieurs essais ont été réalisés, soit par thermocouple, soit par thermographie infrarouge. Pour des échantillons en mouvement, il est difficile d'y avoir accès par un thermocouple. Cependant les premiers essais ont été effectués par contact mécanique d'une sonde "en fer constantan" et du substrat (cf figure III-17), contact assuré juste après l'arrêt de la torche à plasma. La pente de la courbe de température du substrat en fonction de la durée du contact permet d'estimer la température atteinte en surface après un préchauffage de durée déterminée.

Pour des durées variables, nous avons préchauffé des échantillons (en alliage d'aluminium sensible à l'échauffement et au refroidissement) non sablés, afin d'assurer un contact manuel juste après l'arrêt de la torche et la rotation des échantillons.

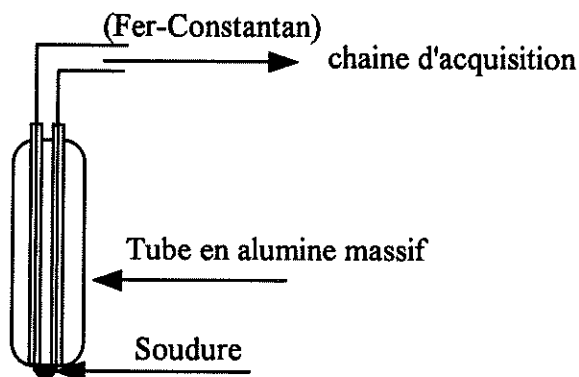


Figure 17 : Forme de la sonde utilisée pour la mesure de la température de surface par contact.

III-8-2 Conditions expérimentales

Sans projection de poudre et dans les conditions portées dans le tableau III-2, nous avons effectué un chauffage des échantillons par plasma. Les conditions de refroidissement sont aussi résumées dans le tableau III-1.

Conditions	I	II	III
Mode de refroidissement	1.R	B + 1.R	4.R
Débit d'air comprimé (m ³ /h)	48	78	164

Tableau III-1 : Conditions de refroidissement

Le refroidissement noté (R) ou nR est assuré par une (cf figure III-18) ou plusieurs soufflettes (n indique le nombre de soufflettes utilisé) disposées sur une circonférence entourant le porte-échantillons, à une dizaine de millimètres de sa surface.

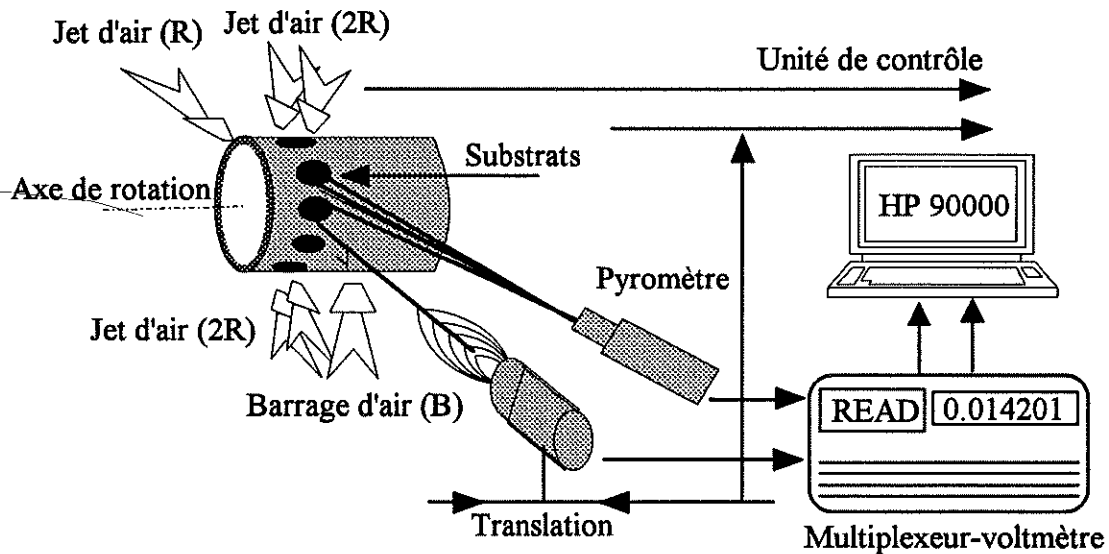


Figure III-18 : Schéma montrant la disposition des soufflettes de refroidissement par rapport au substrat et à la torche.

Dans la condition (I), le refroidissement est maintenu avec une soufflette de dimension (23x1 mm²) disposée à l'opposé de la torche.

La condition (II) correspond à un refroidissement effectué simultanément par le barrage d'air et la soufflette décrite dans la condition (I). Ce barrage B additionné à R est effectué à l'aide d'une fente de dimension 12x1 mm², débitant 41 m³/h d'air comprimé et disposée orthogonalement au jet plasma à 80 mm de la torche à plasma, c'est à dire à

20 mm de la surface des échantillons (cf figure III-18). La distance fente-axe de la torche est de 10 mm.

La condition (III) est assurée par 4 soufflettes disposées de telle façon que l'évacuation de la chaleur se fait dans le sens opposé à la torche (cf figure III-18). Les dimensions des soufflettes sont celles utilisées, soit dans I, soit dans II.

La figure III-19 montre les types de courbes obtenues dans la condition I, par contact mécanique pour différentes durées de préchauffage. Les résultats de mesures des température obtenues en extrapolant à $t=0$, pour les conditions I et II, sont indiqués sur la figure III-20.

La température atteinte en surface des substrats après 2 minutes 30 secondes de préchauffage est de l'ordre de 500°C avec un refroidissement arrière, alors qu'elle n'est que de l'ordre de 100°C, lorsqu'un barrage d'air lui est ajouté. Comme l'ont montré les résultats de flux thermique [14], avec le barrage d'air comprimé, le chauffage par le plasma est beaucoup plus faible qu'avec un refroidissement (R) maintenu uniquement sur la face arrière du porte substrats. La bonne concordance des points obtenue lors de trois mesures pour la condition I montre la reproductibilité du préchauffage et de la méthode de mesure.

La figure III-21 montre également la température atteinte dans la condition (I) mesurée avec la thermographie infrarouge (TIR). Elle montre que la température atteinte en régime stationnaire est de l'ordre de 400°C seulement contre 500°C mesurés avec les thermocouples.

Les mesures TIR ont été obtenues à partir des courbes d'étalonnage de l'appareillage, connaissant l'ouverture du diaphragme de la caméra, les niveaux des isothermes balayés et la température de référence qui fixe dès le départ l'intervalle de balayage.

L'évolution de la température de surface des échantillons s'avère difficile à suivre du fait que le balayage est toujours effectué manuellement pour passer d'un niveau d'isotherme à un autre. Ceci explique probablement l'écart entre les deux méthodes, la précision de la mesure par TIR étant au mieux de $\pm 20\%$.

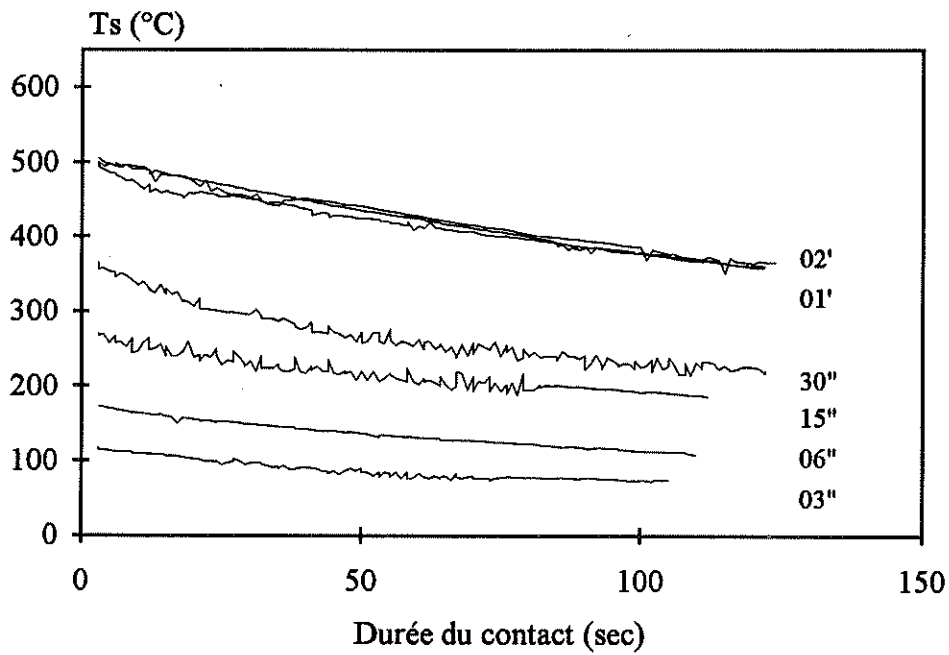


Figure III-19 : Evolution de la température de surface en fonction de la durée de contact sonde-substrat.

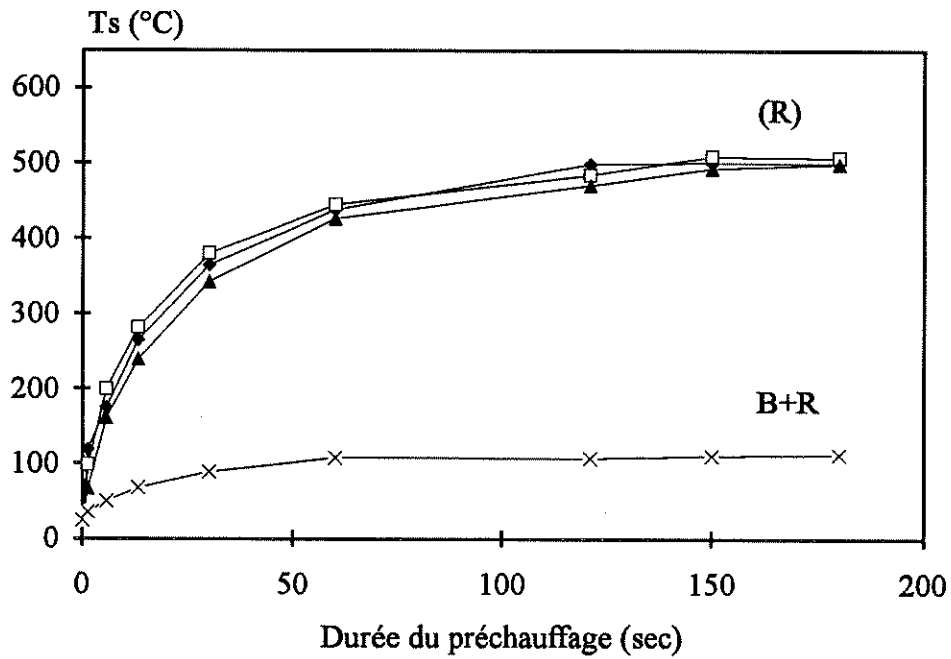


Figure III-20 : Evolution de la température de surface en fonction de la durée de contact sonde-substrat.

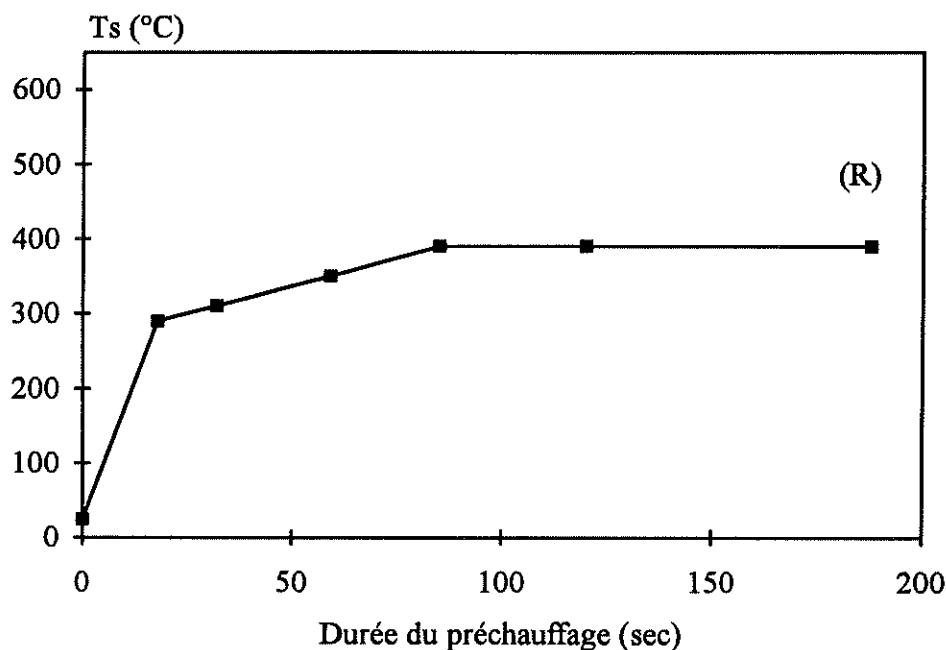


Figure III-21 : Evolution de la température de surface en fonction de la durée du préchauffage (Thermographie Infrarouge TIR AGA-700).

II-9 CONDITIONS EXPERIMENTALES DE PROJECTION

Si le chauffage du substrat par le panache du jet de plasma est non négligeable, il est également important de connaître celui apporté par la poudre projetée. Pour ceci, nous avons réalisé toutes nos expériences avec une poudre d'alumine fondue et broyée STARCK, dont les analyses chimique et granulométrique ($-45+22.5 \mu\text{m}$) sont données dans le chapitre-IV. La poudre est projetée avec la torche ($\phi=7 \text{ mm}$), dont les caractéristiques sont décrites dans le paragraphe I-3 et les principaux paramètres de tir sont résumés dans le tableau III-2.

Débit du gaz plasmagène	Ar-H ₂ (45/15 NI/min), I=600 A, V=65-67 V, (P=39-40 kW)
Mode d'injection de poudre	Interne, à 2 mm avant la sortie de la tuyère, \perp au jet plasma
Débit du gaz porteur et de poudre	Ar (6.5 NI/min), $m^{\circ}=1 \text{ kg/h}$
Distance de tir, déplacement de la torche, et rotation des échantillons	100 mm, 24 mm/s, 153-160 tr/min
Rendement pondéral obtenu	$\rho = 52-53 \%$

Tableau III-2 : Paramètres de projection de la poudre d'alumine fondue-broyée ($-45+22.5 \mu\text{m}$).

La figure III-22 obtenue avec la caméra TIR semble montrer que l'apport de chaleur par la poudre est négligeable. Par contre, l'élévation de température lors de l'injection de poudre mesurée avec le pyromètre infrarouge IRCON-Modline-PLUS est très nette (cf figure III-23). Ce gradient de température dans la condition (I) est de l'ordre de 80 à 100°C, alors que la température de préchauffage atteinte est de l'ordre de 480°C. Notons au passage que celle-ci n'est pas loin de ce qui est trouvé avec le contact mécanique.

Les figures III-24 à III-26, représentant chacune l'évolution de la température en fonction des durées de préchauffage et de projection, montrent que le gradient de température dû uniquement au 1 kg/h de poudre projetée dans la condition (II) mais en faisant varier le débit du barrage, est aussi de l'ordre de 80 à 100°C. Par contre, comme le montrent ces figures, selon le débit d'air utilisé par barrage (celui du refroidissement arrière étant pratiquement constant), la température du préchauffage varie aussi. Ceci montre que l'apport de chaleur du jet plasma est bien contrôlé par le barrage d'air. A titre d'exemple, la température du préchauffage atteinte avec les conditions II (cf figure III-24) est de l'ordre de 150°C, alors qu'avec les 2/3 du débit total du barrage d'air (cf figure III-25) celle-ci augmente un peu pour atteindre 230°C. Par contre, si l'on réduit plus le débit du barrage d'air par exemple à 1/3 (cf figure III-26) la température augmente de 100°C par rapport au résultat obtenu avec 2/3 du débit total.

Dans la condition II, la température obtenue avec le contact mécanique et la thermographie infrarouge est de l'ordre de 100°C. Cette température est relativement faible par rapport à celle obtenue par le pyromètre infrarouge (PIR) (cf figure III-24). Dans le cas de la méthode par contact mécanique, ceci est certainement dû au refroidissement rapide de la surface du métal après l'arrêt du plasma, alors que dans le cas de la TIR, c'est dû à la reproductibilité de la mesure.

Si l'on utilise uniquement le refroidissement par barrage d'air comprimé (condition où le refroidissement de la face des dépôts étant impossible à réaliser par exemple à cause de la complexité de la forme des pièces à revêtir), la température de surface du dépôt augmente sans cesse et les gradients importants sont générés dans le dépôt en construction (cf figure III-27). Ce gradient est de l'ordre de 200°C pour des épaisseurs d'environ 400 µm, mais il peut être plus important lorsque l'épaisseur du dépôt augmente.

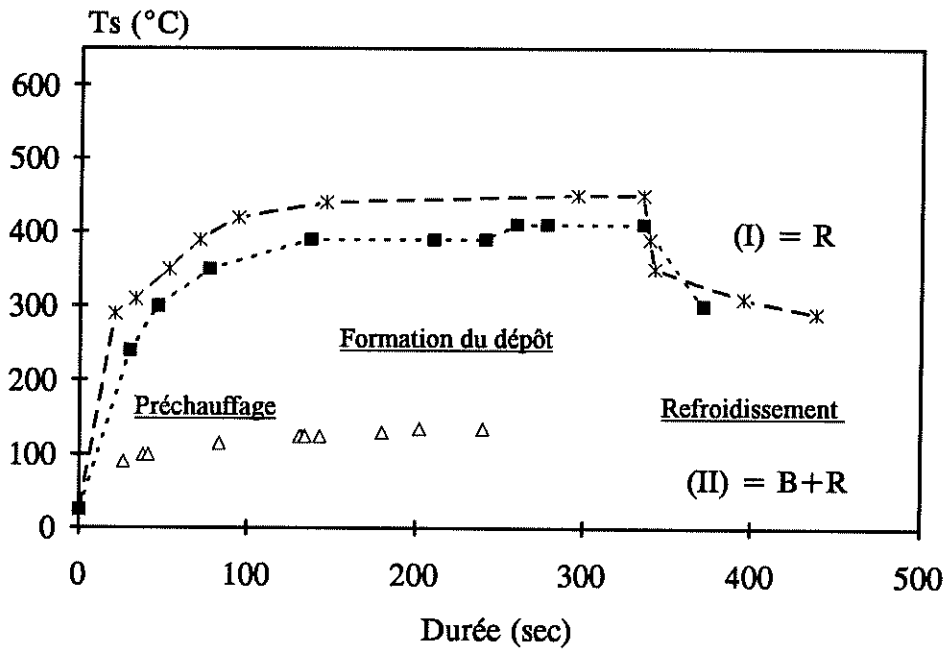


Figure III-22 : Evolution de la température de surface en fonction du temps dans les conditions (I) et (II) mesurée avec la thermographie infrarouge (TIR).

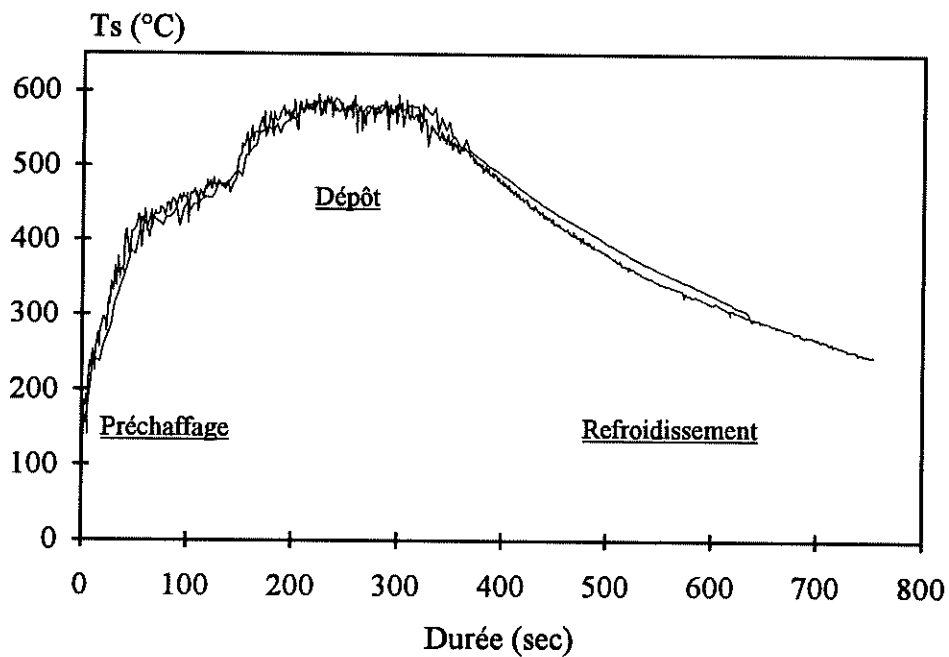


Figure III-23 : Evolution de la température de surface en fonction du temps dans la condition (I) mesurée par le pyromètre infrarouge (PIR).

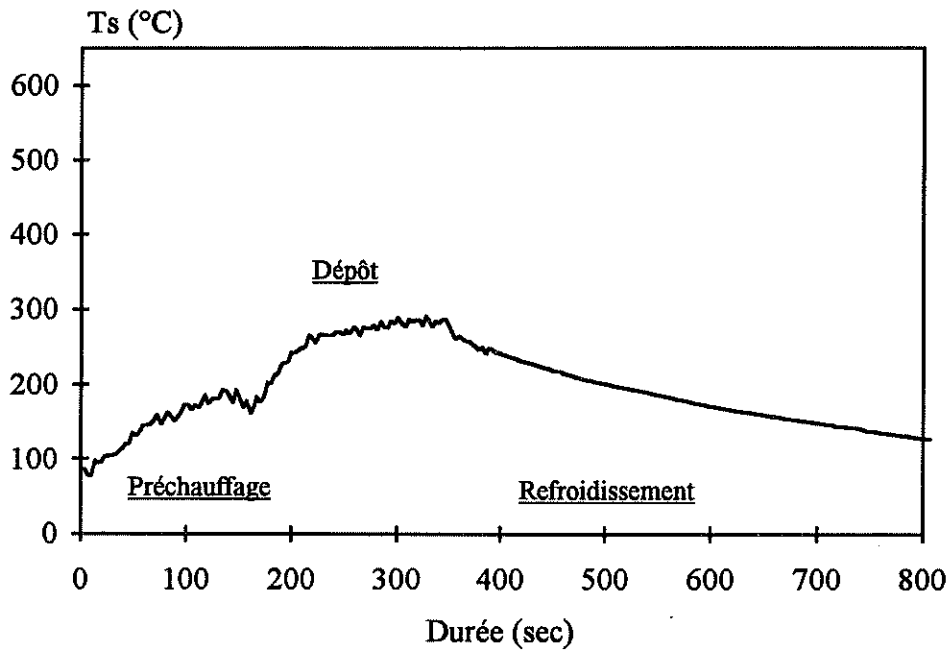


Figure III-24 : Température du surface obtenue dans la condition (II) (pyromètre infrarouge PIR)

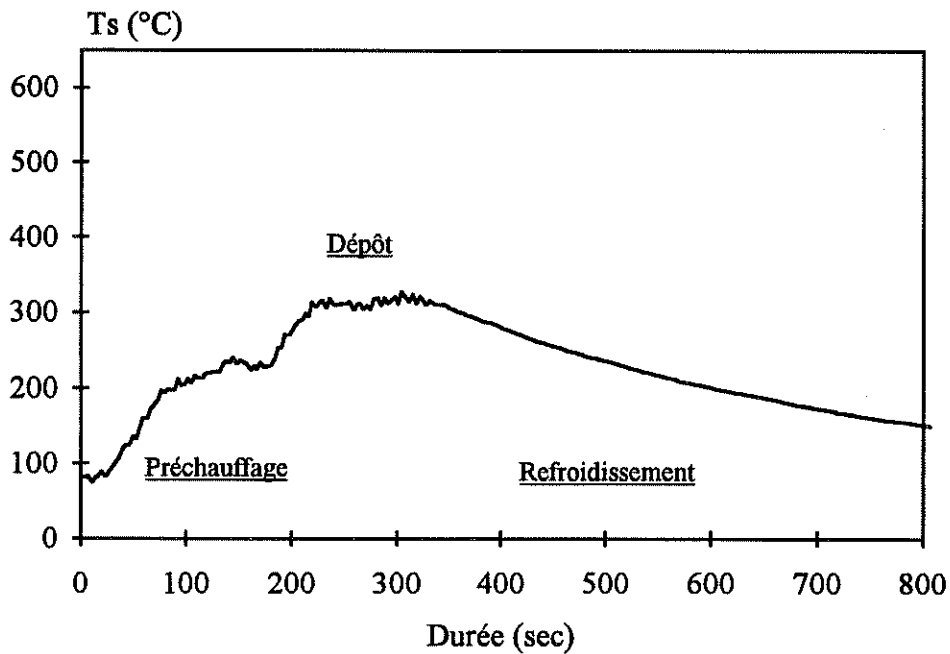


Figure III-25 : Température du surface obtenue dans la condition (II) (B+R), mais avec 2/3 du débit total de barrage d'air (pyromètre infrarouge PIR).

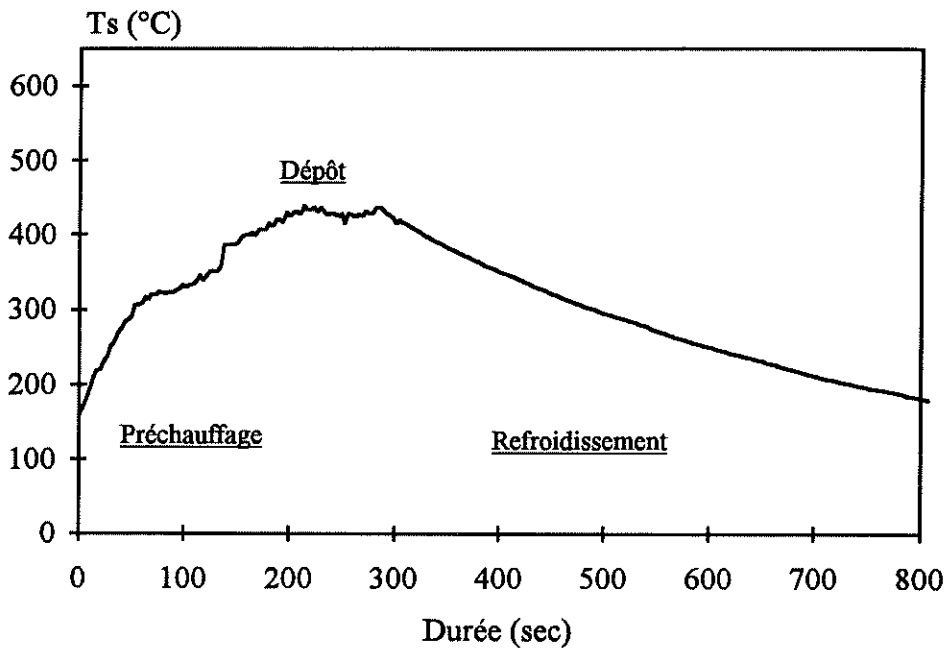


Figure III-26 : Température du surface obtenue dans la condition (II), mais avec 1/3 du débit total de barrage d'air (B) (pyromètre infrarouge PIR).

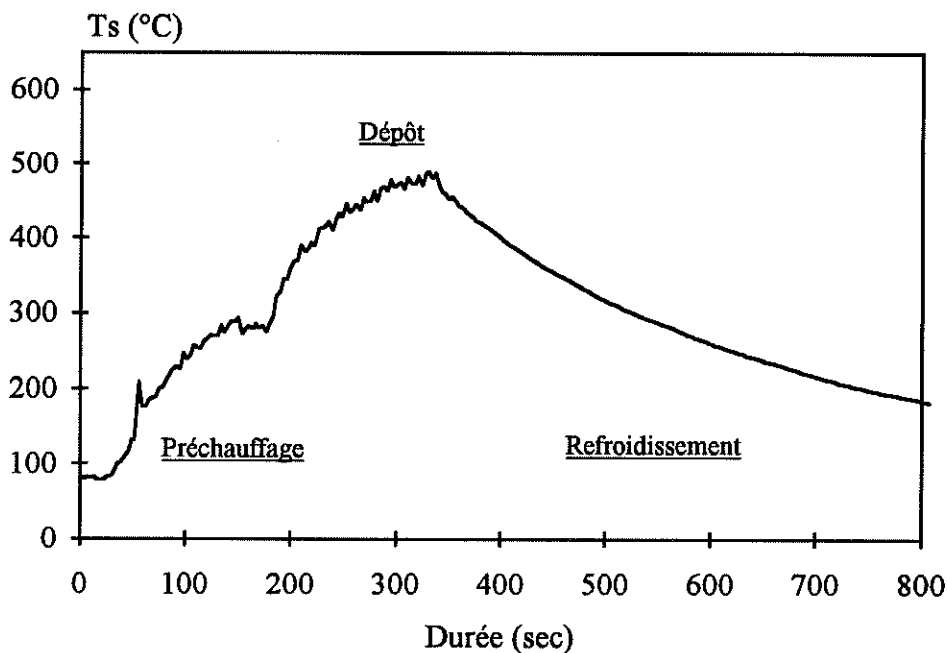


Figure III-27 : Température du surface obtenue avec barrage d'air (B) seul (pyromètre infrarouge PIR).

En utilisant les quatre soufflettes comme le montre la figure III-28, le gradient de température dû à la poudre est moins important. Il est de l'ordre de quelques degrés. Par contre, la température atteinte après préchauffage est relativement importante par rapport au débit d'air élevé utilisé $164 \text{ m}^3/\text{h}$ (cf figure III-29). Notons de plus que les fluctuations de température atteignent $\pm 60^\circ\text{C}$.

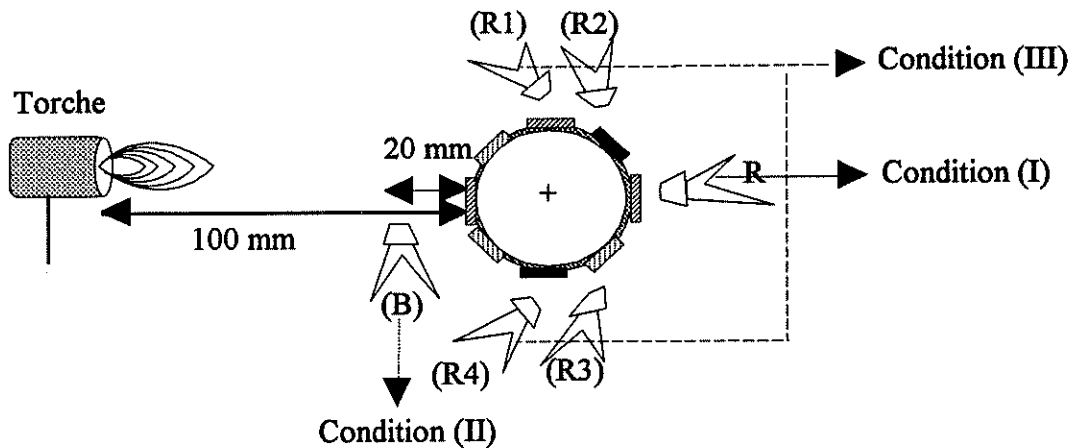


Figure III-28 : Vue en coupe de la disposition des soufflettes de refroidissement par rapport à la torche et à la surface des échantillons

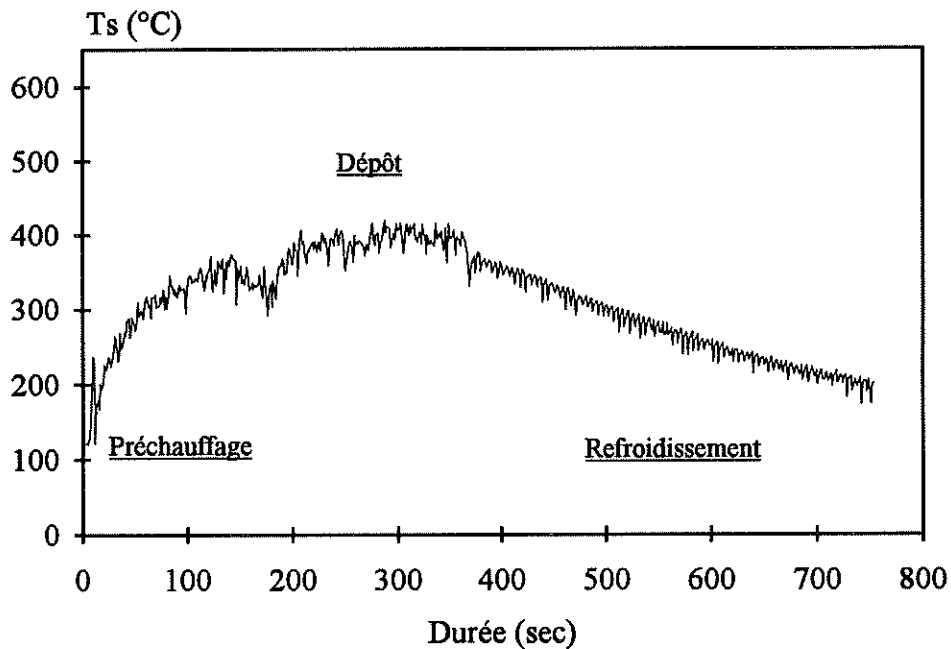


Figure III-29 : Température du surface obtenue avec les quatre soufflettes $(R1+R2+R3+R4) = 4R$ de la figure III-28 (1 kg/h pyromètre infrarouge PIR).

En ce qui concerne le refroidissement après tir, il varie de façon notable suivant les conditions imposées. Ceci est illustré sur la figure III-30 où le refroidissement était assuré uniquement avec une soufflette R. Le cas (a) correspond au refroidissement naturel : à la fin du tir, l'air comprimé et le plasma sont arrêtés, mais le porte substrat est maintenu en rotation. La courbe (c) est celle obtenue, si on arrête le plasma sans couper le débit d'air de la soufflette (la diminution de la température de la surface du dépôt est beaucoup plus importante). La courbe b est obtenue en réduisant progressivement le courant d'arc et le pourcentage d'hydrogène et par la suite en augmentant la distance torche-échantillon, avant d'interrompre le plasma et le débit d'air de la soufflette.

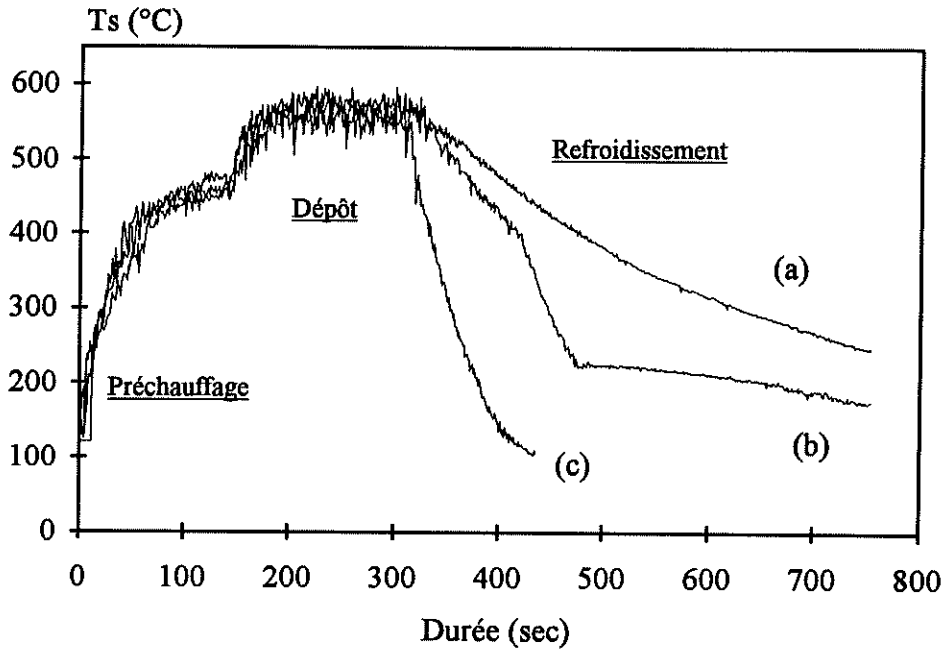


Figure III-30 : Température de surface obtenue avec une soufflette condition (I) (pyromètre infrarouge PIR) avec un contrôle du refroidissement après tir. (a) : naturel, (b) : avec recul de la torche et diminution de l'intensité, (c) : avec refroidissement par soufflette.

La figure III-31 montre l'évolution de la température, lorsque 3 kg/h de poudre sont injectés avec un refroidissement de type condition (I). On constate que l'élévation de température due à la poudre atteint au moins 150°C contre 100°C avec 1 kg/h.

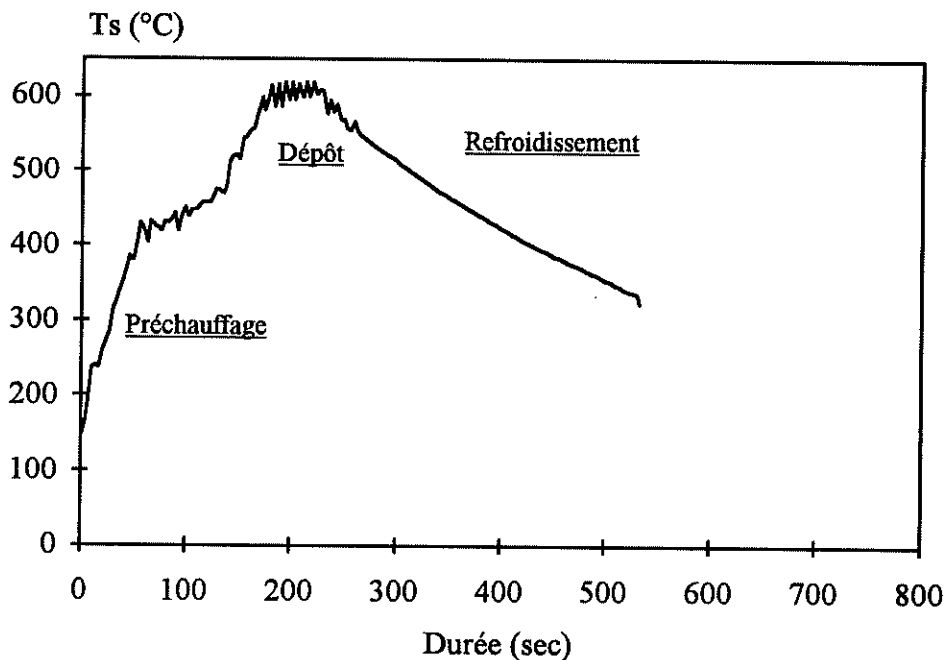


Figure III-31 : Température du surface obtenue avec une soufflette condition (I) (3 kg/h pyromètre infrarouge PIR) avec un contrôle du refroidissement.

III-10 CONCLUSION

Ce chapitre a mis en évidence la difficulté, mais aussi la nécessité de contrôler la température du dépôt et du substrat avant, pendant et après le tir. Le moyen le plus performant de mesure s'est avéré être le pyromètre infrarouge (PIR) monochromatique qui nécessite la mesure des facteurs d'émission. Pour l'alumine, ceux-ci varient très peu. Par contre ils varient de façon importante avec la rugosité et l'oxydation des substrats métalliques. Cette oxydation semble particulièrement catastrophique au delà de 400°C pour la majorité des substrats utilisés. Toutefois, lorsque le chauffage est assuré par le jet plasma Ar-H₂ et qu'il dure moins de 5 min, nous avons constaté que le facteur d'émission était pratiquement le même que celui obtenu à 400°C dans un four.

Le refroidissement le plus efficace avec notre dispositif de projection (porte échantillon cylindrique de 110 mm de diamètre) est obtenu avec une barrière d'air comprimé associée avec une soufflette de refroidissement sur la face du porte échantillon opposée à la torche. La température peut être ainsi limitée à 150°C. Toutefois, en réduisant le débit d'air de la barrière, par exemple de 2/3, on peut atteindre 300°C.

La barrière seule ne permet pas de maintenir une température constante (ceci est en bon accord avec les mesures de Monnerie qui montre que la barrière peut enlever au maximum les 5/6 du flux thermique du jet de plasma).

En régime permanent, une seule soufflette de refroidissement induit une température du substrat de l'ordre de 500°C. Quatre soufflettes conduisent à des températures de l'ordre de 300°C au minimum.

Dans tous les cas, le déplacement de la torche et la rotation du porte-échantillons induisent des fluctuations de température de $\pm 35^\circ\text{C}$ à 500°C et de $\pm 25^\circ\text{C}$ à 370°C. Cependant, dans le cas d'un refroidissement par 4 soufflettes à 350°C, les fluctuations de température sont de $\pm 60^\circ\text{C}$

Enfin, la projection de poudre élève la température de 100°C environ, pour un débit de 1 kg/h et de 160°C, pour un débit de 3 kg/h quelque soit le type de refroidissement.

Toutes ces mesures montrent l'importance des conditions de refroidissement sur les températures du dépôt et du substrat pendant le tir leurs fluctuations et les gradients thermiques générés.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE III

- [1] M. Mellali, P. Fauchais, A. Grimaud, *J. High. Temp. Chem. Proc.*, **1**, (3), (1992), p. 186-193.
- [2] M. Mellali, P. Fauchais, A. Grimaud, submitted in 3rd European Congress on Thermal Plasma, Processes, Sept. (1994), Aachen, Germany., Sept 1994, to be published in *J. High Temp. Chem. Proc.* (1994).
- [3] S. Kuroda, T. Fukushima, S. Kitahara, *Proc. of the Int. Ther. Spr. Conf Orlando, Florida, USA, (Pub.) ASM Int U.S.A, Déc. (1992), p. 325-332.*
- [4] A. Itoh, M. Hiraka, Ayagaki, *Proc. of NTSC-93, Anaheim, C.A. (1993), (Pub.) ASM Int. Oh. USA, 1993, p. 593-600.*
- [5] J. Crabole, *transfert de chaleur, Tome 1,- les principes. Paris 1989.*
- [6] C. Martin, *Contribution à l'utilisation de la Thermographie infrarouge pour les mesures de flux, de température et divers paramètres, Thèse d'état, Université de limoges, 18 Nov. 1978.*
- [7] B. Pateyron, A. Adissin, C. Martin, P. fauchais, *Revue générale de thermique, (172), 1976, p. 313-325.*
- [8] D. Bernard, *Projection par plasma de la couche céramique de barrières thermiques $ZrO_2-7\%Y_2O_3$ - Etude des differents pramètres rentrant en jeu, Thèse, Université de Limoges, 25 Juin 1990.*
- [9] F. Gitzhofer, *Contribution à l'étude de la formation des dépôts plasma de zircone stabilisée utilisés dans les barrières thermiques, Thèse, Université de Limoges, 6 Mai 1988.*
- [10] C. Fabry, *Introduction générale à la photométrie, (eds.) revue d'otique théorique et instrumentale, Paris, 1927.*
- [11] M. A. Bramson, *Infrared radiation, plenum Press, New York, 1968.*
- [12] F. Monerie-Moulin, F. Gitzhofer, P. Fauchais, M. Boulos, *In thermal plasma applications and metallurgical processing, (ed.) N. El Kaddah, TMS, (1992), p. 125.*
- [13] F. Monerie-Moulin, *Contribution à l'étude des flux thermiques imposées en projection plasma au substrat et au dépôt et à leur influence sur les prtopriétés du dépôt, Thèse, Université de Limoges, 14 Dec. 1993.*

- [14] P. Roumilhac, Contribution à l'étude des générateurs à plasma d'arc de type projection à la pression atmosphérique à l'air libre et en atmosphère contrôlée, Thèse, Université de Limoges, juin 1990
- [15] E. Pfender, Inter. Conf. on Metallurgical Coatings and Thin Films, San Diego, April 1993.

CHAPITRE - IV

Influence de la température et de la rugosité de surface du substrat sur l'adhérence et la cohésion des dépôts projetés par plasma

IV-1 INTRODUCTION

Les propriétés thermo-mécaniques des dépôts projetés par plasma dépendent largement de :

- l'état de fusion et la vitesse des particules juste avant l'impact [1-3].
- l'état de surface du substrat [4-8].
- la température du substrat et du dépôt avant, pendant et après la projection et des conditions d'environnement [9-15].

La fusion des particules avant leur impact est liée d'une part à la nature du gaz plasma et à son débit, au courant d'arc, au diamètre de la tuyère et au mode d'injection du gaz plasma [16] et d'autre part à la distribution de taille, à la densité, à la conductivité thermique et à la nature des particules, à la position de l'injecteur, au débit du gaz porteur (contrôlant la trajectoire des particules) et au débit de poudre [9, 16]. La distance de tir d a une grande importance, quand elle est trop élevée, la température de surface et la vitesse des particules sont réduites et le contact lamelle-substrat est moins important. La valeur de d doit donc être optimisée en fonction de la taille des particules et des conditions de projection.

Si l'effet de l'état de fusion sur les propriétés des dépôts semble maintenant bien connu, [1, 2, 16] il n'en est pas de même de l'effet de l'état géométrique et physico-chimique de la surface du substrat, de la température de préchauffage, des gradients thermiques au sein des dépôts et du substrat durant la projection et au cours du refroidissement. C'est l'influence de ces derniers paramètres sur l'évolution des propriétés des dépôts d'alumine, en particulier leur adhérence aux métaux, que nous avons étudiée.

IV-2 METHODES DE CARACTERISATION

IV-2-1 Distribution de taille des poudres

IV-2-1-1 Analyse de la poudre par sédimentation

Cette distribution a été déterminée par sédigraphie (Sédigraphe-5000) avec les poudres en suspension dans un milieu dispersif approprié (il s'agit d'une solution de métaphosphate de sodium à 3% de NaPO_3). En mesurant leur vitesse (v) de sédimentation,

le diamètre des particules est donné par la loi de Stokes à partir des propriétés du dispersant et de la poudre. La viscosité du dispersant est de l'ordre de 0.8887, sa masse volumique est de 999.8 kg/m³ et celle des particules de la poudre d'alumine utilisée est de l'ordre de 3965 kg/m³.

Le déplacement de la cellule de sédimentation devant un faisceau de rayons X permet d'analyser toutes les particules en suspension.

La distribution des pourcentages cumulés en poids est automatiquement donnée par l'appareil pour des diamètres compris entre 0.1 et 100 µm.

IV-2-1-2 Analyse d'images

Le traitement d'images permet également de donner la distribution de taille des particules à l'aide du logiciel Cue-2 monté sur l'appareillage (cf paragraphe II-3). Un programme a été adapté pour ce traitement et il donne une étude statistique de la taille, de la forme et du diamètre moyen. L'analyse est d'autant meilleure que le nombre de particules analysées est grand. La procédure d'analyse a été le sujet d'étude de mon DEA [17].

Il faut rappeler que les résultats obtenus (% en volume ...) par traitement d'analyse d'image sont calculés à partir du classement et de l'accumulation des résultats relatifs à la surface et au facteur de forme qui caractérisent le mieux les poudres.

Les particules sont donc classées selon leur rayon équivalent sphérique R_e ou selon leur facteur de forme. Quelle que soit la forme de la surface diamétrique (surface projetée) S_a de la particule analysée, on la ramène à un disque $S_a=S_s$ à partir duquel le rayon équivalent sphérique R_e est déterminé par la relation suivante : $S_s=\pi R_e^2$. Le facteur de forme est alors défini par :

$$F = \frac{4 \cdot \pi \cdot S_s}{P^2} \quad (1)$$

P : périmètre de la surface diamétrique, S_s : surface projetée de la particule.

IV-2-2 Rugosité

Les paramètres géométriques, caractérisant les surfaces d'un matériau ou d'un dépôt, ont été obtenus, soit avec le traitement d'image, soit avec un rugosimètre Mitutoyo-SurfTest 201 (cf chapitre-II).

IV-2-3 Structure cristalline

La structure cristalline de nos dépôts a été obtenue par un diffractomètre R-X (PHILIPS, type PW-1730). L'analyse des spectres R-X permet de distinguer les phases existantes dans le dépôt.

IV-2-4 Microdureté

Les mesures de microdureté ont été effectuées sur un appareil SHIMADZU - n° 2669. On obtient ainsi une dureté type Vickers, c'est à dire la pénétration d'une pointe pyramidale en diamant. Cette pénétration peut s'effectuer sous différentes charges allant de 0.24 N à 9.8 N pendant un temps variable (5 à 45 sec). Les mesures nécessitent des surfaces bien préparées, c.à.d. polies et il est nécessaire de faire plusieurs mesures (au moins 6) de façon à limiter l'incertitude. Pour tous nos dépôts, nous avons appliqué une charge de 4.9 N pendant des durées de 10 secondes, afin de limiter les pénétrations profondes pouvant induire des fissurations. Les mesures ont été effectuées sur la face et sur la coupe des dépôts.

IV-2-5 Découpage des échantillons et des dépôts

Le découpage des échantillons se fait avec une tronçonneuse (STRUERS) à disque tournant avec une solution, composée principalement d'eau contenant un pourcentage élevé d'antioxydant, comme liquide de refroidissement.

IV-2-6 Polissage

Pour de nombreuses mesures ou observations (profil des surfaces ou des interfaces dépôt-métal, microscopie optique et à balayage ...), comme pour la mesure de la microdureté, le polissage direct des échantillons est nécessaire.

Après avoir enrobé les échantillons dans la résine (Mecaprex de chez STRUERS), le polissage s'effectue à l'aide de disques abrasifs (grains de SiC) numérotés et utilisés dans l'ordre croissant 120, 305, 500, 1000 et 1200 sous une charge de 4 N pendant des durées d'au moins 5 minutes avec de l'eau en abondance comme lubrifiant. Entre chaque étape, on procède à un nettoyage aux ultrasons dans l'eau et enfin le polissage se termine par des draps, avec une suspension micronique d'alumine ou de diamant dans l'ordre décroissant de 6, 3 et 1 μm .

IV-2-7 Porosité

La répartition de taille des pores ouverts a été déterminée soit par porosimétrie à mercure, soit par analyse d'image, chacune des deux méthodes nécessitant une préparation des échantillons avant de passer à l'analyse.

IV-2-7-1 Le porosimètre à mercure

Avant l'analyse, les dépôts sont décollés de leurs substrats à l'aide d'une solution à base d'acide fort ou de base forte (HCl à 50% HNO₃ dans le cas des aciers, NaOH dans le cas d'aluminium) permettant de dissoudre complètement le substrat.

Le principe du porosimètre utilisé "CARLO-ERBA, modèle-2000" consiste à mesurer le volume de mercure (non mouillant) contraint de pénétrer à l'intérieur des pores du dépôt (pores ouverts supposés circulaires) sous l'action de pressions croissantes allant de l'atmosphère à 2 MPa. Le volume pénétré dans l'échantillon correspond au volume de pores ouverts. Cet appareillage composé de deux unités de mesures permet d'étudier deux domaines, l'un étant les macropores, l'autre les micropores (les pores étant supposés de forme elliptique).

La cellule contenant l'échantillon, mise sous vide partiel d'environ 10⁻² Pa, est ensuite remplie par le mercure. Par la suite, la pression est ramenée à la pression atmosphérique :

Cette première étape permet de mesurer les macropores, dont le diamètre est supérieur à 7 µm. La cellule pleine est ensuite placée dans une enceinte permettant d'accéder au diamètre des micropores (0.01 à 1 µm).

Il est possible de déterminer la masse volumique d'un échantillon et, connaissant sa densité théorique et sa porosité ouverte, de calculer sa porosité fermée.

IV-2-7-2 Traitement d'images

Pour des échantillons polis, l'analyse des images, à l'aide du logiciel Cue-2 monté sur l'appareillage de laboratoire, permet de déterminer la distribution, la dispersion et la forme des pores de la surface analysée. Au départ, on se fixe une zone d'analyse sur le moniteur et après chaque acquisition des données, on fait glisser l'échantillon, afin d'étendre l'analyse sur toute la surface. Les données d'analyse sont accumulées, puis traitées par la suite. Mais souvent, cette méthode est pénalisée par plusieurs facteurs entraînant des erreurs dans l'analyse :

- le polissage, utilisé pour la préparation de la surface à analyser, arrache des grains ou des lamelles à la surface analysée des dépôts et il est difficile de les distinguer des pores.
- la difficulté de distinguer les éléments existants dans le dépôt ayant le même contraste que les pores.

IV-2-7-3 Mesure par poussée d'Archimède

L'échantillon est placé dans une enceinte dans laquelle on établit un vide primaire avant qu'il soit immergé dans l'eau. Après son imprégnation, l'échantillon dont les pores ouverts superficiels sont remplis d'eau, est pesé dans l'eau (m_1) : il est suspendu au bras de la balance par un fil de Nylon.

La mesure de la masse de l'échantillon imprégné hors de l'eau (m_2) et celle de la masse de l'échantillon à sec (m_3) permettent de déterminer la porosité ouverte à partir de l'expression suivante :

$$\pi_o = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \quad (2)$$

On peut également obtenir la masse volumique de l'échantillon connaissant le volume équivalent d'eau V_{eau} à partir des pesées dans l'eau :

$$\rho_{éch} = \frac{m_3}{V_{eau}} \quad (3)$$

tel que le volume équivalent d'eau est donné par :

$$V_{eau} = \frac{m_2 - m_1}{\rho_{eau}} \quad (4)$$

IV-2-8 Etude par microscope électronique à balayage

Le microscope utilisé est le Philips XL-30. Il permet d'observer la surface d'échantillons polis ou non, avec une importante profondeur de champ, et des grossissements de 10 à 10^5 .

Les dépôts d'alumine ont leur surface métallisée pour la rendre conductrice. L'analyse impose des échantillons de petite taille de diamètre 8 mm et d'épaisseur égale à 5 mm.

A ce microscope est associé un appareillage de microanalyse appelé EDAX-9100/60. Il permet d'évaluer le pourcentage des éléments lourds contenus dans la surface observée. Cet appareil est équipé d'une unité électronique, permettant ainsi d'obtenir les pourcentages pondéraux et atomiques. Il est possible d'obtenir aussi des images X de la zone observée.

IV-2-9 Mesure d'adhérence et de cohésion des dépôts

Pour nos tests d'adhérence, nous avons utilisé une machine modèle Dy-26 destinée aux essais de traction, compression et flexion avec un assemblage adapté à chacun des essais. La charge maximale de la machine est de l'ordre de 200 MPa. Cette machine est liée à une unité électronique de contrôle et les données sont transférées, par l'intermédiaire d'une interface, à un ordinateur où elles sont enregistrées et traitées.

Cette méthode destructive de traction consiste à soumettre les dépôts réalisés sur différents échantillons de forme cylindrique de diamètre 25 mm, à une force de traction (supposée uniforme sur toute l'interface dépôts-substrat) appliquée à une vitesse constante, ce qui nous permet d'atteindre la contrainte à la rupture.

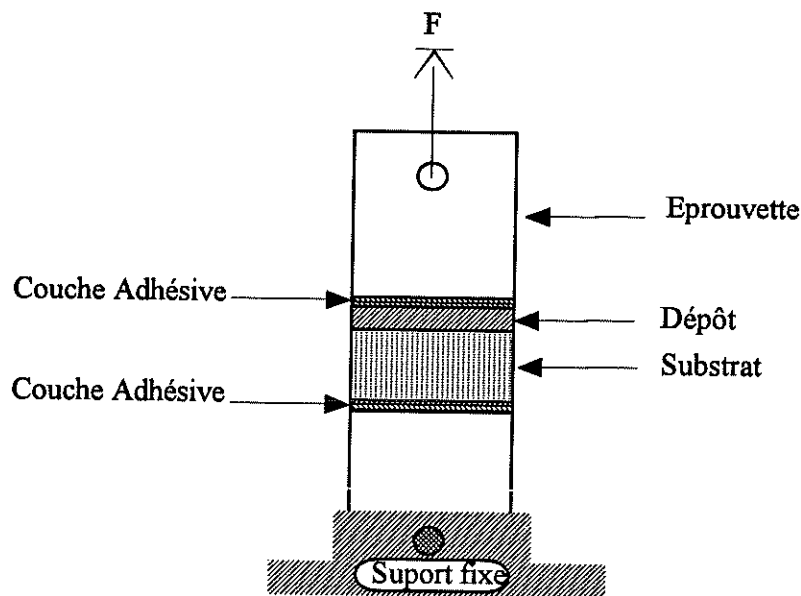


Figure IV-1 : Collage des échantillons.

La valeur d'adhérence σ_a est ainsi le rapport de la force maximale (F_m) atteinte à la rupture à l'aire du dépôt (S), à condition que les contraintes appliquées au niveau de l'interface soient uniformes suivant le rayon de l'éprouvette :

$$\sigma_a = \frac{F_m}{S} \quad (5)$$

Comme le montre la figure IV-1, l'assemblage consiste à coller de part et d'autre du dépôt-substrat deux éprouvettes cylindriques longues de même diamètre que les échantillons conformément à la norme européenne "C.E.N." Comité Européen de Normalisation DIN-C.E.N./TC 240 N53) [18]. La charge d'extension appliquée ne doit pas excéder 1000 ± 100 N/sec.

IV-2-9-1 Forme des échantillons et des éprouvettes

Les échantillons sont des cylindres de 25 mm de diamètre et de 4 à 5 mm d'épaisseur, revêtus des dépôts en alumine réalisés dans plusieurs conditions.

Les éprouvettes sont des cylindres de diamètre 25 mm et de longueur 5 cm, en acier inoxydable durci par traitement thermique. Ces éprouvettes sont percées à leurs extrémités, afin de pouvoir les maintenir aux mors de la machine de traction par des clavettes. L'alignement est d'autant meilleur que le jeu est le plus restreint possible entre le trou et la clavette et entre l'éprouvette et le mors.

IV-2-9-2 Adhésif utilisé

Pour le collage, nous avons utilisé l'adhésif mono-composant à base de résines époxydes sans solvant "CIBA-GEIGY" Araldit-AT131 en poudre non pastillable, appropriée à l'injection à flamme distribuée par la SODIEMA. Ce collage nécessite des traitements thermiques de durcissement, avec la possibilité d'un durcissement rapide de courte durée, mais à des températures supérieures à 200°C. Néanmoins, il faut limiter cette température et aussi la durée du durcissement, à cause d'éventuels risques d'oxydation de l'interface dépôt substrat qui pourraient se manifester. Un bon compromis semble être une cuisson de 40 minutes à 200 °C ou de 4 heures à 150°C.

Malgré les difficultés de préparation, cette colle en poudre présente une excellente résistance mécanique sous contraintes statiques ou dynamiques. Sa résistance mécanique à la traction peut théoriquement atteindre 100 MPa et 32 à 34 MPa au cisaillement.

IV-2-9-3 Assemblage des éprouvettes

L'assemblage des éprouvettes de part et d'autre du dépôt substrat nécessite un bon alignement afin de réduire le plus possible le cisaillement. Pour ceci nous avons conçu, après plusieurs essais et à cause des problèmes de collage qu'impose la poudre, un dispositif permettant de maintenir l'ensemble bien aligné sous une légère pression permettant de mieux assurer l'alignement de l'ensemble lorsque la poudre est fondue (en cours de cuisson).

Les échantillons doivent être bien préparés, c'est à dire qu'ils doivent être parfaitement cylindriques.

Les problèmes d'alignement au cours de la préparation s'imposent, c.à.d. qu'il ne faut pas avoir de jeu important entre le support et les éprouvettes et qu'il faut éviter que la poudre ne soit pas répandue ailleurs, afin d'empêcher le collage des éprouvettes au support, ou encore le collage du dépôt au substrat. La couche d'adhésif en poudre doit être soigneusement étalée, ce qui assure une meilleure reproductibilité des résultats.

La procédure de préparation est simple, mais très lente. Tout d'abord, on fixe les éprouvettes du dessous (cf figure IV-2) à l'aide des clavettes avec un minimum de jeu puis on étale une première couche mince d'adhésif en poudre (d'épaisseur inférieure à 1 mm). Par la suite, on dépose soigneusement le dépôt-substrat de façon que la couche d'adhésive soit le mieux possible répartie sur toute la section et bien alignée sur son éprouvette. Puis on étale une deuxième couche d'adhésif avant de déposer la deuxième éprouvette. L'alignement de l'ensemble est maintenu par un serrage doux de la partie mobile du dessus du dispositif (cf figure IV-2) qui maintient l'éprouvette du haut à l'aide de la clavette.

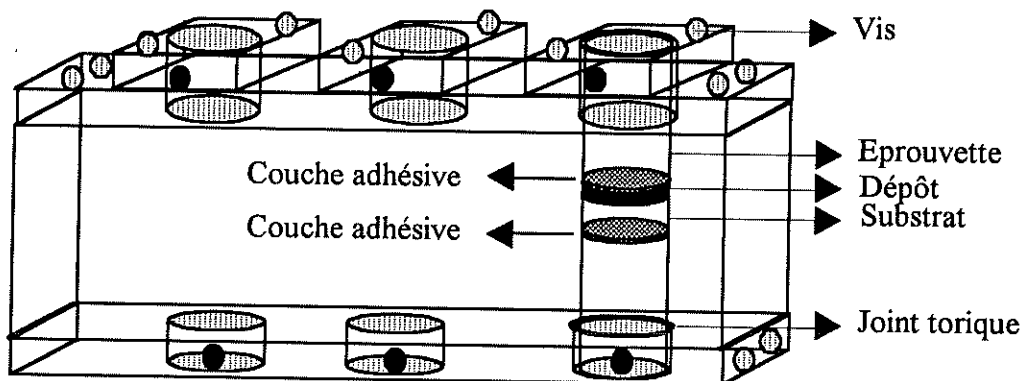


Figure IV-2 : Dispositif pour l'assemblage des échantillons-éprouvettes destinés aux essais de traction.

Avant de passer au traitement thermique, à l'aide d'une petite soufflette à air, on élimine la poudre répandue sur le porte-échantillons tout en évitant sa pénétration dans le trou dont lequel est mise l'éprouvette. Cette pénétration risquerait de coller l'éprouvette au porte-échantillons. C'est pourquoi nous avons utilisé des joints toriques, comme le montre la figure IV-2. Par la suite, l'ensemble est porté dans un four électrique.

Pour le traitement de la poudre, en plus des recommandations du fournisseur, nous avons effectué plusieurs tests de collage, c.à.d., des cycles par paliers de température de 180°C pendant 1 heure ou de 150°C pendant 4 heures. Dès que le temps du palier est

écoulé, le refroidissement se poursuit lentement dans le four, afin d'éviter d'éventuels chocs thermiques dépôt-substrat.

Notons au passage que pour avoir une bonne résistance de la colle, il est important de la tamiser avant son utilisation (élimination des gros grains) et de prolonger la durée du palier de cuisson. Pour des résistances à la traction inférieures à 20 MPa, il est souhaitable d'utiliser la colle liquide du fait que la préparation des échantillons est nettement plus simple.

Entre chaque essai de traction, le nettoyage des éprouvettes se fait par un chalumeau oxy-acétylénique, puis à l'aide d'un léger polissage avec des disques d'abrasif (SiC) de taille grossière (par exemple 120), avant de terminer par un nettoyage à l'acétone. Ceci permet d'augmenter aussi l'adhérence de la couche d'adhésif aux éprouvettes.

L'adhérence entre deux matériaux, en l'occurrence le substrat et le revêtement, s'exprime comme la force ou l'énergie nécessaire pour rompre l'interface d'une surface [7, 22]. C'est une mesure quasi-directe de la force d'adhérence. Un grand nombre d'essais doivent être réalisés, compte tenu de la dispersion des mesures. Dans le cas d'application d'essai de traction aux revêtements plasma, suivant la région où la rupture a lieu, il est nécessaire de différencier les ruptures cohésives qui se produisent au sein du revêtement, des ruptures adhésives à l'interface et des ruptures à mode mixte, c'est à dire : cohésives/adhésives (cf figure IV-3).

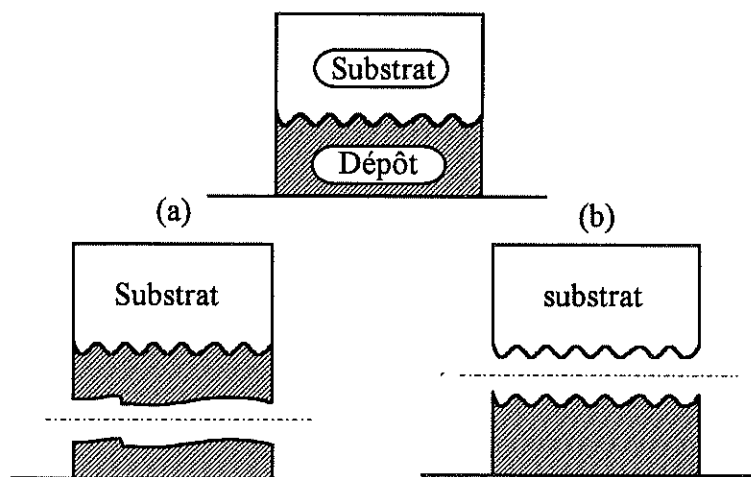


Figure IV-3 : Nature de la rupture. **a** : au sein du dépôt - cohésive, **b** : à l'interface - adhésive.

La distribution des contraintes axiales appliquées sur un dépôt, en utilisant un test standard ASTM-C633-79 [19], d'après W. Han et al [20], n'est pas uniforme. Ses résultats montrent que ceci n'est possible que si les éprouvettes sont plus allongées que les dimensions standards (cf figure IV-4) et l'erreur commise sur l'adhérence peut être assez

importante (cf figure IV-5), c'est pourquoi nous avons utilisé des éprouvettes de 50 mm de long. Par ailleurs, l'alignement imparfait de l'ensemble peut induire des contraintes autres que la traction, par exemple le cisaillement. De plus, la pénétration de la colle en profondeur dans les dépôts poreux peut atteindre le substrat, ce qui limite la valeur de l'épaisseur minimale des dépôts testés.

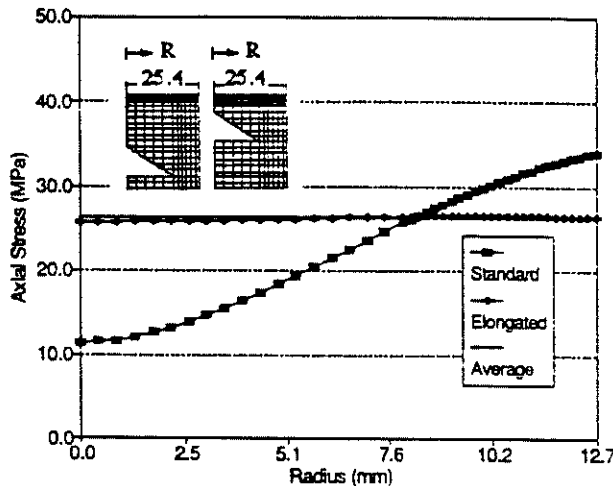


Figure IV-4 : Evolution des contraintes appliquées au niveau d'interface en fonction du rayon de l'éprouvette [20].

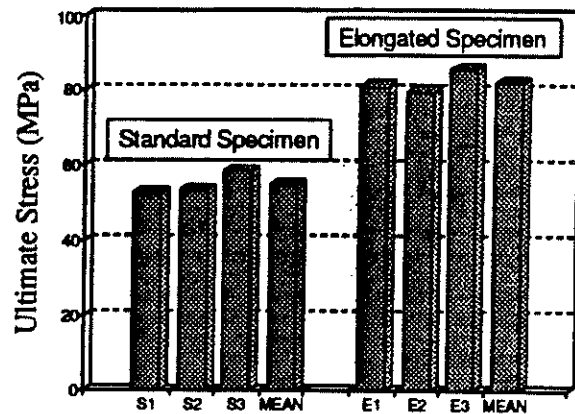


Figure IV-5 : Adhérence obtenue avec le test standard et le test modifié avec éprouvettes plus allongées [20].

Pour s'affranchir des problèmes de collage, nous avons utilisé une autre configuration [4, 19, 21-24] (cf figure IV-6) où le frottement parasite est très réduit, en utilisant une partie conique au niveau de la zone de séparation pion-matrice. Cependant cette configuration peut introduire une rupture du dépôt à la périphérie pion-matrice, plutôt qu'à l'interface. Cette contrainte de cisaillement peut cependant être limitée en utilisant par exemple une plaque métallique collée sur le dépôt.

Malheureusement, cette dernière configuration pose aussi des difficultés majeures de préparation et d'usinage. Avant sablage, il est nécessaire d'utiliser une vis de serrage, afin de maintenir l'ensemble pour sabler de façon identique toute la surface d'une part et d'autre part, après sablage, on induit des contraintes au niveau de la séparation pion-matrice. Après projection, il semble aussi que les contraintes au niveau de la séparation s'accumulent et interviennent lors de l'essai de traction.

Malgré ces difficultés rencontrées, nous avons utilisé ce test pour les adhésions supérieures à 40-50 MPa, comme précédemment, en réalisant six essais pour obtenir une valeur moyenne.

Il est donc clair que les valeurs d'adhérence/cohésion obtenues par ces essais de traction ne sont que relatives et qualitatives. Cependant, dans tous les cas, les résultats des comparaisons entre plusieurs expériences permettent d'optimiser les conditions de projection donnant le meilleur résultat d'adhérence/cohésion.

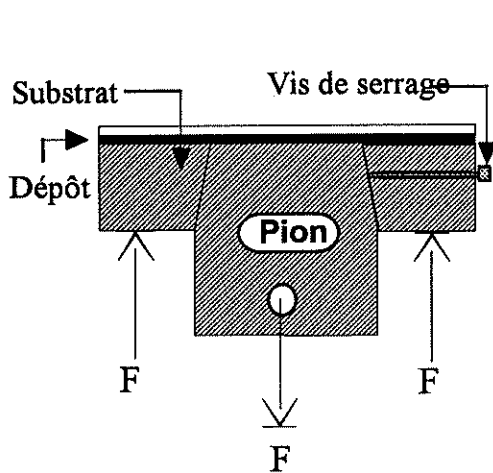


Figure IV-6 : Echantillon revêtu destiné au test standard ASTM 633-79 [23].

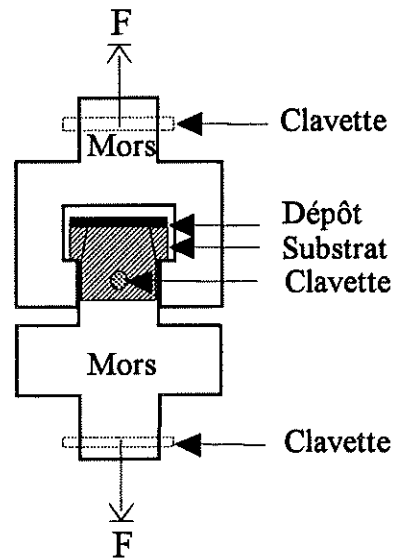


Figure IV-7 : Assemblage réalisé pour l'essai de traction de type figure IV-6.

IV-3 PROJECTION ATMOSPHERIQUE

Cette installation est composée de 4 parties principales(cf figure IV-8)

- torche à plasma et ses alimentations.
- distributeur de poudre.
- le porte-échantillons, le refroidissement et les systèmes de déplacement.
- toutes les commandes du système.

IV-3-1 Banc de tir

Tous les systèmes de déplacement de la torche, des échantillons et les dispositifs de refroidissement ainsi que l'ouverture et la fermeture de l'air de refroidissement avant et après tir sont automatisés. Des dispositifs de sécurité ainsi que l'arrêt d'urgence de l'ensemble en cas d'incident existent.

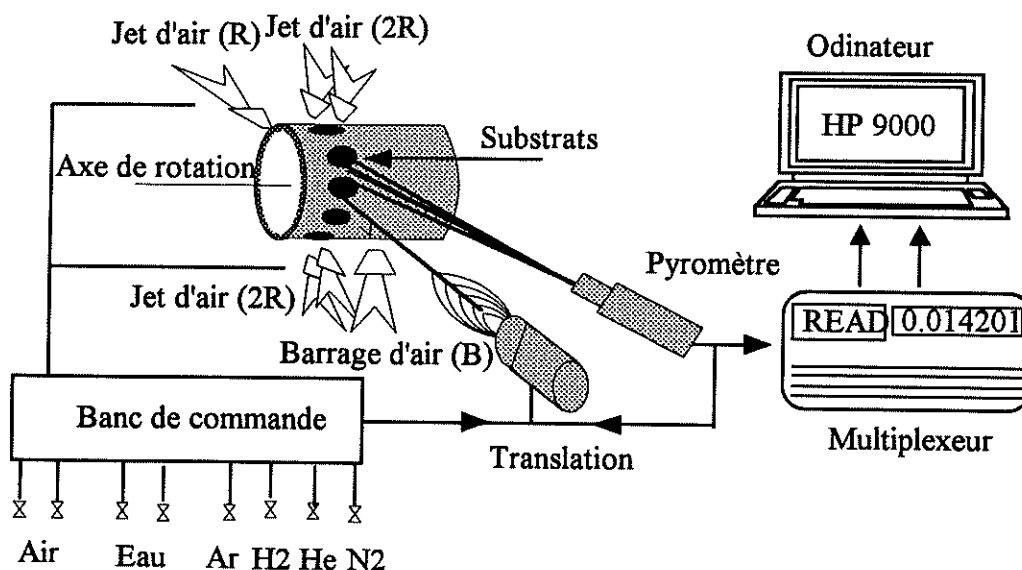


Figure IV-8 : Banc de tir de la projection dans l'air.

IV-3-2 Mouvement de la torche

La torche est montée sur un système de déplacement biaxial, avec un mouvement perpendiculaire à son sens de déplacement, permettant de régler la distance de tir par rapport aux échantillons. Tous nos tirs ont toujours été effectués sous un angle de 90°.

La torche se déplace parallèlement à une génératrice du cylindre porte-échantillons à une vitesse pouvant varier de 0 à 26 mm/s ou par un autre système plus rapide de 20 à 500 mm/s. L'inversion du sens de mouvement est assurée par des butées électriques.

La course de la torche dépend de la longueur des échantillons à revêtir. Après chaque tir, la torche est toujours dégagée loin des échantillons avant qu'elle soit arrêtée.

IV-3-2-1 Alimentation des générateurs de plasma

Plusieurs générateurs à plasma sont utilisés au laboratoire. Celui que nous avons utilisé dans ce travail est décrit dans le paragraphe I-3.

Le refroidissement de l'anode et de la cathode est assuré par une circulation d'eau sous une pression de 2 MPa et un débit de 16-17 l/mn. La torche est connectée à la source de courant par des câbles souples de 25 mm², refroidis par l'eau de refroidissement de la torche.

L'amorçage de l'arc est réalisé grâce à un générateur H.F. avec une tension de claquage d'environ 6.10³ Volts. Une self protège le redresseur du circuit d'amorçage.

Le générateur de plasma est alimenté en courant continu par un redresseur statique à thyristor (SNMI) permettant des intensités allant de 100 A à 1000 A. Durant l'amorçage, l'ensemble de l'appareillage de mesure est déconnecté.

IV-3-2-2 Distributeur de poudre

Différents distributeurs ont été conçus ou sont utilisés au laboratoire pour l'écoulement des poudres suivant leur nature (métalliques et céramiques...), leur distribution de taille, voire aussi leur débit.

Dans cette étude, nous avons utilisé un distributeur de poudre à roue tournante, de marque Plasmadyne, permettant des débits réglables (par la vitesse de rotation et le degré de vibration) et un bon écoulement des poudres d'alumine dont la taille est d'au moins 5 μm . Il est fiable pour des débits allant d'au moins 500 g/h et jusqu'à 4 kg/h.

IV-3-2-3 Porte-échantillons

Le porte échantillons utilisé est un cylindre de 11 cm de diamètre, sur lequel sont montés les échantillons serrés par des vis sur 3 points de contact (cf figure IV-9). Sa rotation est telle que sa vitesse angulaire est corrélée à celle de la translation pour obtenir un recouvrement choisi des cordons. Cette rotation est assurée par un moteur à courant continu à vitesse variable de 0 à 1200 tr/min.

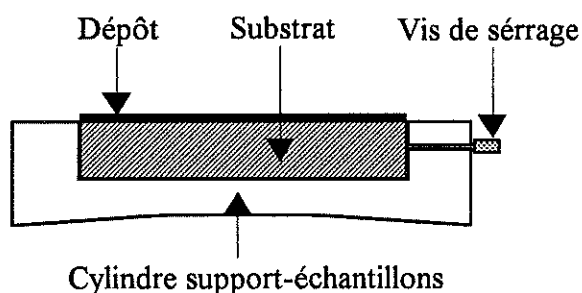


Figure IV-9 : Serrage par 3 points.

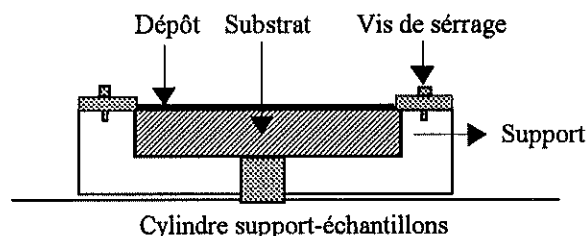


Figure IV-10 : Maintien des échantillons.

Le serrage des échantillons génère souvent des contraintes dans le dépôt et le substrat. Pour s'affranchir de ce problème, nous disposons d'un autre support dans lequel les échantillons sont maintenus par une plaque (cf figure IV-10). L'inconvénient est alors de masquer les bords des échantillons et de ne pas revêtir toute la surface du substrat.

Il convient aussi de noter que le laboratoire dispose d'autres supports qui nous permettent de réaliser les dépôts sur les barrettes rectangulaires (cf chapitre-V).

IV-3-2-4 Dispositif de refroidissement

Le refroidissement (comme nous l'avons vu dans le chapitre III) est assuré par de l'air comprimé, injecté par des fentes rectangulaires. Leurs dispositions par rapport au jet de plasma et par rapport aux échantillons, comme nous le verrons plus loin, jouent un rôle essentiel sur les propriétés et la qualité des dépôts, même si les températures de surface sont sensiblement les mêmes. Deux modes sont utilisés :

- le premier est effectué avec d'une part un barrage d'air comprimé, assuré par une fente de dimension 12x1 mm², disposée à 80 mm de la torche à plasma et à 20 mm des échantillons et d'autre part une soufflette rectangulaire (R) de dimension 23x1 mm², disposée aussi à 10 mm de la surface des échantillons et à l'opposé de la torche à plasma.
- le deuxième est un refroidissement (sans barrage d'air) assuré par une ou plusieurs soufflettes rectangulaires, notée (R) ou nR (où n indique le nombre de soufflettes utilisées), disposées sur une circonférence entourant le porte-échantillons à une dizaine de millimètres de sa surface.

IV-4 PREPARATION DES ECHANTILLONS

Juste avant tout essai de projection, les surfaces des substrats destinées aux revêtements sont soigneusement préparées. Tout d'abord les substrats (de forme cylindrique, d'épaisseur 4-5 mm et de diamètre 25 mm) sont découpés, puis nettoyés à l'aide de trichloroéthylène, avant d'être sablés. Après sablage et juste avant projection, ils sont dépoussiérés à l'aide d'une soufflette à air comprimé sec, puis passés aux ultrasons dans un bain d'acétone pendant 1 minute (pour éliminer les impuretés et débris d'abrasifs incrustés dans la surface sablée des substrats).

Les mesures de Ra et Rt caractérisant la surface sont effectuées sur des échantillons témoins sablés dans les mêmes conditions que ceux qui doivent recevoir le dépôt.

IV-5 POUDRE UTILISEE

IV-5-1 Caractéristiques de la poudre

Avant la projection de la poudre d'alumine, nous avons effectué une étude de sa distribution de taille et de sa structure cristalline.

IV-5-1-1 Composition chimique

La poudre d'alumine utilisée est l'Ampérit Al₂O₃-740-1, (-45+22.5 µm), fondue et broyée, de température de fusion de l'ordre 2323 K, distribuée par la société SNMI et dont la composition chimique, selon le fournisseur, est donnée dans le tableau IV-1.

Poudre Al ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	TiO ₂	CaO	Na ₂ O	SiO ₂	Fe ₂ O ₃	MgO
Composition (%)	99.73	0.02	0.01	0.17	0.01	0.02	0.01

Tableau IV-1 : Composition chimique de la poudre d'alumine utilisée.

IV-5-1-2 Distribution de taille de la poudre

La distribution de taille de la poudre d'alumine (-45+22.5 µm) selon le fabricant, obtenue après traitement aux ultrasons, est indiquée dans le tableau IV-2.

La notation classique habituelle, reconnue au niveau des utilisateurs, est 45+22.5 µm. Cette poudre d'alumine fondue broyée est anguleuse et présente une meilleure fusion que l'alumine agglomérée.

Pourcentage (%)	Taille des grains (µm)
3	46.3
50	32.4
95	22.8

Tableau IV-2 : Distribution de taille de la poudre d'alumine fondue et broyée (-45+22.5 µm) selon le fabricant Starck.

La distribution de taille obtenue avec la sédigraphie (Sédigraphie-5000) est reportée sur la figure IV-11. Elle montre que le diamètre moyen à 50% est de l'ordre de 22 µm contre 32.4 µm donné par le fournisseur. Comme le montre aussi la figure IV-11, les poudres traitées par ultrasons ont la même distribution de taille, ce qui confirme bien leur densité élevée et leur dureté.

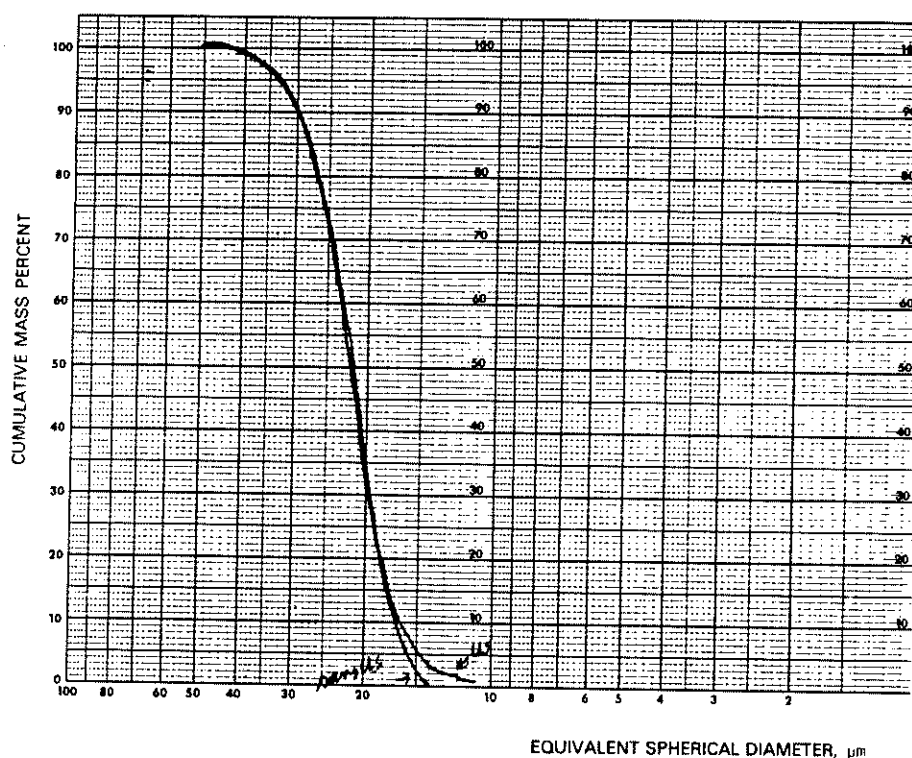


Figure IV-11 : Distribution de taille de la poudre d' Al_2O_3 ($-45+22.5 \mu\text{m}$) obtenue par sédigraphie avec ou sans ultrasons.

IV-5-1-3 Structure cristalline de la poudre

L'analyse des phases existantes dans la poudre d'alumine ($-45+22.5 \mu\text{m}$) a été obtenue par l'analyse du diagramme de spectre de diffraction des rayons X à l'aide d'un logiciel automatique (EVA, search). Comme le montre la figure-IV-12, le spectre révèle uniquement la phase α (corindon).

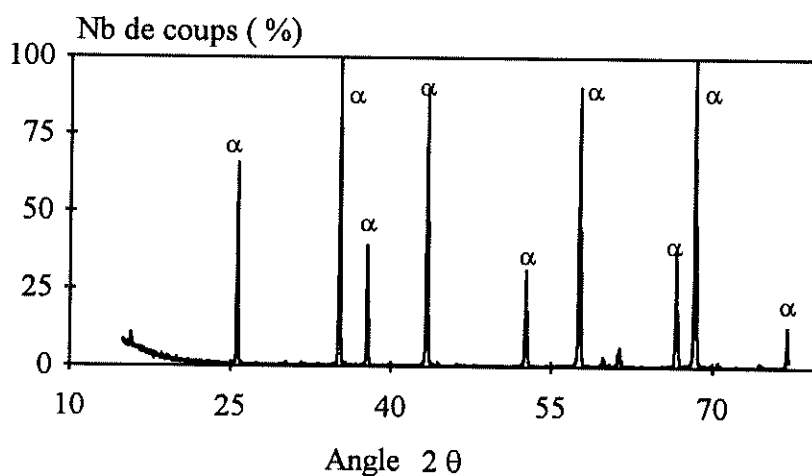


Figure IV-12 : Diagramme du spectre de diffraction R-X de la poudre d'alumine ($-45+22.5 \mu\text{m}$).

IV-6 ETUDES PRELIMINAIRES

Il nous semble important, avant d'aborder la réalisation des dépôts et leur caractérisation de rappeler l'étude effectuée avec la torche de diamètre 7 mm et un gaz plasmagène Ar-H₂ (45/15 NI/min), sur la poudre d'alumine (-45+22.5 µm).

IV-6-1 Définition du rendement pondéral

Dans la projection par plasma, le rendement pondéral est par définition le rapport de la masse de poudre déposée (m¹) sur la cible par unité de temps à la masse de poudre (m^o_p) injectée dans le jet du plasma par unité de temps.

$$\rho = \frac{m^1}{m_p^o}$$

Pour des conditions de projection définies, la procédure de mesure consiste à peser un échantillon cylindrique en aluminium sablé avant et après tir. La masse accrochée dans ces conditions de projection est la différence des pesées du cylindre. Le débit de la poudre injectée dans le jet de plasma étant connu, le rendement de dépôt est immédiatement obtenu.

IV-6-2 Choix des conditions de projection

Nous nous sommes basés sur l'étude des rendements pondéraux effectuée au laboratoire par d'autres thésards, O. Betoule et al [25], parallèlement à notre travail.

Ces mesures, effectuées sur le rendement pondéral avec un débit de 1 kg/h de poudre d'alumine (-45+22.5 µm), projetée à l'aide de la torche de tuyère de diamètre φ=7 mm, avec un mélange Ar-H₂ (45/15 NI/mn) et à une distance de 100 mm de la cible, montrent que le rendement pondéral augmente légèrement avec l'intensité de courant d'arc. En effet, lorsque l'intensité croît, la puissance augmente et l'on peut donc s'attendre à une meilleure fusion des particules, à des vitesses d'impact importantes, ce qui permet aussi un meilleur accrochage des particules. Mais cet accroissement du courant engendre aussi une augmentation de la vitesse de jet plasma et un pompage de l'air ambiant plus important qui limite sa longueur à partir de 600-700 A [26, 27] (cf paragraphe I-4-3-2). Il convient donc de travailler à une intensité de 600 A, assurant à la fois une bonne fusion et des vitesses importantes des particules.

En faisant varier la distance de tir, pour un même débit de poudre, un plasma Ar-H₂ (45/15 NI/min) et une intensité de 500 A, le rendement pondéral diminue au delà d'une distance supérieure à 100 mm. Ceci est lié au refroidissement des particules et à leur vitesse plus faible. En deçà de 100 mm, l'échauffement du substrat devient plus difficilement contrôlable (cf chapitre III) et c'est pourquoi nous avons finalement fixé la distance de tir à 100 mm.

Un paramètre important qui contrôle la pénétration des particules et leurs trajectoires (c.à.d. leur fusion) dans le jet de plasma en fonction de ses propriétés (notamment sa quantité de mouvement) et de la nature et de la taille des particules, est le débit de gaz porteur m_p° (en général l'argon). Comme le montre la figure IV-13, le rendement pondéral augmente un peu avec m_p° pour atteindre son maximum avant de décroître. En effet, au delà d'un certain débit de gaz porteur, les trajectoires des particules dans le jet sont plus tendues et traversent le jet plasma plus près de la sortie de la tuyère et elles sont moins bien traitées thermiquement, ce qui diminue le rendement pondéral de la poudre. Si le débit de gaz porteur est faible, les particules ne pénètrent pas et restent en périphérie, ce qui diminue encore plus le rendement pondéral.

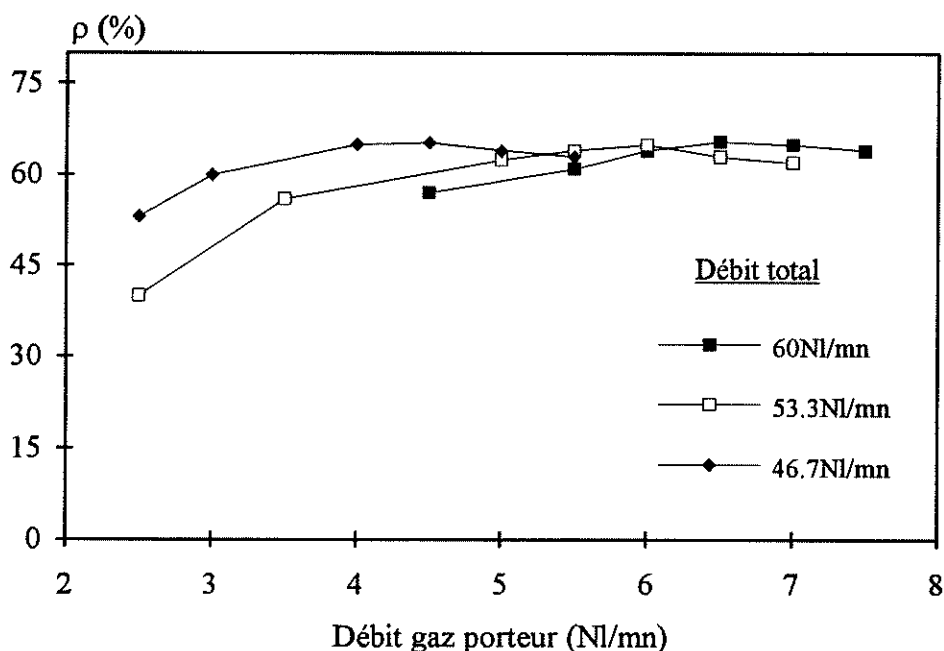


Figure IV-13 : Rendement pondéral en fonction du débit de gaz porteur pour un 1 kg/h de poudre et un mélange Ar-H₂ (75/25 % en volume) [25].

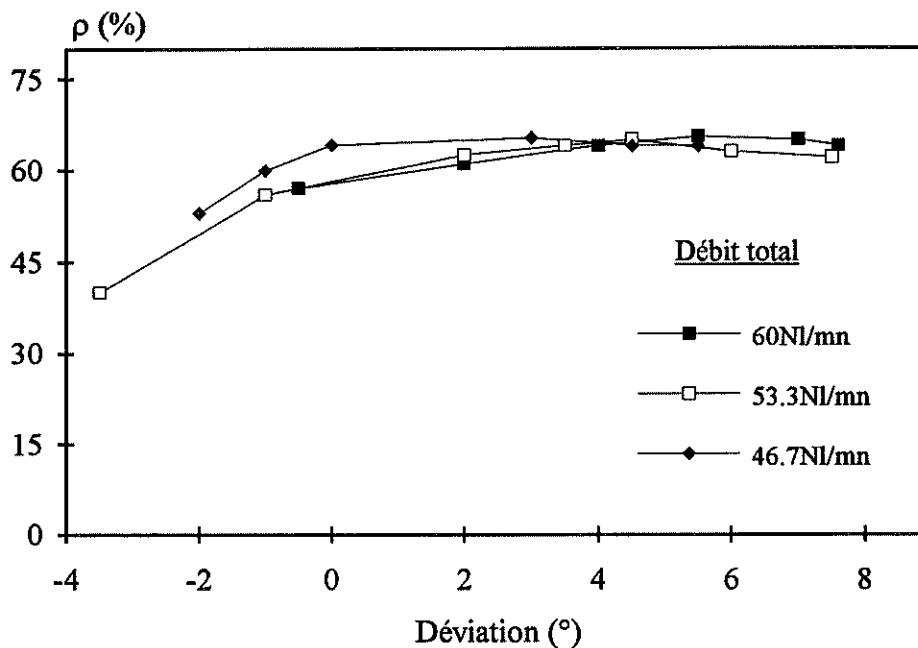


Figure IV-14 : Rendement pondéral en fonction de la déviation de la trajectoire moyenne des particules par rapport à l'axe central de la torche; Ar-H₂ (75/25 % en volume) [25].

Il semble, d'après [25], qu'en faisant varier le débit de gaz porteur et en mesurant la déviation de la trajectoire moyenne des particules par rapport à l'axe de jet plasma, à une distance donnée et pour des conditions de projection fixées, on peut alors avoir une bonne idée du traitement de n'importe quelle poudre, sans pour autant devoir étudier l'écrasement des particules.

Comme le montre la figure IV-13, le meilleur rendement pondéral est obtenu, lorsque le débit de gaz porteur est compris entre 6 et 7 NI/min pour nos conditions de projection et la déviation de la trajectoire moyenne des particules par rapport à l'axe de la torche est alors comprise entre 2.5 et 3 degrés (cf figure IV-14).

IV-6-3 Mesures du rendement de projection

Pour contrôler nos conditions de projection, nous avons effectué une étude préliminaire sur l'écrasement des particules, et la déviation de leur trajectoire par rapport à l'axe de la torche. Les conditions de tir sont données dans le tableau IV-3.

Conformément aux résultats de M. Vardelle [28] sur la poudre d'alumine (-45+22.5 μm), à une distance de 100 mm, la température des particules est pratiquement de l'ordre de 2800 K et leur vitesse est comprise entre 200-300 m/s.

Influence de la température et de la rugosité de surface sur l'adhérence et la cohésion des dépôts projetés par plasma

Deux cas ont été étudiés : le premier était la variation du débit de gaz porteur, en mesurant après chaque essai la déviation de la trajectoire par rapport à l'axe de la torche. Le deuxième consistait à utiliser un contre débit de gaz porteur optimisé, afin de centrer la trajectoire des particules sur l'axe de la torche.

Type de torche	Torche de tuyère de diamètre interne $\phi=7$ mm.
Gaz plasmagène	Ar-H ₂ , 75/25% sur un débit total de 60 NI/min.
Injection des gaz (Ar-H ₂)	Axiale dans la chambre d'arc // à l'axe de la cathode.
Puissance de la torche	39 à 40 kW, (I= 600 A et V=65- 67 V).
Injection de poudre	Externe - 3 mm à la sortie de la tuyère.
Nature de la poudre	Al ₂ O ₃ - fondue-broyée (-45+22.5 μ m).
Débit de poudre	1 kg/h
Distance de tir.	100 mm

Tableau IV-3 : Conditions de projection de la poudre d'alumine

IV-6-3-1 Sans contre débit

La poudre est injectée par un gaz porteur d'argon par l'intermédiaire d'un injecteur de diamètre interne 1.8 mm, disposé à l'intérieur de la tuyère à 3 mm de la sortie de celle-ci.

Après avoir repéré la position de l'axe de la torche sur une plaque rectangulaire disposée à une distance de 100 mm de la sortie de la tuyère, nous avons constaté que le rendement pondéral maximal correspond bien à un débit de gaz porteur de 6.5 NI/min, avec une déviation de la trajectoire des particules par rapport à l'axe de la torche de 2.9° (soit une déviation de 3°) (cf figure IV-15).

Ce rendement pondéral de 52-53% est peu faible par rapport à celui obtenu par Francis M. Moulin [29], différence qui provient du fait que nous avons utilisé un cylindre tournant de 60 mm de diamètre, au lieu d'une plaque qui intercepte une plus grande surface et peut donc permettre de recueillir des particules partiellement fondues, passant en périphérie du jet.

IV-6-3-2 Avec un contre débit de gaz porteur

Comme le montre la figure IV-16, la déviation de la trajectoire des particules tend à être réduite à zéro par un contre débit d'argon injecté à l'opposé du premier (cf figure IV-

16). Le débit correspondant étant le même que celui du gaz porteur de la poudre soit 6.5 NI/min, le rendement pondéral était encore de 52%.

Compte tenu de la plus grande complexité du dispositif, du même rendement pondéral, de la possibilité de modifications plus importantes du jet de plasma qui devrait être caractérisé par des mesures sur les poudres en vol, nous avons finalement choisi de travailler par la suite sans contre injecteur.

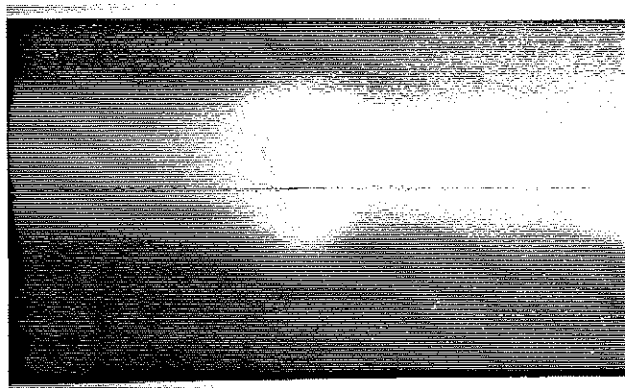


Figure IV-15 : Déviation de la trajectoire moyenne des particules par rapport à l'axe de la torche sans contre débit.

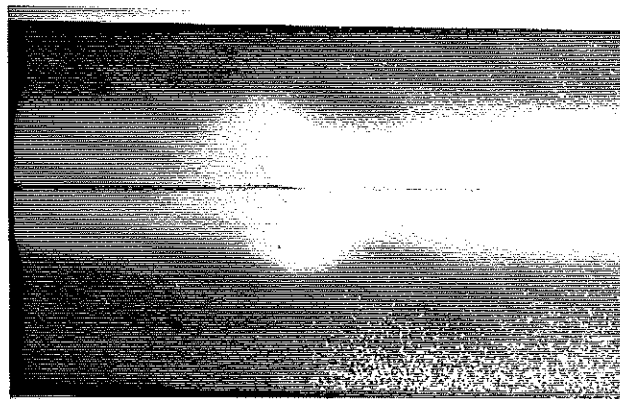


Figure IV-16 : Déviation de la trajectoire moyenne des particules par rapport à l'axe de la torche avec un contre débit.

IV-6-4 Caractérisation des dépôts d'alumine

Dans le cadre d'un contrat industriel, dont l'objectif était d'améliorer l'adhérence des dépôts d'alumine, nous avons étudié les dépôts projetés par l'industriel, sans toutefois connaître toutes les informations concernant les conditions de projection.

La poudre d'alumine (-45+22.5 μm) fondue broyée avait une distribution de taille (cf figure IV-17 : la taille a un diamètre moyen centré sur 15 μm) et une structure cristalline en corindon (phase α) (cf figure IV-18) peu différente de celle utilisée au laboratoire. Elle était projetée à l'aide d'une torche industrielle avec un plasma Ar-H₂ et avec une intensité de 300 A à une distance de 100 mm sur différents substrats (AU4G, FT25, XC38, E30, 100C6, 100C6T). La condition de refroidissement n'étant pas clairement définie, le dépôt était refroidi "par un jet d'air" sans préchauffage. On peut cependant penser que les valeurs de températures de surface obtenues étaient d'au moins 300°C.

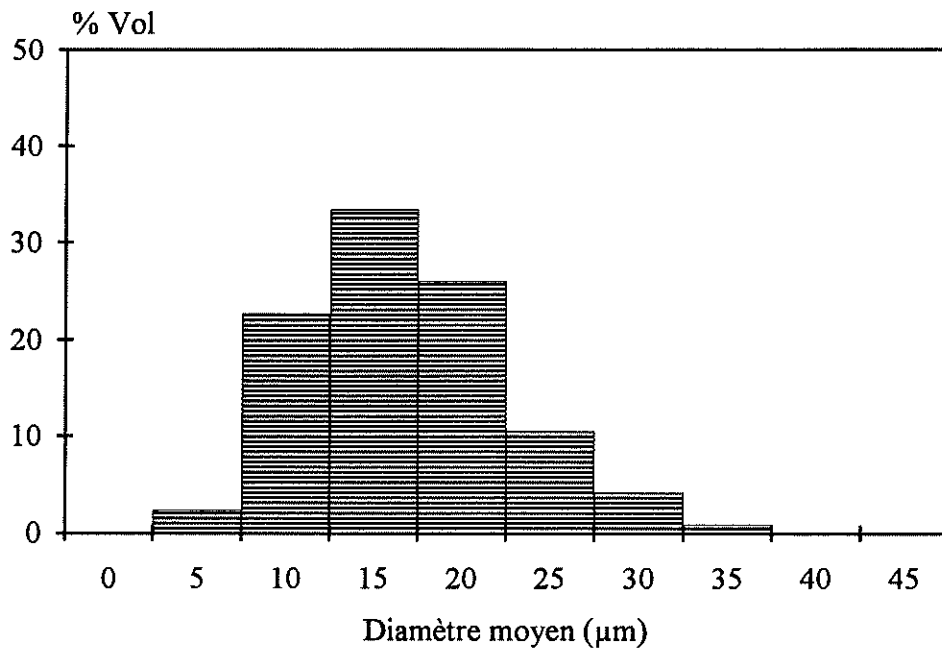


Figure IV-17 : Distribution de taille de l'alumine (-45+22 µm) obtenue par analyse d'images.

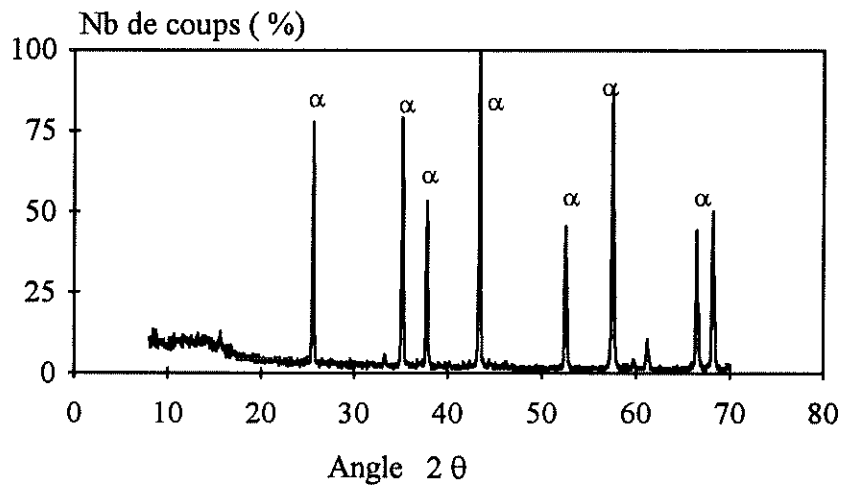


Figure IV-18 : Spectre de diffraction des R-X de la poudre d'alumine (-45+22 µm).

IV-6-4-1 Porosité et microdureté des dépôts

La porosité des dépôts a été obtenue par la méthode de poussée d'Archimède, après avoir décollé les échantillons de leur substrat, tandis que la microdureté Vickers (HV5), dans le sens d'étalement des lamelles, a été évaluée sur le dépôt poli, à l'aide du microduremètre, décrit dans le paragraphe IV-2-4, sous une charge de 4.902 N. Les résultats sont résumés dans le tableau IV-4.

Dépôt	Porosité (%)	Dureté (HV5)
Al ₂ O ₃	6 à 7	1404 ± 100

Tableau IV-4 : Porosité et microdureté des dépôts d'alumine.

La porosité et la microdureté des dépôts semblent importantes dans ces conditions. Ceci est certainement lié à une mauvaise fusion des particules dans le jet de plasma (due à la faible puissance utilisée) et il en résulte donc un faible contact inter-lamellaire. Comme le prouve le diagramme de diffraction des R-X indiqué sur la figure IV-19, les particules ne sont pas totalement fondues et une fraction importante de phase α coexiste dans la phase prédominante γ des dépôts.

L'existence de la phase (α) peut provenir aussi des trajectoires des particules mal contrôlées par le gaz porteur, en fonction de la quantité du mouvement du jet de plasma et de la taille de la poudre.

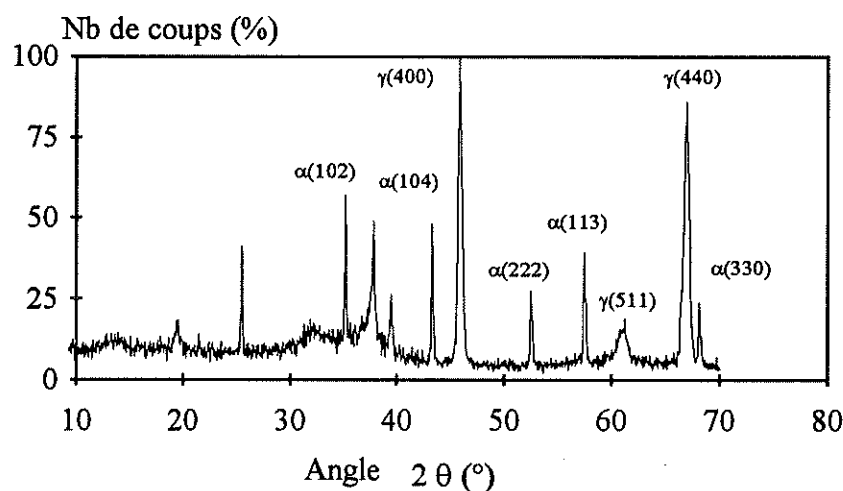


Figure IV-19 : Spectre de diffraction des R-X du dépôt d'alumine.

IV-6-4-2 Adhérence des dépôts d'alumine

Les mesures d'adhérence des dépôts ont été obtenues avec le test décrit dans le paragraphe IV-2-10. Plusieurs mesures ont été effectuées en fonction de la rugosité de surface des différents matériaux.

L'adhérence des dépôts d'alumine d'épaisseur 480 μm et projetés sur des substrats sablés avec des Ra moyens de 15 μm à 17 μm est indiquée sur la figure IV-20. Elle varie peu d'un substrat à un autre, mais elle reste toujours plus faible que celle obtenue au laboratoire. Ceci est dû à plusieurs phénomènes, d'une part à la fusion imparfaite des

particules et d'autre part au substrat maintenu froid dès le début du tir. De plus, la différence de dilatation thermique intervient d'autant plus au cours du refroidissement qu'elle est plus élevée.

Par exemple, l'alliage d'aluminium présente une adhérence faible par rapport à celles des autres substrats, du fait que son coefficient de dilatation thermique est supérieur à celui de l'alumine et sa conductivité thermique importante, ce qui entraîne un contact interlamellaire moins bon sans préchauffage, car l'échauffement des couches successives est plus lent.

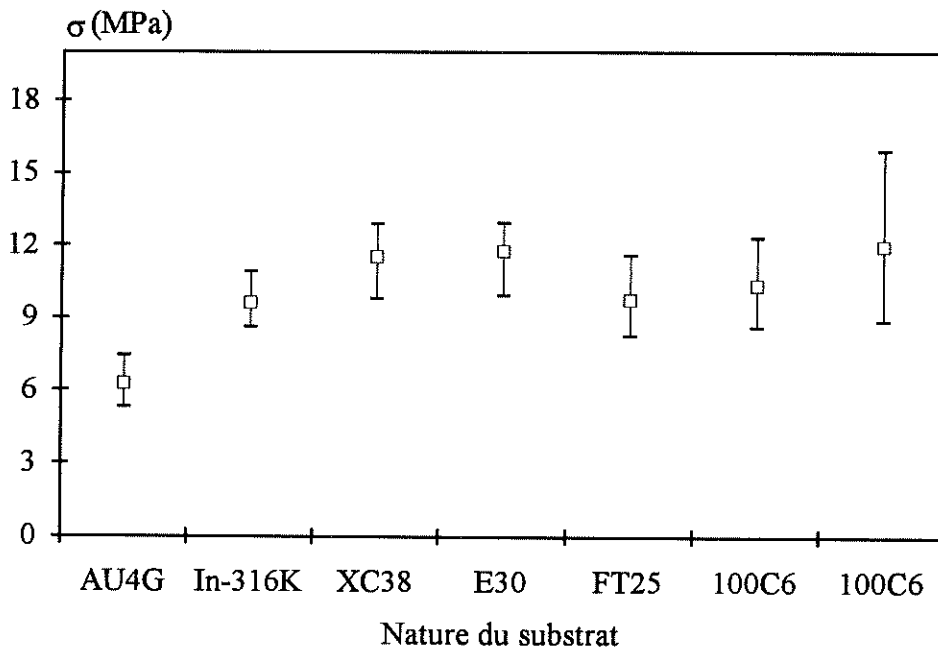


Figure IV-20 : Adhérence des dépôts d'alumine.

IV-6-4-3 Etude de l'adhérence dans les conditions de tir du laboratoire

i) Poudre d'alumine (-45+22.5 μm)

Pour voir quel était l'effet de la rugosité de surface sur l'adhérence dans les conditions de tir résumées dans le tableau IV-3, nous avons projeté l'alumine Al_2O_3 fondue broyée décrite dans le paragraphe IV-5 sur un substrat en fonte, avec des rugosités de surface R_a respectivement de 6 à 17 μm.

Le refroidissement du dépôt et du substrat était assuré par une soufflette de refroidissement sans préchauffage, la température stationnaire atteinte pour un dépôt de 450 μm d'épaisseur étant de 500°C. Les résultats sont indiqués dans la figure IV-21.

Nous constatons que le meilleur résultat est obtenu pour un Ra de 17 μm . La valeur obtenue par rapport aux tirs résumés dans le paragraphe IV-6-4-2 est plus que doublée. Ceci est dû à la meilleure fusion des particules dans nos conditions de tir.

ii) Poudre d'alumine (-90+45 μm)

Cette poudre est projetée dans les mêmes conditions que de l'alumine (-45+22.5 μm). Sa taille moyenne obtenue par sédiographie est de l'ordre de 35 μm , comme indiqué sur la figure IV-21.

Dans ces conditions, la fusion des particules est beaucoup moins bonne, les calculs effectués au laboratoire montrent que la température moyenne ne dépasse pas 2500 K, ce qui est confirmé par les mesures en vol. Ceci se traduit sur la figure IV-22 par une diminution sensible de l'adhérence et il semble même qu'elle soit légèrement plus faible pour le Ra de 17 μm que pour celui de 10 μm , phénomène pour lequel nous n'avons pas d'explication claire.

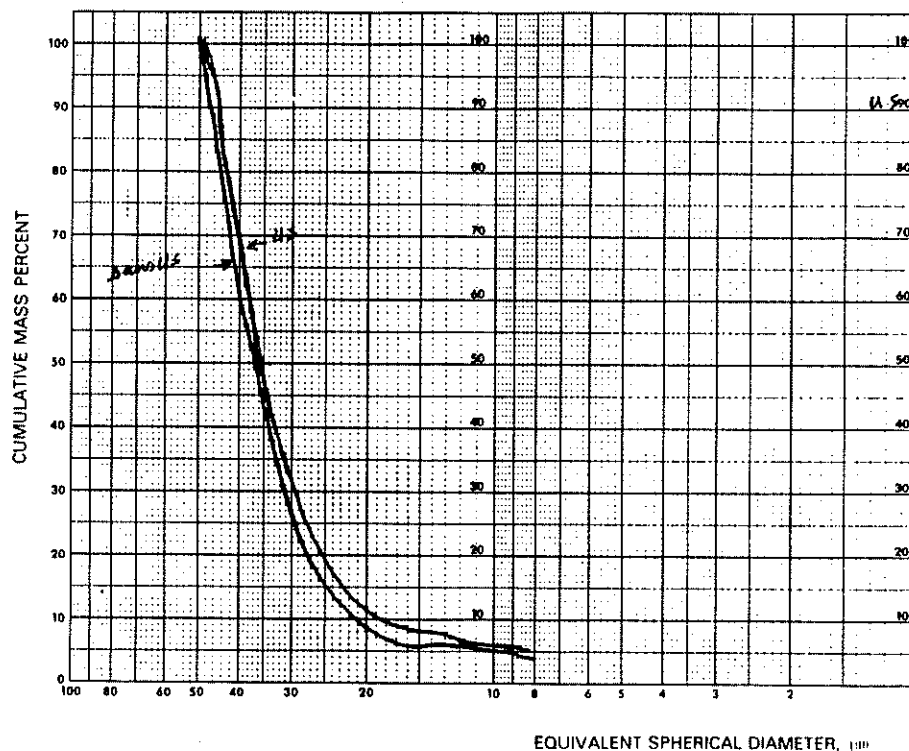


Figure IV-21 : Distribution de taille de la poudre d'alumine (-90+45 μm) fondue et broyée obtenue par sédiographie (avec ou sans ultrasons).

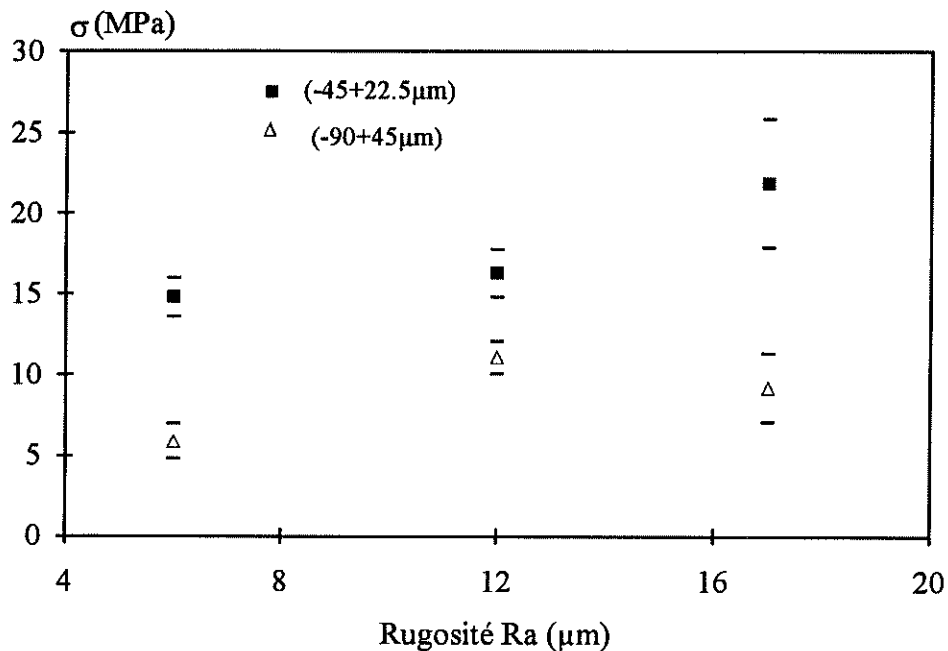


Figure IV-22 : Evolution de l'adhérence des dépôts d'alumine en fonction de la taille et de la rugosité de surface des substrats en fonte FT25.

IV-7 ETUDE DE L'EFFET DE LA TEMPERATURE SUR LES PROPRIETES DES DEPOTS

Dans ce qui suit, nous avons fixé les conditions de tir comme indiquées dans le tableau IV-3 mais avec deux débits de poudre d'alumine (-45+22.5 μm) 1 kg/h et 3 kg/h.

IV-7-1 Conditions de l'étude

Tout d'abord, dans ces conditions, nous avons étudié plusieurs cas avec et sans préchauffage et avec ou sans barrage d'air. Les températures atteintes avant et pendant le dépôt sont résumées dans le tableau IV-5. L'objectif de cette étude était essentiellement d'améliorer d'une part l'adhérence des dépôts par un contrôle de l'oxydation des substrats et des contraintes résiduelles ainsi que des gradients thermiques dans le dépôt et dans le substrat. Le refroidissement après tir, pour ces premiers résultats, est effectué par une diminution progressive de l'hydrogène et de l'intensité de courant et enfin par le recul de la torche. Toutes ces opérations duraient quelques minutes, puis la torche étant coupée, son refroidissement se poursuivait dans l'air.

Conditions	I	II	III	IV	V
Nature du refroidissement	R+B	R+B	R	R	4R
Sans ou avec préchauffage	SP	P	SP	P	P
Tp. du préchauffage Tp (°C)	20	150-200	20	380	300
Tp. finale du dépôt Ts (°C)	250±25	250±25	550±50	550±50	380±50

Tableau IV-5 : Conditions de refroidissement utilisées.

IV-7-2 Propriétés des dépôts

IV-7-2-1 Résultats

Les résultats des mesures obtenus sur la porosité, sur la microdureté et sur l'adhérence des dépôts d'alumine projetés sur 3 matériaux de natures et de propriétés différentes (alliage d'aluminium AU4G de coefficient de dilatation thermique $23 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, la fonte FT25 de coefficient de dilatation thermique 10^{-5} K^{-1} et acier 34CD4 de coefficient de dilatation thermique $12 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), sablés avec un abrasif de taille moyenne 1.4 mm donnant les rugosités moyennes habituelles de 15-17 μm , sont reportés dans les tableaux IV-6 à IV-8.

i) Alliage d'aluminium (AU4G)

Al ₂ O ₃ /AU4G	I	II	III	IV	V
Nature du refroidissement	R+B	R+B	R	R	4R
Sans ou avec préchauffage	SP	P	SP	P	P
Adhérence/Cohésion (A/C) (MPa)	10.6±2 (A)	11.4±4 (A)	nulle	Détérioré complètement	Adhère partiellement
Porosité par analyse d'image (%)	4.1	5.4	~	~	~
Taille des pores (μm)	2.28	2.18	~	~	~
Porosité par mercure (%)	7	6	~	~	~

Tableau IV-6 : Résultats des mesures.

ii) Fonte FT25

Al₂O₃/FT25	I	II	III	IV	V
Nature du refroidissement	R+B	R+B	R	R	4R
Sans ou avec préchauffage	SP	P	SP	P	P
Microdureté HV5	1200±96	1258±100	1175±94	1301±100	1197±95
Adhérence/Cohésion (A/C) (MPa)	17.2±3 (A)	22.6±2 (A)	23.1±4 (A)	>> 40 (colle)	32.5±3 (A-C)
Taille des pores (µm)	2.44	2.70	2.04	2.44	2.5
Porosité par mercure (%)	7	6	5	4-5	7-8

Tableau IV-7 : Résultats des mesures

iii) Acier 34CD4

Al₂O₃/34CD4	I	II	III	IV	V
Nature du refroidissement	R+B	R+B	R	R	4R
Sans ou avec préchauffage	SP	P	SP	P	P
Microdureté HV5	1122±100	1198±96	1156±90	1263±100	1073±86
Adhérence/Cohésion (A/C) (MPa)	14±2 (A)	16.7±3 (A)	23.7±2 (A)	>>36 (colle)	>>31.5 (colle)
Porosité par analyse d'image (%)	11.1	7.5	9.8	4.86	~
Taille des pores (µm)	2.64	2.34	2.67	2.47	~
Porosité par mercure (%)	7	6	5	4-5	7-8

Tableau IV-8 : Résultats des mesures

Nous avons mentionné, dans le tableau relatif à l'acier, les valeurs de porosité obtenues par analyse d'image. On peut remarquer qu'elles ne concordent pas vraiment avec celles obtenues par porosimétrie à mercure. Cependant les valeurs les plus faibles sont obtenues pour les conditions II et IV avec un préchauffage qui conduisent aux dépôts ayant

les meilleures cohésions et pour lesquels l'arrachement des particules et des lamelles au polissage semble être le plus faible.

IV-7-2-2 Discussion des résultats

i) Condition (I)

Dans le cas où le refroidissement est maintenu à la fois par un barrage d'air et par une soufflette arrière, quelle que soit la nature du substrat, l'adhérence obtenue est meilleure (presque deux fois plus grande) que dans le cas décrit au paragraphe IV-5-4-2 (conditions industrielles). Dans le cas de l'alliage d'aluminium elle passe de 7 à 10.61 MPa et dans le cas de la fonte de 12 à 17 MPa. Ceci est dû uniquement à une bonne fusion des particules qui assure un meilleur contact (par l'étalement des particules écrasées) entre les lamelles et le substrat. Néanmoins, comme le montrent tous les résultats, l'adhérence est d'autant meilleure que la différence dilatométrique entre le dépôt et le substrat est plus faible (par exemple celle obtenue avec la fonte FT25 est deux fois supérieure à celle obtenue avec l'alliage d'aluminium AU4G).

Au fur et à mesure que l'épaisseur du dépôt augmente, la température de surface du dépôt s'accroît, les gradients thermiques dans le dépôt et dans le substrat augmentent. Lorsque la température stationnaire est atteinte, elle fluctue périodiquement par le déplacement rapide de la torche et par l'air du refroidissement. Ces gradients thermiques, conditionnent d'une part au sein des dépôts des étalements différents des lamelles et d'autre part un contact inter-lamellaire différent de l'interface vers la surface du dépôt. Il en résulte une architecture structurale différente où la porosité est plus importante au voisinage de l'interface qu'au niveau des zones proches de la surface de dépôt. Egalement, dans les zones plus chaudes du dépôt (c'est à dire : à partir du moment où la température de surface semble stationnaire) la cohésion du dépôt est améliorée par le bon contact inter-lamellaire (l'épaisseur des lamelles diminue).

Rappelons en effet qu'à la suite de nos résultats d'adhérence [11-13], les récents travaux de M. Vardelle [27] au laboratoire ont montré que lorsque la température du substrat (non rugueux) dépassait 150-200°C sans oxydation (ou celle des couches d'alumine déjà déposées) le contact réel lamelle/substrat ou couche déjà déposée s'améliorait et que le refroidissement des lamelles était plus rapide. Ceci induit un réseau de microfissures plus important dû aux contraintes de trempe. Sur des surfaces rugueuses, le phénomène est similaire au moins sur le plan qualitatif, l'étude quantitative n'ayant pas été encore faite.

Comme le montrent les figures IV-23 à IV-25, sur un substrat froid on a des projections et un glissement de l'alumine liquide sur l'acier. Par contre, sur un substrat chaud non oxydé, du fait d'un contact presque parfait, la lamelle écrasée se refroidit très vite ($>10^8$ K/s) et prend une forme de disque presque parfait (cf figures IV-24 et IV-25). Les contraintes de trempe y sont importantes comme en témoigne le réseau de microfissurations (cf figure IV-26).

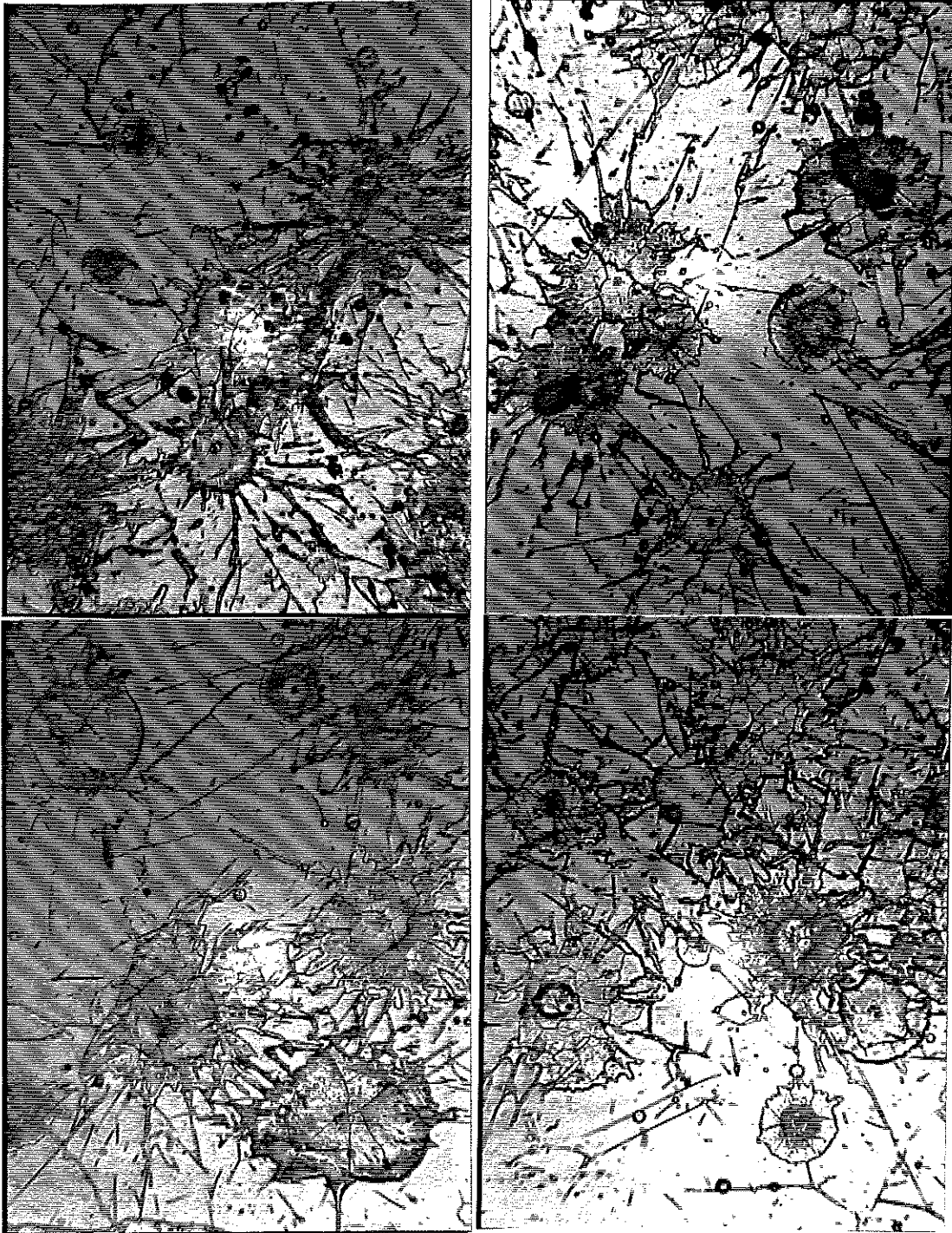


Figure IV-23 : Forme des lamelles écrasées sur un substrat froid en acier inoxydable (304L) ou en verre.

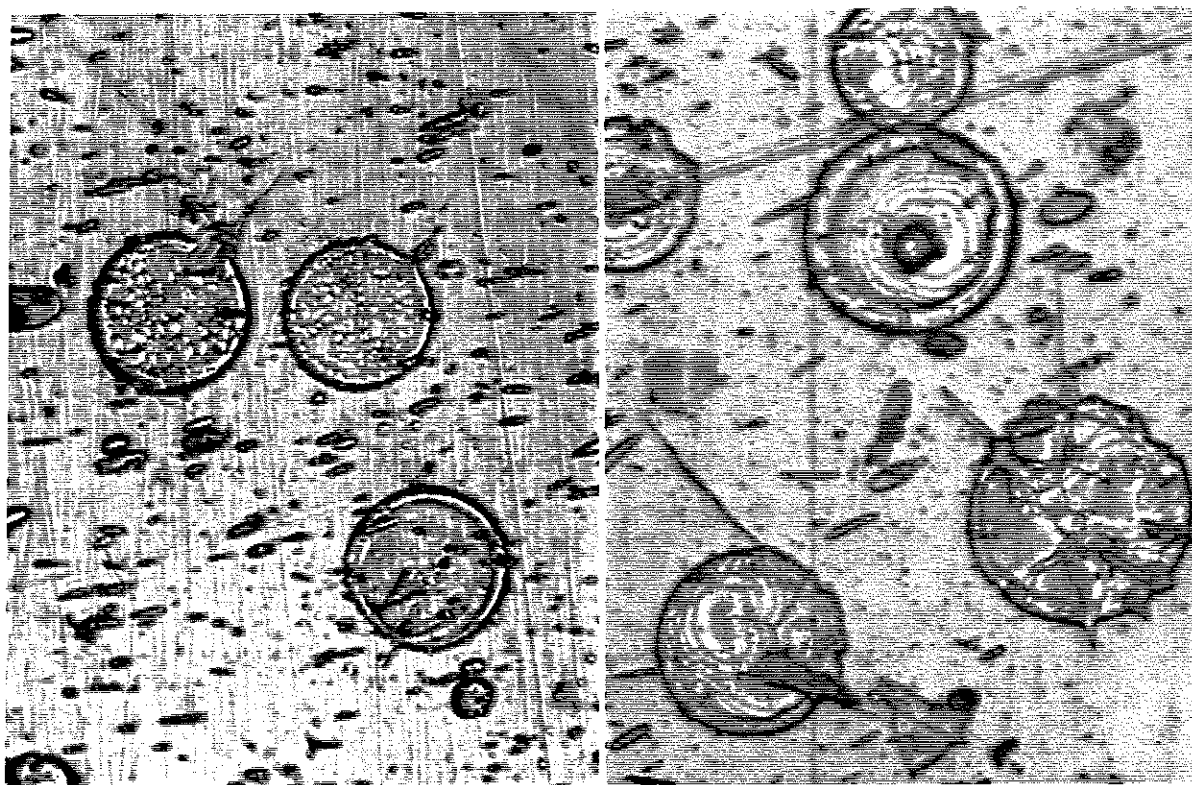


Figure IV-24 : Forme des lamelles écrasées sur un substrat en verre préchauffé à 300°C.

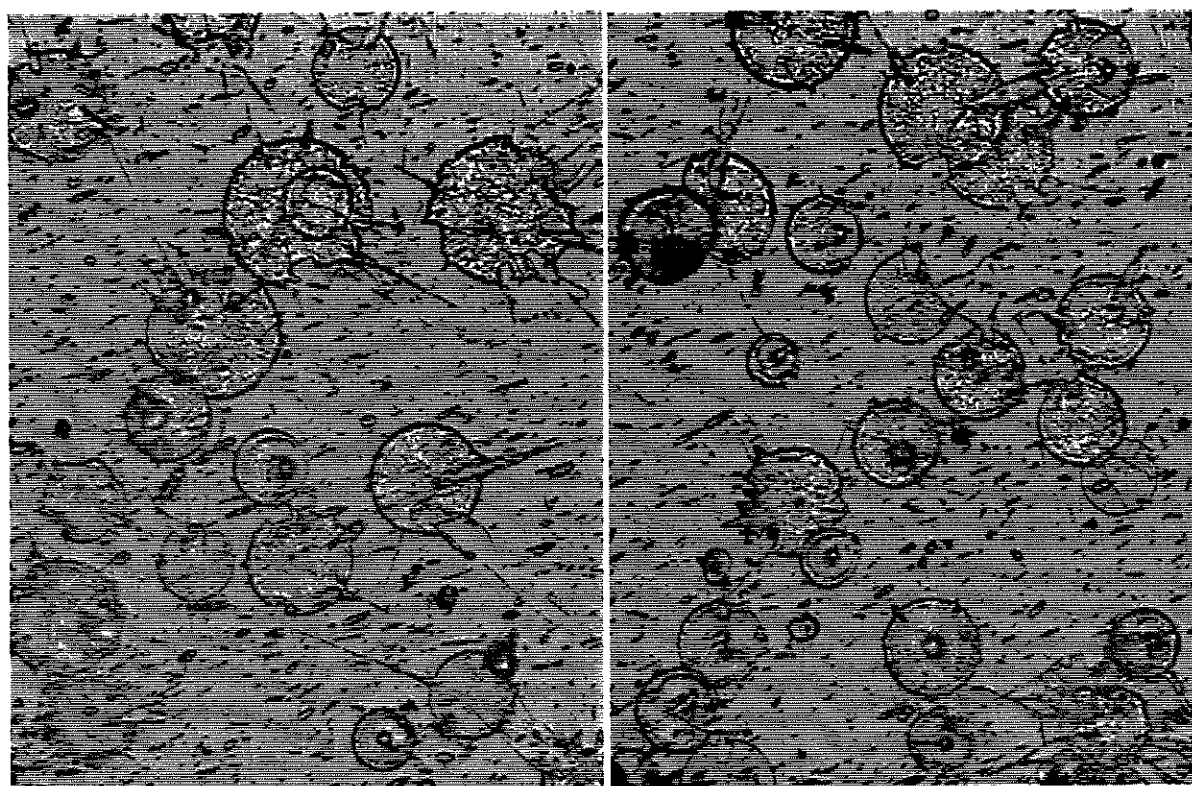


Figure IV-25 : Forme des lamelles écrasées sur un substrat en acier inoxydable-304L préchauffé à 300°C.

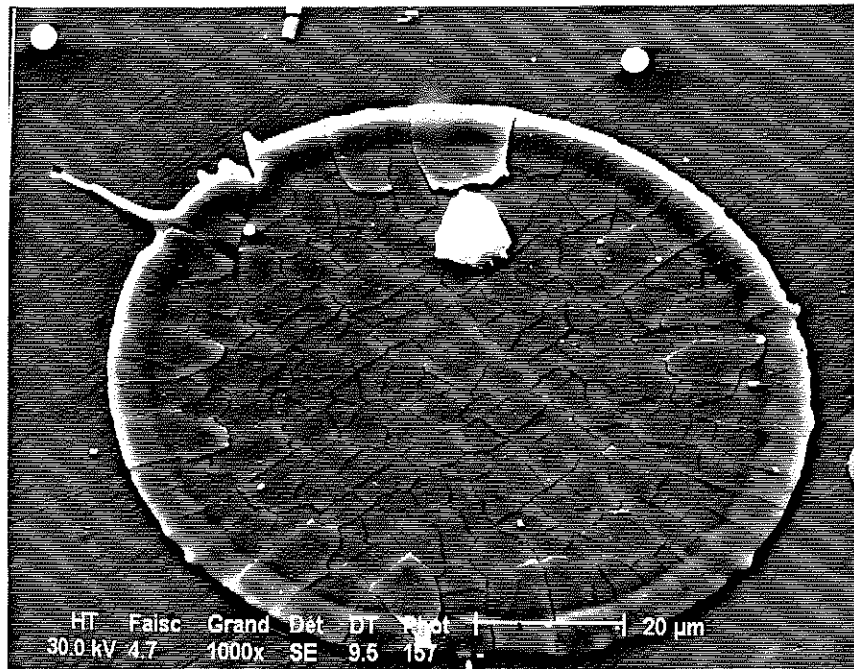


Figure IV-26 : Microfissurations dues aux contraintes de trempe rapide d'une lamelle sur un substrat en acier inoxydable-304.L préchauffé à 300°C.

ii) Condition (II) (P+B+R)

Contrairement à la condition I, pour améliorer le contact lamelle substrat et lamelle-lamelle et limiter les gradients de température dans le dépôt et dans le substrat (au sens des contraintes), nous avons utilisé un préchauffage des substrats avant dépôt, préchauffage assuré par le jet du plasma avec le refroidissement d'air.

Le contact entre les aspérités et les lamelles et entre les lamelles s'améliore et il en résulte une meilleure adhérence et une bonne cohésion des dépôts.

Il convient aussi de remarquer que les gradients thermiques sont moins importants que dans le cas sans préchauffage et on a une structure plus homogène du dépôt, même si elle est presque aussi poreuse. Cette structure en coupe du dépôt est indiquée sur les figures IV-27 et IV-28 qui montrent bien le contact incomplet entre lamelles. Les figures IV-29 et IV-30 montrent également que la porosité dans le dépôt est légèrement moins importante que sans préchauffage. Dans tous les cas, sans préchauffage du substrat et sans barrage d'air, plus la différence des coefficients de dilatation thermique (substrat-matériau projeté) est importante, plus les contraintes dilatométriques en cours de refroidissement augmentent et plus l'adhérence diminue.

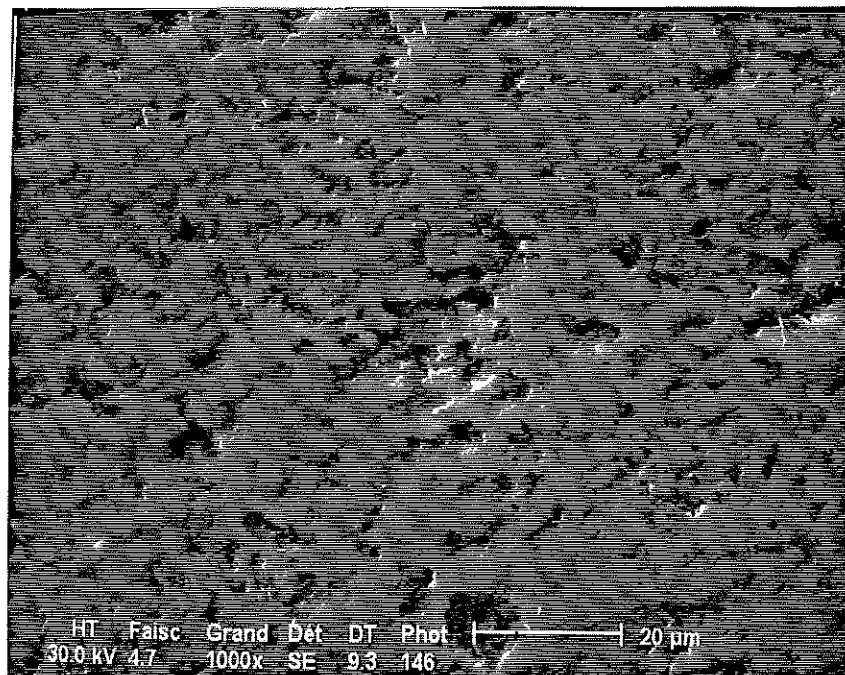


Figure IV-27 : Vue en coupe du dépôt d'alumine réalisé dans la condition II (P+B+R).

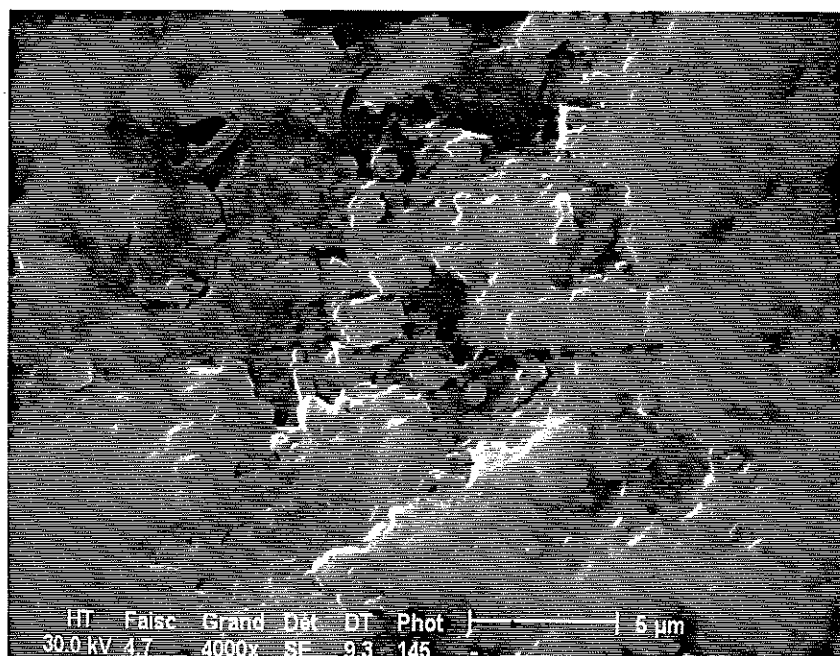


Figure IV-28 : Vue en coupe du même dépôt d'alumine réalisé dans la condition II (P+B+R).

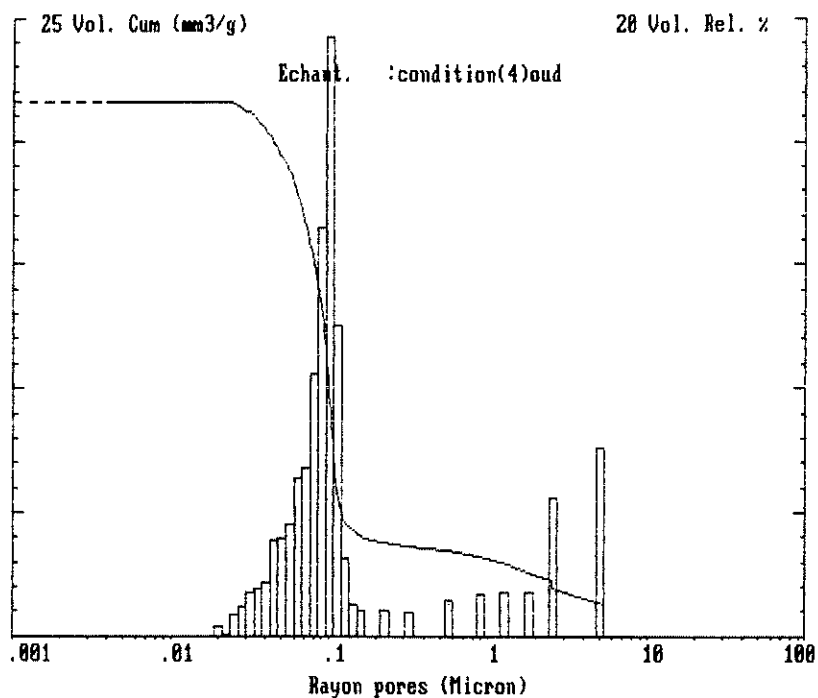


Figure IV-29 : Distribution de la porosité dans les dépôts d'alumine (condition I).

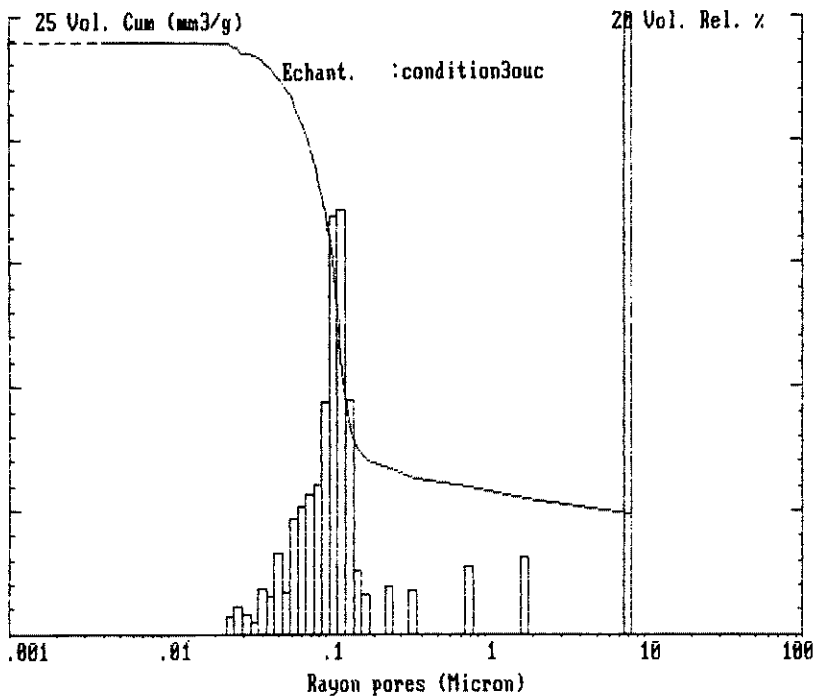


Figure IV-30 : Distribution de la porosité dans les dépôts d'alumine (condition II).

iii) Conditions III (R+SP)

Ce cas est semblable à la condition I, sauf que le refroidissement est assuré après l'écrasement des particules par une fente rectangulaire disposée à l'opposé de la torche et que la température stationnaire atteinte en surface des dépôts d'alumine est beaucoup plus importante.

Les gradients de température dans le dépôt et dans le substrat sont aussi beaucoup plus importants que dans la condition I. En effet, la température augmente au fur et à mesure que l'épaisseur du dépôt croît, avant d'atteindre son régime permanent et ce d'autant plus que la conductivité thermique du dépôt est mauvaise (porosité importante avec des gaz et de l'air enfermés dans les pores et mauvaise cohésion des premières couches projetées sur un substrat froid).

Du fait de la température atteinte en surface du dépôt, des gradients de température, les contraintes thermiques et dilatométriques générées dans l'ensemble peuvent entraîner la détérioration du dépôt. C'est le cas de l'alliage d'aluminium AU4G, qui, comme le montrent les résultats, a une adhérence parfaitement nulle. Comme nous l'avons observé, au cours du tir, l'adhérence du dépôt est sans problème (en cours de la projection) mais, dès le début du refroidissement, le dépôt commence à partir en éclats, et finit par se détacher complètement de son substrat. Ceci est dû au retrait élastique important du substrat (contraintes dilatométriques). Par ailleurs, avec la fonte ou l'acier qui présentent des coefficients de dilatation thermique plus proches de celui de l'alumine, l'adhérence est meilleure (près de deux fois supérieure à celle obtenue dans la condition I et sensiblement la même que celle obtenue dans la condition II). Ceci peut s'expliquer par un meilleur contact entre le dépôt et le substrat. La très légère amélioration de l'adhérence obtenue sans barrage d'air est peut-être due également à une vitesse et une température de particules plus élevées (car en moyenne, la vitesse est légèrement réduite par le barrage d'air).

iv) Condition IV (P+R)

La condition IV est semblable à la condition III, sauf le préchauffage. Dans ce cas, l'adhérence des dépôts d'alumine est très bonne mais nulle sur AU4G, la température est manifestement trop élevée pour le différentiel de dilatation et l'est également au point de faire fondre l'alliage. Les valeurs obtenues, soit avec la fonte soit avec l'acier, correspondent à la résistance de la colle et nous avons dû utiliser le dispositif indiqué sur la figure IV-2 et décrit dans le paragraphe IV-2-10-3. La cohésion des dépôts est aussi meilleure dans ce cas par le contact parfait entre les lamelles. En général, les dépôts d'alumine de forte cohésion résistent à l'usure [28]. Comme en témoignent les planches en

coupe du dépôt indiquées sur les figures IV-31 et IV-32, cette microstructure du dépôt (morphologie des lamelles) est ainsi différente de celle obtenue dans la condition II (P+B+R) présentée dans les figures IV-27 et IV-28.

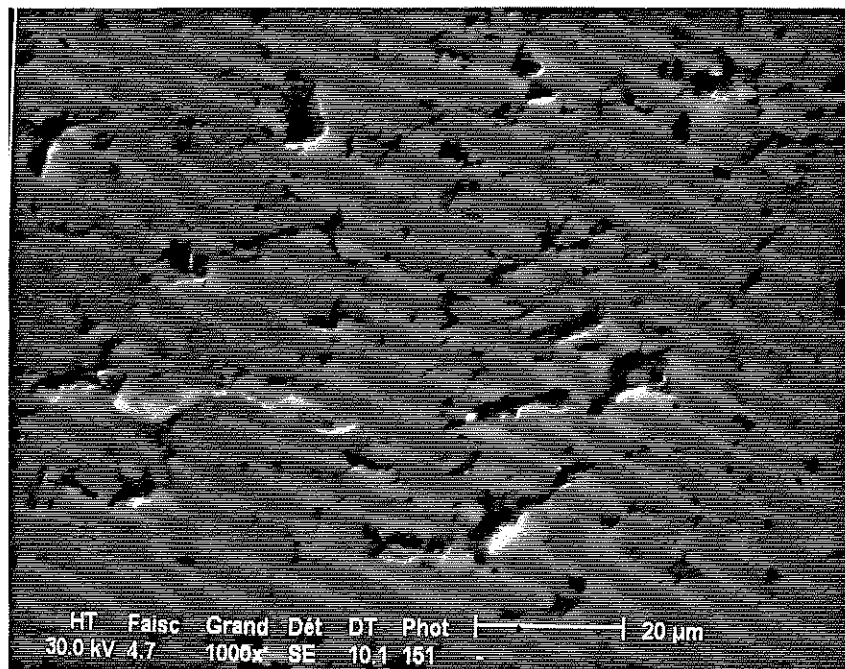


Figure IV-31 : Vue en coupe du dépôt d'alumine réalisé dans la condition IV (P+R).

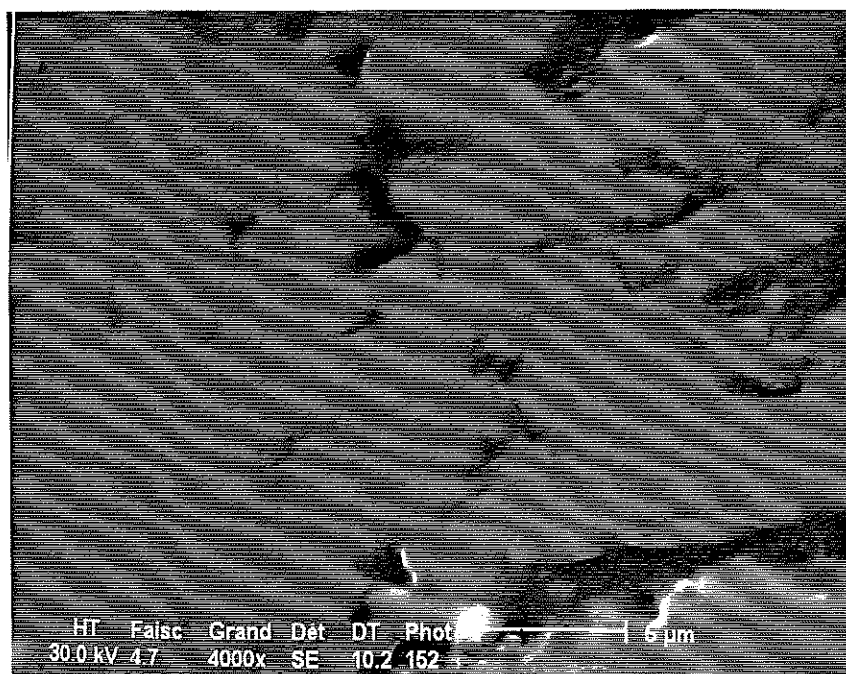


Figure IV-32 : Vue en coupe du même dépôt d'alumine réalisé dans la condition IV (P+R).

v) Condition V (P+4R)

Dans le cas d'un refroidissement à 4 soufflettes où les gradients de température autour de la température stationnaire, gradients dus au déplacement de la torche, sont nettement plus élevés que dans le cas IV, on constate une adhérence légèrement moins élevée que dans le cas IV. Ceci est probablement dû aux contraintes générées entre les passes qui entraînent une fissuration plus importante. Cependant, comme la température est de 300°C, l'adhérence des lamelles entre elles ou avec le substrat reste excellente. On constate également qu'à cette température plus faible, les dépôts réalisés sur l'AU4G tiennent partiellement.

IV-7-2-3 Influence du refroidissement sur l'état de surface

L'état de surface final des dépôts projetés par plasma est souvent rugueux, ce qui implique une rectification de surface dans la majorité des utilisations. Cette rugosité dépend de plusieurs paramètres:

- de la rugosité de surface de substrat: plus elle est grossière, plus le suivi des aspérités par des lamelles écrasées engendre une ondulation de la surface du dépôt.
- de la fusion et de la vitesse des particules à l'impact [29].
- de la taille des particules de la poudre projetée. Plus la taille est grande, plus il y a de grains incomplètement fondus et plus la rugosité finale augmente. Néanmoins, R. Nicol et al [29] ont montré qu'une distribution grossière d'alumine (10-40 μm) donne une rugosité de surface supérieure à celle d'une poudre d'alumine de granulométrie plus faible (5-25 μm).
- du débit de poudre. Plus il est important, moins la fusion et la vitesse des particules sont élevées et plus l'épaisseur des cordons est non négligeable.

Nous avons suivi l'évolution de l'état de la surface du dépôt en fonction du mode de refroidissement. Les résultats des mesures obtenus sur différents dépôts d'alumine sont reportés dans le tableau IV-9. Comme le montrent les mesures, la rugosité de surface est beaucoup plus faible (surface parfaitement lisse) pour les dépôts projetés avec un barrage d'air plutôt qu'avec un refroidissement sur la face avant du dépôt.

Dans le cas des conditions I et II, les résultats sont similaires et ceux des conditions III, IV et V sont assez proches. Il semble cependant que la condition IV, en l'absence de gradients de température pendant le tir, donne de meilleurs résultats. Par contre, nous

n'avons pas d'interprétation claire pour le refroidissement à 4 soufflettes (condition V) qui donne une rugosité plus élevée. L'effet du barrage d'air comprimé semble prépondérant, en effet outre la réduction sensible du flux thermique apporté par le plasma [30], il élimine les particules non fondues ou mal fondues en périphérie du jet [1], par conséquent l'épaisseur du dépôt diminue (cf figure IV-33). Notons également que l'épaisseur du dépôt diminue un peu sans préchauffage du substrat (cf figure IV-33) montrant l'évolution de l'épaisseur avec le nombre de passages de la torche pour les différentes conditions de tir.

Dépôt d'Al ₂ O ₃	I	II	III	IV	V
Nature du refroidissement	R+B	R+B	R	R	4R
Avec ou sans préchauffage	SP	P	SP	P	P
Ra (µm) // dep Torche	5.71	5.40	10.6	13.7	10.57
Ra (µm) ⊥ dep Torche	5.48	5.54	10.34	8.48	13.2
Rt (µm) // dep Torche	34.7	34.5	61	92.4	70
Rt (µm) ⊥ dep Torche	43.2	36	77.1	68.8	80

Tableau IV-9 : Résultats des mesures de rugosité.

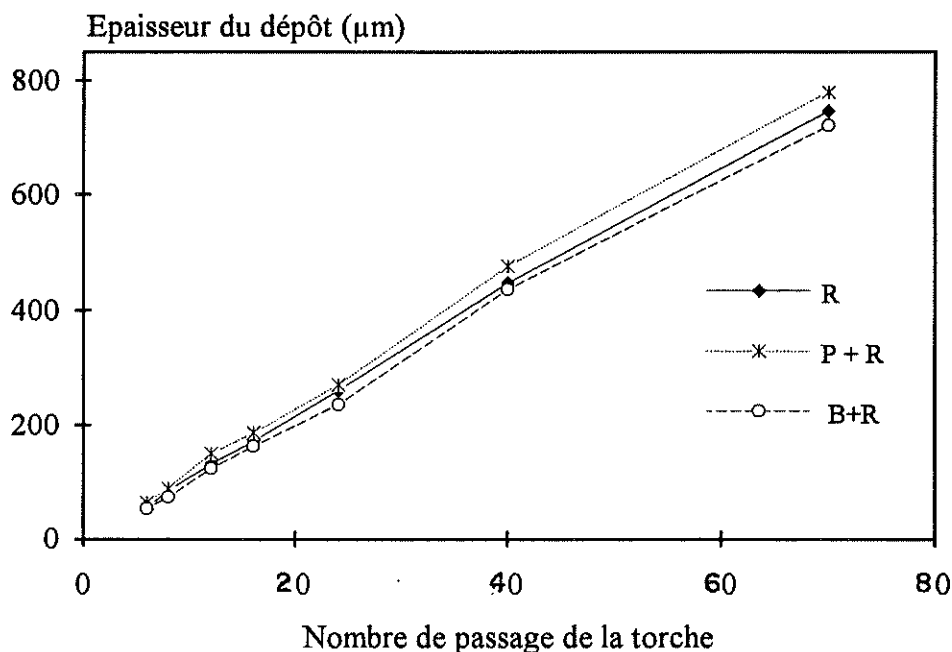


Figure IV-33 : Evolution de l'épaisseur du dépôt d'alumine, avec ou sans préchauffage et avec ou sans barrage d'air, en fonction du nombre de passage de la torche.

Les figures IV-34 à IV-37 représentent les surfaces des dépôts obtenus dans les conditions II et IV.

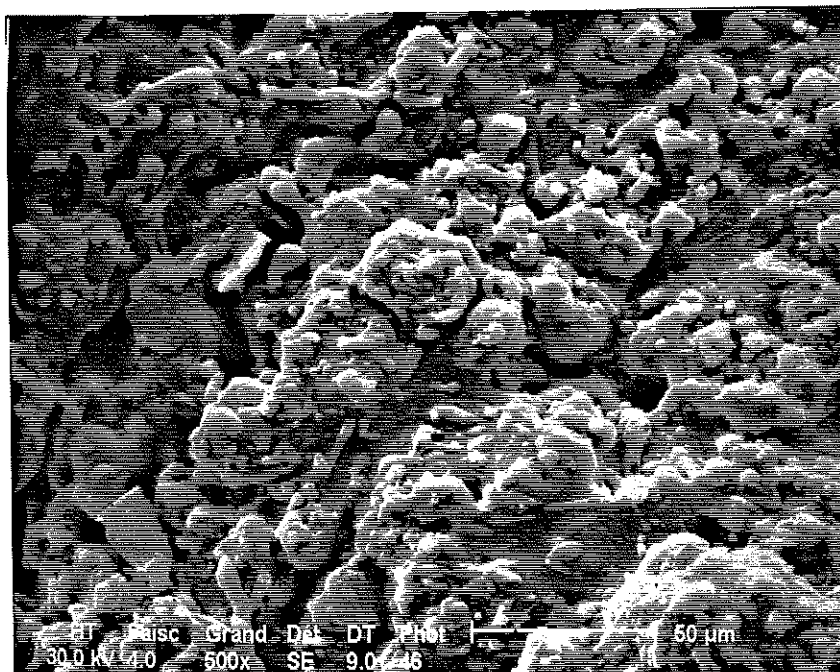


Figure IV-34 : Etat de surface du dépôt d'alumine réalisé dans la condition II (P+B+R).

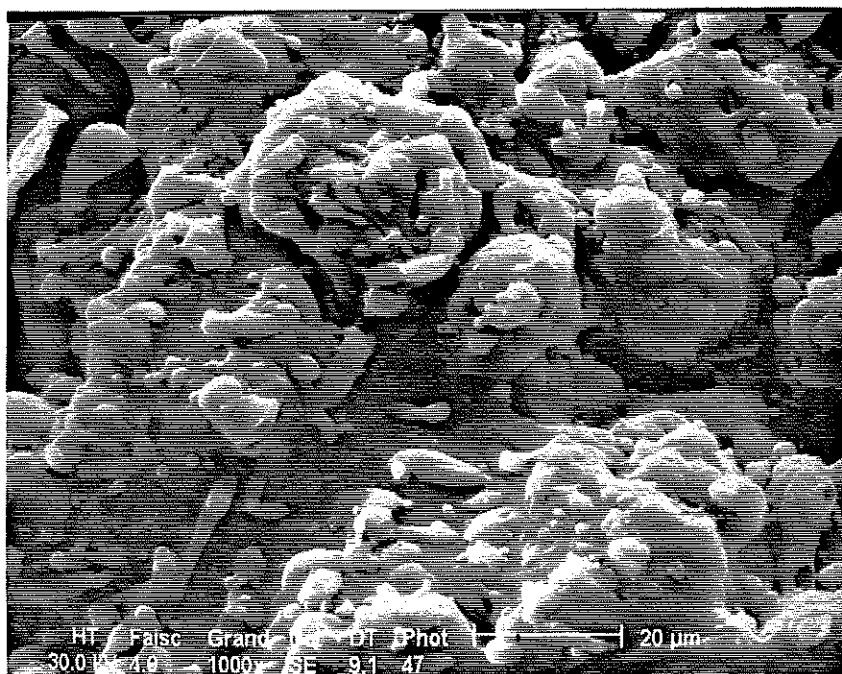


Figure IV-35 : Etat de surface du même dépôt d'alumine réalisé dans la condition II à fort grossissement.

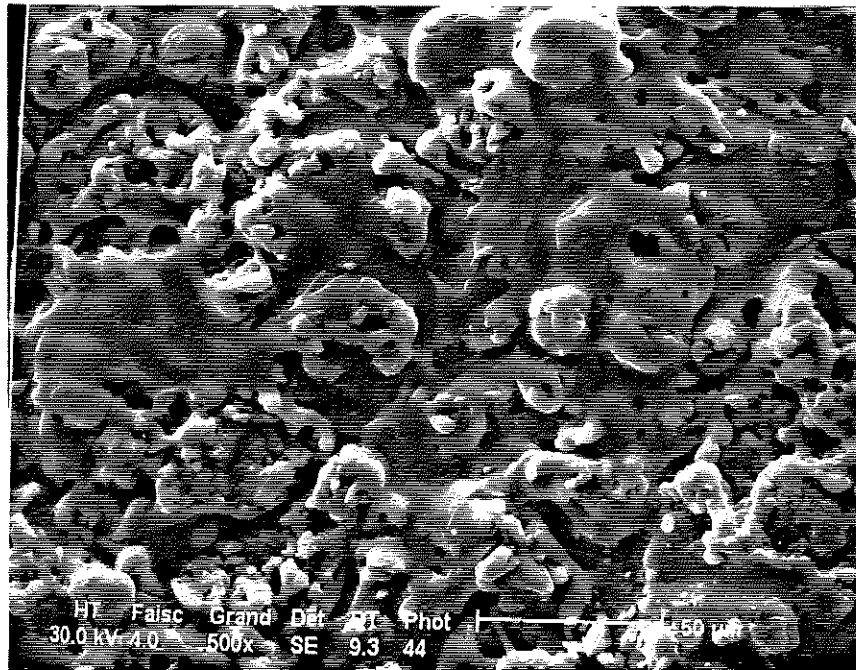


Figure IV-36 : Etat de surface du dépôt d'alumine réalisé dans la condition IV (P+R)

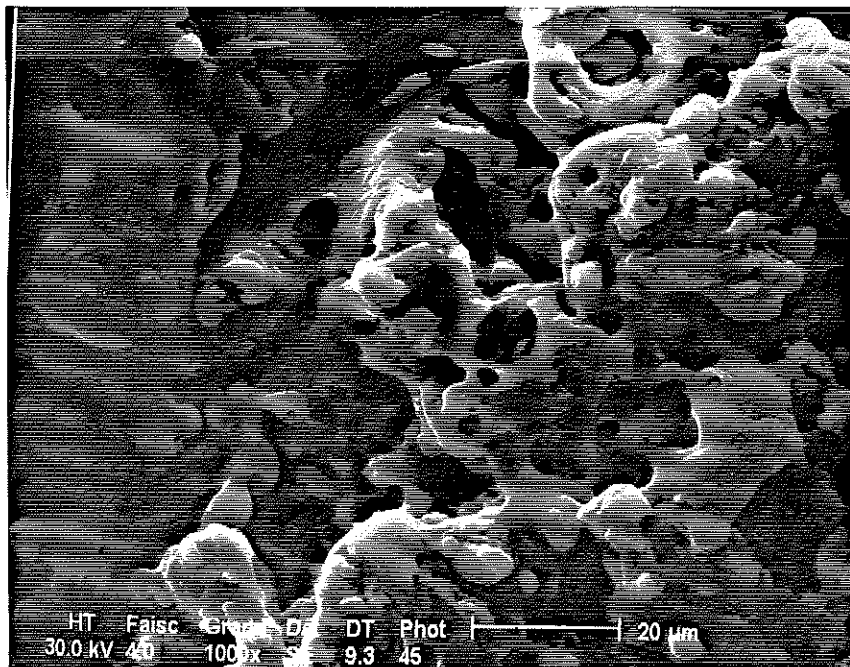


Figure IV-37 : Etat de surface du même dépôt d'alumine réalisé dans la condition IV à fort grossissement

IV-7-2-4 Etude des phases par diffraction des R-X

Les phases existantes dans les dépôts projetés dans les conditions précédentes sont la phase γ avec une fraction très faible de phase α inférieure à 3% (cf figures IV-38 à IV-42). Cette phase γ de l'alumine est une conséquence de la trempe rapide subie par les particules de poudre complètement fondues qui s'écrasent sur le substrat ou sur les couches précédemment déposées.

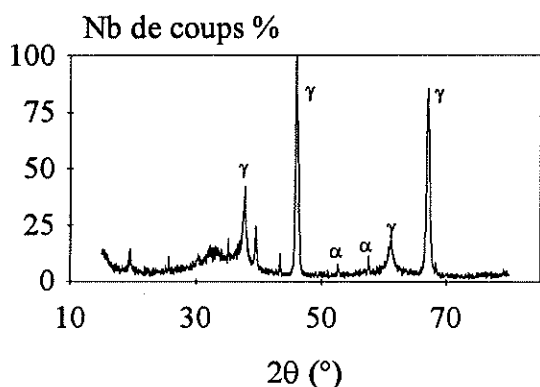


Figure IV-38 : Diagramme du spectre de R-X du dépôt d'alumine (γ) (condition I, B+1R)

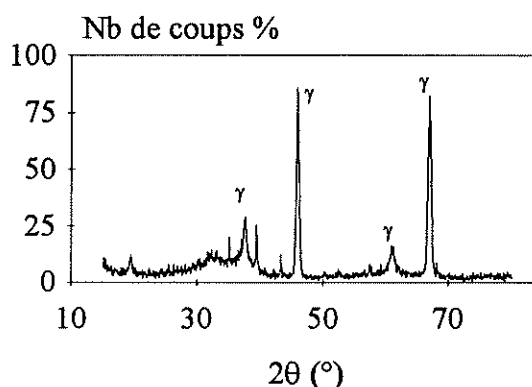


Figure IV-39 : Diagramme du spectre de R-X du dépôt d'alumine (γ) (condition II, B+P+1R)

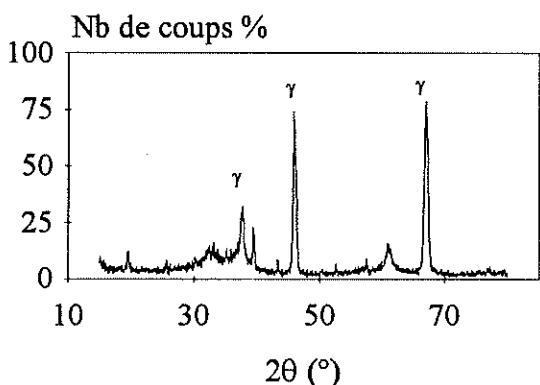


Figure IV-40 : Diagramme du spectre de R-X du dépôt d'alumine (γ) (condition III, SP+1R)

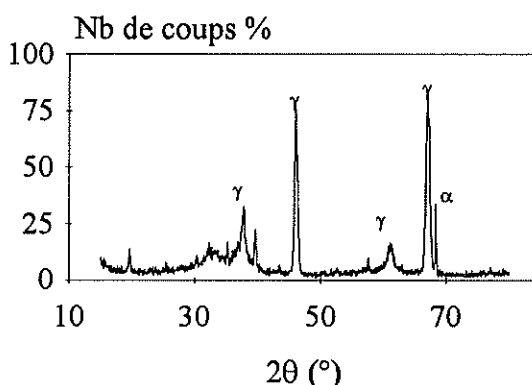


Figure IV-41 : Diagramme du spectre de R-X du dépôt d'alumine (γ) (condition IV)(P+1R)

En effet, les mesures effectuées par M. Vardelle et al [27] ont montré que les vitesses de refroidissement des lamelles étaient comprises entre 10^7 et 10^8 K/s. De telles vitesses impliquent une nucléation préférentielle en phase γ selon Mc-Pherson [31, 32]. Néanmoins, en accord avec les résultats de G. N Heintze et al [33], la nucléation de la phase (α) dans le dépôt est aussi possible dans les zones les plus chaudes, comme le montre la figure IV-41 où le pic (311) apparaît dans la condition IV.

Les hauteurs des spectres mesurées en surface des dépôts sont normalisées par rapport au maximum obtenu dans la condition (I) avec la raie la plus intense (004). La comparaison des spectres montre que plus la température de surface du dépôt augmente, plus la raie des plans cristallins (004) et (400) diminue. Ceci peut être dû à une microfissuration des lamelles de surface, du fait des contraintes de trempe qui augmentent avec la cohésion du dépôt.

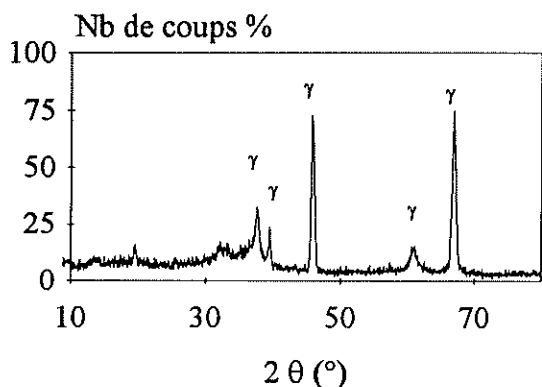


Figure IV-42 : Diagramme du spectre de R-X du dépôt d'alumine (γ) (condition V, P+4R)

IV-7-3 Effet de charge

V-7-3-1 Conditions expérimentales

Avec préchauffage du substrat maintenu 150 secondes, en dépit des risques d'oxydation nous avons fait varier le débit de la poudre de 1 à 3 kg/h et avec un même mode du refroidissement (une ou avec quatre soufflettes) et des débits d'air différents, nous avons pu atteindre différentes températures stationnaires.

N° d'essai	III	VI	V	VII
Débit de poudre (kg/h)	1	3	1	3
Refroidissement	R	R	4.R	4.R
Débits réels (m ³ /h)	47		80 \times 2 = 160	
Temp. de préchauffage(°C)	350		350	
Temp. de surf. du dépôt (°)	550±30	630±50	380±50	500±60
Epaisseur des dépôts (µm)	500	500	500	500

Tableau IV-10 : Conditions de projection liées au refroidissement et au débit de poudre.

Influence de la température et la rugosité de surface sur l'adhérence et la cohésion des dépôts projetés par plasma

Les dépôts d'alumine ont été réalisés uniquement sur deux substrats, l'un en fonte FT25 et l'autre en acier 34CD4. Les conditions de projection liées à la torche sont les mêmes que celles présentées dans le tableau IV-3. Par contre, celles de refroidissement et de préchauffage sont indiquées dans le tableau IV-10.

IV-7-3-2 Résultats de mesures

Les résultats d'adhérence et de micro-dureté obtenus dans ces conditions sont rassemblés dans le tableau IV-11.

N° d'essai	III	VI	V	VII
Fonte <u>FT25</u>	> <u>40</u> <u>Colle</u>	~ <u>28.5</u> <u>(C)</u>	~ <u>32.5</u> <u>Colle</u>	~ <u>29.3</u> <u>(C)</u>
Acier <u>34CD4</u>	> <u>36</u> <u>Colle</u>	<u>26.46</u> <u>(C)</u>	> <u>31.5</u> <u>Colle</u>	> <u>29.2</u> <u>Colle</u>
Microdureté (HV ₅)	1200-1400	1200-1300	1197-1300	Non mesurable (*)

Tableau IV-11 : Adhérence et micro-dureté des dépôts en fonction du débit de poudre.

* : le dépôt est extrêmement poreux

IV-7-3-3 Discussion des résultats

i) Charge de 3 kg/h de poudre

Quel que soit le refroidissement utilisé, en passant d'une charge de 1 kg/h à 3 kg/h, la température du dépôt augmente sensiblement du fait de la chaleur provenant des particules. Avec le débit de poudre de 3 kg/h, la cohésion des dépôts d'alumine est plus faible qu'avec 1 kg/h. Ceci est dû d'une part à l'effet de charge diminuant l'état de fusion des particules (cf mesures en vol de M. Vardelle et al [34]) et d'autre part aux gradients de température plus importants lors du refroidissement avec des passes trois fois plus épaisses, ce qui se traduit par une plus grande macro-fissuration des dépôts. Il est vraisemblable que les plus grandes différences entre les valeurs d'adhérence/cohésion des dépôts à 1 kg/h par rapport à ceux projetés à 3 kg/h obtenus avec un refroidissement à une soufflette proviennent de la température de tir plus élevée. En effet, étant donnée l'épaisseur des passes à 3 kg/h, le mauvais refroidissement induit plus de macro-fissures à haute température.

Les figures IV-43 et IV-44 montrent les spectres de R-X dans les deux cas, avec un pourcentage de la phase (α) plus faible que prévu dans ce cas par rapport aux conditions III et V.

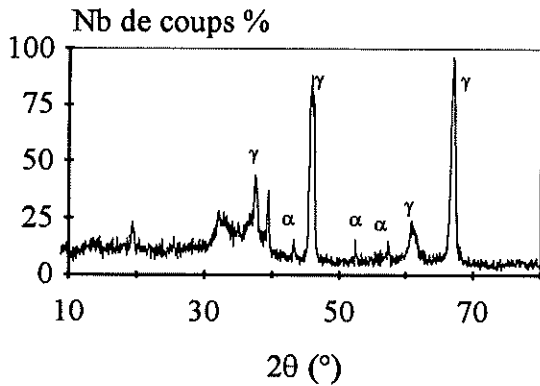


Figure IV-43 : Spectre de R-X des dépôts d'alumine projeté dans la condition (VI) 1R-3 kg/h.

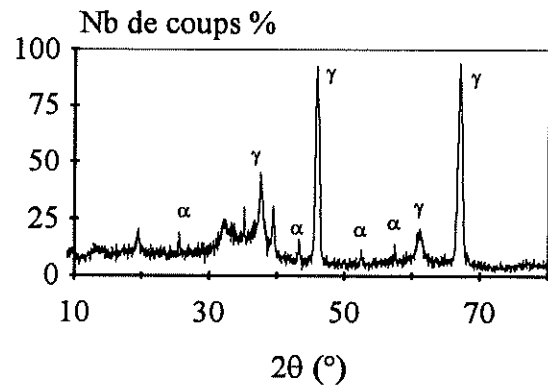


Figure IV-44 : Spectre de R-X des dépôts d'alumine projeté dans la condition (VII) 4R-3 kg/h.

IV-7-4 CHAUFFAGE PAR FOUR ELECTRIQUE

D'après cette première étude, le préchauffage est indispensable pour améliorer l'adhérence des dépôts. Aussi afin de mieux le contrôler, nous avons réalisé un four à résistance électrique, adapté au porte échantillons, pour les préchauffer avant le tir et aussi pour contrôler les gradients thermiques générés lors du refroidissement du dépôt et du substrat (cf figure IV-45).

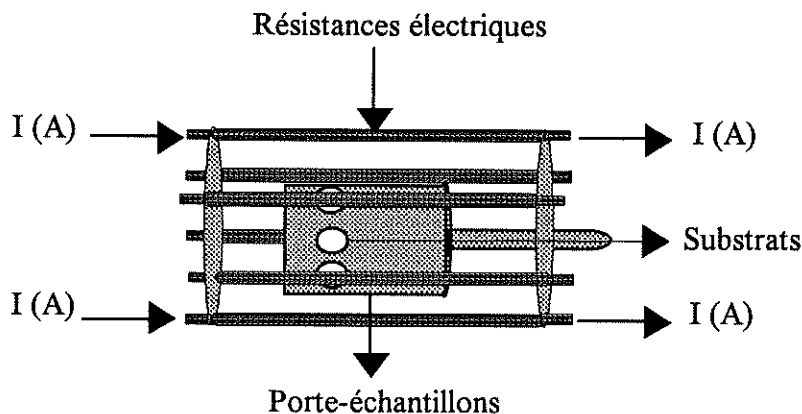


Figure IV-45 : Four électrique utilisé pour le préchauffage

Lors des premiers essais effectués avec un préchauffage de quelques minutes, la température atteinte par le substrat est de l'ordre de 300°C, mais les échantillons sont totalement oxydés comme en témoigne leur couleur (roux-marron). Après le tir avec un

1 kg/h de poudre d'alumine l'adhérence est de l'ordre de 3 MPa, voire nulle pour un dépôt de 450 μm .

Ceci démontre que le préchauffage par plasma est plus intéressant dans la mesure où il oxyde nettement moins les substrats de par sa vitesse de chauffage et peut être aussi par la présence d'hydrogène.

IV-7-5 ETUDE DE L'INFLUENCE DU SABLAGE ET DE LA TEMPERATURE

Les résultats du paragraphe IV-7-4 nous ont amenés dans ce qui suit à réaliser le préchauffage en 60 secondes environ (suivant la température à atteindre), en chauffant dès le départ sans l'air de refroidissement et en ouvrant les électrovannes simultanément avec la projection de la poudre. Une fois le dépôt achevé, le refroidissement est celui obtenu en coupant simultanément le jet de plasma, les débits d'air de refroidissement la rotation des échantillons et en laissant les substrats et le porte échantillons se refroidir naturellement.

Nous avons alors étudié l'influence de la rugosité du substrat en fonction de la température de préchauffage. Pour cela, nous avons considéré trois substrats : la fonte FT25, le Ti6Al4V souvent appelé TA6V qui résiste mieux en principe à l'oxydation, et l'acier inoxydable 304L. Notons au passage la différence des coefficients de dilatation : FT25 : 10^{-5} m/m.K, Ti6Al4V : 5.10^{-6} m/m.K, acier Inoxydable (304L) : 16.10^{-6} m/m.K.

Les conditions de tir sont résumées dans le tableau IV-12 et celles de sablage dans le tableau IV-13.

IV-7-5-1 Conditions de refroidissement

Conditions	Mode de refroidissement	Temp. du préchauffage (°C)
II	P+B+R	200
III	SP+R	20
IV	P+R	300
VIII	P+R	350
IX	P+R	500

Tableau IV-12 : Conditions de refroidissement et températures de préchauffage.

IV-7-5-2 Conditions de sablage

Taille d'abrasif d'alumine (mm)	0.5	1	1.4
Rugosité R (µm)	5-6	10-12	15-17

Tableau IV-13 : Rugosité Ra (µm) de surface des substrats

i) Substrat en fonte FT25

Le tableau IV-14 résume les valeurs d'adhérence/cohésion mesurées.

Conditions \ Ra (µm)	5-6	10-12	15-17
II	35±1 (A)*	26±4 (A)	27±1 (A)
III	15±1 (A)	18±2 (A)	23±4 (A)
IV	58±3 (C)	43±4 (A-C)**	57±1 (A-C)**
VIII	~		32±1 (A-C)**
IX	-		52±1 (A-C)**

Tableau IV-14 : Résultats d'adhérence Al₂O₃/FT25.

* 80 % adhésive, ** 70 % cohésive, (C) : 100 % cohésive.

On constate que lorsqu'il n'y a pas d'oxydation apparente des substrats, c'est à dire pour les conditions II et III, l'adhérence et/ou la cohésion augmentent avec la température pour tous les Ra. Il est cependant surprenant que les meilleurs valeurs d'adhérence soient obtenues avec le Ra le plus faible (rupture cohésive du dépôt à 58±3 MPa), alors que pour le Ra le plus élevé la rupture est en partie à l'interface. De façon systématique, le Ra intermédiaire nous donne les plus faibles valeurs, sans que nous puissions clairement en expliquer la raison. Lorsque la température du substrat croît jusqu'à 350°C, l'adhérence/cohésion diminue pour le Ra de 15-17 µm, peut être parce que l'oxydation a débuté (cf condition VIII).

Les figures IV-46 et IV-47 montrent le bon contact qui existe entre les lamelles et le substrat en fonte FT25 préchauffé à 350°C. Par contre, pour un préchauffage à 500°C, l'adhérence croît à nouveau. C'est peut être dû au fait qu'à cette température la particule à l'impact peut fondre localement l'extrémité des pics créés par le sablage (formation des points de soudures) et le contact peut être amélioré par diffusion métal-alumine. Toutefois, il s'agit là d'une hypothèse que nous n'avons pas encore pu vérifier, ni par le calcul ni par la mesure. Par ailleurs, à cette température, du fait de la surchauffe locale par les particules, le substrat atteint peut être un état plastique à l'interface (déformation plastique du substrat au niveau de l'interface réduisant les contraintes dilatométriques) comme semblent le montrer les résultats du chapitre-V.

Pour un préchauffage à 500°C, comme le montrent les planches indiquées sur les figures IV-48 et IV-49, l'amélioration de l'adhérence est due à un bon contact entre les lamelles et le substrat par une bonne mouillabilité (fusion locale de l'ordre du micron) des aspérités de surface du substrat. Il est surprenant que cette interface de l'ordre de 5 μm (cf. figures IV-48 et IV-49) soit uniquement une couche d'oxyde, étant donné que l'adhérence est bonne. Ces expériences démontrent qu'il existe une meilleure adhérence grâce à une température élevée du contact lamelle-aspérités de la surface, même si ces résultats n'ont pas encore été vérifiés.

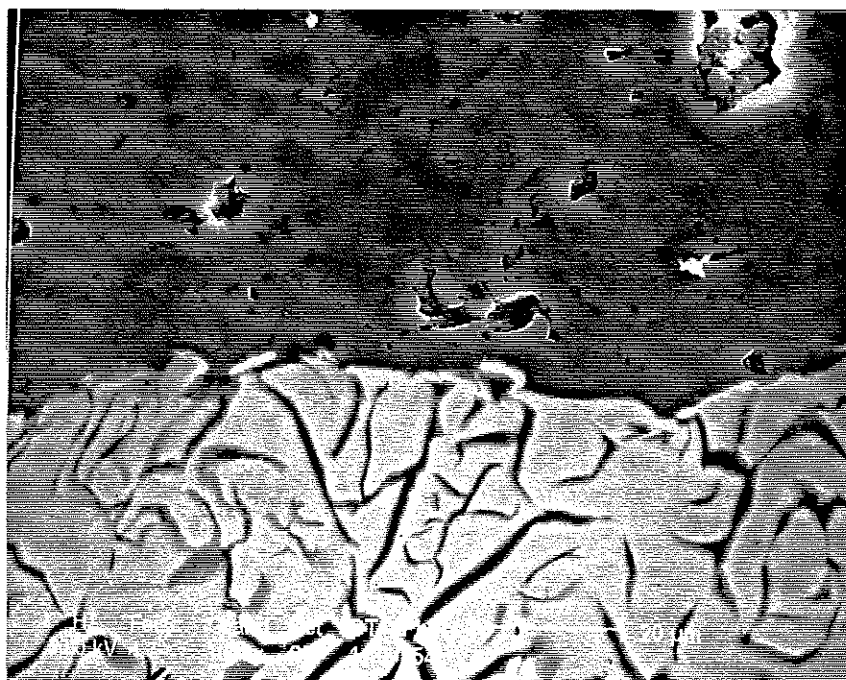


Figure IV-46 : Interface dépôt d'alumine-fonte (FT25) préchauffé à 350°C (condition IV, P+R).



Figure IV-47 : Interface dépôt d'alumine-fonte (FT25) préchauffé à 350°C (condition IV, P+R).

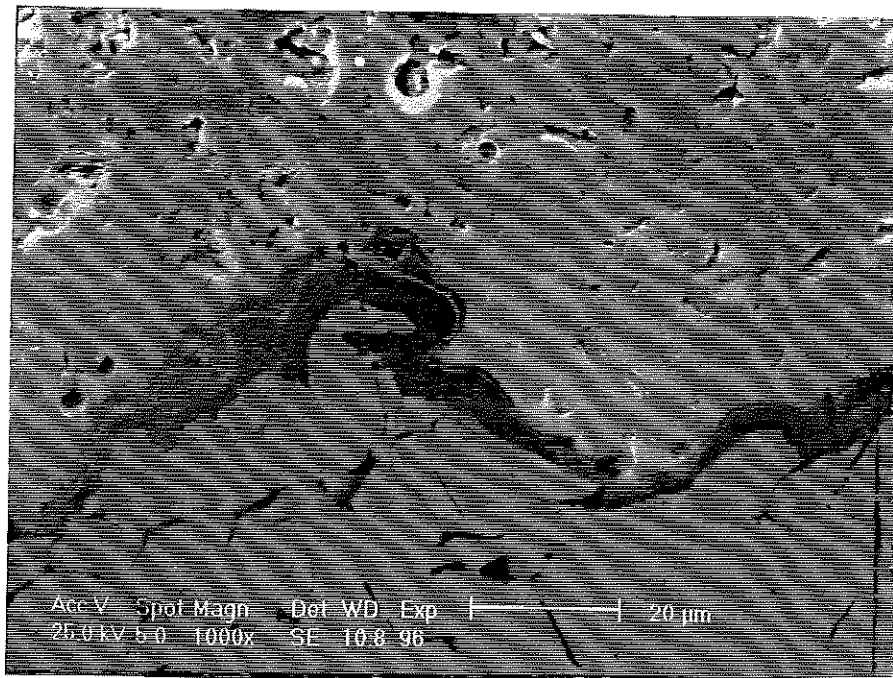


Figure IV-48 : Interface dépôt d'alumine-fonte (FT25) préchauffé à 500°C (condition IV, P+R).

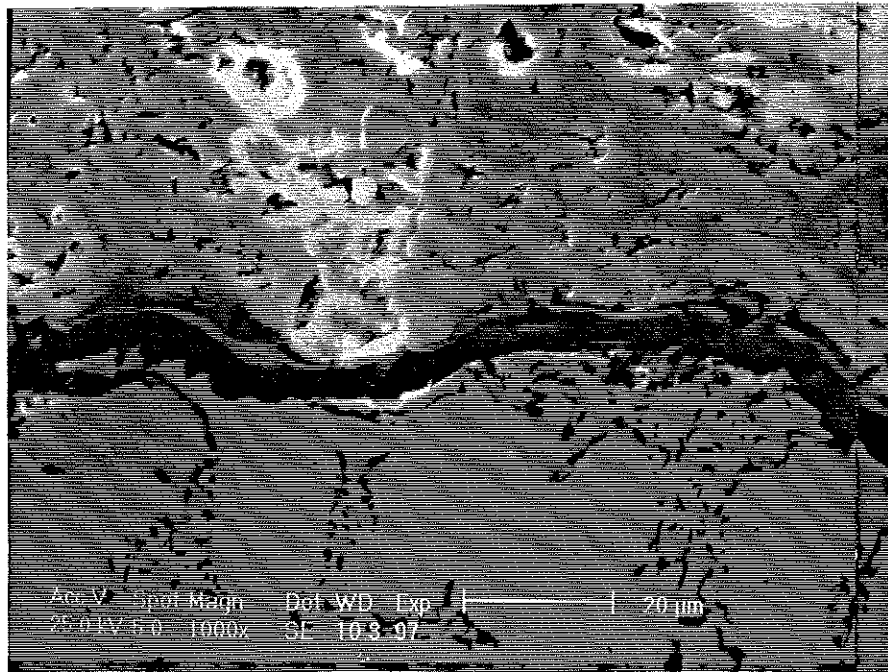


Figure IV-49 : Interface dépôt d'alumine-fonte (FT25) préchauffé à 500°C (condition IV, P+R).

ii) Substrat en Ti6Al4V

Le tableau IV-15 résume les résultats obtenus.

Conditions \ Ra (μm)	5-6	10-12	15-17
III	Sans préchauffage, l'adhérence est d'autant plus faible que la rugosité est faible.		27±1 (A)
IV	60±3 (C)	50±2 (A)*	57±1 (A)*
VIII	~		38±4 (A-C)**
IX	~		61±2 (C)

Tableau IV-15 : Résultats d'adhérence Al₂O₃/Ti6Al4V.

* 80 % adhésive, ** 70 % cohésive, (C) : 100 % cohésive.

La condition III sans préchauffage nous donne la limite inférieure d'adhérence avec le sablage de 15-17 μm .

Les résultats obtenus pour la condition IV confirment largement ceux obtenus pour la fonte FT25 et ce pratiquement indépendamment du coefficient de dilatation avec ici un dépôt légèrement en tension et non en compression. Comme pour la fonte à 350°C, l'adhérence diminue et à 500°C elle est redevenue excellente.

A titre d'exemple, les figures IV-50-a et IV-50-b montrent l'évolution des contraintes appliquées sur les dépôts en fonction de l'allongement, obtenues dans les conditions optimales de projection, soit avec le FT25 soit avec le Ti6Al4V.

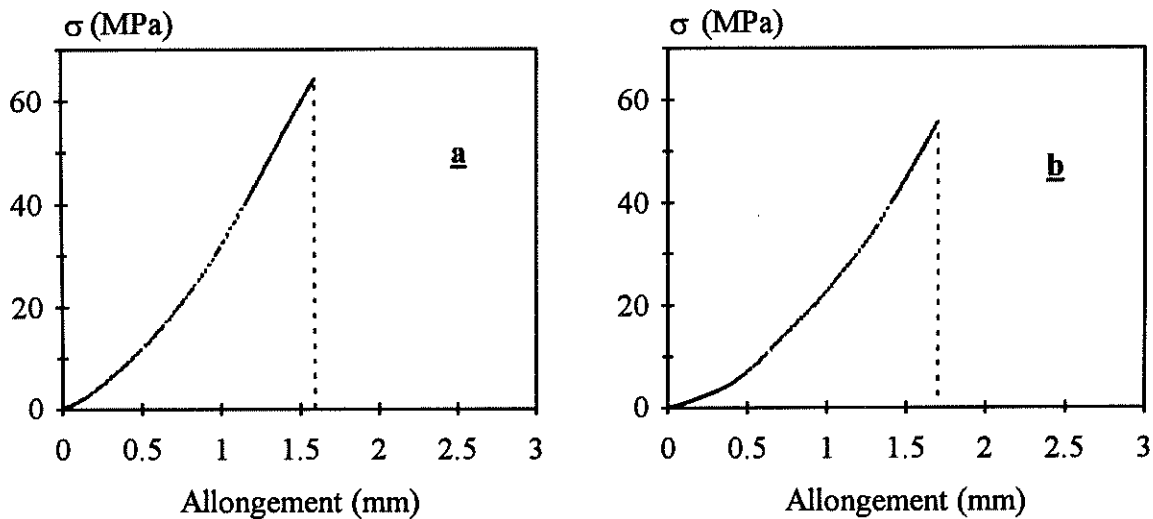


Figure IV-50 : Contraintes à la rupture (Cohésives) obtenues lors de test de traction (condition P+R, 1 kg/h).

La décohésion a toujours eu lieu en dessus (quelques dizaines de micromètres) de l'interface dépôt-substrat et jamais au milieu du dépôt, sauf dans le cas exceptionnel où le refroidissement ainsi que le débit de poudre sont beaucoup plus importants, notamment dans le cas de quatre soufflettes avec un débit de poudre de 3 kg/h, où la rupture a lieu au milieu du dépôt. Il convient enfin de noter que plus le débit de poudre est élevé, plus les conditions de refroidissement deviennent critiques.

Comme dans le cas de la fonte, les planches représentées dans les figures IV-51 et IV-52 montrent un contact parfait entre le dépôt d'alumine et le substrat TA6V avec un Ra de l'ordre de 5 μm pour une température de préchauffage de 300°C.



Figure IV-51 : Interface alumine-Ti6Al4V préchauffé à 350°C (condition IV, P+R avec Ra # 5 μm).

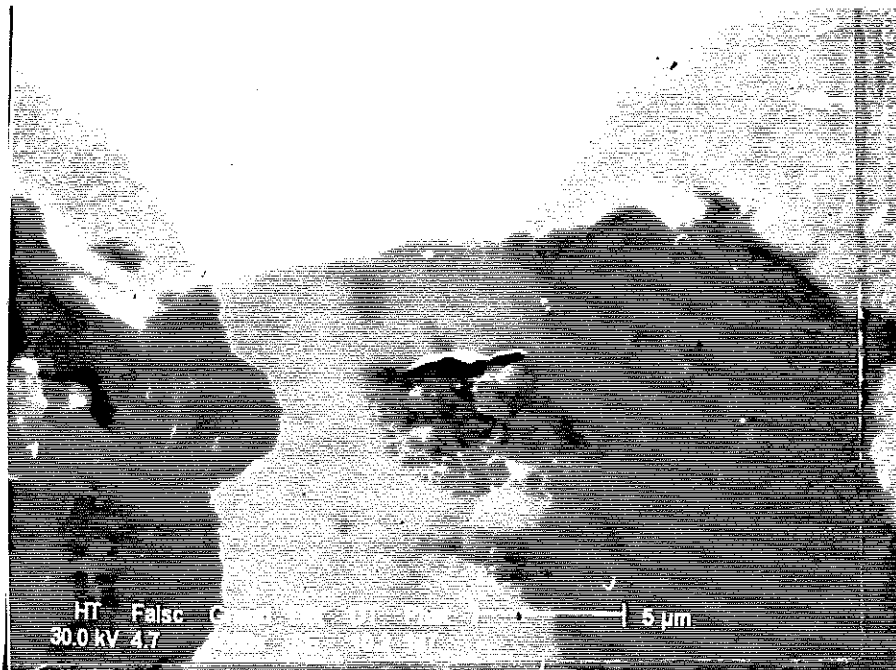


Figure IV-52 : Interface alumine-Ti6Al4V préchauffé à 350°C (condition IV, P+R avec Ra # 5 μm).

iii) Substrat en acier inoxydable 304L

Les tirs ont été effectués avec les conditions III, IV, VIII et IX avec ou sans préchauffage et uniquement pour le Ra de 15-17 μm . Dans tous les cas (sauf avec barrage d'air où la température du substrat est beaucoup plus faible, ce qui implique une dilatation faible du substrat en cours de tir et une bonne adhérence physique), le dépôt ne tient pas, il se détache au cours du refroidissement du fait du différentiel de dilatation. Avec préchauffage, il faut atteindre au moins 300-350°C pour commencer à avoir une faible adhérence. Celle-ci croît avec la température, mais n'atteint pas les valeurs obtenues avec la fonte FT25 ou l'alliage Ti6Al4V. Cependant, des procédures spécifiques de préchauffage et de tir devraient permettre d'améliorer l'adhérence alumine-acier (304L). Toutefois, des résultats comparables à ceux obtenus jusqu'alors peuvent aussi être obtenus sur l'acier (304L) avec des métaux ou des céramiques autres que l'alumine.

Conditions	III	IV	VIII	IX
Adhérence	n'adhère pas	n'adhère pas	10 \pm 2 (A)*	27 \pm 5 (A)*

Tableau IV-16 : Résultats d'adhérence du duplex alumine Al₂O₃/304L acier Inoxydable.

* désigne une adhérence pure

IV-7-6 Influence de l'épaisseur du dépôt

Lorsque l'on augmente l'épaisseur du dépôt dans les conditions optimales de tir (1 soufflette, préchauffage à 380°C, Ra de 15-17 μm , substrat de FT25) l'adhérence/cohésion du dépôt diminue comme indiqué sur la figure IV-53.

Le défaut d'adhésion est probablement dû à un effet d'oxydation, en effet l'interface des dépôts épais est brun-noir, couleur caractéristique de l'oxydation, qui se poursuit pendant le tir du fait de la porosité du dépôt, vraisemblablement accrue par le moment de contraintes de compression dans le dépôt qui croît avec l'épaisseur (cf chapitre-V). Un tel tir implique donc l'utilisation d'une atmosphère contrôlée et/ou d'une sous-couche.

Il semble que l'adhérence d'un tel dépôt épais pourrait être améliorée à l'aide d'un préchauffage tout en évitant l'oxydation du substrat en cours de tir. Cette oxydation provenant des gaz chauds arrivant à l'interface dépôt substrat pourrait être limitée, soit en travaillant à basse température en cours de tir (à l'aide d'un barrage par exemple), soit en

agissant sur la vitesse relative torche-substrat (lentes) de telle façon que les cordons déposés soient épais, soit en réalisant le dépôt à plusieurs reprise.

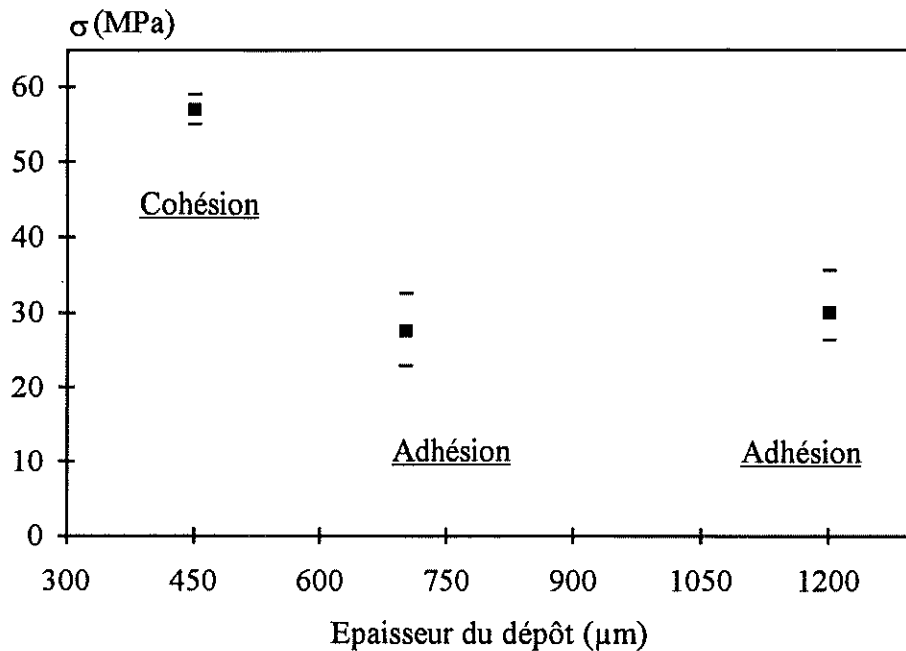


Figure IV-53 : Adhérence dépôt (Al_2O_3)-substrat (FT25) en fonction de l'épaisseur du dépôt.

IV-7-7 Micro-analyse (EDAX)

La micro-analyse de l'interface dépôt-substrat a été effectuée à l'aide d'une sonde EDAX permettant d'observer une surface de $3 \times 3 \mu\text{m}^2$.

Les résultats obtenus avec le refroidissement par une soufflette ou par quatre soufflettes sur un substrat de fonte (R_a de $15-17 \mu\text{m}$) semblent indiquer une diffusion du fer dans l'alumine comme le montrent les figures IV-54 et IV-55, relatives au refroidissement avec une soufflette et un débit de 1 kg/h . Il convient de noter que sans préchauffage, la même mesure indique un passage abrupt de la fonte à l'alumine.

Les mesures de micro-dureté (sous une charge de 5 N) montrent (cf figure IV-56) une évolution de celle-ci au voisinage de l'interface dans toutes les conditions de préchauffage, alors qu'une telle évolution est moins constatée sans préchauffage. Ceci semble confirmer l'hypothèse de diffusion et une évolution des contraintes résiduelles en profondeur du substrat.

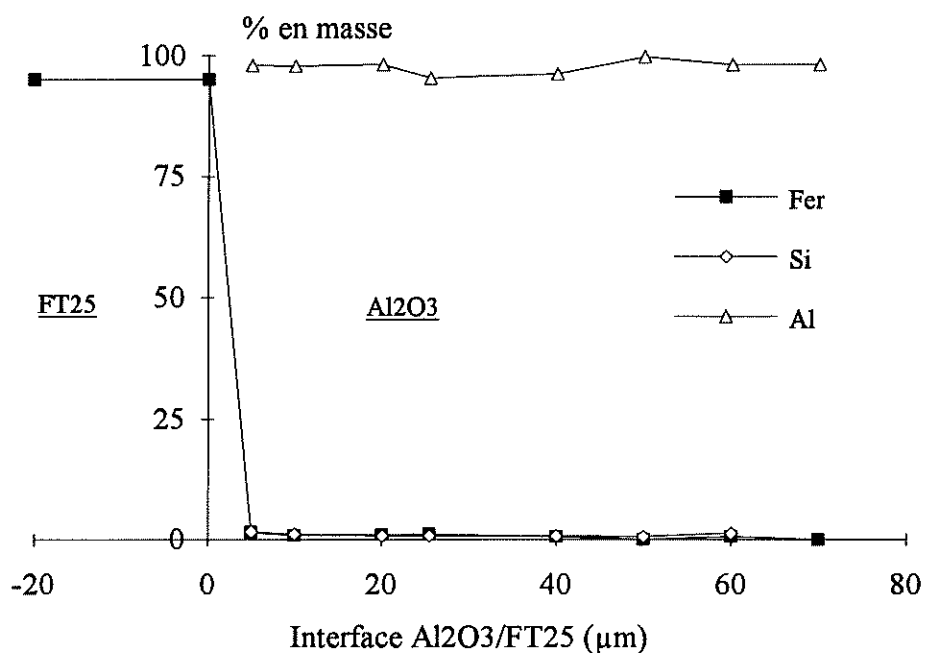


Figure IV-54 : Trace de fer en profondeur (quelques microns) du dépôt d'alumine réalisé avec un préchauffage du substrat avant tir et avec un barrage d'air et une soufflette arrière disposée à l'opposé de la torche pendant le tir (P+B+R).

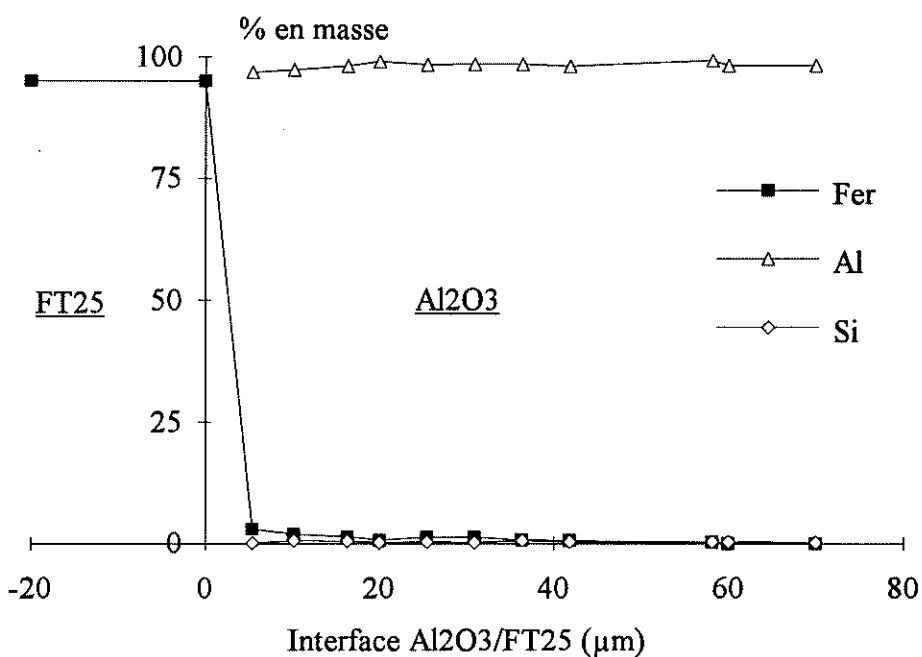


Figure IV-55 : Diffusion du fer dans le dépôt d'alumine réalisé avec un préchauffage du substrat avant tir et avec une soufflette disposée à l'opposé de la torche ou avec 4 soufflettes entourant le substrat pendant le tir (P+R ou P+4R).

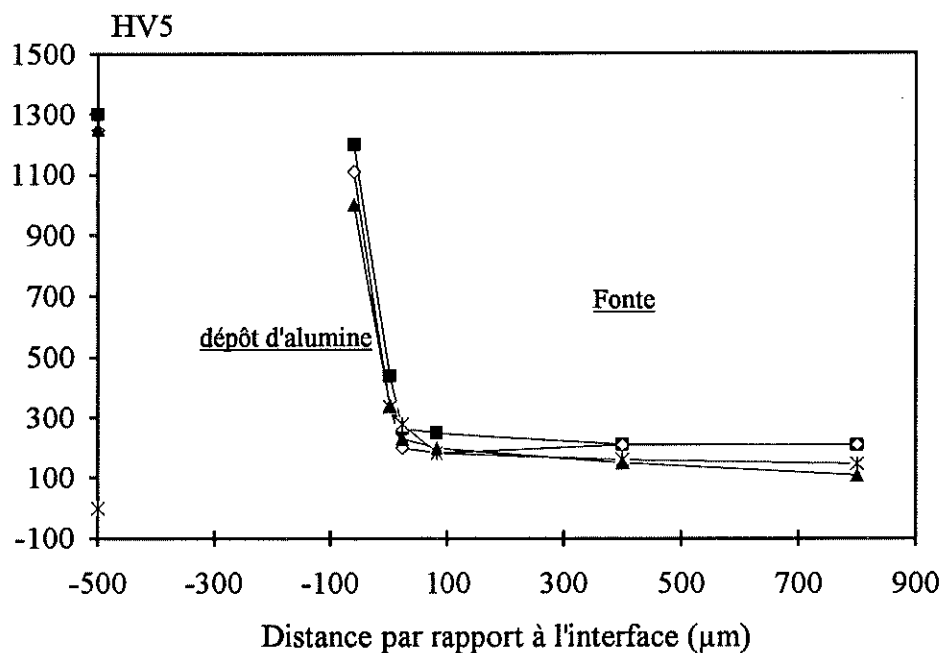


Figure IV-56 : Evolution de la micro-dureté para rapport à l'interface

IV-7-8 Conclusion

Le préchauffage du substrat sans oxydation a un rôle très important sur l'adhérence et sur la cohésion du dépôt et un préchauffage adéquat permet de travailler avec un Ra faible. Il est cependant important de souligner que l'effet des contraintes thermiques et dilatométriques n'est pas négligeable vis à vis de l'adhérence. Lorsque ces contraintes sont accommodées par déformation plastique dans le substrat, l'adhérence mécanique voire chimique ou diffusionnelle s'améliore.

Pour un substrat froid, l'adhérence des dépôts d'épaisseur 400-500 µm croît largement voire linéairement avec la rugosité Ra. Lorsque le substrat est préchauffé, plusieurs cas peuvent se présenter :

a) pour des températures de préchauffage de 300°C pour des substrats de fonte FT25, d'acier 34CD4, d'alliage de titane Ti6Al4V, l'adhérence des dépôts est plus que doublée par rapport à un substrat froid, quelle que soit la valeur du Ra. Cependant, si à 300°C, on compare l'influence des Ra, les meilleurs résultats sont obtenus pour un Ra de 5-6 µm, une valeur voisine étant mesurée avec un Ra de 15-17 µm et sans qu'on puisse l'expliquer clairement, une valeur intermédiaire étant obtenue pour le Ra de 10-12 µm.

b) pour un préchauffage à 350°C, le problème d'oxydation semble devenir prépondérant pour la fonte FT25, l'adhérence du dépôt diminuant alors. Selon la nature du

substrat, un chauffage rapide (à moins ou environ de 60 secondes) par la torche à plasma semble être indispensable, si l'on souhaite bénéficier de l'effet de température sans être pénalisée par l'oxydation.

c) pour un préchauffage à 500°C en dépit de l'oxydation, l'adhérence croît à nouveau pour la fonte et le Ti6Al4V pour les plus grandes valeurs de Ra, ce qui semble provenir de la fusion local des pics de sablage par les particules d'alumine à l'impact (création des points de soudure) et semble favoriser la diffusion fer → alumine (Al₂O₃-FT25).

d) la cohésion du dépôt croît également avec la température de façon très nette dès 200-250°C.

e) les contraintes résiduelles générées lors du préchauffage jouent également un rôle important. Lorsqu'elles deviennent trop importantes, par exemple du fait du différentiel de dilatation (en particulier l'alumine sur l'alliage d'aluminium AU4G) avec des macro-fissurations parallèles à l'interface, le dépôt se délamine dès lors que la température de préchauffage dépasse 250°C.

f) Les conditions de refroidissement du dépôt, pour une même température stationnaire atteinte, jouent un grand rôle sur les valeurs d'adhérence/cohésion obtenues, peut être en raison des fluctuations de température dûes aux déplacements de la torche et du porte substrat. Enfin, un refroidissement par jet d'air dirigé vers le point d'impact des particules est catastrophique pour les conditions d'adhérence/cohésion.

Les résultats sur l'augmentation de l'adhérence/cohésion du dépôt avec la température du substrat ou des couches d'alumine déjà déposées sont confirmés par les mesures actuellement faites au laboratoire par M. Vardelle et L. Bianchi sur l'écrasement des particules. En effet, le contact particule écrasée-substrat ou couche déjà déposée augmente très notablement dès que la température de la surface dépasse 200°C sans oxydation.

g) la rugosité de surface des dépôts diminue plus (3 fois plus faible) avec un barrage d'air qu'avec un refroidissement dirigé vers la surface du dépôt. Avec barrage d'air, l'adhérence des dépôts d'alumine sur métaux est aussi bonne, mais un préchauffage adéquat (températures de préchauffage peu élevées avec des Ra faibles sans oxydation du substrat), pourrait mener à des résultats beaucoup plus meilleurs que ceux obtenus jusqu'alors.

h) Dans le cas des dépôts plus épais, l'adhérence pourrait être aussi très bonne, soit par modification des conditions de préchauffage (à moins de 60 secondes) et des conditions de refroidissement (en utilisant par exemple un barrage d'air réduisant les gaz chauds arrivant au substrat), soit par réalisation du dépôt en plusieurs étapes, soit en

*Influence de la température et la rugosité de surface sur l'adhérence et la cohésion des dépôts projetés
par plasma*

utilisant une sous-couche anti-oxydante servant aussi d'adaptation des contraintes dilatométriques, soit enfin par un environnement contrôlé.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE IV

- [1] P. Fauchais, M. Vardelle, A. Vardelle, J.F. Coudert, Metallurgical Transactions 20B, (1989), 263.
- [2] P. Fauchais, J.F. Coudert, A. Vardelle, M. Vardelle, A. Grimaud, P. Roumilhac, Proc. NTSC 87, Orlando Fl, (Pub.), ASM, (1988), p. 11.
- [3] P. Fauchais, A. Grimaud, A. Vardelle, M. Vardelle, Ann. Phys. Fr. 14, (1989) 281.
- [4] A. Tronche, Contribution à l'étude de dépôts durs projetés par plasma sur des substrats d'aluminium afin de leur conférer des propriétés antiusure et certaines qualités de frottement, Thèse docteur ingénieur, Université de Limoges, 29 Mai 1986.
- [5] S. Amada, H. Yamada, S. Yematsu an Y Saotome, Proceeding of the International thermal Spray Conference & Exposition, Orlando, Florida, USA, 28 May-5 June 1992, p. 915-920
- [6] S Amada , Y. Yamada , 11th Int. Sympo. on Plasma Chemistry, 1, (Pub.), (ed.) John Harry, (1993), p. 150-155.
- [7] D. H. Janes, Journal of Mechanical Working Tech., 10, (1984), p. 221-232.
- [8] Thermal spraying, (Pub.) American Welding Society, Miami, F1 USA, (1985).
- [9] L. Gyenis, A. Grimaud, O. Betoule, F. Monerie-Moulin, P. Fauchais, M. Ducos, 2nd Plasma Tech. Sym., 1, (1991), p. 95, (Pub.), Plasma Technik, Wohlen (CH).
- [10] W. Funk, F. Goebe, M. Mauz, 1st Plasma Technik Symposium, 1, (1989), p. 59-66, (Pub.), 1st Plasma Technik, Wohlen (CH).
- [11] M. Mellali, P. Fauchais, A. Grimaud, J. High. Temp. Chem. Processes, 1, (3), (1992), p. 186-193.
- [12] M. Mellali. P. Fauchais, A. Grimaud, Thermal Spraying Conference, (Pub.), DVS Düsseldorf, Proc., 152, (1993), p. 392.
- [13] L. Bianchi. M. Mellali. P. Fauchais, A. Grimaud, ISPC 11, 1, (1993), p. 172, (eds.) Prof. Harry, University of Loughborough, GB.

- [14] A. Itoh, M. Hiraka, Ayagaki, Proceedings of NTSC., 1993, Annaheiwen, C.A. 7-11, June 1993, (Pub.), ASM int. Oh., USA, 1993, p. 593-600.
- [15] C. P. Bergmann, Proceeding of the N.T.S.C., Anaheim, CA, 7-11 June 1993, (Pub.), ASM int. Oh., USA, (1993), p. 537-541.
- [16] P. Yu Pekshev, V.A. Safinltin, A.A. Baikov, in High-Temp. Dust Laden Jets, (Pub.) VSP, NL, 1989, p. 437.
- [17] M. Mellali, DEA, Contribution à l'étude granulométrique des poudres par analyse d'image, Université de Limoges, (1989).
- [18] Thermal Spraying. Determination of tensile adhesive strength. European Standard CEN/TC 240 N53, Jan.1993, (Pub.).
- [19] A. S. M 633-79 Part 17, Standard test method for adhesive or cohesive strength of flame sprayed coating (1979).
- [20] W. Han, E. F. Rybicki and J. R. Shadley, Proceeding of the International Thermal Spray Conference &Expositio, Orlando, Florida, USA, 28 May-5 June 1992, (Pub.) ASM Int. Oh. USA, (1992), p. 911-914.
- [21] B. A. Chapman, H. D. Deford, G. P. Wirtz and S. D. Brown, Technology of glass, ceramic, or glass-ceramic to metal sealing, MD, 4, p.77-87, W. D Moddeman, C. W. Merten, and D. P. Kramer, eds, American Society of Mechanical engineers, New-York (1987).
- [22] S. V Shavirker, Soviet Powder Metallurgy and Metals Ceramics, 6, (1967), p. 483-485.
- [23] S. D. Brown, B. A. Shapman, G. P. Wirtz, Int. Thermal Spray Conf., (Pub.), SM Int. Oh., USA, (1988), p. 147-157.
- [24] O. Ambroz and J. Krejova, Proceeding of the Int. Thermal spray Conference Exposition, Orlando, Florida USA, 28 May-5 June1982, (Pub.) ASM int. Oh., USA, (1992), p. 921-927.
- [25] O. Betoule, G. Soucy, M. Vardelle, P. Fauchais, M.I. Boulos, M. Ducos in Thermal Spray : International Advances in Coatings Technology; (Pub.), ASM Int., (1992), p. 773.

*Influence de la température et la rugosité de surface sur l'adhérence et la cohésion des dépôts projetés
par plasma*

- [26] J.F. Coudert, M.P. Planche, O. Betoule, M. Vardelle, P. Fauchais, In Thermal Spray Coatings : Research, Design and Applications (Pub.) ASM Int. Oh., USA, (1993), p. 19.
- [27] M. Vardelle, A. Vardelle, A. C. Leger, P. fauchais, To be published in the Proc. of NTSC 94 (Pub.), ASM Int. Oh., USA.
- [28] K. Furukubo, S. Oki and S. Gohda, Proc. of Int. Therm. Spray Conf., (Pub.), ASM, Int. Oh. USA, (1992), p. 705-709
- [29] A. R. Nicoll, In Thermal Spray Technology New Ideas and Process, (Pub.), ASM Int. Oh., USA, (1989), p. 19-25
- [30] F. Monerie Moulin, Contribution à l'étude des flux thermiques imposés en projection plasma au substrat et au dépôt et à leur influence sur les propriétés du dépôt, Thèse, Université de Limoges (1993).
- [31] R. Mc Pherson, Thin Solid Films 83, (1981), p. 297.
- [32] R. Mc Pherson, Jour. of Materials Science, 15, (1980), p .3141-3149.
- [33] G. N. Heintze and S. Uematsu, Surface and Coatings Technology, 50,⁽³⁾(1992), p. 213-222.
- [34] A.. Vardelle, M. Vardelle, P. Fauchais, P. Proulx, M. Boulos, in Thermal Spray International Advances in Coatings Technology, (Pub.), ASM Int. Oh., USA, (1992), p. 543.

CHAPITRE - V

Etude des contraintes résiduelles dans les dépôts d'alumine projetés par plasma thermique

V-1 MODELISATION DES CONTRAINTES DANS LES DEPOTS

En général, on admet que dans les dépôts et les substrats, trois types de contraintes existent (en excluant celles dûes aux changements de phases avec variation des paramètres de maille).

1 - les contraintes dues à la préparation du substrat.

2 - les contraintes de trempe qui sont établies au sein de chaque lamelle lors de leur refroidissement.

3 - les contraintes dûes au différentiel de coefficient de dilatation entre le dépôt et le substrat ou au sein même des dépôts du fait de l'existence de gradients thermiques. Notons au passage que si l'on admet que le gradient de température est négligeable, tous les calculs effectués pour ce type de contraintes supposent en général que le dépôt et le substrat sont sans contrainte à la température de tir et que les contraintes sont générées lors du refroidissement de l'ensemble dépôt-substrat à la température ambiante. Notons enfin que ces contraintes seront différentes suivant que l'épaisseur du dépôt et du substrat ainsi que les conditions de bridage permettront ou non à l'ensemble dépôt-substrat de s'incurver

V-1-1 Problèmes spécifiques aux contraintes dans les dépôts

Les contraintes résiduelles, en supposant le comportement purement élastique, sont définies par la formule générale :

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (1)$$

où E est le module d'Young et ε la déformation.

Si la déformation (ε) peut être déterminée avec une certaine précision, le calcul de la contrainte passe automatiquement par le module d'Young (E). Or celui-ci dépend beaucoup des paramètres de projection, de l'état de fusion et de la vitesse des particules avant l'impact [1], des contacts inter lamellaires (pour l'alumine le contact réel est de 25 à 30% de la surface apparente [2, 3]), de la porosité [4], des micro et macrofissurations dans les dépôts, c'est à dire des contraintes que celui-ci a subies et relaxées. Le résultat obtenu dépend donc du choix de E et les calculs effectués avec des valeurs de E relatives aux matériaux massifs peuvent être différents de ceux effectués avec les valeurs de E réelles des dépôts (pour les dépôts céramiques E peut facilement être le quart ou le tiers de la valeur du matériau massif [3, 5]). Par ailleurs, l'expression (1) est relative à un comportement purement

élastique et uniaxial, ce qui n'est pas toujours le cas, soit parce que la limite de déformation plastique est atteinte, soit parce que la genèse des micro et macrofissurations a considérablement relaxé les contraintes [5-8] (le dépôt ne satisfait donc plus les conditions de la mécanique des milieux continus).

Dans tout ce qui suit, d'une part les calculs ou les mesures seront toujours relatifs à un comportement élastique et d'autre part les valeurs de E et celles des coefficients de dilatation thermique seront supposées ne pas varier avec la température, ce qui n'est pas tout à fait le cas réel.

V-1-2 Les contraintes de préparation du substrat

Le sablage, comme le grenailage [9], engendre des contraintes superficielles résiduelles sur la partie superficielle de la pièce traitée.

Le sablage destiné à créer une surface rugueuse adaptée à la taille des particules des matériaux projetés induit des déformations plastiques (sans contrainte) et entraîne aussi des contraintes résiduelles de compression au voisinage de la surface du substrat métallique. Celles-ci peuvent être très importantes sur des profondeurs de quelques dizaines de micromètres de la surface [10]. Leur ordre de grandeur varie en fonction de la nature du métal utilisé (propriétés mécaniques et limite d'élasticité) et des conditions de sablage utilisées (nature et taille d'abrasif, pression de sablage, la distance de projection et la durée du traitement). Elles sont d'autant plus importantes que la pression est importante et la taille de l'abrasif est grande. Par exemple, les éprouvettes minces s'incurvent après sablage, il est donc possible de mesurer la courbure de l'éprouvette et par la suite de retrouver les contraintes résiduelles dues au traitement [11]. La forme de l'éprouvette est toujours convexe, ce qui montre que ces contraintes sont toujours en compression (surface traitée est concave) et jamais en tension (cf figure V-1-a).

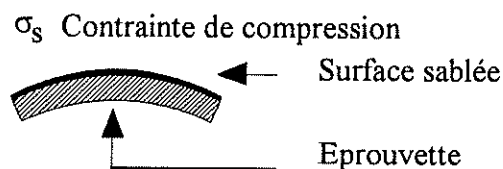


Figure V-1-a : Flexion d'une éprouvette en métal après sablage.

Quand à l'analyse par diffraction des R-X (cf figure V-1-b), le sablage engendre un déplacement du pic de diffraction vers les grands angles de (2θ) (ou vers les distances inter-réticulaires (d_{hkl}) faibles). Ce déplacement correspond à une déformation globale (ϵ_t), ayant une composante correspondante à une déformation plastique résiduelle (ϵ_p)

(sans contrainte) et une composante correspondante à une déformation résiduelle élastique (ϵ_r) (contraintes résiduelles de compression induites). Quand à la diminution de la hauteur et à l'élargissement du pic, ces effets sont typiquement liés à l'état rugueux de la surface.

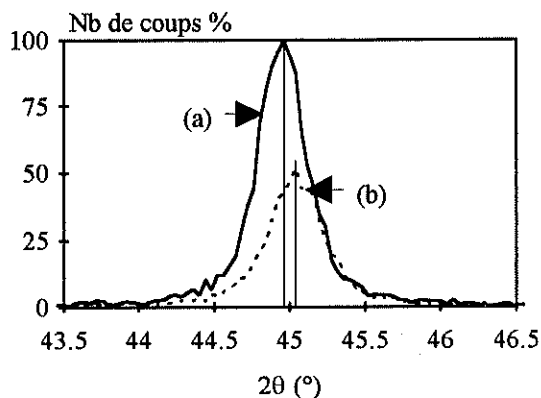


Figure V-1-b : Déplacement de pic (fonte FT25)
(a) : avant sablage, (b) : après sablage.

V-1-3 Les contraintes de trempe dans les lamelles

Le refroidissement rapide (de l'ordre de quelques micro-secondes) des lamelles écrasées sur un substrat plat conduit à des contraintes planes en tension au sein de chaque lamelle [1, 5-7]. Ces contraintes résiduelles dues à la contraction thermique d'une lamelle sans tenir compte de relaxations (dûes à la microfissuration, à la déformation plastique, au retrait, au fluage ...) peuvent être évaluées théoriquement avec les hypothèses suivantes :

- Après son étalement, la lamelle adhère parfaitement au métal maintenu à température T_s .
- Son épaisseur est tout à fait négligeable par rapport à celle de son support.
- Au cours de la trempe, les propriétés thermo-mécaniques α_d et E_d de la lamelle ne varient pas avec la température.

Pour une lamelle d'alumine, de coefficient de dilatation thermique $\alpha_d=8.10^{-6} K^{-1}$ et de module d'Young $E_d=100$ GPa [12], supposée, se solidifier lors de son refroidissement, à la température de fusion $T_f=2313$ K, la déformation et la contrainte thermique dues à la contraction des lamelles après solidification sont données par les expressions:

$$\epsilon_{q0} = \alpha_d \cdot (T_{sol} - T_s) \quad (2)$$

$$\sigma_{q0}(T_s) = E_d \cdot \alpha_d \cdot (T_{sol} - T_s) \quad (3)$$

T_{sol} et T_s étant respectivement la température de solidification de l'alumine et la température du substrat.

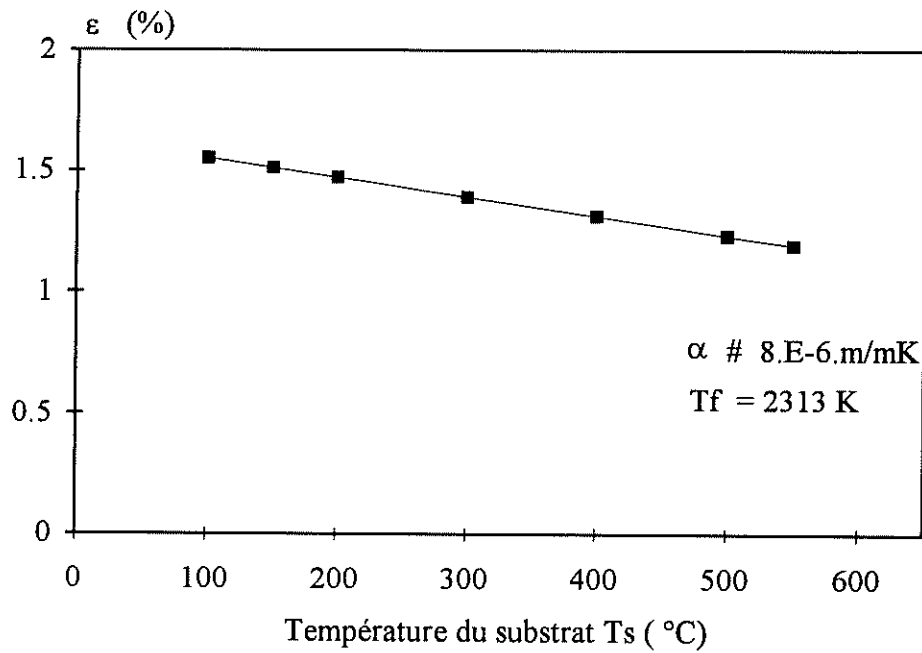


Figure V-2 : Evolution de la déformation sans relaxation après solidification d'une lamelle d'alumine en fonction de la température T_s du substrat.

Lorsque la température du substrat augmente, la déformation diminue un peu mais dans tous les cas elle reste toujours importante (de l'ordre de 1.4%) même pour un substrat à 600°C (cf figure-V-2). Cette déformation dépassant la limite élastique de l'alumine, il en résulte donc une relaxation par microfissuration du fait de la fragilité des céramiques pour lesquelles la déformation plastique ne peut se produire étant donné que le refroidissement des lamelles est beaucoup trop rapide.

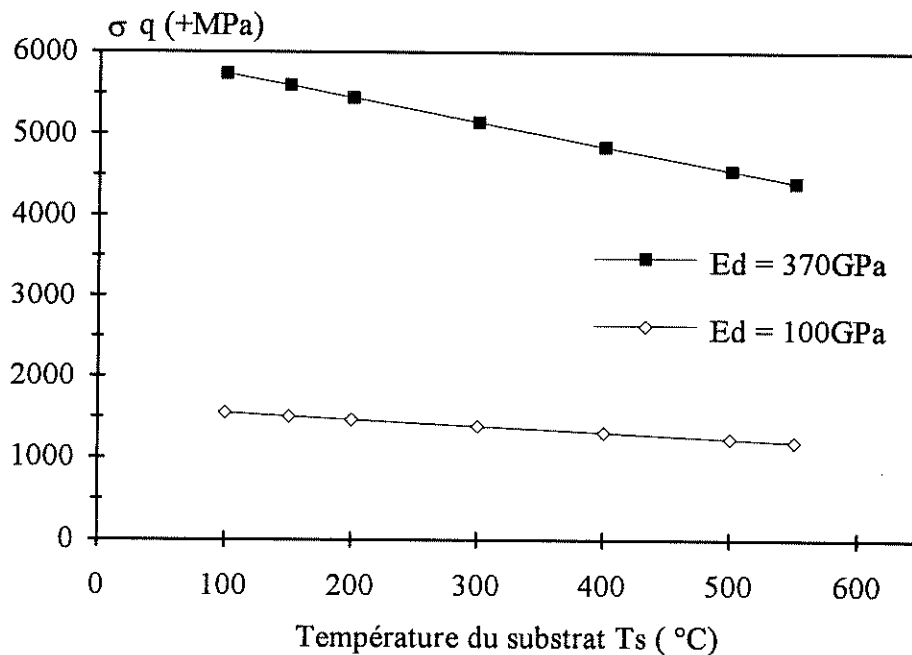


Figure V-3 : Contrainte uni-axiale de trempe au sein d'une lamelle d'alumine sans relaxation.

La figure V-3 montre l'évolution de la contrainte élastique subie par la particule et calculée avec deux valeurs du module d'Young d'alumine. Comme on peut le constater, les valeurs obtenues dépendent relativement peu de la température du substrat et dans tous les cas, elles dépassent de très loin les valeurs des contraintes maximales en tension de l'alumine estimées à 130 MPa par D. Fargeot [12] (dépôt de HV₅=800) ou 230 MPa par J. C. Glandus [13]. Même si les valeurs indiquées sont surestimées, du fait que la déformation plastique à haute température n'ait pas été prise en compte, de telles contraintes théoriques σ_{q0} sont relaxées par microfissurations en σ_q , lors du refroidissement brutal des lamelles (cf figures V-4-a et V-4-b).

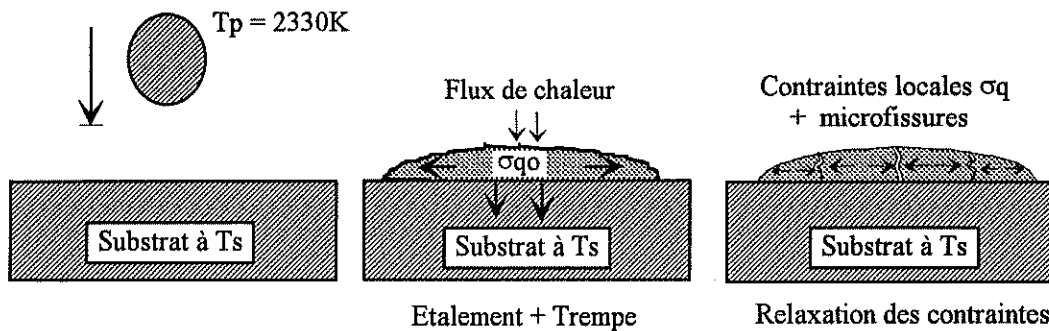


Figure V-4-a : Mécanisme de relaxation des contraintes de trempage $\sigma_q(T_s)$ d'une lamelle d'alumine refroidie à la température T_s du substrat.

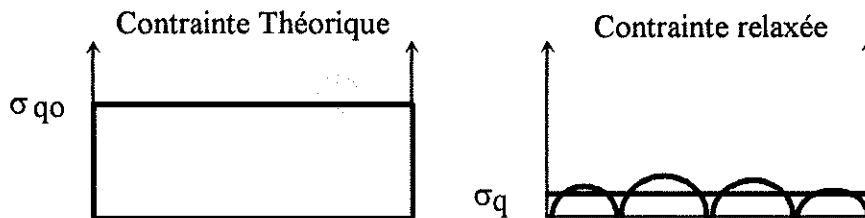


Figure V-4-b : Contraintes calculées $\sigma_{q0}(T_s)$, et contraintes diminuées par fissuration de la lamelle $\sigma_q(T_s)$ (d'après [5]).

Un tel schéma explique les très faibles valeurs de σ_q entre 10 et 20 MPa (correspondant à la moyenne des contraintes locales au sein des parties non fissurées de la lamelle) trouvées par Kuroda pour Al₂O₃. Toutefois, il faut noter que cette microfissuration couvrira une surface d'autant plus importante que le contact lamelle-substrat (ou une couche d'alumine déjà déposée) sera bon comme nous l'avons prouvé (cf figures V-5-b et V-5-c) et comme l'ont montré les travaux de Vardelle et al effectués sur l'écrasement des particules [14]. Sur un substrat plan, la contrainte de trempage croît faiblement avec la température du substrat [5-7] ce qui peut être lié à l'augmentation de l'adhésion des lamelles (tant que le substrat n'est pas oxydé s'il est métallique). La figure V-5-a, représente les résultats de Kuroda pour le σ_q de l'alumine.

La relaxation des contraintes par microfissuration des lamelles, ainsi que la porosité et les macrofissurations dans le dépôt, affaiblissent les propriétés mécaniques des dépôts d'alumine par rapport à celles des métaux comme Ni, Ni-Cr et Mo [5]. La décroissance de σ_q avec la distance [1] s'explique simplement par le refroidissement des particules (de taille $-45+22 \mu\text{m}$) au delà de 100 mm qui s'accrochent alors moins bien sur le substrat.

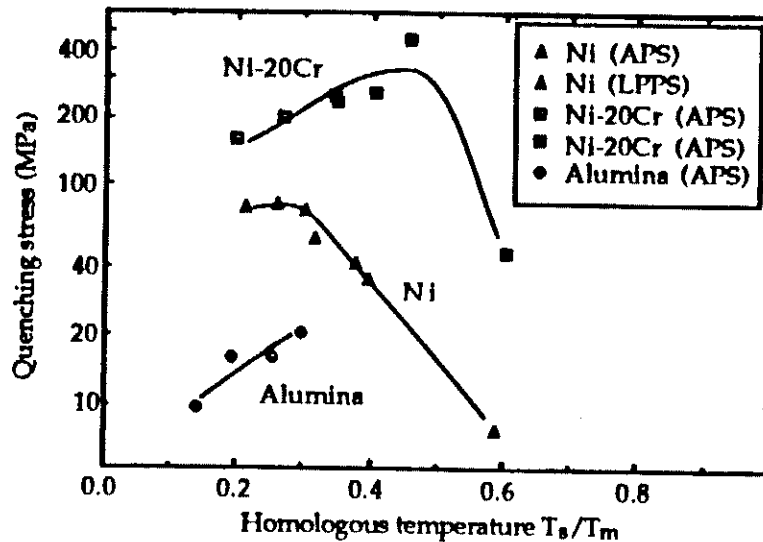


Figure V-5-a : Evolution des contraintes résiduelles de trempe de l'alumine en fonction de T_s/T_m . (T_s : température du substrat, T_m : température de fusion de chacun des matériaux projetés [5].

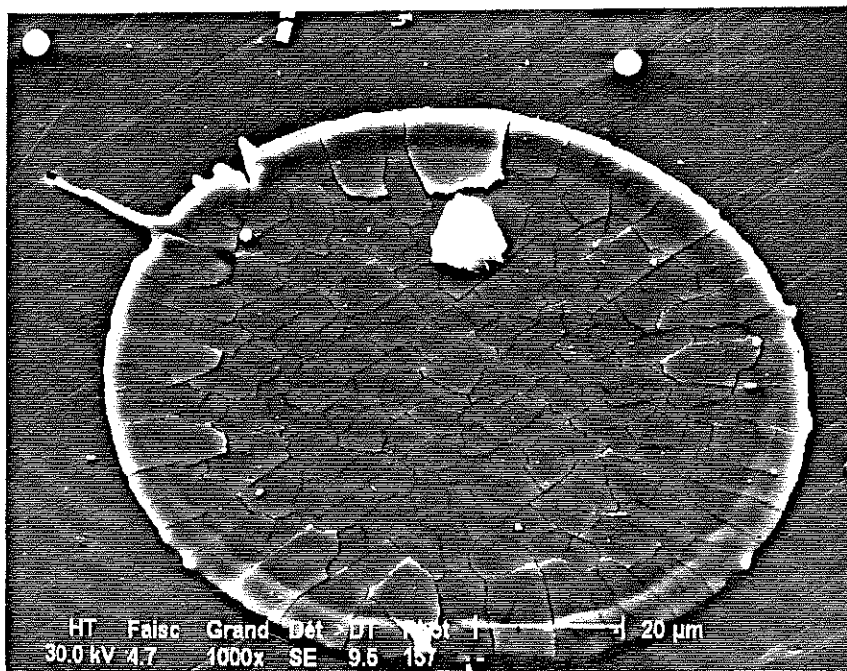


Figure V-5-b : Vue de dessus de la microfissuration des lamelles d'alumine sur acier inoxydable (304L non sablé) mais préchauffé à 200°C avec un grossissement 1000.X.

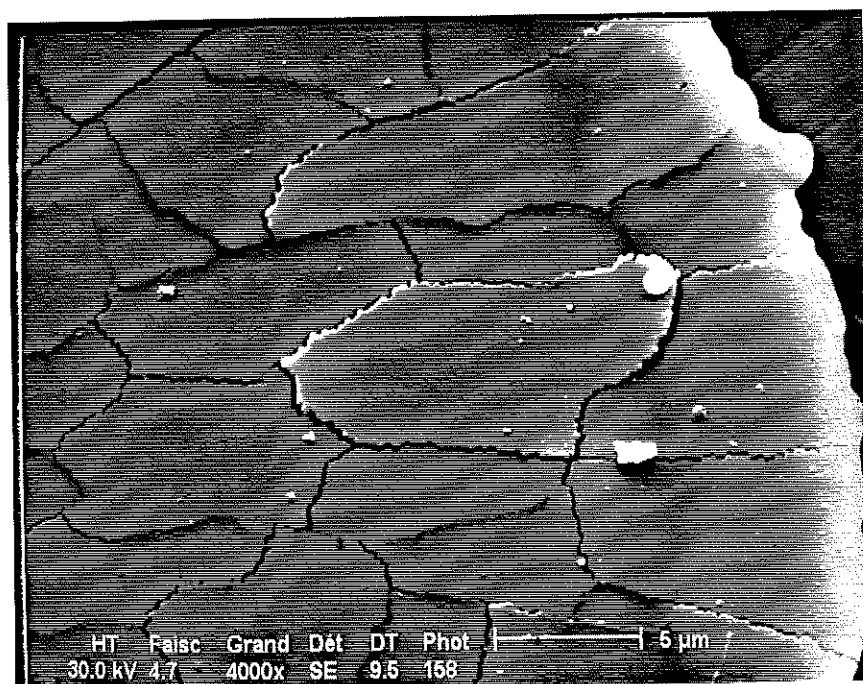


Figure V-5-c : Vue de dessus des lamelles d'alumine sur acier inoxydable (304L non sablé) avec un grossissement 4000.X.

V-1-4 Les contraintes générées par le refroidissement

Au cours du refroidissement à l'ambiante, si les matériaux constituant l'ensemble dépôt-substrat présentent des coefficients de dilatation thermique différents, des contraintes dues à la contraction différentielle et à l'annulation des gradients thermiques dans le dépôt et dans le substrat subsistent dans l'ensemble.

Elles dépendent de la différence des coefficients de dilatation thermique entre le dépôt et le substrat, de la distribution spatiale et temporelle de la température dans le dépôt et le substrat (gradients thermiques) avant et au cours du refroidissement et de l'évolution des propriétés des deux matériaux. Ces gradients thermiques, souvent dus à la mauvaise conductivité des céramiques comme l'alumine γ (plus faible que celle de l'alumine α), à la porosité et au mode de refroidissement utilisé, ne doivent pas être ignorés notamment lors du refroidissement du dépôt.

Les dépôts d'alumine déposés sur des métaux sont donc soumis à des contraintes de refroidissement de compression ou de tension suivant le signe de la différence dilatométrique. Le tableau V-1 résume quelques études effectuées sur les dépôts d'alumine où le symbole (+) désigne les contraintes en tension et le symbole (-) celles en compression.

Si le coefficient de dilatation thermique du métal support est supérieur à celui de l'alumine ($\alpha_d < \alpha_s$), pendant la projection, si un gradient de température existe le métal se dilate et des contraintes en compression qui s'opposent à cet effet y sont induites, alors que les lamelles du dépôt sont sollicitées en tension par leur refroidissement rapide.

	Dépôt Al ₂ O ₃	Substrat	Contraintes	Références
$\alpha_d > \alpha_s$	Al ₂ O ₃	Mo	(+)	[15]
	//	Graphite	(+)	[16]
$\alpha_d < \alpha_s$	Al ₂ O ₃	Ti.Al.V	(-)	[17]
	//	Aluminium	(-)	[15]
	//	Cuivre	(-)	[8, 18, 19]
	//	Kovar	(-)	[19]
	//	SS304	(-)	[19]
	//	Acier	(-)	[7, 15, 20]

Tableau V-1 : Nature des contraintes obtenues sur l'alumine suivant plusieurs auteurs.

Lors du retour à l'ambiante, on a une inversion des contraintes qui s'opposent au refroidissement, le métal le plus dilaté étant alors soumis à des contraintes de tension et des contraintes résiduelles de compression étant générées dans le dépôt où les contraintes de tremp en tension peuvent alors compenser celles en compression dues au refroidissement. Ceci n'est possible que si la température de tir du couple dépôt-substrat est supérieure à une température limite T_s^* qui a pour expression d'après Kuroda [5].

$$T_s^* = \frac{\sigma_q(T_s^*)}{Ed(T_s^*)(\alpha_s - \alpha_d)} + T_a \quad (4)$$

T_a étant la température ambiante, $\sigma_q(T_s^*)$ la contrainte de tremp des lamelles, $Ed(T_s^*)$ le module d'Young du dépôt à T_s^* , α_s et α_d les coefficients de dilatation thermique du substrat et du dépôt. Pour un dépôt d'alumine, T_s^* est très faible, puisque $\sigma_q(T_s^*)$ est inférieur à 20 MPa.

Si les coefficients de dilatation thermique des deux matériaux sont similaires ou si la température de tir est voisine de l'ambiante ($T_s = T_a$), les contraintes thermiques sont pratiquement nulles et seules les contraintes de tremp rapide des lamelles existent dans le dépôt.

Par contre, dans le cas où le coefficient de dilatation thermique du dépôt est supérieur à celui de son substrat, le dépôt est toujours sollicité en tension et ses contraintes augmentent avec la température de tir [7].

Dans le tableau V-2, nous résumons la nature des contraintes induites dans les dépôts projetés par plasma dans l'air, en fonction de la différence des coefficients de dilatation thermique où le signe (+) désigne les contraintes de tension et le signe (-) celles de compression.

Relation entre les contraintes et les coefficients de dilatation thermique du substrat (α_s) et du dépôt (α_d).			
Origine des contraintes	$\alpha_d < \alpha_s$	$\alpha_d = \alpha_s$	$\alpha_d > \alpha_s$
Au cours de Tir (trempe)	(+)	(+)	(+)
Refroidissement à l'ambiante	(-)	0	(+)
Résultat des contraintes	(-) ou (+)	(+)	(+)

Tableau V-2 : Relation entre les contraintes et le rapport des coefficient de dilatation thermique.

Dans tous les cas étudiés sur l'alumine, les contraintes résiduelles résultant de la trempe rapide des lamelles, des gradients thermiques et de la contraction différentielle sont toujours beaucoup plus faibles que prévu, à cause de la micro-fissuration des lamelles, de la fissuration dans le dépôt, de la porosité... Ceci fait que le module d'Young des dépôts d'alumine est nettement plus faible (1/3 à 1/6) que celui des matériaux massifs [20].

Dans ce qui suit, nous supposons que le dépôt et le substrat sont homogènes et isotropes, que les gradients de température au sein des dépôts sont quasi-nuls (température homogène), et que les contraintes sont essentiellement générées lors du refroidissement du fait du différentiel de dilatation.

De nombreuses théories ont été publiées sur le sujet [15, 18, 21, 22]. Parmi ces théories, nous allons présenter les plus simples (comportement purement élastique du dépôt et du substrat) qui permettent d'évaluer ces contraintes.

V-1-4-1 Evaluation de la contrainte moyenne

Tous les calculs ont été effectués en écrivant que la résultante des forces sur la section droite du dépôt et du substrat est nulle, ainsi que la somme des moments de flexion résultants.

i) Méthode de la courbure

Après refroidissement, le dépôt adhère au substrat et il est soumis soit à une contrainte résiduelle moyenne de tension, soit à une contrainte de compression. Celles-ci dépendent à la fois des conditions de projection (imposant la température du dépôt et du substrat supposées constantes pendant la préparation) et de la différence entre les coefficients de dilatation thermique entre le dépôt et son substrat.

Pour un comportement purement élastique, en supposant que le dépôt d'épaisseur ed est soumis à une déformation ϵ_c et une contrainte σ_c , il convient d'écrire les déformations nécessaires que doit subir le substrat d'épaisseur es pour maintenir l'équilibre de l'ensemble.

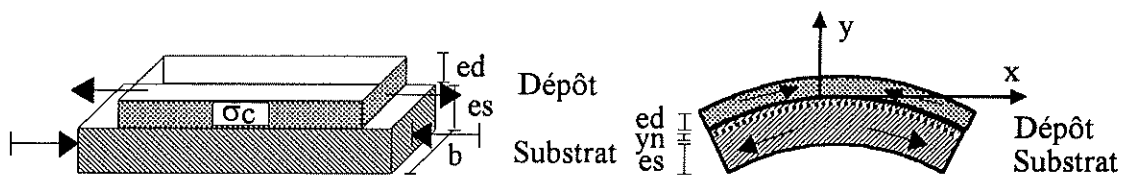


Figure V-6 : Equilibre des contraintes par flexion après assemblage du dépôt au substrat.

Par hypothèse, on suppose que le dépôt est mince et que la contrainte σ_c est uniforme suivant la longueur (axe longitudinal \vec{ox} du dépôt) et qu'elle ne varie qu'en fonction de la profondeur du dépôt (axe \vec{oy}) c'est à dire que la contrainte normale selon l'axe (\vec{oy}) est nulle (cf figure V-6).

Le substrat ($\alpha_d < \alpha_s$) est alors soumis à une contrainte de tension σ_m et un moment fléchissant M . En appliquant la théorie des poutres soumises à une flexion simple la contrainte et le moment de flexion induit pour maintenir l'équilibre sont donnés par :

$$\sigma_m = \frac{\sigma_c \cdot ed}{es} \quad (5)$$

$$M = \frac{\sigma_c \cdot ed(ed + es) \cdot b}{2} \quad (6)$$

ed : épaisseur du dépôt; es : épaisseur du substrat; b : largeur du l'éprouvette.

Ce moment de flexion produit une courbure de rayon (ρ) dans le substrat, courbure liée au moment (M) par la relation suivante [23] :

$$\frac{1}{\rho} = \frac{M}{I \cdot Es} \text{ avec } I = \frac{es^3 \cdot b}{12} \quad (7)$$

Es : module d'Young du substrat; I : moment d'inertie de l'éprouvette substrat.

Si l'on porte l'expression du moment (6) dans l'expression du rayon de courbure (7) la contrainte est obtenue par :

$$\sigma_c = \frac{E_s \cdot e_s^3}{6 \cdot e_d \cdot \rho \cdot (e_s + e_d)} \quad (8)$$

Par hypothèse ($\frac{e_d}{e_s} \ll 1$), l'expression de la contrainte uniaxiale ($\sigma_c = \sigma_x$, $\sigma_y = 0$) est donnée par l'expression :

$$\sigma_c = \frac{E_s \cdot e_s^2}{6 \cdot e_d \cdot \rho} \quad (9-a)$$

Si l'on a un état bi-axial de contraintes planes égales dans les deux directions ($\sigma_x = \sigma_y$), la formule générale de la contrainte σ_c dans le dépôt devient :

$$\sigma_c = \frac{E_s \cdot e_s^2}{6(1 - \nu_s) \cdot e_d \cdot \rho} \quad (9-b)$$

où ν_s est le coefficient de Poisson.

Cette méthode reste valable aussi pour des dépôts minces, et en particulier cette dernière expression (9-b) est bien convenable pour les disques [24]. La valeur du rayon de courbure (par la détermination de la flèche subie par les éprouvettes avant et après dépôt) permet de déterminer la contrainte globale dans celui-ci à partir de l'expression suivante :

$$\sigma_c = \pm \frac{E \cdot e_s^2}{6(1 - \nu_s) \cdot e_d} \left[\frac{1}{\rho_2} - \frac{1}{\rho_1} \right] \quad (10)$$

ρ_1 et ρ_2 étant les rayons de courbure avant et après le dépôt.

Si cette contrainte tend à allonger le dépôt (substrat convexe $\rho_1 > \rho_2$) la contrainte dans celui-ci est compressive et elle est affectée du signe (-). Dans le cas contraire (substrat concave $\rho_1 < \rho_2$), elle est en tension et elle affectée du signe (+) cf figure V-7.

L'estimation de la contrainte totale mesurée (σ_c) et de la contrainte thermique dilatométrique calculée ($\sigma_r^{\Delta T}$), subie au cours du refroidissement, permettent de déterminer les contraintes de trempe (σ_q), développées au cours de la formation du dépôt.

$$\sigma_q = \sigma_c - \sigma_r^{\Delta T} \quad (11)$$

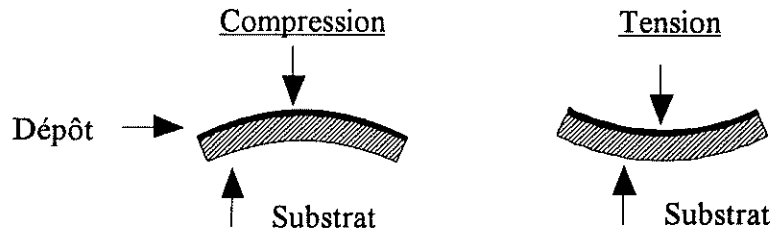


Figure V-7 : Schéma indiquant les sens de flexion (ou de courbure) d'une éprouvette suivant les contraintes générées dans le dépôt (de compression ou de tension).

ii) Méthode de Hasui

Hasui et al [15] ont utilisé une méthode simple, dérivée de la théorie de l'élasticité appliquée à des éprouvettes minces, dont les dimensions sont respectivement: 15x10x130 mm³ pour le calcul des contraintes de refroidissement dans les dépôts. La contrainte résiduelle moyenne uniaxiale dans le dépôt est alors donnée par l'expression :

$$\sigma_{r,H}^{\Delta T} = \left[\frac{(ed^3 \cdot Ed + es^3 \cdot Es)}{6 \cdot \rho \cdot ed \cdot (ed + es)} + \frac{Ed \cdot (ed^3 \cdot Ed + es^3 \cdot Es)}{12 \cdot \rho^2 \cdot (ed \cdot Ed + es \cdot Es)} + \frac{Ed \cdot Es \cdot es \cdot (ed + es)}{2 \cdot \rho \cdot (ed \cdot Ed + es \cdot Es)} \right] \left(\frac{1}{1 - \nu^2} \right) \quad (12)$$

$\nu=0.3$ étant le coefficient de Poisson du substrat et du dépôt.

Si l'on fait l'approximation que $ed \ll es$, on peut donc retrouver l'expression de la contrainte uniaxiale en fonction de la courbure finale :

$$\sigma_{r,H}^{\Delta T} = \left[\frac{Es \cdot es^2}{6 \cdot \rho \cdot ed} \right] \left(\frac{1}{1 - \nu^2} \right) \quad (13-a)$$

Or $\nu^2 \ll 1$ on obtient l'expression simple (9-a) :

$$\sigma_{r,H}^{\Delta T} = \frac{Es \cdot es^2}{6 \cdot \rho \cdot ed} \quad (13-b)$$

iii) Méthode de Clyne

On peut calculer également les contraintes uniaxiales dilatométriques au sein du dépôt lors de son refroidissement à la température ambiante T_a . D'après Clyne [22], en supposant que le dépôt et le substrat sont sans contrainte à la température T_s , que la distribution de la température dans le dépôt et le substrat est homogène, que l'ensemble a un comportement élastique et que les propriétés thermo-mécaniques du dépôt et du substrat

ne varient pas avec la température, la contrainte résiduelle moyenne dilatométrique dans le dépôt sans tenir compte du coefficient de Poisson est donnée par l'expression :

$$\sigma_{r,C}^{\Delta T} = \frac{Ed.(1-\lambda)Es.(\alpha_d - \alpha_s)(Ts - Ta)}{\lambda Ed + (1-\lambda)Es} \text{ avec } \lambda = \frac{ed}{es} \quad (14)$$

ed et es : étant les épaisseurs du dépôt et du substrat. Ed et Es : les modules d'Young du dépôt et du substrat, ΔT : le gradient thermique subi au cours de refroidissement, α_d et α_s : les coefficients de dilatation thermique du dépôt et du substrat.

Remarque :

L'auteur [22] n'a pas proposé la démonstration du calcul de la contrainte donnée par l'expression, mais notre calcul proposé en annexe du chapitre-V montre que l'auteur a imposé ainsi une autre hypothèse telle que : $ed \ll es$ et $e = es + ed \neq es$.

Si l'on considère les dépôts minces ($\lambda \ll 1$), l'expression devient celle bien connue:

$$\sigma_{r,C}^{\Delta T} = Ed.(\alpha_d - \alpha_s)(Ts - Ta) \quad (15)$$

Pour un état bi-axial (égalité des contraintes suivant les axes du plan) l'expression (15) s'écrit alors:

$$\sigma_{r,C}^{\Delta T} = \frac{Ed.(\alpha_d - \alpha_s)(Ts - Ta)}{(1 - \nu_d)} \quad (16)$$

Egalement on peut faire appel à d'autres modèles pour comparer avec ceux d'Hasui et Clyne, comme par exemple le calcul analytique de Hseuh et Evans.

iv) Méthode de Hseuh et al

Hseuh et al [18, 21] ont développé un modèle analytique de mesures des contraintes dans un duplex céramique-métal (avec le métal ayant soit un comportement élastique, soit partiellement plastique, soit totalement plastique). La contrainte moyenne, via la distribution des contraintes développées dans le dépôt au cours de refroidissement peut être évaluée avec les mêmes hypothèses que précédemment. Pour un comportement élastique, la contrainte moyenne sur l'épaisseur du dépôt est donnée par l'expression suivante:

$$\sigma_{r,H.E}^{\Delta T} = \frac{Ed.Es.es.(Ed.ed^3 + Es.es^3)(\alpha_m - \alpha_d)(Ta - Ts)}{Es^2.es^4 + Ed^2.ed^4 + 2.Es.Ed.es.ed(2.es^2 + 2.ed^2 + 3.es.ed)} \quad (17)$$

Une étude basée sur ce modèle analytique et effectuée [25] sur la zircone stabilisée par l'yttrine (8% pds) montre que le comportement élastique du substrat (acier) est effectif

lorsque l'épaisseur relative substrat/dépôt est supérieure à 0.2 (c'est à dire que $e_s/e_d > 0.2$) et la température du tir est inférieure à 600°C.

Si l'on suppose que ce comportement élastique est vérifié, le rayon de courbure de l'ensemble dépôt-substrat est obtenu théoriquement d'après l'expression de Hseuh et al [18] (cf équation-23) et son insertion dans la formule (12) de Hasui [15], qui n'indique pas comment calculer ρ , ainsi que dans la formule de la courbure (8 ou 9-a) permettra de comparer les résultats théoriques ainsi calculés à ceux obtenus pratiquement avec la déformation des lames projetées.

L'utilisation de ces formules nous a permis de calculer les contraintes moyennes dans un dépôt d'alumine projeté soit sur de l'aluminium AU4G soit sur de la fonte FT25 en fonction de plusieurs paramètres comme la température de tir, l'épaisseur du dépôt et celle du substrat. Les propriétés des matériaux utilisés sont indiquées sur le tableau V-3 :

	Dépôt	Substrats	
Nature des matériaux	Al ₂ O ₃	FT25	AU4G
Température de fusion Tf (K)	2313	1800	933
Coefficient de dilatation $\alpha \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$	8	10	23
Module d'Young E (GPa)	100	125	70
Epaisseurs utilisées (mm)	0.4	4	4
Température ambiante Ta (K)	298	298	298

Tableau. V-3 : Propriétés thermo-mécaniques des matériaux utilisées pour l'évaluation des contraintes résiduelles dans le dépôt d'alumine.

v) Influence de la température de tir

Supposons que la température est homogène, pour un gradient thermique décroissant ΔT , la déformation thermique dans le dépôt est donnée par l'expression simple :

$$\varepsilon_r^{\Delta T} = (\alpha_d - \alpha_m)(T_s - T_a) \quad (18)$$

Le tracé de la figure V-8 montre que plus la température de tir augmente plus la déformation thermique générée au sein du dépôt augmente en particulier avec le substrat AU4G.

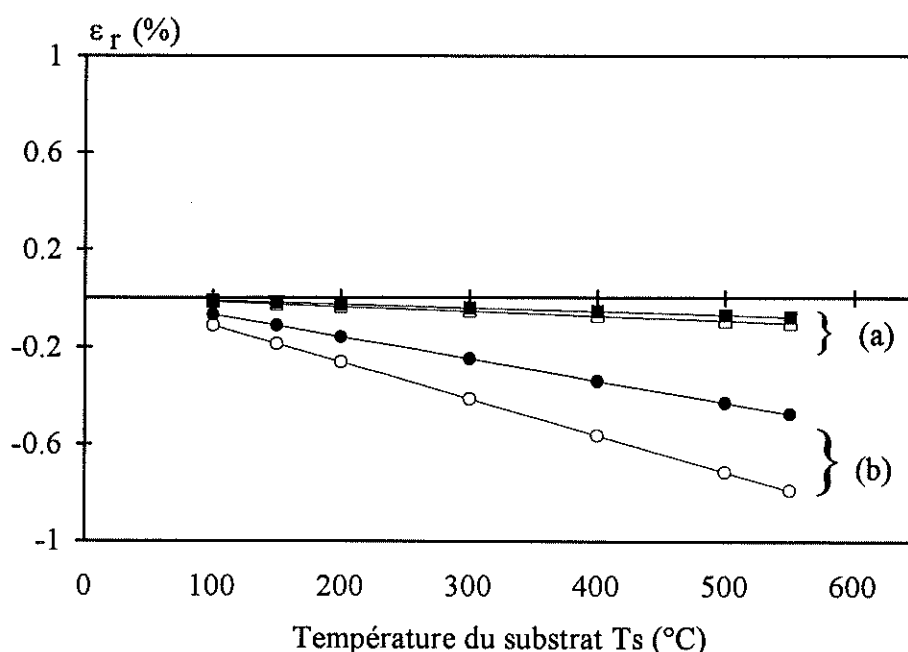


Figure V-8 : Déformation thermique et globale subie par un dépôt d'alumine d'épaisseur 0.4 mm, projeté sur deux substrat d'épaisseur 4 mm. (a) : FT25 , (b) : AU4G. O, □ : étant les déformations thermiques d'après l'équation (18) et ■, ● : les déformations résiduelles d'après l'équation (31) de Hseuh [18].

Les figures V-9 et V-10, montrent les contraintes moyennes de compression dans l'alumine projetée, soit sur la fonte FT25, soit sur l'alliage d'aluminium AU4G. Plus la température de formation de dépôt augmente plus les contraintes augmentent et plus le rapport ou la différence des coefficients de dilatation thermique entre l'alumine et le substrat diminue, plus les contraintes diminuent. Par exemple, sur le substrat en alliage d'aluminium (AU4G) maintenu à une température de 150°C, les contraintes dilatométriques dans le dépôt sont de même ordre de grandeur que celles qui subsistent dans le même dépôt réalisé sur la fonte FT25 à une température de 500°C.

Pratiquement, à l'interface alumine-alliage d'aluminium, pour des températures supérieures à 300°C, l'équilibre des contraintes dilatométriques étant difficile à maintenir (tant que celles ci ne peuvent être réduites par la flexion et la déformation plastique dans le substrat), il en résulte une détérioration progressive (par éclats) du dépôt d'alumine. Il est impossible de réaliser un dépôt d'alumine adhérent sur un alliage d'aluminium (AU4G), si le gradient thermique ($-\Delta T$) subi par l'ensemble au cours de refroidissement est supérieur à 200°C ($-\Delta T$ étant l'écart de température entre la température de dépôt et l'ambiante), sauf dans le cas où une sous-couche d'adaptation est utilisée. Il faut aussi noter que du fait de la très faible température de fusion de l'alliage d'aluminium, on peut facilement atteindre son état plastique et même une délamination complète du substrat.

C'est pour cela, qu'en projection thermique, il existe toujours une température limite permettant de réaliser un dépôt de qualité, température appelée aussi température d'accrochage mécanique ou d'adhérence mécanique. Elle dépend essentiellement du rapport relatif des coefficients de dilatation thermique.

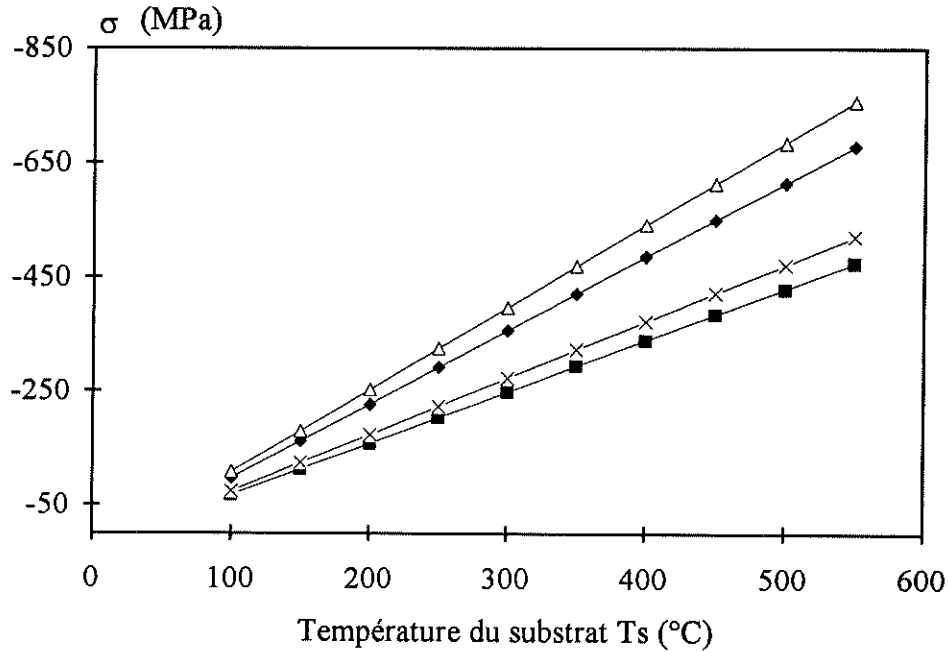


Figure V-9 : Contraintes de refroidissement en fonction de la température T_s pour un duplex $Al_2O_3-AU_4G$ d'épaisseur de dépôt 0.4 mm et de substrat 4 mm. Δ : Hasui , \times : Courbure , \blacklozenge : Clyne , \blacksquare : Hseuh.

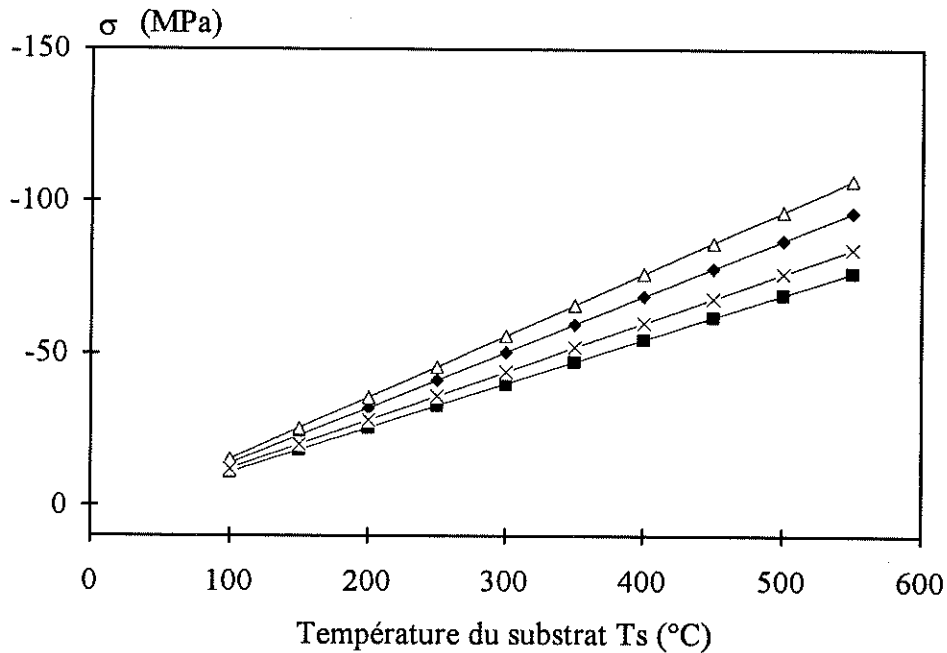


Figure V-10 : Contraintes de refroidissement en fonction de la température T_s pour une épaisseur de 0.4 mm du dépôt d'alumine et 4 mm du substrat en fonte (FT25). Δ : Hasui , \times : Courbure , \blacklozenge : Clyne , \blacksquare : Hseuh.

vi) Influence de l'épaisseur du dépôt sur la contrainte moyenne

Nous avons par la suite utilisé uniquement le substrat en fonte d'épaisseur 4 mm, et nous avons fait varier celle du dépôt, toutes choses égales par ailleurs.

Sur les figures V-11 et V-12, nous avons porté les contraintes obtenues par différentes méthodes pour deux températures (150°C et 500°C). Nous constatons que les contraintes diminuent un peu avec l'épaisseur du dépôt, du fait qu'elles sont proportionnelles au rapport es/ed. Plus l'épaisseur augmente, plus la contrainte diminue du fait que le moment de flexion, dans le dépôt en compression, augmente et la couche superficielle est moins sollicitée en compression.

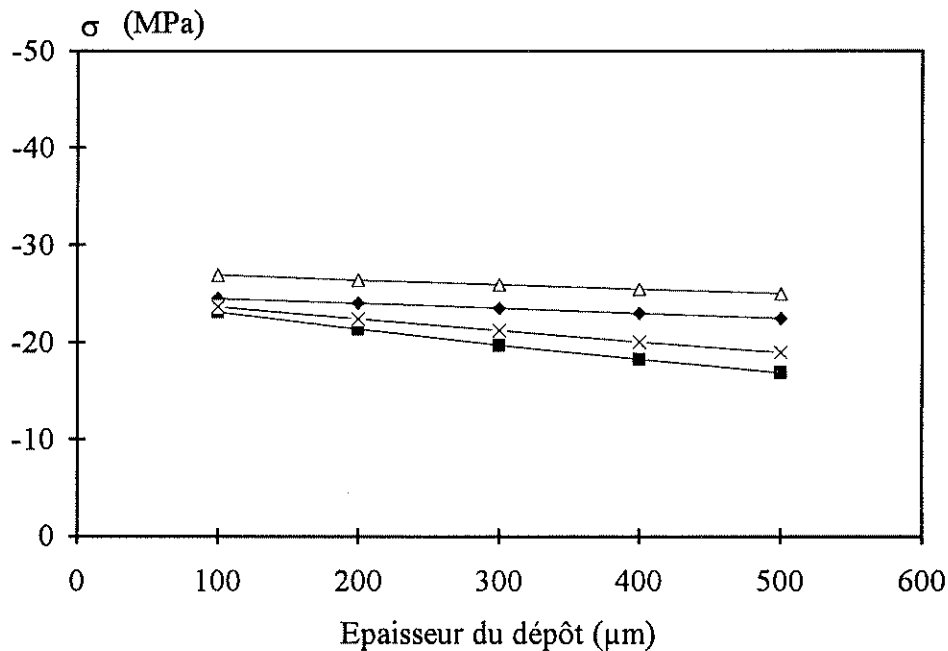


Figure V-11 : Contraintes de refroidissement en fonction de l'épaisseur du dépôt d'alumine projeté sur FT25 d'épaisseur 4 mm à une température de 150°C. -Δ- : Hasui , -x- : Courbure , -◇- : Clyne , -■- : Hseuh.

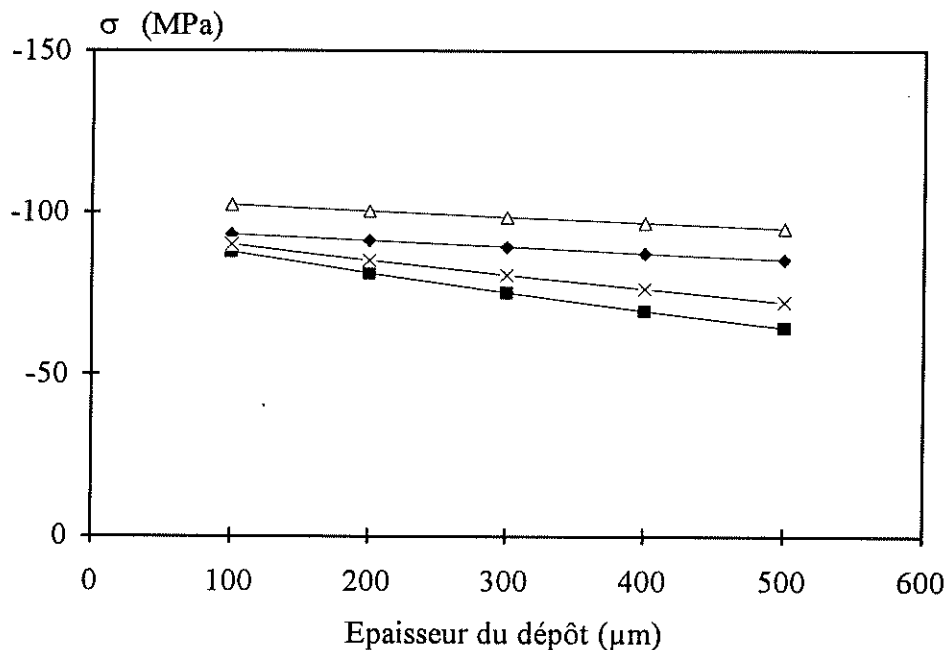


Figure V-12 : Contraintes de refroidissement en fonction de l'épaisseur du dépôt d'alumine projeté sur FT25 d'épaisseur 4 mm à une température de 500°C. Δ : Hasui, \times : Courbure, \blacklozenge : Clyne, \blacksquare : Hseuh.

vii) Influence de l'épaisseur du substrat

Pour les mêmes températures 150 et 500°C, nous avons également fait varier l'épaisseur du substrat en fonte FT25 en gardant celle du dépôt d'alumine à 400 μm .

Lorsque l'épaisseur du substrat est très faible (~ 1 mm devant 0.4 mm pour le dépôt), la faible contraction de la céramique lors du refroidissement peut le mettre dans un état de tension tel qu'il subisse une déformation plastique, sans que celle-ci ait pu être compensée par sa flexion. Ensuite les contraintes dans le dépôt augmentent, pour être saturées à partir d'une épaisseur dépendant de la température du dépôt. Par exemple, 2 mm pour des températures inférieures à 150°C et 3 mm pour des températures de l'ordre de 500°C.

Dans tous les cas, toutes les formulations utilisées concordent, la différence est faible et elle réside seulement dans les simplifications de la théorie utilisée. Dans le cas de la théorie de Clyne, pour des faible épaisseur du substrat la condition $ed \ll e_s$ n'est pas remplie et l'erreur commise relative commise par exemple pour une épaisseur du substrat $e_s = 0.5$ mm et pour une épaisseur du dépôts de 0.4 mm est de l'ordre de ##### à 150°C et de l'ordre ##### de à 500°C pour un couple Al_2O_3 -FT25.

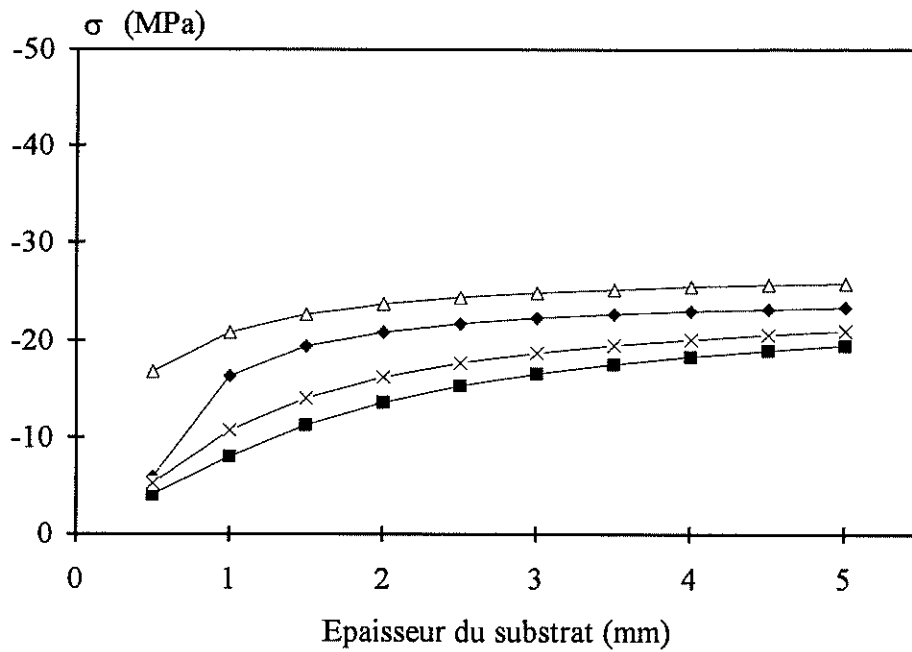


Figure V-13 : Contraintes de refroidissement au sein du dépôt d'alumine d'épaisseur 0.4 mm réalisé sur un substrat en fonte FT25 d'épaisseur variable, à une température de 150°C.
 - Δ - : Hasui , -x- : Courbure , - \blacklozenge - : Clyne , - \blacksquare - : Hseuh.

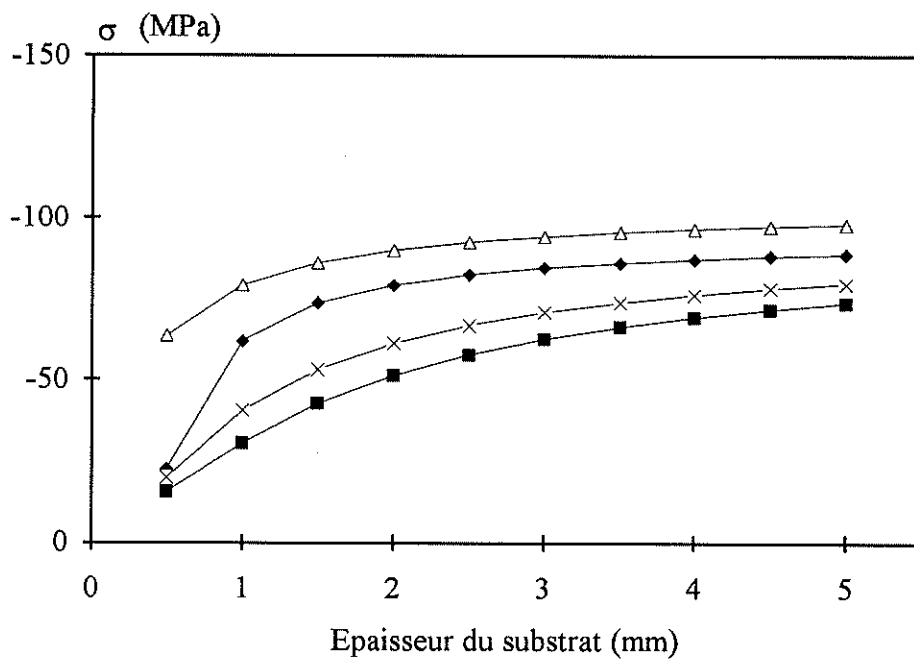


Figure V-14 : Contraintes de refroidissement au sein du dépôt d'alumine d'épaisseur 0.4 mm réalisé sur un substrat en fonte FT25 d'épaisseur variable, à une température de 150°C.
 - Δ - : Hasui , -x- : Courbure , - \blacklozenge - : Clyne , - \blacksquare - : Hseuh.

V-1-4-2 Evaluation de la distribution des contraintes

Les expressions précédentes ne permettent que le calcul des contraintes moyennes sur toute l'épaisseur du dépôt mais, il est cependant intéressant de connaître la distribution des contraintes (en 1D) dans le dépôt et le substrat.

Le modèle analytique développé par Hseuh et al [19] repose sur les mêmes hypothèses que précédemment, sauf que le métal peut présenter plusieurs comportements :

- élastique
- partiellement plastique (possible au niveau de l'interface)
- plastique (rarement considéré mais possible au niveau de l'interface).

Si l'on considère uniquement le comportement élastique des deux matériaux (alumine et métal), c'est à dire : si on ignore le comportement plastique du métal (la contrainte σ_y d'écoulement plastique du métal n'est pas atteinte (cf figure V-15)), les équations donnant la distribution des déformations et des contraintes résiduelles sont les suivantes :

Dans le dépôt :

$$\sigma_c^r = Ed \cdot \left[\varepsilon_0 + (\alpha_s - \alpha_d)(T_a - T_s) + \frac{(y - y_n)}{\rho} \right] \quad ed \leq y \leq 0 \quad (19)$$

Dans le substrat :

$$\sigma_s^r = Es \cdot \left[\varepsilon_0 + \frac{(y - y_n)}{\rho} \right] \quad -es \leq y \leq 0 \quad (20)$$

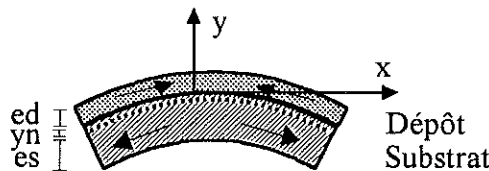


Figure V-15 : Flexion ($\alpha_s > \alpha_d$) avec paramètres : ed, es et y_n .

Avec ed l'épaisseur du dépôt, es celle du substrat, y_n la position de l'axe neutre, ε_0 le terme de déformation constante, T_s la température supposée homogène dans l'ensemble dépôt-substrat, T_a la température ambiante et ρ le rayon de courbure de l'ensemble dépôt substrat (cf figure V-15).

Les constantes y_n , ε_0 , et ρ étant définies comme suit :

$$y_n = \frac{E_d \cdot e_d^2 - E_s \cdot e_s^2}{2(E_s \cdot e_s + E_d \cdot e_d)} \quad (21)$$

$$\varepsilon_0 = \frac{E_d \cdot e_d \cdot [(\alpha_s - \alpha_d)(T_a - T_s)]}{E_s \cdot e_s + E_d \cdot e_d} \quad (22)$$

$$\frac{1}{\rho} = \frac{6 \cdot E_d \cdot E_s \cdot e_s \cdot e_d (e_s + e_d) (\alpha_s - \alpha_d) (T_a - T_s)}{E_s^2 \cdot e_s^4 + E_d^2 \cdot e_d^4 + 2 \cdot E_s \cdot E_d \cdot e_s \cdot e_d (2 \cdot e_s^2 + 2 \cdot e_d^2 + 3 \cdot e_s \cdot e_d)} \quad (23)$$

La distribution des contraintes dans le dépôt d'alumine sur l'alliage d'aluminium AU4G et sur la fonte FT25 a été calculée uniquement pour deux températures de tir T_s respectivement de 150 et 500°C avec une épaisseur du dépôt de 400 μm et un substrat de 4 mm.

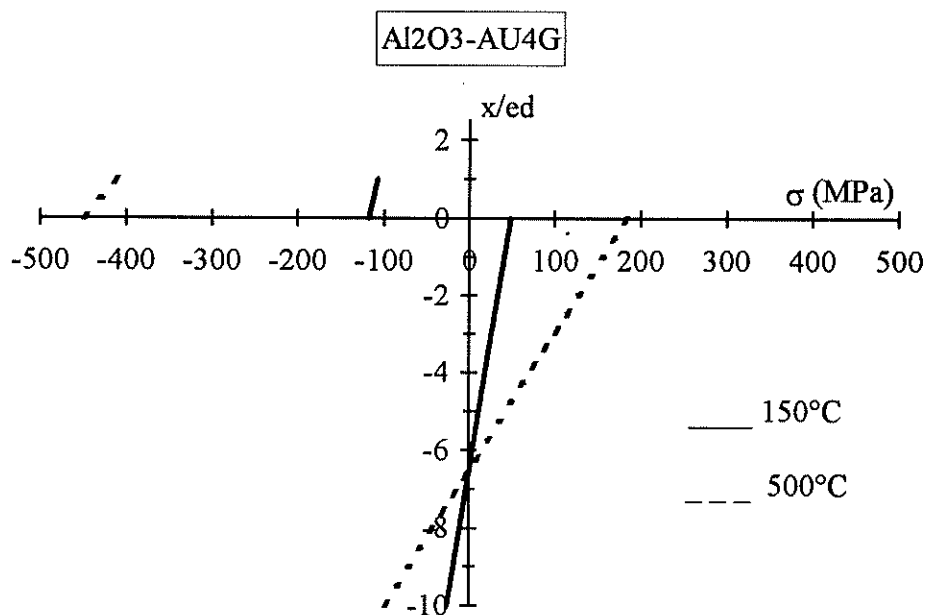


Figure V-16 : Distribution des contraintes résiduelles dans le dépôt d'Al₂O₃ d'épaisseur 400 μm et dans l'alliage d'aluminium AU4G d'épaisseur 4 mm pour deux températures T_s (150 et 500°C).

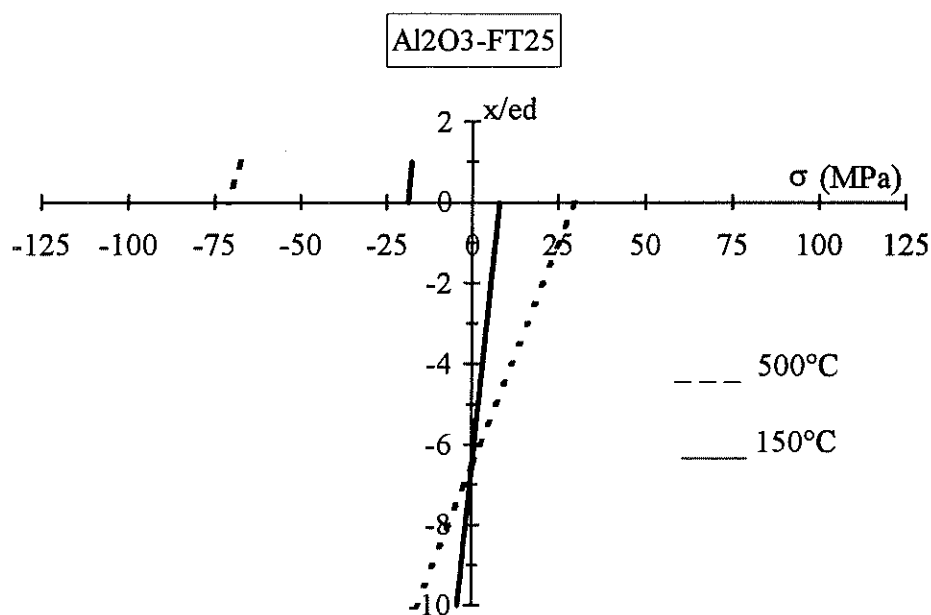


Figure V-17 : Distribution des contraintes résiduelles dans le dépôt d' Al_2O_3 d'épaisseur 400 μm et dans la fonte FT25 d'épaisseur 4 mm pour deux températures T_s (150 et 500°C).

D'après les figures V-16 et V-17, nous constatons que la distribution des contraintes n'est pas uniforme ni dans le dépôt ni dans le substrat. Elles varient linéairement avec l'épaisseur de la céramique et du substrat. En moyenne elles sont en compression dans le dépôt et en tension dans le substrat. Elles sont plus compressives à l'interface qu'en surface du dépôt et le contraire dans le métal.

A l'interface dépôt-substrat, pour une température donnée T_s , le gradient de contraintes est 6 fois plus grand avec l'alliage AU4G qu'avec la fonte FT25.

Sans préchauffage, comme l'expérience l'a montré, pour l'aluminium ou tous les matériaux de propriétés similaires, à hautes températures ($>300^\circ\text{C}$), leur dilatation thermique est assez élevée, et les contraintes thermiques conduisent à un décollement total du fait d'une adhérence faible du dépôt et un retrait du substrat important tant que ce dernier n'est amortie par déformation plastique du substrat. Alors qu'un préchauffage adéquat du substrat les contraintes dilatométriques sont souvent réduites du fait d'une déformation plastique au niveau de l'interface et d'une bonne adhérence. Mais il faut noter que dans ce dernier cas (avec préchauffage), une délamination de l'alliage AU4G est souvent constatée pour des températures de tir plus élevées (supérieur à 400°C).

La tenue du dépôt dépend finalement de son adhérence et de sa cohésion qui sont elles mêmes fonction des conditions de tir, en particulier la température de tir T_s . D'une manière générale, l'adhérence et la cohésion augmentent avec T_s s'il n'y a pas d'oxydation,

mais il est important de faire en sorte que le gain obtenu ne soit pas réduit à néant par des fissurations importantes parallèles à l'interface.

Pour certaines applications, l'adjonction d'une sous couche est souvent nécessaire dans un duplex céramique-métal pour garantir une bonne adhérence et assurer une protection du métal contre l'oxydation et la corrosion.

V-1-4-3 Calculs plus sophistiqués

Tous les calculs précédents considèrent que le dépôt est sans contrainte à la température de tir, que les températures du dépôt et du substrat sont uniformes et identiques et enfin qu'il n'y a pas de gradient de température lors du refroidissement. Or un dépôt est construit particule par particule avec une torche ayant un mouvement relatif par rapport au substrat. Si l'on considère un point du substrat à l'aplomb de l'axe de la torche à un instant donné, il reçoit un flux thermique du jet de plasma et un flux de particule apportant une énergie thermique, puis la torche se déplaçant les flux diminuent pour éventuellement tendre vers zéro pendant un certain temps au cours duquel l'ensemble se refroidit. La torche revenant à l'aplomb de ce point, à nouveau les flux thermiques vont croître puis décroître avant de tendre vers zéro et ainsi de suite. Le dépôt est donc au cours de sa construction soumis à un cyclage thermique qui modifie continuellement la distribution des contraintes, et entraîne éventuellement leur relaxation par fissuration et la distribution finale est alors le résultat de cette histoire thermique. Par ailleurs, à l'interface céramique-métal, le métal joue souvent le rôle de pont thermique, des gradients de température encore plus élevés qu'au sein du dépôt vont exister. Quelques auteurs ont tenté de tenir compte de ces phénomènes. Geller et al [26] ont considéré une vitesse de croissance constante du dépôt, pris en compte le flux thermique apporté par les particules (compte tenu du rendement de projection), négligé le flux thermique du plasma, supposé une distribution linéaire de température dans le dépôt, négligé la résistance thermique dépôt-substrat, effectué le calcul en 1D. Ils supposent alors qu'il n'y a pas de contraintes à la fin du tir (en dépit de l'existence de gradients de température) et ils calculent la distribution de contraintes (comportement élastique) lors du refroidissement en tenant compte de l'évolution des distributions de température et de la variation des propriétés thermiques (conductivité thermique, coefficient de dilatation ...).

Gill [8, 27] a développé le modèle le plus complet en 1D. Pour un substrat constitué d'une lame mince longue fixée à une extrémité, il a tenu compte de la variation temporelle de l'apport thermique des particules et du plasma, des contraintes de trempe, de la variation avec la température des propriétés thermiques et mécaniques, de la relaxation des contraintes par fissuration (en introduisant un coefficient d'accommodation). L'équilibre des forces est obtenu en écrivant que chaque volume élémentaire considéré est isotherme

avec des contraintes planes biaxiales, ce qui lui permet d'obtenir la distribution des contraintes qu'il autorise alors à se relaxer par courbure de la lame. L'intérêt de ce travail est d'avoir été confirmé par des mesures expérimentales, en suivant d'une part l'évolution temporelle de température du substrat pendant le tir et d'autre part l'inclinaison de la lame. Ces mesures lui permettent de caler le modèle et d'obtenir la distribution des contraintes pendant la génération du dépôt, puis lors de son refroidissement. Les mesures effectuées pour des dépôts d'alumine soulignent la difficulté de prendre en compte continuellement la relaxation des contraintes par fissuration.

Hobbs et Reiter [28] ont calculé avec un modèle élastique la distribution des contraintes dans un dépôt de zircone partiellement stabilisée avec et sans sous couche et ils ont comparé les résultats obtenus avec ceux déduits de la courbure des dépôts, de la sous couche et de l'ensemble dépôt sous couche-substrat.

V-2 Mesure des contraintes résiduelles des dépôts

Ces méthodes peuvent être soit destructives, soit non destructives.

V-2-1 Méthode par diffractométrie R-X

Elle fait partie des méthodes non destructives et est la plus largement utilisée [29-41]. Elle est liée aux propriétés physiques ou cristallographiques des matériaux à tester, elles mêmes fonction du champ de contraintes existant dans la pièce à examiner.

La présence d'un champ de contraintes résiduelles ou appliquées (du 1^{er} ordre) va se traduire par une variation des distances inter-réticulaires des plans cristallins, c'est à dire via la loi de Bragg, par une variation de θ (angle entre les faisceaux incidents et diffractés des plans de même famille)

En utilisant cette variation (liée au plan hkl choisi) comme jauge de déformation [31, 33-36], d'après la relation de Bragg différenciée, la diffractométrie des rayons X permet d'évaluer la déformation dans le matériau cristallin.

$$\varepsilon_{\phi\psi} \approx \frac{d_{\phi\psi} - d_o}{d_o} \approx -\text{Cotg}\theta_o \cdot \Delta\theta_{\phi\psi} \quad (24)$$

d_o étant la distance inter-réticulaire des plans cristallins du matériau non contraint, $d_{\phi\psi}$ celle du matériau contraint et θ_o l'angle de Bragg à la position du pic.

La précision sur $\text{cotg}\theta$ est d'autant plus importante que l'on se place dans les grands angles θ . On travaille souvent avec des raies de diffraction d'angle supérieur à 45° pour lesquelles l'erreur commise en remplaçant $\text{cotg}\theta$ par $\text{cotg}\theta_o$ n'excède pas 4% [33].

Les rayons X pénètrent de plusieurs micromètres dans le matériau. Les contraintes ne sont donc pas strictement superficielles. Elles représentent une moyenne des contraintes par rapport à la profondeur de pénétration des R-X.

Les contraintes résiduelles sur la profondeur touchée par les rayons X ne sont plus biaxiales. Dès lors, l'existence de cisaillements parallèlement à la surface du matériau, fait que la courbe $\varepsilon_{\phi\psi} = f(\sin^2 \psi)$ ou $2\theta = f(\sin^2 \psi)$ n'est plus linéaire. Ce problème de triaxialité des contraintes a fait l'objet de plusieurs études [37-39] où la détermination du tenseur des déformations est souvent ramenée à une résolution graphique et celui des contraintes revient à admettre que la contrainte normale à la surface est nulle et que les contraintes de cisaillements sont égales.

Tous ces calculs nécessitent la connaissance de θ_0 correspondant à un état de matériau sans contrainte. Or la multitude des pics de diffraction, entre autres ceux des polycristallins, leur faible intensité et le bruit de fond important font que la détermination de la position des pics de diffraction devient peu précise et ceci peut entacher les valeurs des contraintes déterminées d'erreurs assez importantes.

La méthode développée par Castex et al [40] semble être la plus utilisée actuellement, grâce au développement des systèmes informatiques. Elle consiste à donner le tenseur complet des déformations dans un état triaxial, moyennant l'hypothèse qu'en surface libre du matériau analysé la contrainte normale $\sigma_{33}=0$. Dès lors, on peut rechercher la valeur de θ_0 telle que $\sigma_{33}=0$ en se fixant une valeur arbitraire θ_0 et en procédant par itérations successives jusqu'à ce qu'on obtienne $\sigma_{33}=0$. Par cette méthode, une analyse tensorielle peut être conduite en moins de 20 minutes; connaissant le tenseur des déformations, on peut obtenir celui des contraintes.

Des progrès importants ont été réalisés au niveau de la méthode d'analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X, ceux-ci proviennent du développement des appareillages qui permettent des conditions expérimentales sûres et plus rapides. Il en résulte une meilleure connaissance du tenseur complet des contraintes moyennant une hypothèse complémentaire (contrainte normale à la surface libre nulle) gênant les couches superficielles des matériaux cristallins.

Cette méthode ne donne donc qu'une valeur des contraintes superficielles (quelques dizaines de μm au mieux). Pour obtenir la distribution des contraintes par cette technique, on doit réusinier la surface afin d'enlever la première couche analysée, en imposant l'hypothèse que ce réusinage n'a pas modifié la distribution [16, 41]. On peut également utiliser des anticathodes de natures différentes, afin de changer la profondeur de pénétration [16]. Toutefois celle-ci ne peut guère dépasser 100 à 150 μm

V-2-3 Trou incrémental

Cette méthode est utilisée pour connaître le profil des contraintes en profondeur [42-46]. Elle est basée sur un perçage incrémental, pour déterminer le profil complet des contraintes résiduelles. La mesure des déformations de relaxation en surface du matériau, et le calcul des coefficients d'étalonnage lorsqu'un trou est effectué, permettent d'estimer les contraintes résiduelles en surface, et il est possible d'étendre la mesure en profondeur de l'échantillon par un perçage progressif.

i) Principe de la méthode

Pour obtenir un gradient de contraintes résiduelles avec la profondeur, le trou est effectué étape par étape et pour chaque profondeur d'usinage on relève les déformations $\varepsilon_i(z)$ correspondantes à chaque nouvel état d'équilibre.

Les déformations sont mesurées par une rosette de jauges à 3 directions centrée sur le trou effectué à l'endroit où l'on désire connaître les contraintes résiduelles. Le choix des rosettes dépend de l'épaisseur de l'échantillon.

Lorsque le perçage est terminé, on peut calculer les contraintes principales à partir des relations d'élasticité faisant intervenir les déformations mesurées et les coefficients d'influence. Ces coefficients sont fonction du diamètre du trou, de la géométrie de la rosette, de la position de la couche i et de la profondeur du trou. Cependant plusieurs hypothèses sont utilisées [10] :

- les contraintes mesurées sont inférieures à la limite élastique du matériau.
- la composante normale à la surface est nulle (contraintes biaxiales).
- le fond du trou est supposé plat.
- le matériau est supposé élastique et isotrope.
- l'usinage est effectué sans écrouissage ni échauffement du matériau.

Un programme spécial de calcul en élément fini développé par le CETIM pour le calcul des contraintes (le détail en est donné dans la référence [42]), permet de tenir compte de la distribution des contraintes dans la couche supérieure lors du ième incrément. Ce programme est applicable pour tous les matériaux plats isotropes minces ou épais multicouches, à condition de connaître le module d'Young de chacune d'elle.

Cette méthode parmi d'autres permet une estimation des champs des contraintes résiduelles non uniformes à partir des données des déformations de relaxation ("méthode

intégrale") sur n'importe quel matériau [42-47]. Le processus de relaxation des contraintes autour du trou lors du perçage est régi par les lois de l'élasticité. Les contraintes résiduelles sont données par les équations suivantes:

$$\sigma_{hn}^1 = \frac{\varepsilon_n^1 (A_{hn} + B_{hn} \cdot \sin 2\theta_n) - \varepsilon_n^1 (A_{hn} - B_{hn} \cdot \cos 2\theta_n)}{2A_{hn} \cdot B_{hn} (\sin 2\theta_n + \cos 2\theta_n)} \quad (25)$$

$$\sigma_{hn}^2 = \frac{\varepsilon_n^2 (A_{hn} + B_{hn} \cdot \sin 2\theta_n) - \varepsilon_n^1 (A_{hn} - B_{hn} \cdot \sin 2\theta_n)}{2A_{hn} \cdot B_{hn} (\sin 2\theta_n + \cos 2\theta_n)} \quad (26)$$

$$\theta_n = \frac{1}{2} \operatorname{tg}^{-1} \left(\frac{\varepsilon_n^1 - 2\varepsilon_n^2 + \varepsilon_n^3}{\varepsilon_n^1 - \varepsilon_n^3} \right) \quad (27)$$

$\varepsilon_n^1, \varepsilon_n^2$ et ε_n^3 sont les déformations correspondantes aux contraintes existant dans le même incrément avant le perçage. A_{hn}, B_{hn} sont les coefficients d'influence reliant les contraintes présentes à la profondeur hn et les déformations mesurées lors de l'enlèvement du nième incrément. σ_{hn}^1 et σ_{hn}^2 sont les contraintes principales et θ_n est l'angle que fait la direction de la première jauge avec une direction de référence choisie.

Cette méthode a l'avantage de permettre d'estimer les contraintes résiduelles (biaxiales) en surface et en profondeur de n'importe quel matériau, à condition que les contraintes ($\sigma_{hn}^3 = 0$, soit à travers l'épaisseur du dépôt ou du matériau), soient supposées nulles. Elle nécessite une préparation soignée lors de la mesure.

V-2-3 Méthode de la courbure

Les différences existant entre les modèles de génération des contraintes et les mesures après coup ont amené Gill, Clyne et Kuroda [5, 8, 27] à proposer des méthodes de mesures in situ des contraintes pendant le tir. Une lame mince ($80 \times 1 \times 20 \text{ mm}^3$) est encadrée à une extrémité et une caméra CCD permet de suivre l'évolution de sa courbure lors des passages successifs de la torche et de l'apport des couches successives du dépôt [8, 27]. Un thermocouple dans la lame mesure l'évolution cyclique de la température. Un calcul en 1D de la construction des dépôts et de la génération des contraintes permet de relier l'évolution de la courbure aux distributions des contraintes résiduelles.

La méthode de kuroda consiste également à suivre les déformations et la température du substrat en cours de tir, lors des passages successifs de la torche et de l'apport des couches successives du dépôt. Une lame mince maintenue par deux ressort aux extrémités, contre deux appuis entre lesquelles disposé un comparateur digital permettant la mesure des déformation de la lame. Comme dans le cas de Gill, les thermocouples sont imbriqués dans la lame pour l'évolution cyclique de la température (cf annexe du chapitre-V).

V-3 RESULTATS EXPERIMENTAUX

V-3-1 Détermination des contraintes par mesure de la courbure finale

Parmi toutes les techniques, celle qui semble la plus simple d'utilisation est l'étude de la déformation d'une lame métallique recouverte d'un dépôt d'alumine, l'expérience montrant qu'elle peut s'incurver après projection.

Nous avons appliqué cette technique pour déterminer l'influence du préchauffage et des conditions de refroidissement des dépôts.

V-3-1-2 Nature et forme des éprouvettes

Nous avons utilisé l'acier XC38 comme substrat, tout simplement parce que ce type de matériau existe sur le marché sous différentes formes en particulier sous forme de tôles faciles à usiner.

Les éprouvettes sont des bandes métalliques (cf figure V-20), de 100 mm de longueur, 10 mm de largeur et soit de 1 mm soit de 3 mm d'épaisseur.

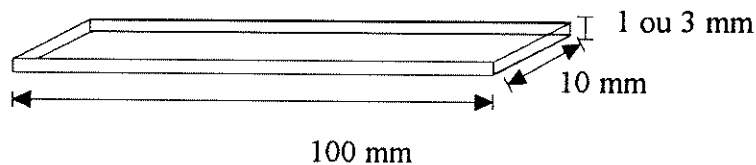


Figure V-20 : forme et dimension des lames utilisées en acier XC38.

Après sablage, les éprouvettes s'incurvent dans le sens de la longueur et dans celui de la largeur et cette dernière doit être minimisée pour limiter les moments transversaux qui leur donnent une forme en "U" résistante à la flexion. C'est pourquoi, nous avons limité la largeur à 10 mm.

Afin de relaxer les contraintes, les éprouvettes ont subi un recuit à $T=800^{\circ}\text{C}$ sous atmosphère d'argon Nertal avant sablage.

Le porte échantillon est un cylindre sur lequel ces éprouvettes, disposées parallèlement aux génératrices, sont maintenues à leurs deux extrémités afin de pouvoir coulisser et se dilater librement sans contrainte d'encastrement due à leur dilatation (cf figure V-21).

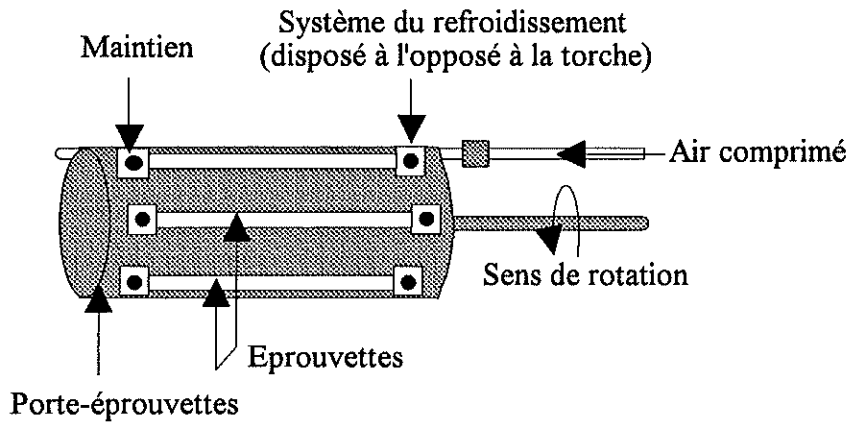


Figure V-21 : Support des éprouvettes

La contrainte au sein de l'éprouvette est donc finalement la somme des contraintes intrinsèques générées dans le dépôt pendant la projection (contraintes de trempe) et au cours du refroidissement (contraintes dues au différentiel de dilatation lors du refroidissement).

$$\sigma_c = \sigma_q + \sigma_r^{\Delta T} \quad (24)$$

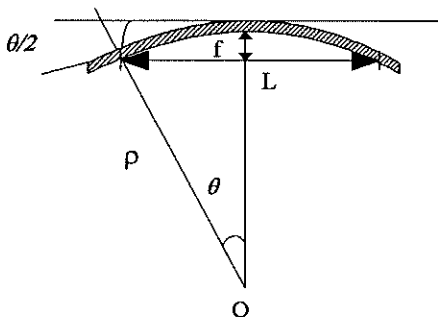
Le calcul des contraintes de refroidissement permet en principe de déterminer les contraintes de trempe.

La mesure des flèches des éprouvettes (f_1, f_2) avant et après le dépôt permet de calculer les rayons correspondants ρ_1 et ρ_2 .

V-3-1-2 Evaluation du rayon de courbure ρ

Pour évaluer le rayon de courbure de chaque éprouvette après sablage et/ou le dépôt

après projection, nous avons supposé que les déformations sont circulaires (cf figure-V-22). La relation entre la flexion de la barre et le rayon de courbure peut alors s'exprimer par :



$$(\rho - f)^2 + \left(\frac{L}{2}\right)^2 = \rho^2 \quad (25)$$

ρ : étant le rayon de courbure de l'éprouvette, L : la distance entre les repères de mesures et f : la flèche mesurée de l'éprouvette avant et après projection.

Figure V-22 : Schéma de calcul de rayon de courbure

La flèche f étant petite devant le rayon de courbure ρ , on peut négliger le terme en second ordre de la flèche devant celui du rayon de courbure ($f^2 \ll \rho^2$). Après simplification, l'expression reliant la flèche au rayon de courbure est :

$$\frac{1}{\rho} = \frac{8.f}{L^2} \quad (16)$$

V-3-1-3 Calcul de l'erreur relative

En insérant cette expression dans la formule de la contrainte uniaxiale due à la courbure (8), on obtient la relation qui existe entre cette dernière et la flèche :

$$\sigma_c = \frac{4.E_s.e_s^3.f}{3.L^2.e_d(e_d + e_s)} \quad (27)$$

Dans ce cas, l'erreur relative sur la contrainte est donnée par l'expression :

$$\frac{\Delta\sigma_c}{\sigma_c} = \frac{3.\Delta e_s}{e_s} + \frac{\Delta e_d}{e_d} + \frac{\Delta e_d + \Delta e_s}{(e_d + e_s)} + \frac{\Delta f}{f} + \frac{2\Delta L}{L} \quad (29)$$

Si l'épaisseur du dépôt est supposée négligeable par rapport à celle du substrat ($e_d \ll e_s$), l'expression simplifiée de la contrainte moyenne dans le dépôt s'écrit alors comme suit :

$$\sigma_c = \frac{4.E_s.e_s^2.f}{3.L^2.e_d} \quad (29)$$

L'erreur relative commise sur la détermination de la contrainte est donnée par la relation suivante :

$$\frac{\Delta\sigma}{\sigma} = \frac{2.\Delta e_s}{e_s} + \frac{\Delta e_d}{e_d} + \frac{\Delta f}{f} + \frac{2\Delta L}{L} \quad (30)$$

L'erreur relative commise sur la contrainte est essentiellement due aux erreurs de mesures commises sur la flèche, sur les épaisseurs du dépôt et du substrat et enfin sur la longueur de l'éprouvette.

V-3-2 Conditions expérimentales de projection

V-3-2-1 Poudre utilisée

Nous avons réalisé toutes nos expériences avec une poudre d'alumine fondue et broyée STARCK, dont les analyses chimique et granulométrique ($-45+22.5 \mu\text{m}$) sont données dans le chapitre-IV. La poudre est projetée avec une torche de diamètre interne $\phi_i=7 \text{ mm}$ dont les caractéristiques sont décrites dans le chapitre-I et les principaux paramètres de tir sont résumés dans le tableau V-4.

Type de torche utilisée	Tuyère de diamètre interne $\phi_i = 7 \text{ mm}$.
Débit du gaz plasmagène Ar-H ₂	45/15 NI/min (75% d'Argon et 25% d'Hydrogène sur un débit total de 60 NI/min).
Injection du gaz plasmagène	Axiale dans la chambre d'arc.
Puissance utile	I = 600 A, V = 65 V, P=39 kW.
Mode d'injection de poudre	Externe, injecteur disposé 2 mm avant la sortie de la tuyère, perpendiculaire au jet plasma.
Diamètre interne d'injecteur	$\phi = 1.8 \text{ mm}$.
Gaz porteur de poudre (Ar)	6.5 NI/min.
Débit de poudre utilisée	$m^{\circ} = 1 \text{ kg/h}$.
Rendement pondéral obtenu	$\rho = 52\%$.
Distance de tir	100 mm.
Déplacement de la torche	24 mm/s ou 16 mm/s
Rotation des échantillons	153-160 tr/min
Refroidissement du dépôt	Air comprimé sous pression (fentes de dimensions respectivement : $1 \times 23 \text{ mm}^2$ pour le refroidissement de la surface du dépôt opposé à la torche et $1 \times 12 \text{ mm}^2$ pour le barrage).

Tableau V-4 : Paramètres de projection de l'alumine.

Le tableau V-5 donne les valeurs numériques des différentes grandeurs utilisées dans le calcul des contraintes. Nous ne tenons pas compte, par la suite, ni de la variation des modules d'Young ni de celle des coefficients de dilatation thermique des différents matériaux avec la température.

Matériaux	XC38 (substrat)	Al ₂ O ₃ (dépôt)
α ($\times 10^{-6} \cdot K^{-1}$)	10,9	8
E (GPa)	200	100

Tableau V-5 : Propriétés utilisées du substrat et du dépôt d'alumine.

Quatre conditions liées au refroidissement, aux températures mesurées et aux épaisseurs utilisées sont résumées dans le tableau V-6.

Conditions utilisées	I	II	III	IV
Mode de refroidissement	P+R	P+R	P+R+B	P+R+B
Débits d'air de refroidissement m° air (m ³ /h)	47-48		79-80	
Epaisseur du substrat es (mm)	1	1	1	1
Epaisseur du dépôt ed (µm)	320	500	250	500
Température moyenne du substrat avant dépôt Ts (°C)	300	300	200	200
Température moyenne de surface du dépôt en cours de tir Ts (°C)	400	400	150	150

Tableau V-6 : Paramètres liés au substrat, au dépôt et aux refroidissements.

Rappelons que le refroidissement est obtenu dans le cas I et II par un jet d'air comprimé, entraîné avec la torche le long du porte-échantillons sur la face du porte du substrat à l'opposé de la torche comme le montre la figure V-21. Ce mode de refroidissement est toujours indexé par la lettre (R) dans ce travail. Pour réduire la température du dépôt à des températures proches de l'ambiante, on combine ce mode à un barrage d'air, cas III et IV, permettant d'éliminer les 5/6 des calories du jet de plasma avec un refroidissement limité des particules avant leur impact, ainsi qu'une faible réduction de leurs vitesses moyennes. Ce mode de refroidissement toujours noté (B), est un barrage d'air comprimé assuré par une fente de dimension respectivement de 13.3x1 mm² disposée entre la torche et le porte-échantillons à 20 mm de la surface des échantillons et à 80 mm de la sortie de la tuyère.

La lettre (P) désigne le préchauffage du substrat avant dépôt pendant une durée relativement courte (en moyenne 50 à 100 secondes), permettant une bonne adhérence des dépôts aux substrats, tant que ces derniers ne sont pas oxydés. Cette température de

préchauffage du substrat assurée par le jet de plasma sans poudre, dépend de la sensibilité du matériau à l'oxydation, de sa dilatation thermique et en général de ses propriétés physiques. Ce préchauffage réduit également les contraintes de trempes rapides des premières couches du fait de leur fissuration due à l'amélioration de leur adhérence au substrat (Cf chapitre-IV).

* Notons au passage que ce préchauffage rapide des barrettes est assuré, dans tous les cas, sans barrage d'air comprimé. Il est donc normal que lors du tir avec l'établissement du barrage d'air comprimé, supprimant pratiquement le chauffage par le jet de plasma, la température de la barrette, en dépit de l'apport calorifique des poudres chute en dessous de la valeur de préchauffage. Ceci n'est naturellement pas le cas lors des refroidissements sans barrage.

V-3-2-2 Mesure de la flèche f

La mesure consiste à relever la flèche de chaque éprouvette avant et après dépôt d'alumine. Pour cela nous avons employé le dispositif avec comparateur représenté sur la figure V-23.

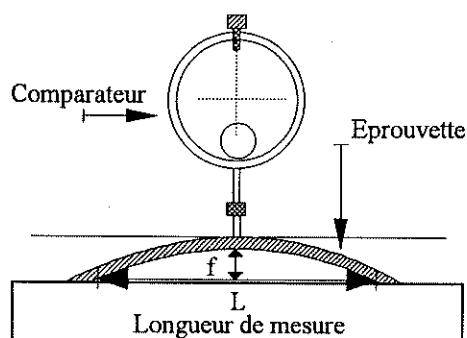


Figure V-23 : Montage employé pour la mesure de la flèche.

V-3-3 Résultats expérimentaux

V-3-3-1 Sablage des éprouvettes

Lorsque la plaque se trouve sablée, elle est soumise en surface (quelques centaines de micromètres en profondeur) à une contrainte résiduelle de compression. Il se produit alors un déséquilibre des forces et des moments auxquels est soumis l'éprouvette et celle-ci se déforme de manière à rétablir l'équilibre. Le sablage a été effectué de telle façon que chaque éprouvette soit entièrement sablée sur toute sa largeur afin que le traitement subi par celle-ci soit homogène.

Pour chaque tir, on dispose de 5 éprouvettes : 3 minces (d'une épaisseur de 1 mm) et deux épaisses (d'une épaisseur de 3 mm). Par la suite, on mesure la flèche subie par chaque éprouvette avant dépôt (due au traitement de sablage) et celle après dépôt.

Après sablage et avant tir, la flèche mesurée et le rayon de courbure estimé sur chaque éprouvette mince (d'épaisseur 1 mm) sont résumés dans le tableau V-7.

Après sablage	I	II	III	IV
Flèche moyenne avant dépôt	1.70	2.45	1.70	2.00
f1 (mm)	1.85	2.3	1.76	1.05
	1.55	2.75	1.15	1.48
Rayon de courbure correspondant	0.49	0.34	0.49	0.42
ρ_1 (m)	0.45	0.37	0.48	0.80
	0.54	0.31	0.73	0.57

Tableau V-7 : Résultats des mesures après sablage.

Les différences entre les flèches mesurées et les rayons de courbures calculés d'après les flèches sont liées à la reproductibilité des conditions de sablage.

V-3-3-2 Après dépôts

Après tir, nous avons mesuré la flèche globale de l'ensemble dépôt-substrat en tenant compte de l'épaisseur déposée et ainsi déterminé le rayon de courbure correspondant. Les résultats des mesures sont portés dans le tableau V-8.

Après Tir	I	II	III	IV
Flèche moyenne après dépôt	2.13	3.12	1.8	2.15
f2 (mm)	2.19	3.00	1.85	1.22
	1.89	3.40	1.22	1.65
Rayon de courbure correspondant	0.39	0.27	0.47	0.39
ρ_2 (m)	0.38	0.28	0.45	0.69
	0.44	0.25	0.69	0.51

Tableau V-8 : Résultats des mesures après tir.

La flèche subie par chaque éprouvette après tir, est la différence entre la flèche mesurée avant et après dépôt. Après calcul, la flèche ainsi que la courbure correspondante sont données dans le tableau V-9.

Résultats d'expériences	I	II	III	IV
flèche due au dépôt	0.43	0.67	0.1	0.15
Δf (mm)	0.33	0.70	0.09	0.17
	0.34	0.65	0.07	0.17
Rayon de courbure correspondant	1.95	1.26	8.41	5.60
ρ (m)	2.51	1.20	9.34	4.94
	2.47	1.29	12.01	4.94

Tableau V-9 : Détermination des rayons de courbure.

Pour chacune des conditions, les flèches dues au dépôt d'alumine sont peu différentes et elles sont du même ordre de grandeur. Les éprouvettes revêtues dans les conditions I et II (à 400°C) s'incurvent plus que celles réalisées à basses températures conditions III et IV (150°C) (les flèches subies par les éprouvettes sont 4 à 5 fois plus grandes), quelle que soit l'épaisseur du dépôt. Ceci est dû d'une part à la supériorité des propriétés mécaniques des dépôts I et II et d'autre part aux contraintes dues à la contraction thermique différentielle.

Notons en effet que, dans le cadre de notre expérience [14], pour un dépôt réalisé à 400°C plutôt qu'à 150°C, les contacts inter-lamellaires s'améliorent (la porosité diminue, la cohésion et la dureté augmentent), signalons également que Kuroda [1], Ohmorie [2] et Mc-Pherson [3] avaient noté des phénomènes semblables. Les contraintes de trempe des lamelles augmentent peu [5], mais elles sont très largement compensées par l'accroissement des contraintes dilatométriques et de plus le module d'Young s'améliore avec le meilleur contact ce qui fait que la courbure après dépôt augmente.

Ces conclusions peuvent être aussi confirmées en comparant d'une part les résultats des conditions I et II à ceux des conditions III et IV : lorsque l'épaisseur du dépôt mise en compression augmente, dans la limite où elle n'affaiblit pas l'adhérence dépôt-substrat, le moment total généré par le dépôt sous compression augmente d'où une flèche plus importante.

i) Calcul théorique du rayon théorique d'après Hseuh et al [18]

Avec les hypothèses de Hseuh [18] (cf paragraphe V-1-4-1-d et V-1-4-2), le dépôt étant supposé sans contrainte avant le refroidissement (contraintes de trempe négligeables), le calcul donne l'expression de la courbure de l'ensemble dépôt substrat (cf équation 23).

Conditions	I	II	III	IV
Rayon de courbure après dépôt d'après Hseuh [18] : ρ_{th} (m)	1.46	1.23	5.06	3.70
Valeur moyenne mesurée : ρ_{exp} (m)	2.31	1.25	9.92	5.16

Tableau V-10: Rayon de courbure théorique d'après Hseuh.

L'accord entre la valeur théorique du rayon de courbure et la valeur expérimentale n'est pas mauvais compte tenu de toutes les hypothèses et des imprécisions de la mesure.

Une différence est nettement remarquée pour les conditions de III et IV plutôt que pour I et II. Ceci trouve son explication d'une part dans les valeurs du module d'Young et du coefficient de dilatation thermique utilisés dans le calcul, étant donné que le module d'Young est nettement différent dans les quatre cas, et d'autre part du fait que les contraintes de trempe dues au refroidissement des lamelles et les gradients thermiques au sein du dépôt n'ont pas été prises en compte. Dans ces deux cas, les contraintes sont en traction.

ii) Déformation moyenne dans le dépôt

La déformation résiduelle moyenne dans le dépôt est donnée par l'équation (31) :

$$\varepsilon_r^y = \varepsilon_0 + \frac{(y - y_n)}{\rho} + (\alpha_d - \alpha_s)(T_s - T_a) \quad 0 < y < ed \quad (31)$$

ε_0 étant une constante, ρ : rayon de courbure, α_d et α_s : coefficients de dilatation thermique du dépôt et du substrat, y : axe normale à la surface du dépôt avec origine à l'interface dépôt-substrat. y_n : axe neutre. ed : épaisseur du dépôt. T_s et T_a : températures du dépôt et de l'ambiante.

Les valeurs des déformation obtenues par la théorie ou par l'expérience sont résumées dans le tableau V-11. Notons au passage que les valeurs de ε_0 sont dans l'ordre de 10^{-5} à 10^{-6} .

Déf. résiduelles	I	II	III	IV
ϵ_c th. (x.10 ⁻⁴)	-5.48	-3.83	-2.12	-1.28
ϵ_c exp. (x.10 ⁻⁴)	-6.46	-3.90	-2.56	-1.83
	-7.11	-3.70	-2.63	-1.69
	-7.07	-4.10	-2.76	-1.69

Tableau V-11 : Déformations moyennes dans le dépôt.

Les déformations résiduelles moyennes dans les dépôts, dues uniquement à la contraction différentielle thermique au cours du retour à l'ambiante, sont un peu supérieures en valeur absolue à celles obtenues théoriquement. Par contre, les tendances théoriques et expérimentales sont en accord et celui-ci est meilleur que pour le rayon de courbure qui fait intervenir le module d'Young.

iii) Contrainte moyenne dans le dépôt

Nous avons utilisé les différentes théories proposées précédemment afin de voir la tendance des contraintes dans les dépôts, en fonction des différents paramètres liés aux quatre conditions étudiées. Après calcul utilisant pour chaque éprouvette le rayon de courbure déterminé expérimentalement et les propriétés choisies des matériaux, les résultats sont regroupés dans le tableau V-12.

σ (MPa)\Conditions	I	II	III	IV
σ_{exp} . [Hseuh]	-65	-39	-26	-18
	-71	-37	-26	-17
	-71	-41	-28	-17
σ_{exp} . [Hasui]	-77	-94	-21	-21
	-60	-98	-19	-24
	-61	-91	-15	-24
σ_{exp} . [Courbure]	-40	-35	-13	-8
	-31	-37	-11	-9
	-32	-34	-9	-9

Tableau V-12 : Résultats des mesures des contraintes.

Les contraintes moyennes théoriques et expérimentales ont été calculées à titre de comparaison. Le calcul théorique des contraintes est effectué avec les hypothèses de Hseuh, car sa théorie permet le calcul théorique de la courbure. L'insertion de cette valeur théorique du rayon de courbure dans les autres formulations donne les valeurs σ_{th} résumées dans le tableau V-13 où σ_{exp} est la valeur moyenne arithmétique des résultats du tableau V-12.

	σ (MPa)\Conditions	I	II	III	IV
Hseuh	σ_{th}	-55	-38	-21	-13
	$\sigma_{exp.}$	-69	-39	-27	-17
Clyne	$\sigma_{exp}=\sigma_{th.}$	-88	-72	-31	-24
Hasui	$\sigma_{th.}$	-103	-96	-35	-32
	$\sigma_{exp.}$	-66	-94	-18	-23
Courbure	$\sigma_{th.}$	-54	-36	-21	-12
	$\sigma_{exp.}$	-34	-35	-11	-9

Tableau V-13 : Comparaison entre la théorie et l'expérimentation.

Nous constatons dans tous les cas que les expériences comme les calculs donnent les mêmes tendances d'évolution. Cependant, les résultats de la méthode d'Hasui obtenus en utilisant soit le rayon de courbure calculé d'après Hseuh, soit celui mesuré, ne semblent pas très cohérents avec les autres.

Les contraintes résiduelles de compression expérimentales sont plus faibles. En effet les calculs théoriques ne prennent pas en compte les gradients thermiques de températures qui introduisent des contraintes résiduelles de traction ou de tension. Ces résultats semblent logiques. Ils montrent que l'effet de gradients de température n'est pas tout à fait négligeable. Cet effet est d'autant plus important que l'épaisseur du dépôt est plus importante ($\frac{|\sigma_{mesurée} - \sigma_{calculée}|}{|\sigma_{mesurée}|}$).

iv) Erreur relative sur la contrainte évaluée

Si l'on estime à 10 μm l'erreur absolue commise sur les paramètres mesurés à l'aide du comparateur, tels que la flèche, l'épaisseur du dépôt et du substrat, et à 1 mm celle commise sur la longueur de l'éprouvette, mesurée à l'aide d'une règle graduée en mm, les erreurs relatives commises sur les contraintes estimées par la méthode de la courbure sont

de même ordre de grandeur dans tous les cas étudiés soit environ de 22%. Ces valeurs sont résumées dans le tableau V-14.

Méthode de la courbure	I	II	III	IV
$\frac{\Delta\sigma_c}{\sigma_c}$ (%)	20-24	19-23	21-25	19-23

Tableau V-14 : Erreur relative commise sur la contrainte mesurée par la méthode de la courbure.

Dans le calcul précédent, les propriétés utilisées sont supposées constantes. Cette hypothèse n'est qu'une première approximation, étant donné que les conditions de projection, en particulier de refroidissement, sont différentes.

En utilisant l'expression de la courbure de Hseuh (contraintes de trempe et les gradients thermiques supposés négligeables) et en y insérant la courbure expérimentale et les propriétés du dépôt et du substrat, par un calcul itératif, on peut déterminer la température de tir supposée inconnue. Les valeurs des températures ainsi calculées sont données dans le tableau V-15.

Ces résultats sont un peu différents de ceux obtenus expérimentalement pour les deux raisons suivantes : d'une part la température n'est pas homogène dans le dépôt pendant le tir et elle fluctue d'autant plus autour de la valeur moyenne mesurée que l'éprouvette est longue et que la vitesse de déplacement faible, d'autre part les propriétés des dépôts sont différentes.

Conditions	I	II	III	IV
Rayon de courbure	1.95	1.26	8.41	5.60
ρ (m)	2.51	1.20	9.34	4.94
	2.47	1.29	12.01	4.94
Température du tir T_s (°C)	305	394	100	108
	244	410	93	119
	247	383	78	119
Température moyenne T_s (°C)	265	396	90	115

Tableau V-15 : Température moyenne des dépôts.

En admettant que les températures mesurées sont réellement celles des dépôts (sans gradients), par le même procédé on peut calculer le module d'Young des dépôts. Ces résultats sont donnés dans le tableau V-16.

Le module d'Young diffère d'une condition à une autre, il est un peu supérieur dans les conditions de refroidissement sans barrage d'air comprimé. Ceci semble en accord avec la structure dense des dépôts I et II et poreuse de III et IV. Toutefois, les phénomènes relatifs à la variation de l'adhérence soulignée dans le chapitre-IV ne sont pas pris en compte dans ces calculs.

Conditions	I	II	III	IV
Module d'Young du dépôt :	60	95	47	39
Ed (GPa).	41	109	41	49
	42	87	30	49
Module d'Young moyen :	~ 48	~ 97	~ 39	~ 46
Ed (GPa)				

Tableau V-16 : Module d'Young des dépôts calculés d'après Hseuh.

V-3-3-3 Distribution des contraintes dans les dépôts d'après Hseuh

Pour obtenir la distribution des contraintes, nous avons utilisé le calcul de Hseuh et Evans [18] avec l'hypothèse que le dépôt et le substrat ont un comportement élastique sans gradient de température et de contraintes avant refroidissement. Ces valeurs dites "expérimentales" sont celles obtenues en introduisant dans les expressions d'Hseuh les valeurs expérimentales de ρ , des températures et des épaisseurs du dépôt et du substrat. Les tendances entre la théorie et la pratique semblent en accord. Toutefois, comme nous le verrons avec les mesures effectuées au CETIM par la méthode du trou incrémental, les distributions réelles sont loin d'être celles calculées.

Comme le montrent les figures V-24 à V-27 pour une même épaisseur, à quelques microns près, les contraintes dilatométriques augmentent avec la température du dépôt. Elles sont plus compressives à l'interface qu'en surface du dépôt. Par contre, pour une température donnée de 400°C ou de 150°C, les contraintes diminuent peu quand l'épaisseur du dépôt augmente.

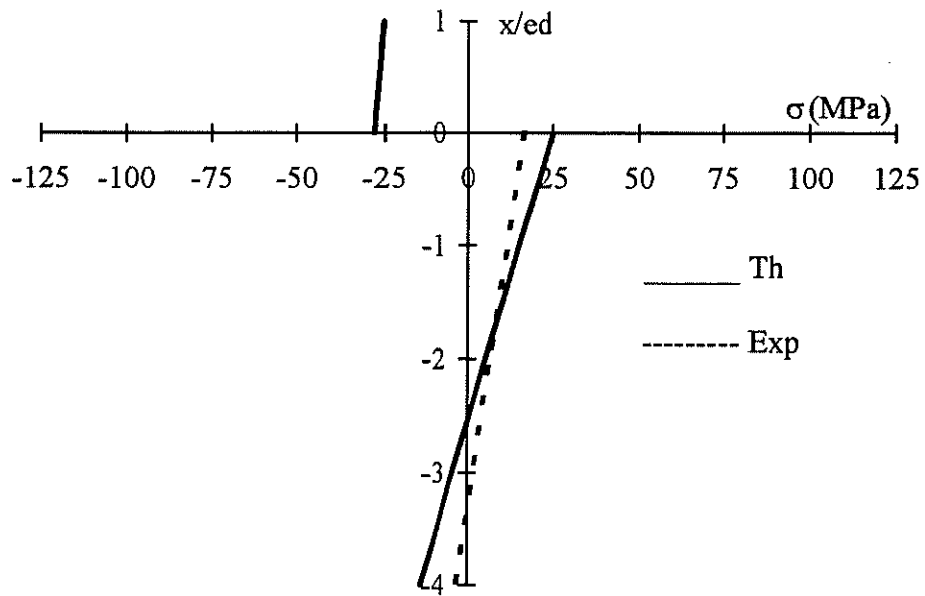


Figure V-24 : Evolution de la distribution de contraintes résiduelles théoriques (Th) et calculées (Exp) à partir des valeurs expérimentales d'après Hseuh dans un dépôt d'alumine de 250 μm d'épaisseur et réalisé sur une lame en XC38 d'épaisseur 1 mm dans les conditions (III) du tableau V-6.

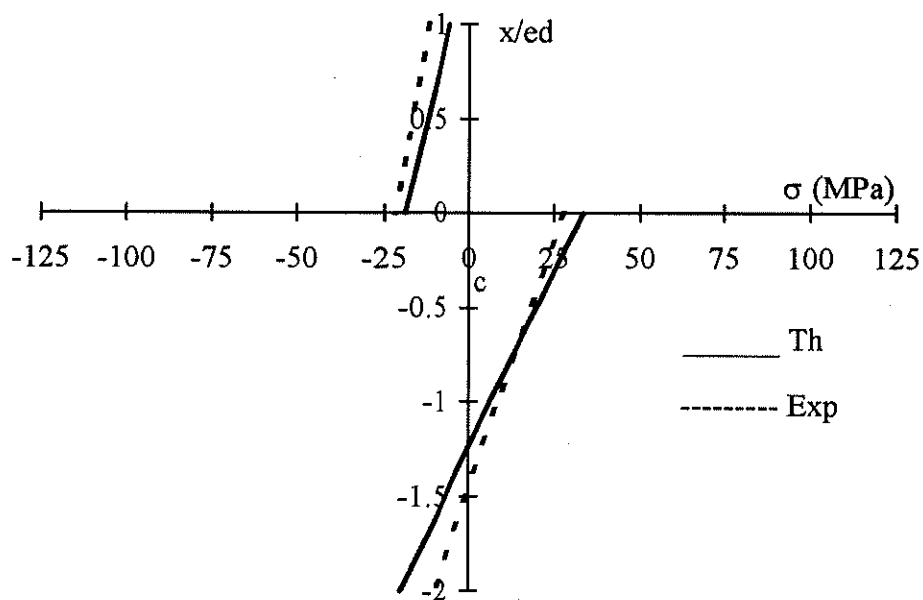


Figure V-25 : Evolution de la distribution de contraintes résiduelles théoriques (Th) et calculées (Exp) à partir des valeurs expérimentales d'après Hseuh dans un dépôt d'alumine de 500 μm d'épaisseur et réalisé sur une lame XC38 d'épaisseur 1 mm dans les conditions (IV) du tableau V-6.

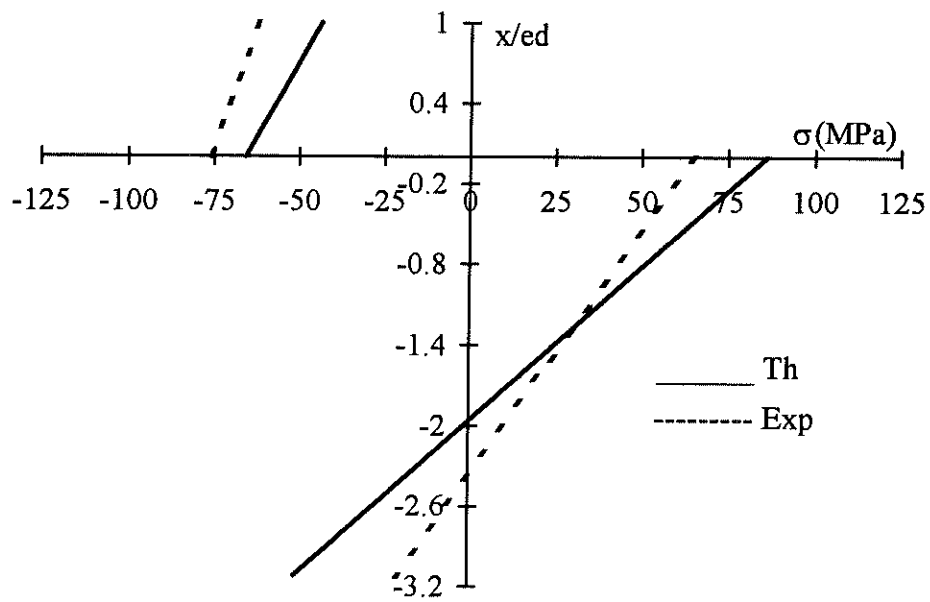


Figure V-26 : Evolution de la distribution de contraintes résiduelles théoriques (Th) et calculées (Exp) à partir des valeurs expérimentales d'après Hseuh dans un dépôt d'alumine de 320 μm d'épaisseur et réalisé sur une lame en XC38 d'épaisseur 1 mm dans les conditions (I) du tableau V-6.

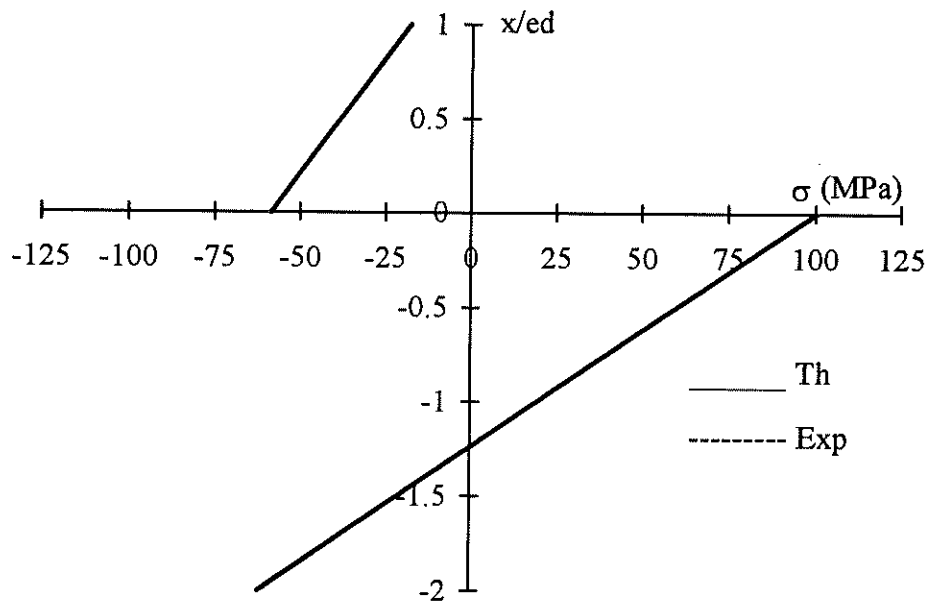


Figure V-27 : Evolution de la distribution de contraintes résiduelles théoriques (Th) et calculées (Exp) à partir des valeurs expérimentales d'après Hseuh dans un dépôt d'alumine de 500 μm d'épaisseur et réalisé sur une lame en XC38 d'épaisseur 1 mm dans les conditions (II) du tableau V-6.

V-3-3-4 Eprouvettes épaisses (XC38) de 3 mm d'épaisseur

Pour les éprouvettes en XC38 d'épaisseur 3 mm, la déflexion après dépôt est pratiquement nulle dans les conditions I, III, IV. Seules celles réalisées dans les conditions II ont subi une déflexion mesurable. Les résultats de mesures des flèches avant et après tir des éprouvettes épaisses (3 mm d'épaisseur) sont résumés dans le tableau V-17.

Condition (II)	Flèche mesurée : f (mm)	Rayon de courbure : ρ (m)
Après sablage	0.20	4.20
	0.30	2.80
Après dépôt	0.27	3.11
	0.38	2.21
Résultats dus à la formation du dépôt	0.07	11.92
	0.08	10.51

Tableau V-17 : Flèches subies par les éprouvettes en XC38 épaisses avant, pendant, et après dépôt.

La courbure subie par les éprouvettes épaisses après dépôt est beaucoup plus faible que celle subie par les éprouvettes minces comme le montrent les résultats de mesures.

	Déformations	Condition (II)	Valeur moyenne de ϵ_c
Hseuh [18]	ϵ_c th. (x.10-4)	-7.64	-7.64
Calculées d'après Hseuh et les mesures.	ϵ_c exp. (x.10-4)	-8.68	-8.59
		-8.50	

Tableau V-18 : Déformations résiduelles dans le dépôt.

Les déformations résiduelles dans le dépôt calculées et expérimentales (cf. tableau V-18) sont similaires avec un faible écart.

	Rayon de courbure théorique d'après Hseuh [18] : ρ_{th} (m)	Rayon de courbure expérimental moyen : ρ_{exp} (m)
Condition (II)	~ 6.75	~ 11.22

Tableau V-19 : Rayon de courbure théorique et expérimental.

En utilisant les propriétés définies dans le tableau V-3, et en procédant comme précédemment, on peut comparer les rayons de courbure théorique et expérimental. L'écart entre ces deux valeurs, porté dans le tableau V-19, est beaucoup plus important du fait de la mauvaise connaissance des propriétés réelles de nos dépôts en particulier du module

d'Young. Si l'on suppose en première approximation que la température mesurée en surface, est celle du dépôt sans gradient thermique, le module d'Young du dépôt peut être aussi déterminé. En deuxième approximation, si on suppose que la température est inconnue et que les modules d'Young utilisés sont ceux des deux matériaux, on peut calculer la température, les résultats sont donnés dans le tableau V-20.

	Module d'Young E_d (GPa)	Température T_s (°C)
Condition (II)	48	237
	56	266

Tableau V-20 : Valeurs du module d'Young et de température du dépôt.

Notons cependant que la précision des mesures, du fait de la courbure réduite, est très faible et ne permet pas de conclure par rapport aux valeurs trouvées avec des lames minces.

La distribution des contraintes d'après Hseuh est donnée dans la figure V-28. Dans le substrat, les valeurs expérimentales sont un peu moins en tension que les valeurs théoriques et le contraire est observé dans le dépôt.

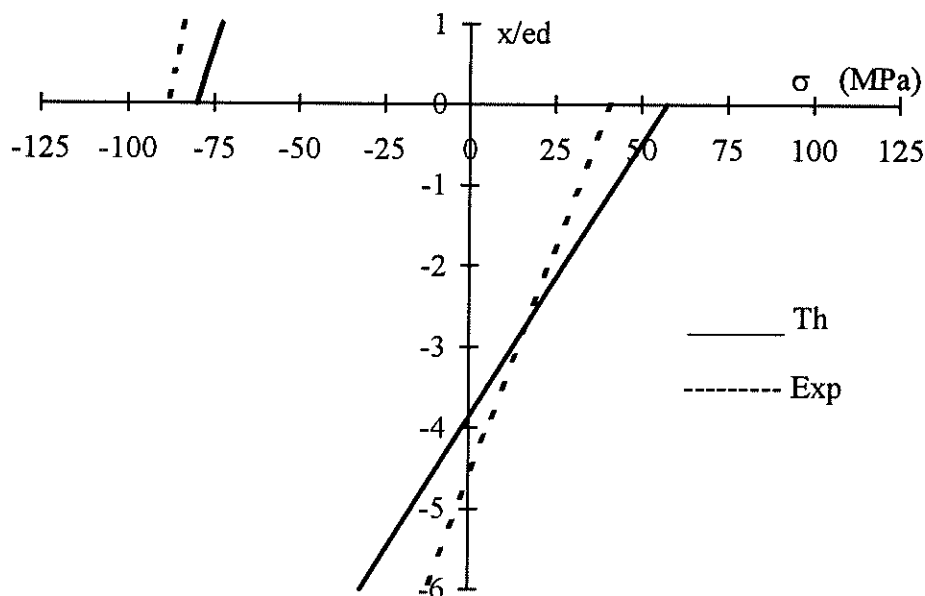


Figure V-28 : Evolution de la distribution de contraintes résiduelles théoriques et calculées à partir des valeurs expérimentales d'après Hseuh dans un dépôt d'alumine de 500 μm d'épaisseur et réalisé sur une lame en XC38 d'épaisseur 3 mm dans les conditions (II) du tableau V-6.

V-4 CONTRAINTES DE SURFACE DES DEPOTS

V-4-1 Analyse des contraintes par Diffraction R-X

V-4-1-1 Choix des conditions de diffraction

Contrairement aux métaux, les céramiques projetées par plasma présentent plusieurs phases de structures cristallines différentes et peu symétriques ainsi que des phases amorphes.

L'alumine frittée est généralement en phase α tandis qu'après projection thermique la phase dominante est de type métastable notée souvent γ . Comme le montrent les enregistrements de l'intensité diffractée en fonction de 2θ , on observe deux pics de diffraction très intenses des plans cristallins (400) et (440) correspondant à la phase γ . Quelques pics de diffraction de la phases α ont été identifiés, quelles que soient les conditions de projection, mais le pourcentage de celle ci est toujours très faible (inférieur à 5%) (cf paragraphe IV-7-2-4).

Les analyses sont généralement effectuées sur le pic (440). Mais bien qu'il soit intense, peu dilaté, il semble bien qu'il y ait convolution de ce pic avec d'autres c.à.d. qu'il soit perturbé par les raies de la phase α qui apparaissent dans certaines conditions. Pour cette raison, nous avons mesuré les contraintes sur le plan cristallin (511) de la phase γ où aucun pic de la phase α de l'alumine n'apparaît.

V-4-1-2 Conditions de projection

Les conditions de projection sont la condition I du tableau V-3 et les conditions V, VI et VII du tableau V-21. La poudre d'alumine (-45.+22.5 μm) fondue et broyée (STARK) est projetée avec la torche de tuyère $\phi=7$ mm.

V-4-1-3 Préparation des échantillons

Les substrats sont des disques en fonte FT25 de 4 mm d'épaisseur et de 25 mm de diamètre, le Ra est de 12-15 μm en moyenne.

V-4-1-4 Condition de refroidissement du dépôt

L'épaisseur du dépôt est la même pour toutes les conditions réalisées, elle est de l'ordre de 380 μm . Les conditions de refroidissement, la température de surface du dépôt atteinte juste avant refroidissement sont indiquées dans le tableau V-21.

AL ₂ O ₃ /FT25	V	VI	VII	VIII
Refroidissement	(R)	(P+R)	(B+R)	(B+R+P)
Débits d'air de refroidissement (m ³ /h)	47-48		79-80	
Épaisseur du dépôt (µm)	380 ± 20		380 ± 20	
Épaisseur du substrat (mm)	5	5	5	5
Ts (°C)	500	500	150	150

Tableau V-21 : Conditions de projection liées au refroidissement du dépôt.

Rappelons que les conditions V et VII sans préchauffage impliquent une adhérence faible et une cohésion faible du dépôt dans les premières secondes correspondant à des couches relativement froides et également à l'existence de gradients de température au sein du dépôt et du substrat (d'autant plus élevées que la température finale est grande c'est à dire dans le cas V). La condition VI est assez similaire à la condition I, dont la température est cependant un peu plus faible (400°C). Le refroidissement dans le cas VI était cependant plus rapide pendant les 5 premières secondes suivant l'arrêt du tir, car on ne disposait pas d'électrovannes sur le circuit d'air comprimé qu'il fallait alors fermer manuellement. Dès l'air comprimé coupé, le refroidissement était identique à celui décrit pour les conditions I à IV.

V-4-1-5 Conditions de mesure des contraintes

Les conditions expérimentales de détermination des contraintes résiduelles à l'aide d'un montage type ψ sont les suivantes :

- Anode en Chrome de longueur d'onde $\lambda\kappa\alpha = 2.291 \text{ \AA}$
- Famille de plan de diffraction (511) de l'alumine γ :
- Angle de diffraction $2\theta_0 = 98,00^\circ$. Le balayage θ est fait de 46° à 52° par pas de 0.02° .
- 13 angles de ψ ont été utilisés de -54° à $+54^\circ$ avec un pas de balayage de 9° , et 7 angles ϕ allant de 0° à 324° avec un pas de 54° .
- Détection : détecteur linéaire.
- Temps d'acquisition de comptage de 480 secondes (correspondant au temps d'enregistrement du spectre en (2θ)).

- Constantes élastiques $E = 40 \text{ GPa}$, $\nu = 0.25$
- Constantes radiocristallographiques macroscopiques:

$$s_1 = -\frac{\nu}{E} = 6.25 \cdot 10^{-6} (\text{MPa})^{-1}, \quad s_2 = \frac{1+\nu}{E} = 31.25 \cdot 10^{-6} (\text{MPa})^{-1}.$$

- Facteur d'anisotropie A est supposé égale à 1 (c'est à dire : pas d'orientation préférentielle).

Au total 91 spectres ont été analysés. En se fixant un angle ψ par exemple, on fait varier l'angle φ de 0 à 324° par pas de 54°, et pour chaque couple (ψ, φ) on effectue des enregistrements de spectres. L'analyse par les méthodes classiques permet de calculer la position de θ_{ij} correspondant à chaque couple (ψ, φ) . Par un calcul itératif et par régression multiple, avec l'hypothèse que la contrainte de surface du dépôt est nulle ($\sigma_{33}=0$), on détermine le θ_0 et le tenseur des contraintes [40].

V-4-1-6 Résultats expérimentaux et discussion

Les premiers résultats ont été obtenus au laboratoire du Professeur Nardoau.

Les tenseurs de contraintes résiduelles ont été obtenus sur des dépôts bruts sans aucune correction préalable par la poudre. Les contraintes principales dans le plan de la surface sont portées dans le tableau V-22.

σ (MPa)\AL ₂ O ₃ /FT25	V	VI	VII
$\sigma_{11} \pm 3$ Ecart type	106 ± 22	132 ± 19	137 ± 23
$\sigma_{22} \pm 3$ Ecart type	110 ± 23	141 ± 19	148 ± 22
$\sigma_{33} \pm 3$ Ecart type	0 ± 9	0 ± 7	0 ± 9

Tableau V-22 : Contraintes de surface des dépôts projetés à différentes températures.

Ces mesures X ne concernent qu'une faible partie du dépôt de quelques dizaines de microns de profondeur. Les résultats montrent qu'elles sont en tension en surface quelle que soit la température utilisée. Mais dans les trois conditions elles sont du même ordre de grandeur, soit environ 100 MPa.

Les contraintes ainsi mesurées, toutes en tension, paraissent relativement élevées et assez peu sensibles aux effets de température auxquelles les trois dépôts ont été tirés. Si on admet avec Kuroda [5] que les contraintes de trempe des particules d'alumine sont de l'ordre de 10 à 20 MPa et si, même durant le refroidissement rapide, des contraintes sont

généérées en surface du fait du refroidissement plus lent du coeur des dépôts, soit elles relaxent par micro-fissuration, soit elles disparaissent, lorsque les gradients de température au sein du dépôt ont disparu.

Pour la suite, nous avons conservé les mêmes conditions de travail (tableau V-21), seul le refroidissement après tir a été un peu modifié.

V-4-2 Refroidissement après le tir

V-4-2-1 Conditions utilisées

Le refroidissement en fin de projection est assuré pendant 3 minute 30 secondes, d'abord par une diminution du débit d'hydrogène puis simultanément avec l'intensité du courant de la torche de 600 à 400 A, et ensuite par la variation de la distance torche substrat de 100 mm à 170 mm, par des paliers de 15 secondes. La température est donc réduite jusqu'à 250°C dans le cas où le tir a été effectué sans barrage d'air et jusqu'à moins 100°C dans des tirs avec barrage, avant que le refroidissement se poursuive à l'ambiante.

Deux substrats ont été utilisés : la fonte FT25 et l'acier 34CD4.

V-4-2-2 Résultats expérimentaux et discussions

	Conditions	V	VI	VII	VIII
Al₂O₃/Substrat	σ (MPa)\Td (°C)	500	500	150	150
FT25	σ11 ± 3 Ecart type	60 ± 47	123 ± 44	159 ± 28	129 ± 19
	σ22 ± 3 Ecart type	108 ± 40	123 ± 37	127 ± 25	91 ± 19
	σ33 ± 3 Ecart type	0 ± 17	0 ± 15	0 ± 10	0 ± 7
34CD4	σ11 ± 3 Ecart type	91 ± 43	91 ± 39	169 ± 35	73 ± 27
	σ22 ± 3 Ecart type	134 ± 46	113 ± 52	162 ± 30	90 ± 31
	σ33 ± 3 Ecart type	0 ± 16	0 ± 18	0 ± 13	0 ± 11

Tableau V-23 : Contraintes résiduelles de la surface des dépôts d'alumine projeté sur la fonte FT25 et l'acier 34CD4 dans les condition V = (R), VI = (P+R), VII = (R+B), VIII = (P+R+B).

Les contraintes sont toujours en tension. Il est probable que le gradient subi par la dernière couche au début du refroidissement soit à l'origine de ces contraintes de tension en surface des dépôts qui semblent surestimées par rapport aux mesures selon la méthode du trou incrémental qui permet d'expliquer la nature des contraintes en fonction de la structure des dépôts.

Notons enfin que dans les théories présentées précédemment sans gradient de température, les contraintes en moyenne sont toujours en compression dans les dépôts.

Avec cette méthode de diffraction des rayons X, la mauvaise connaissance des paramètres liés à la structure cristalline des phases métastables de l'alumine, les imprécisions sur la position du pic de diffraction, provenant soit de l'expérimentation soit de la phase secondaire α laissent à penser que les mesures sont entachées d'erreurs importantes. Enfin, un paramètre important étant la rugosité de surface (variation de normale de la surface rugueuse irradiée d'où une imprécision sur l'angle ψ fixé) et la pénétration faible des rayons X dans l'alumine d'environ 10 μm , laisse aussi penser que les mesures sont affectées par l'erreur commise sur l'angle ψ .

Dans tous les cas, ces mesures effectuées par diffraction R-X en surface des dépôts ont donné des contraintes toutes de tension avec des valeurs qui semblent peu élevées, mais elles sont en parfait accord avec les prévisions du fait de la trempe rapide de la couche superficielle du dépôt.

V-5 DISTRIBUTION DES CONTRAINTES EN PROFONDEUR DES DEPOTS REALISES PAR PLASMA

V-5-1 Méthode de trou incrémental

L'objectif de cette étude est d'évaluer les contraintes résiduelles dans les dépôts Al_2O_3 réalisés sous différentes conditions de fabrication. Dans ce travail, la méthode du trou incrémental a été utilisée par le CETIM sur nos dépôts, afin d'apprécier la distribution des contraintes résiduelles dans le dépôt et le substrat.

V-5-1-2 Rappel du principe de la méthode du trou incrémental

Le principe de la méthode du trou où on effectue le perçage d'un trou à fond presque plat et le pas à pas est rappelé au paragraphe V-3-2.

V-5-1-3 Conditions de projection

De nombreuses conditions de tir ont été réalisées sur des substrats différents : la fonte FT25, l'acier 34CD4 et l'alliage d'aluminium AU4G, dont les dimensions sont respectivement de 25 mm de diamètre et de 5 mm d'épaisseur.

V-5-1-4 Conditions expérimentales pour la détermination des contraintes résiduelles

Les conditions de mesure des contraintes résiduelles par la méthode du trou sont:

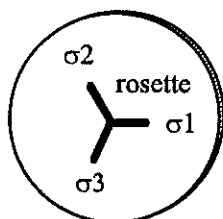


Figure V-29 : Disposition des jauges unidirectionnelles en surface du dépôt.

- Fraise : HAM-type 421.
- 2 dents, rainurée;
- angle d'hélice : 30°;
- 1 dent avec coupe au centre.
- Nature : en carbure de tungstène monobloc.

- Diamètre du trou effectué : 8 mm
- Fraiseuse : Gambin-type 3M; vitesse de rotation 1000 trs/min.
- Jauges : Tokyo Sokki Kenkyujo Co, LTD- type FRAS-2-11; Largeur de jauge : 2 mm; Résistance : $120 \pm 0.5 \Omega$, Facteur de jauge : $k=2.12$; Pont de mesure : HBM-type centrale de mesure UPM40; Position de jauges d'extensométrie (cf figure V-29).

V-5-2 Résultats expérimentaux

Toutes les contraintes ont été calculées avec les mêmes constantes données dans le tableau V-24, ce qui n'est pas nécessairement les vraies valeurs pour toutes les conditions.

Dépôts d'alumine	Valeurs caractéristiques
Coefficient de Poisson ν	0.3
Module d'Young E_d (GPa)	100

Tableau V-24 : Constantes élastiques utilisées pour les dépôts d'alumine obtenus par plasma.

Nous commençons par commenter celles qui se rapprochent le plus des conditions I à IV du tableau V-6 et VI du tableau V-22.

Pour des substrats respectivement d'acier 34CD4 et de fonte FT25, les conditions de type I (c'est à dire préchauffage à 350°C), les figures V-30 et V-31 correspondent à des dépôts d'alumine de 300-350 μm , alors que pour les figures V-32 et V-33 sont relatives à des dépôts de 500-550 μm d'épaisseur.

Nous constatons sur les figures V-30 et V-31 que les contraintes sont en compression dans les 250 premiers microns du dépôt. Au voisinage de l'interface, se trouve un pic de

tension très nettement plus marqué sur la fonte que sur l'acier. Ce pic de tension est du probablement d'une part à la trempe rapide des premières couches (bon contact lamelles-substrat d'où refroidissement rapide par conduction dans le substrat) et au différentiel thermique entre l'alumine et l'acier ou la fonte et d'autre part aux gradients de chauffage induits par le déplacement de la torche, ainsi qu'à ceux générées lors du refroidissement, le dépôt se refroidissant plus rapidement au voisinage de l'interface métallique. Ce pic est d'autant plus marqué que l'épaisseur du dépôt augmente (cf figures V-32 et V-33). En effet, avec un dépôt plus épais, les gradients thermiques augmentent encore plus lors du refroidissement au voisinage de l'interface.

Sur les figures V-32 et V-33, on constate que les contraintes dans les 450 premiers microns du dépôt sont en compression et relativement plus homogènes. Toutefois, par rapport au dépôt plus mince, les contraintes sont moins isotropes dans les directions principales du plan (x, y).

Dans tous les cas étudiés, ces contraintes de tension générées dans les dépôts au voisinage de l'interface semblent engendrer des contraintes inverses de compression dans le substrat, contraintes qui viennent s'ajouter aux contraintes dues au sablage.

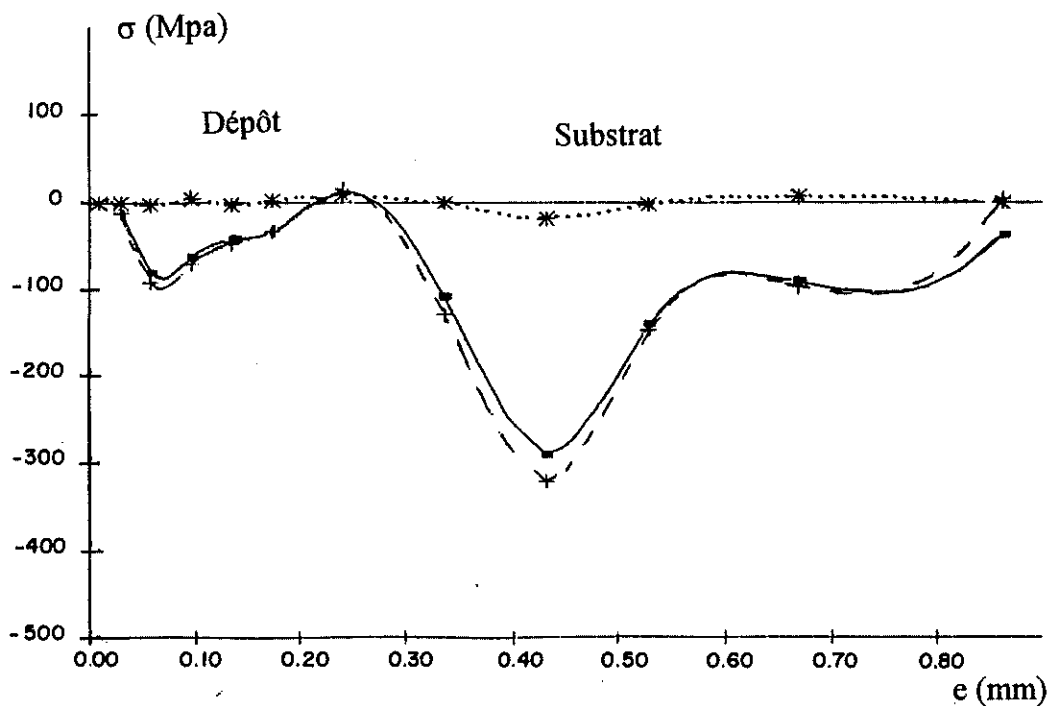


Figure V-30 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/34\text{CD}_4$, (P+R), ed $\sim 300 \mu\text{m}$.

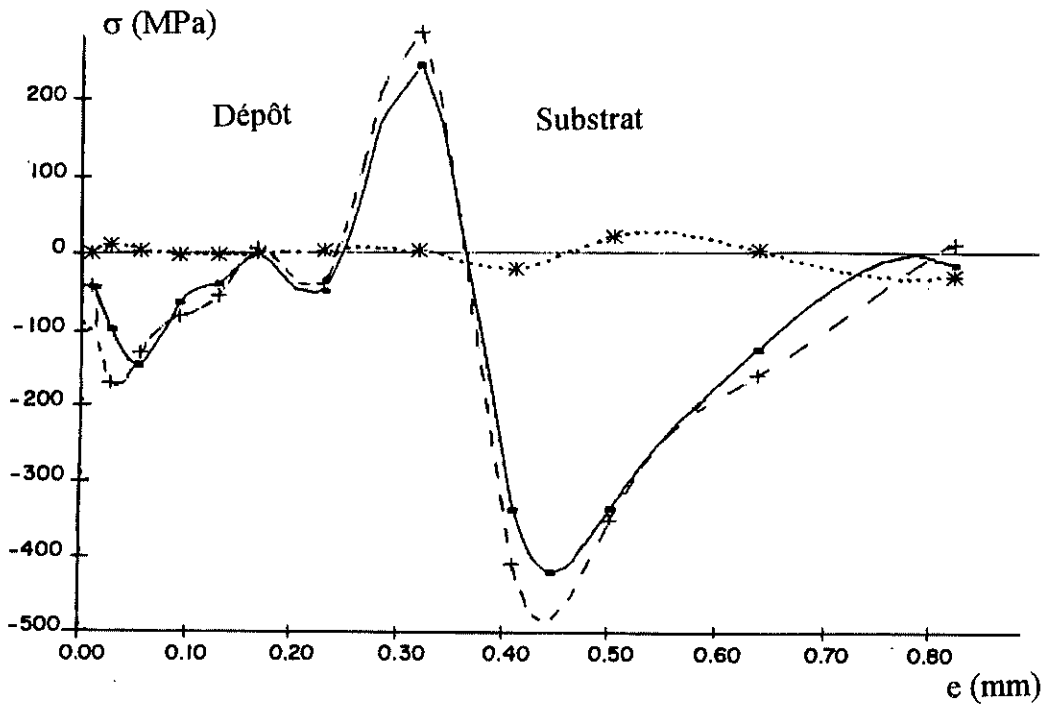


Figure V-31 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{FT25}$, (P+R), ed $\sim 300\text{-}350 \mu\text{m}$.

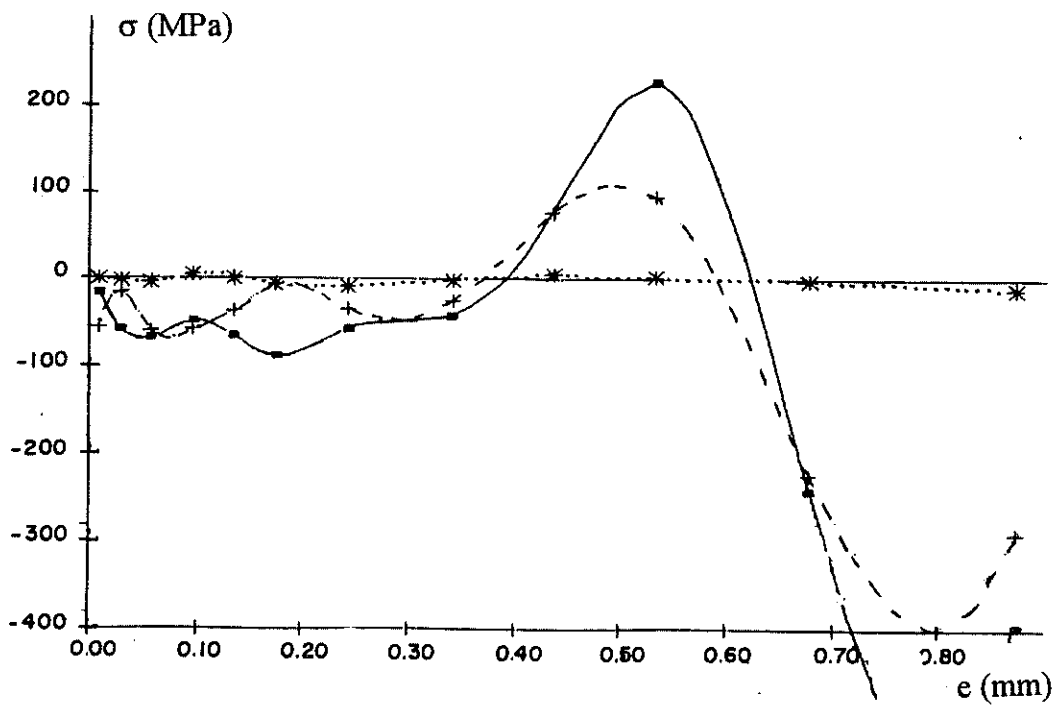


Figure V-32 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/34\text{CD4}$, (P+R), ed $\sim 500\text{-}550 \mu\text{m}$.

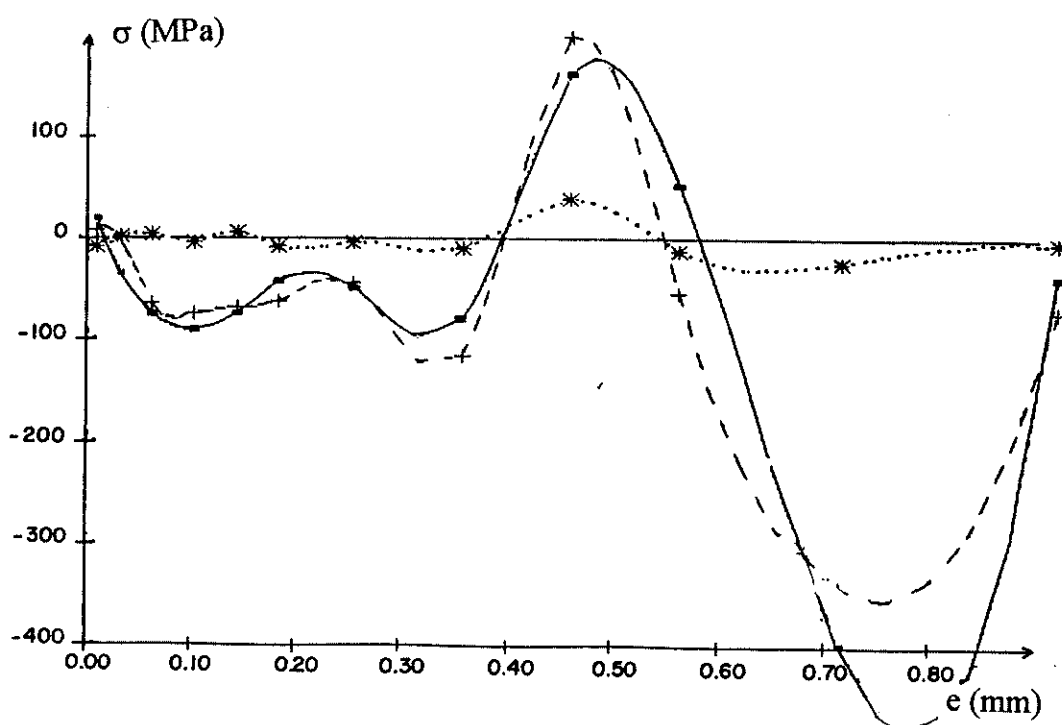


Figure V-33 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{FT25}$, (P+R), ed $\sim 500 \mu\text{m}$.

Il semble ainsi qu'une meilleure adhérence du dépôt au voisinage de l'interface (faible résistance thermique tant que les contraintes de l'interface ne sont pas relaxées) favorise le refroidissement rapide de l'interface par conduction dans le substrat (déformation plastique qui améliore l'accrochage mécanique) et soit liée aux contraintes de tension comme le confirment les figures V-30 et V-31 comparées aux figures V-32 et V-33.

Conformément au calcul d'après Hseuh et à nos mesures de flexion, nous constatons d'après ces figures V-30 à V-33, qu'en moyenne les contraintes sont bien en compression dans les dépôts. Elles sont du même ordre de grandeur que celles calculées d'après Hseuh, mais plus faibles dans les dépôts de $500 \mu\text{m}$ d'épaisseur que dans ceux de $300 \mu\text{m}$ d'épaisseur. Ceci est probablement dû à leur relaxation par micro-fissuration au moment de flexion (du à la compression) qui augmente avec l'épaisseur du dépôt.

Par ailleurs, à l'interface dépôt substrat, d'après Hseuh (cf figures V-24 et V-27), les contraintes dans le substrat sont en tension. Elles sont plus élevées pour des dépôts sur une profondeur de $600 \mu\text{m}$ que sur des dépôts de $300 \mu\text{m}$, où elles ne sont en tension que sur une profondeur de $500 \mu\text{m}$. Dans le reste du substrat, elles sont en compression.

Les différences entre les distributions calculées d'après Hseuh et les valeurs mesurées selon la méthode du trou incrémental sont probablement dues à plusieurs paramètres qui ne sont pas pris en compte dans le calcul :

1 - les gradients thermiques existant lors du tir et du refroidissement après tir, et entraînant des fluctuations des contraintes dans le dépôts et dans le substrat. En effet, un travail de Pantucek et al [47] a montré que, lors de la projection d'un dépôt de zircone partiellement stabilisée sur un substrat d'alliage aluminium-silicium, on observait un pic de déformation correspondant à une contrainte de tension au voisinage de l'interface comme dans nos dépôts d'alumine.

L'explication qu'il en donne [47] est la suivante : étant donné le puit thermique formé par le substrat métallique épais, la vitesse de refroidissement des zones chaudes près de l'interface céramique métal est élevée. Ceci induit dans la céramique des forces de compression spatiales et temporelles qui peuvent être élevées. La relaxation de ces forces de compression (lorsque les gradients de température diminuent au refroidissement), si la limite élastique du substrat est dépassée, peut induire un changement de signe de la déformation et donc mettre la zone proche de l'interface en tension dans le dépôt et le substrat. Il constate également au voisinage de la surface, l'existence d'une légère déformation positive. Si le dépôt et le substrat sont refroidis entre chaque passe, des pics de déformation en tension apparaissent également à chaque interface.

2 - les contraintes dues au traitement du sablage qui laissent l'interface du côté du substrat toujours en compression, bien que le traitement thermique de préchauffage les réduise un peu.

3 - l'anisotropie des propriétés des dépôts, telles que leur module d'Young et leur coefficient de dilatation thermique qui sont souvent affectées par la structure poreuse des dépôts et les microfissures des lamelles. Cette structure est liée à l'état de fusion des particules, à leur vitesse et à leur écrasement, à la nature du substrat et à sa température avant tir, à la température du dépôt-substrat en cours du tir et enfin au refroidissement après tir.

4 - la précision sur la profondeur exacte, où les contraintes résiduelles passent en tension, n'est pas très bonne. Il est donc possible que le pic de traction (contrainte de tension), auquel s'ajoute une déformation plastique (sans contrainte) du substrat au voisinage de l'interface, se trouve juste à l'interface du côté substrat avant de passer à la compression de sablage dans celui-ci. Cette hypothèse mériterait d'être étudiée plus précisément, afin d'être confirmée.

V-5-2-1 Influence du préchauffage

Comme le montre la figure V-34 représentant des dépôts d'alumine de 380 μm d'épaisseur sur acier réalisés avec (courbe notée B sur la figure V-34) ou sans préchauffage (courbe notée A sur la figure V-34), le pic de tension observé au niveau de l'interface est nettement plus important dans le cas avec préchauffage que celui sans préchauffage.

Dans le cas de la courbe A, au début du tir, l'adhérence et la cohésion du dépôt sont relativement faibles du fait de la température de tir assez basse qui par ailleurs limite les contraintes dues au différentiel de dilatation, on comprend donc pourquoi les contraintes sont très faibles dans l'ensemble. Lorsque l'épaisseur du dépôt croît, sa cohésion s'améliore avec l'accroissement de la température de surface du dépôt (qui tend vers une limite) et au cours du refroidissement les zones les plus chaudes pas trop proches de la surface sont mises en compression (la surface est relativement sous tension).

Les résultats sont assez similaires avec la fonte (cf figure V-35, courbe A sans préchauffage et B avec préchauffage).

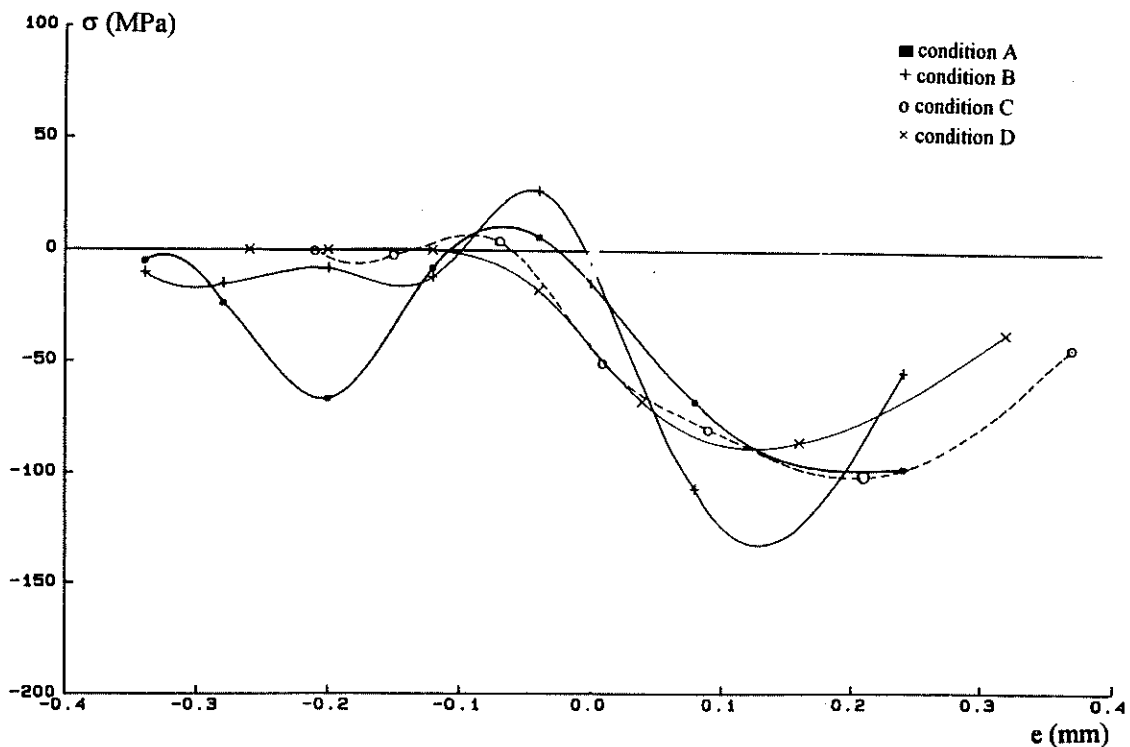


Figure V-34 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/34\text{CD4}$, (A, B, C et D).

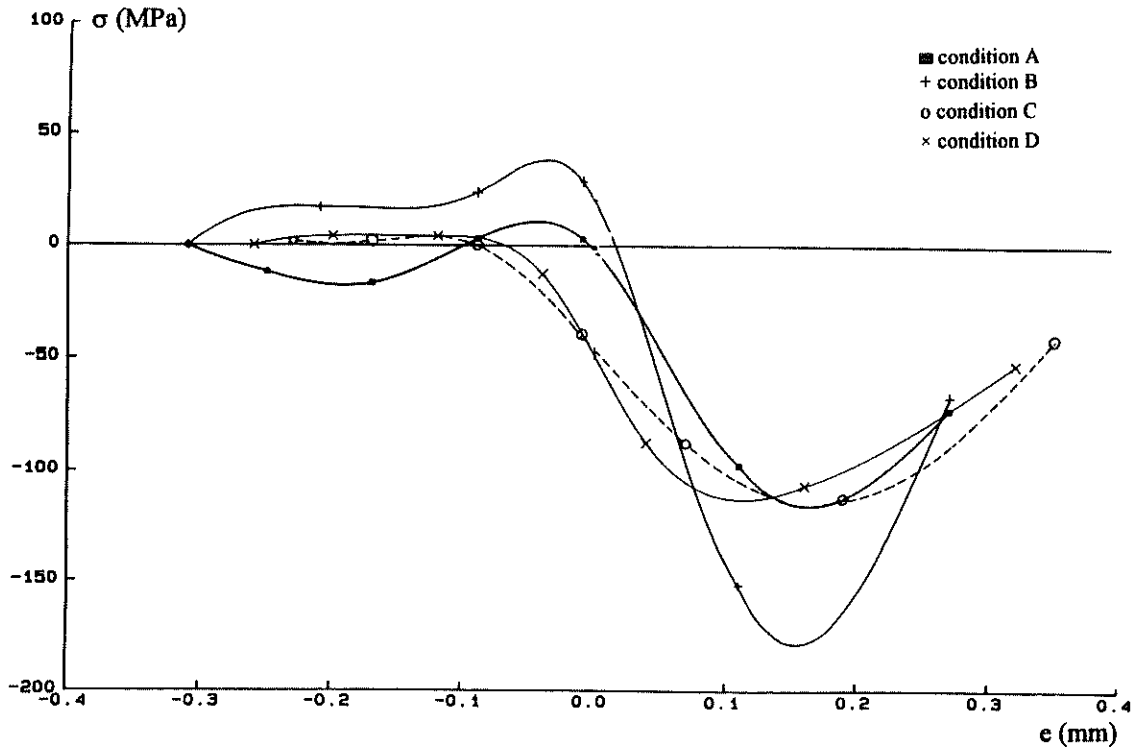


Figure V-35 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex Al₂O₃/FT25, (A, B, C et D).

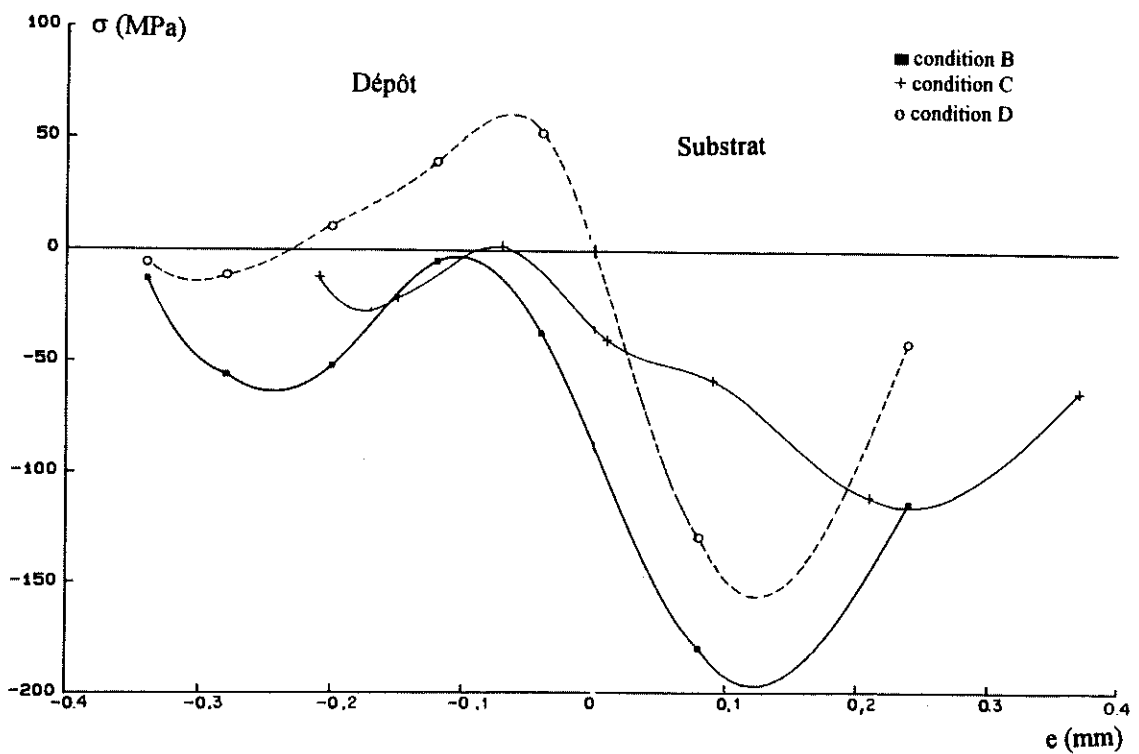


Figure V-36 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex Al₂O₃/AU4G, (A, B, C et D).

V-5-2-2 Influence de la nature du substrat

Lorsqu'on passe d'un substrat d'acier ou de fonte à un substrat d'alliage d'aluminium, tout d'abord les dépôts projetés sans préchauffage et avec une température de surface atteignant 500°C se détachent lors du refroidissement. En présence d'un préchauffage à 350°C, correspondant à la fin du dépôt à une température de surface de presque 500°C, les dépôts présentent une décohésion en périphérie des disques substrat. La courbe B de la figure V-36 n'est pas donc vraiment représentative. Par contre, avec une barrière et un préchauffage à 150°C la courbe D de la figure V-36 présente un pic en tension au voisinage de l'interface. Le dépôt au voisinage de sa surface libre est très légèrement en compression. Son adhérence et sa cohésion sont bonnes dans l'ensemble.

Dans le cas d'un tir avec barrage d'air comprimé sans préchauffage (courbe C de la figure V-36) où la cohésion et l'adhérence du dépôt sont beaucoup plus faibles, les contraintes sont pratiquement nulles. Ceci trouve son explication dans le refroidissement moins rapide des lamelles avec une zone de contact plus réduite, la macrofissuration du dépôt et une forte porosité qui atténuent ainsi les contraintes. Il est difficile de comparer l'effet de la nature du substrat étant donné qu'avec l'alliage d'aluminium la température d'accrochage est limitée, mais remarquons que dans les conditions semblables (courbe D), le pic de traction à l'interface est plus élevé avec l'AU4G qu'avec FT25 ou 34CD4. En comparant la fonte et l'acier on constate que les contraintes de tension au niveau de l'interface sont plus régulières avec la fonte qu'avec l'acier. Ceci est probablement dû à une meilleure adhérence des dépôts sur les substrats en fonte.

V-5-2-3 Influence de l'épaisseur du dépôt

Du fait de la mauvaise conductivité thermique des dépôts d'alumine, liée à leur structure et leur microstructure, les gradients thermiques au sein de ceux-ci augmentent avec leur épaisseur, au cours de la formation du dépôt et lors du refroidissement à l'ambiante. Par conséquent, les contraintes de tension générées par le refroidissement rapide de l'interface et éventuellement l'oxydation qui croît avec la durée du tir (le dépôt n'étant pas étanche), font que l'adhérence des dépôts diminue, lorsque l'épaisseur croît au delà de 500 µm.

Comme le montrent les figures V-37 V-38, V-30, V-32 et V-39 représentant les dépôts d'alumine d'épaisseurs croissantes sur de l'acier, tous tirés avec préchauffage à 350°C, les contraintes en tension au niveau de l'interface augmentent avec l'épaisseur du dépôt, sauf pour la figure V-30 où les contraintes sont pratiquement de compression, avec un pic moins marqué que dans les autres cas (effet probablement due à leurs relaxation en

cours de tir ou en cours de la mesure avant d'atteindre l'interface). Notons également que la surface des dépôts est en général très faiblement en tension.

Les mêmes conclusions peuvent être tirées des résultats obtenus sur les dépôts tirées sur la fonte dans les mêmes conditions que sur l'acier (cf figures V-40, V-41, V-31, V-33 et V-42).

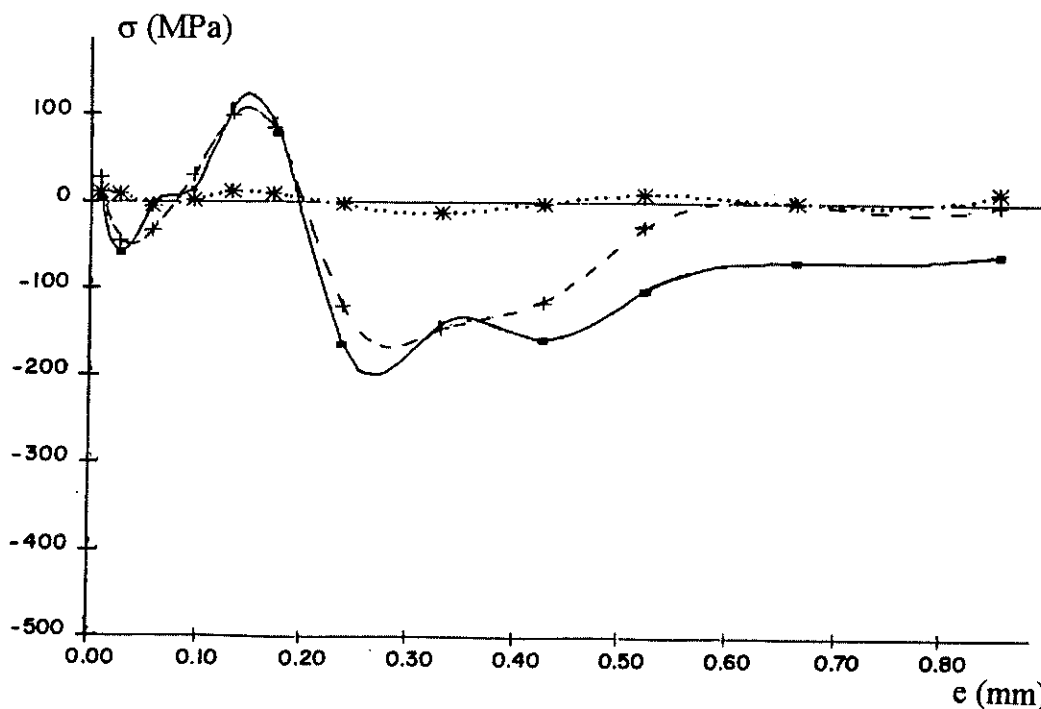


Figure V-37 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/34\text{CD}_4$, (P+R), ed $\sim 100-150 \mu\text{m}$.

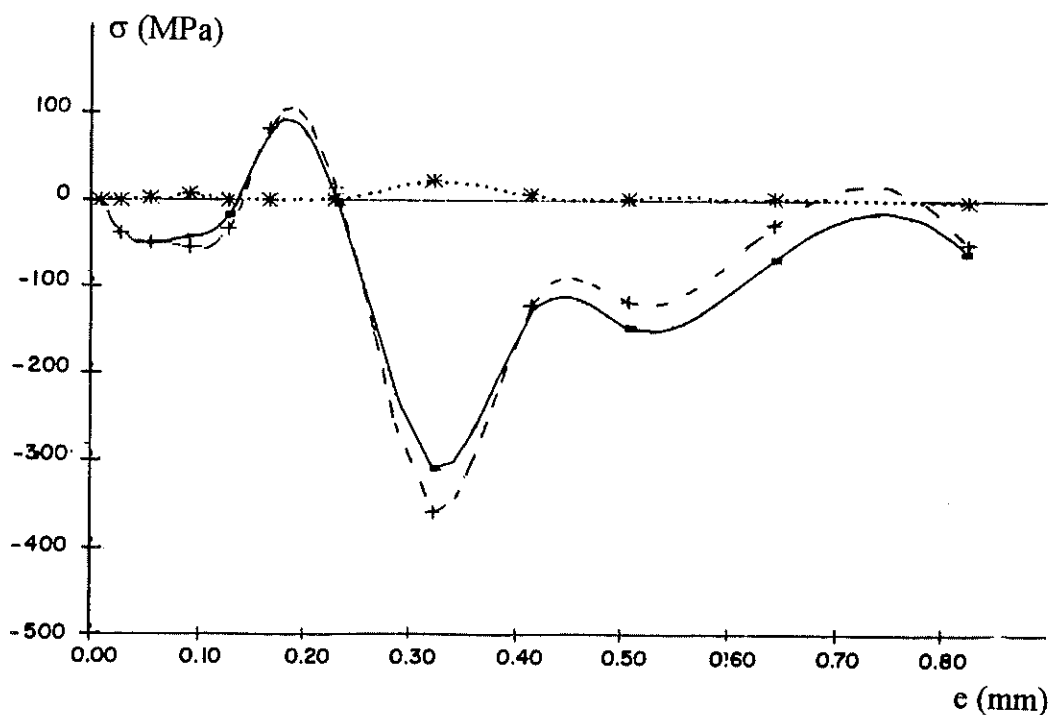


Figure V-38 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/34\text{CD}_4$, (P+R), ed $\sim 200-250 \mu\text{m}$.

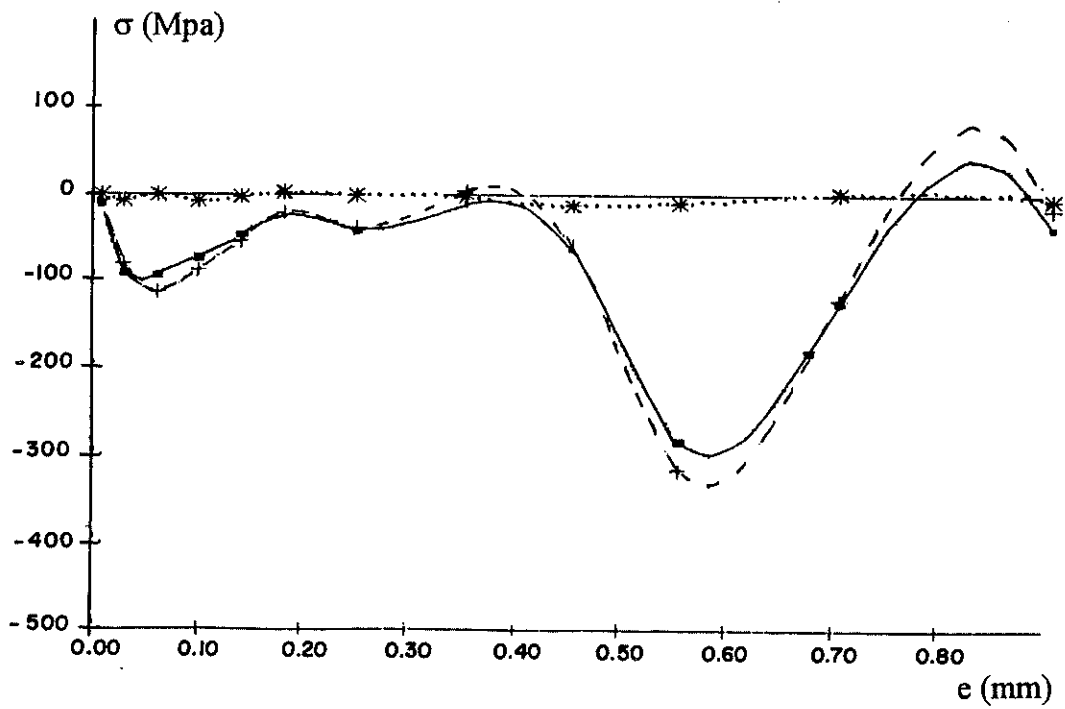


Figure V-39 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex Al₂O₃/34CD₄, (P+R), ed ~ 420 μ m.

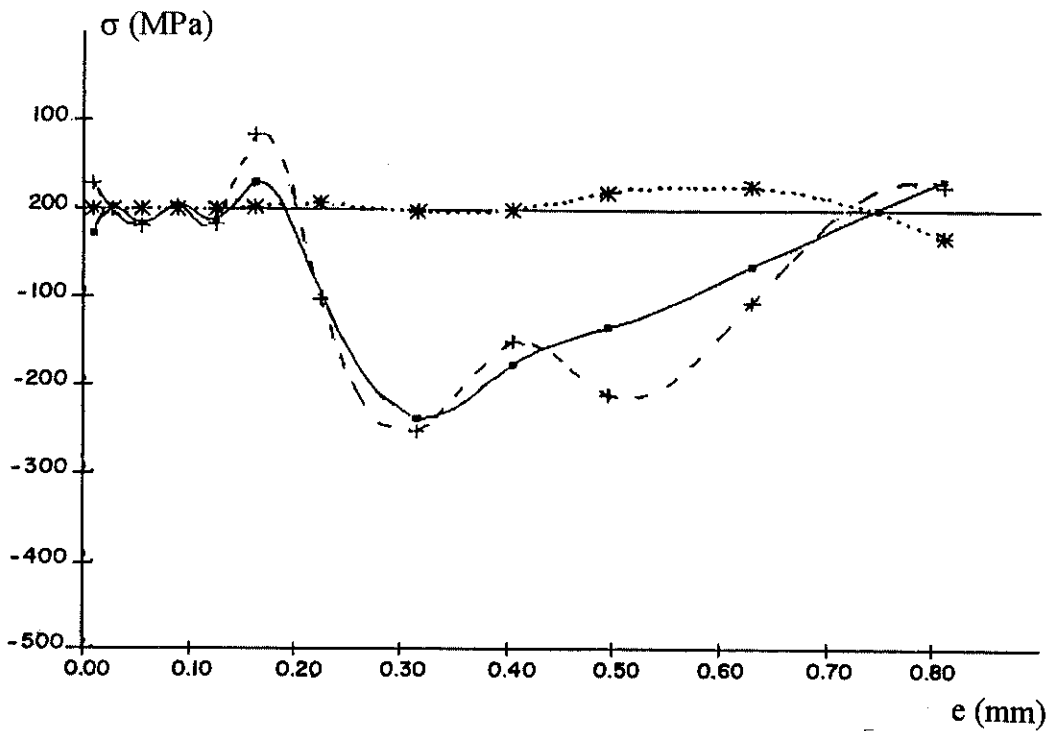


Figure V-40 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex Al₂O₃/FT25, (P+R), ed ~ 100-150 μ m.

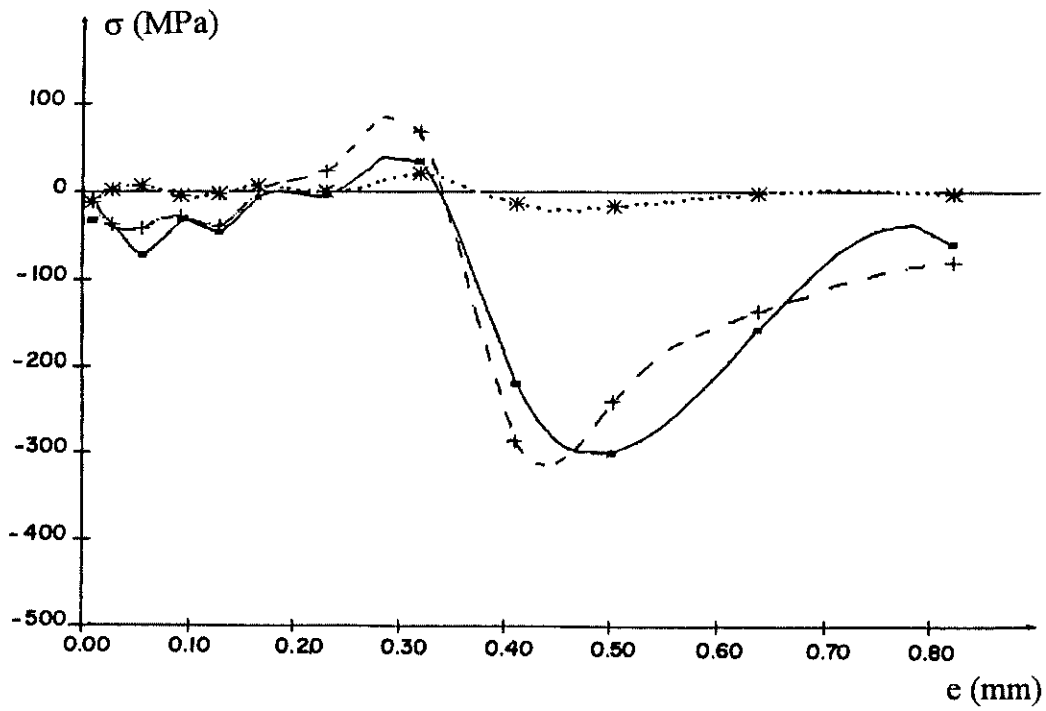


Figure V-41 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{FT25}$, (P+R), ed = 200-250 μm .

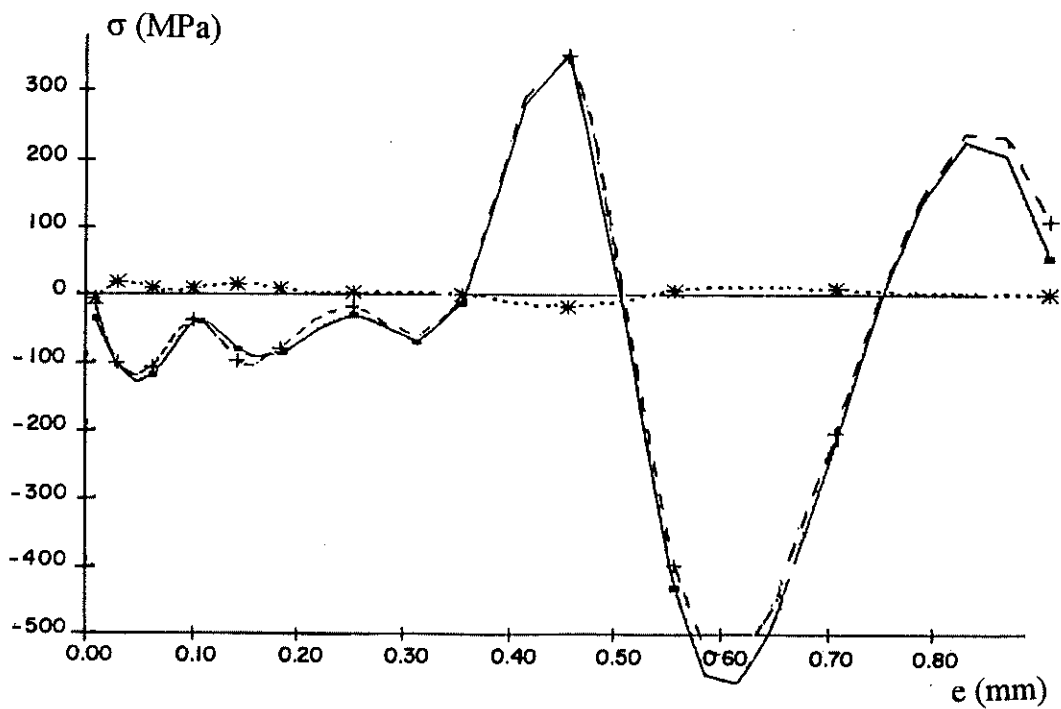


Figure V-42 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{FT25}$, (P+R), ed \sim 400-450 μm .

Lorsque l'on examine les valeurs de l'adhérence des dépôts en fonction des conditions de tir (telles qu'elles ont été données dans le chapitre IV), on constate que dans l'ensemble les meilleures valeurs d'adhérence obtenues avec condition P+R correspondent à un pic de tension au niveau de l'interface. Ce pic est probablement dû à une déformation plastique du substrat à ce niveau.

Sur la figure V-43, nous avons représenté l'évolution des contraintes de surface en fonction de l'épaisseur du dépôt. Toutefois la précision des mesures n'est pas très grande, mais les valeurs obtenues sont nettement plus faibles que celles mesurées par diffraction RX (cf paragraphe V-4-1).

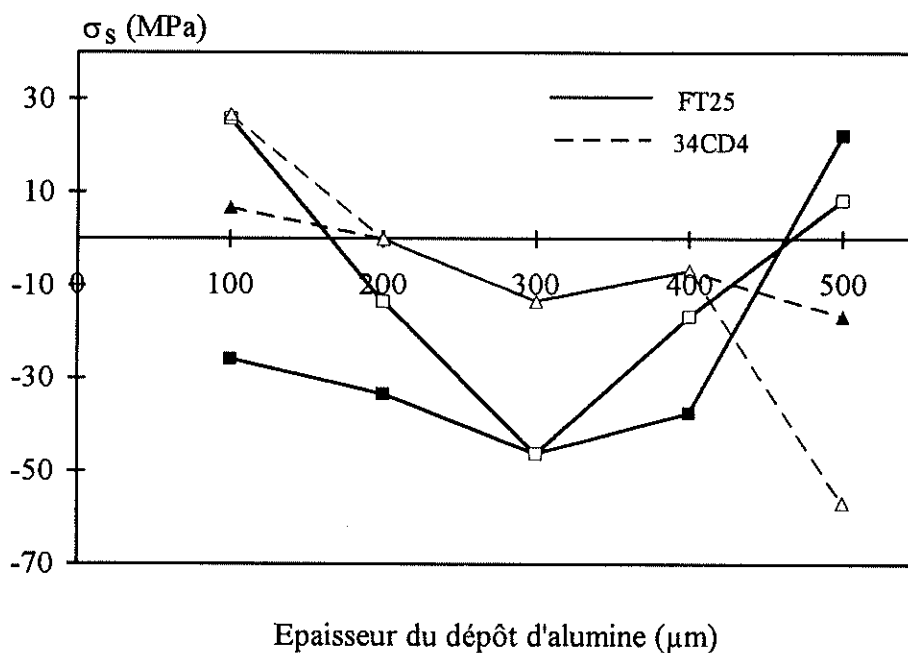


Figure V-43 : Evolution des contraintes de surface du dépôt Al_2O_3 -substrat en fonction de l'épaisseur du dépôt projeté dans la condition de préchauffage avec une soufflette (P+R) sur un substrat en fonte FT25

(■ direction x, □ direction y), et sur un substrat en acier 34CD4 (▲ direction x, △ direction y).

La figure V-44 représente l'évolution, en fonction de l'épaisseur du dépôt, du pic de tension au voisinage de l'interface dépôt-substrat. On peut penser que lorsque ces contraintes de tension au niveau de l'interface (correspondant au pic de traction) deviennent faibles comme par exemple pour le 34CD4, cela est dû à leur relaxation par microfissuration, soit après tir soit en cours de perçage (c'est à dire en cours de la mesure) avant d'atteindre l'interface dépôt-substrat.

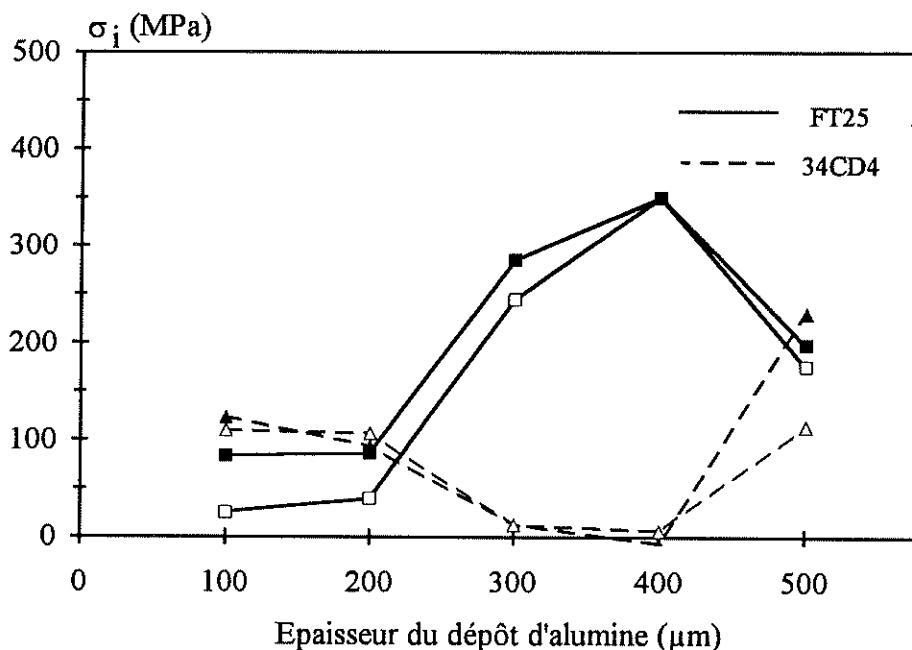


Figure V-44 : Evolution des contraintes de l'interface dépôt Al_2O_3 -substrat en fonction de l'épaisseur du dépôt dans la condition de préchauffage avec une soufflette (P+R), et sur la fonte FT25

(■ direction x, □ direction y, et sur l'acier 34CD4 (▲ direction x, △ direction y)).

V-5-2-4 Influence du débit de poudre

Les tirs à 3 kg/h ont été effectués sur des substrats d'acier 34CD4 ou de fonte FT25 préchauffés respectivement avec une soufflette correspondant à 380°C ou avec 4 soufflettes à 300°C.

Les figures V-45 et V-46, relatives à la fonte et à l'acier avec un refroidissement à 1 soufflette montrent l'existence d'un pic de tension au voisinage de l'interface dans les deux cas avec une valeur maximale de l'ordre de 200 MPa. Lorsque l'on compare ces valeurs à celles obtenues avec 1 kg/h (cf figure V-42 pour la fonte), on retrouve également le même pic un peu plus élevé (de l'ordre de 300 MPa). Si l'adhérence était élevée avec 1 kg/h (cf tableau IV-13), il n'est malheureusement pas possible de dire ce qu'il en est avec 3 kg/h, puisque la cohésion du dépôt n'a pas dépassé 28 MPa.

Les résultats obtenus avec 4 soufflettes sont donnés sur les figures V-47 pour la fonte et V-48 pour l'acier. Là encore, on constate l'existence de pics de tension à l'interface. A titre de comparaison, nous avons reporté sur les figures V-49 et V-50 les valeurs obtenues avec un débit de 1 kg/h. On constate l'existence de pics de tension similaires à l'interface. Il semble difficile de lier ces mesures de contraintes aux valeurs absolues d'adhésion/cohésion obtenues, sinon que pratiquement à chaque fois, on constate l'existence de ce pic de tension à l'interface, dès lors que les valeurs de l'adhérence

dépassent 25 MPa. Par ailleurs, à 3 kg/h, toutes les ruptures ont été des ruptures cohésives. Celles-ci pourraient être liées aux gradients thermiques dans le dépôt qui semblent donner, aussi bien pour les débits élevés de poudre, que lorsqu'il y a le refroidissement à 4 soufflettes, des fluctuations des valeurs des contraintes au sein du dépôt, ainsi que des différences plus marquées dans les directions x et y.

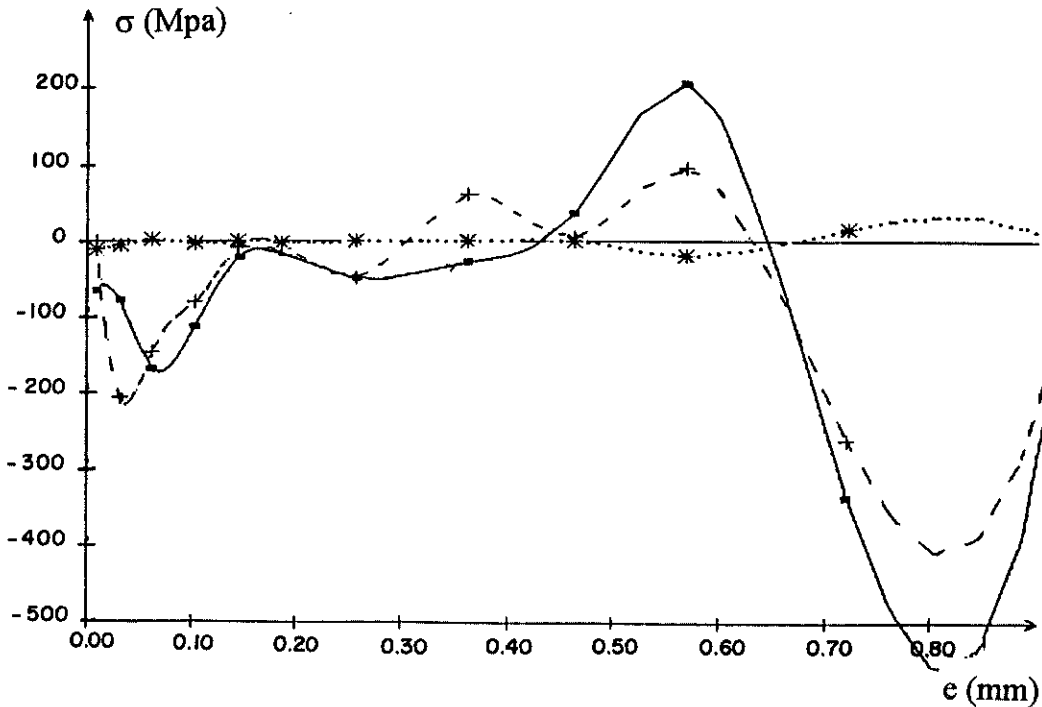


Figure V-45 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $Al_2O_3/FT25$, (P+R), 3 kg/h.

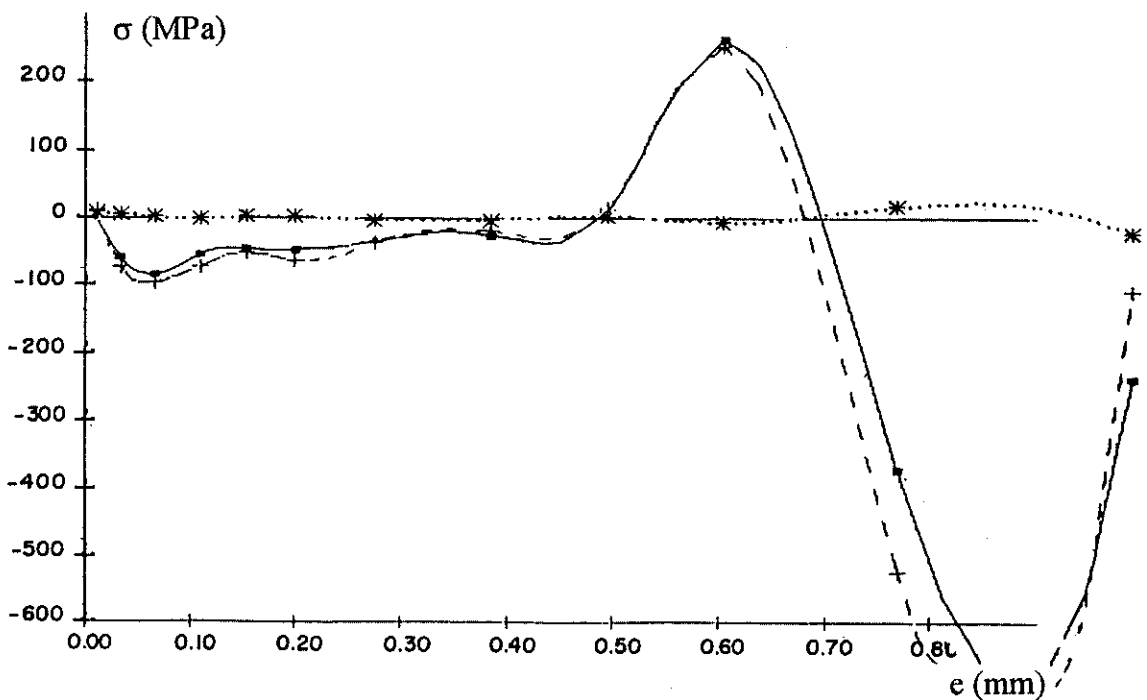


Figure V-46 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $Al_2O_3/34CD4$, (P+R), 3 kg/h.

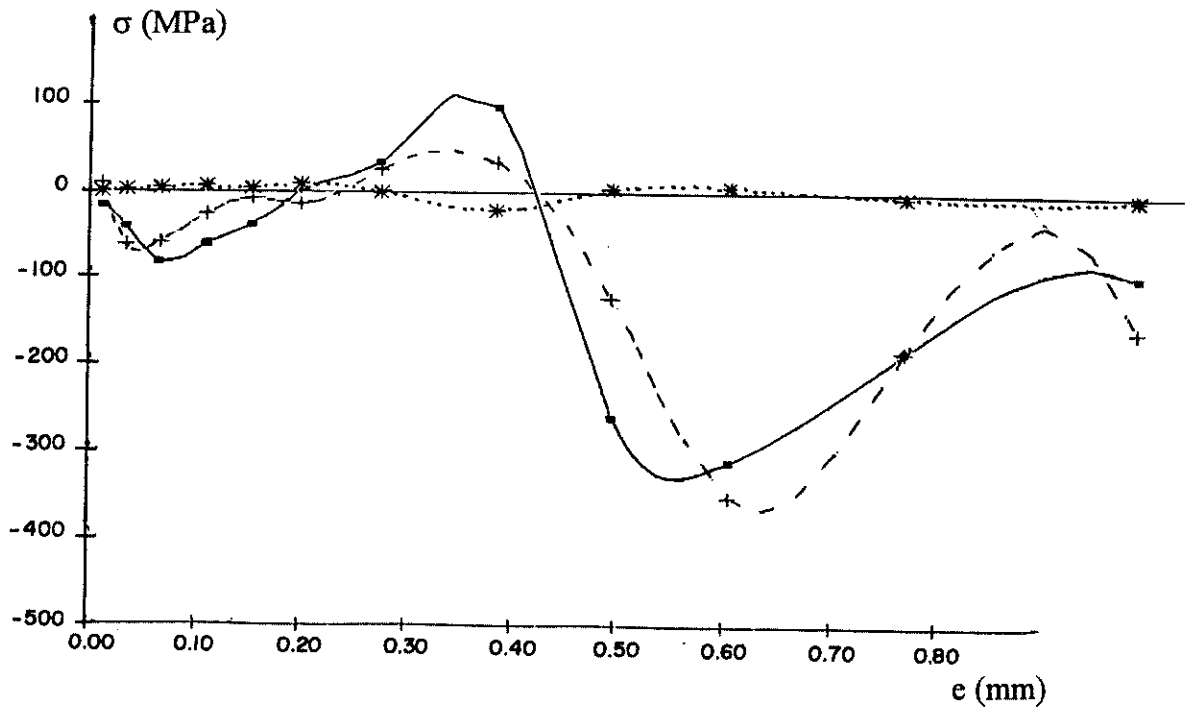


Figure V-47 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex Al₂O₃/FT25, (P+4R), 3 kg/h.

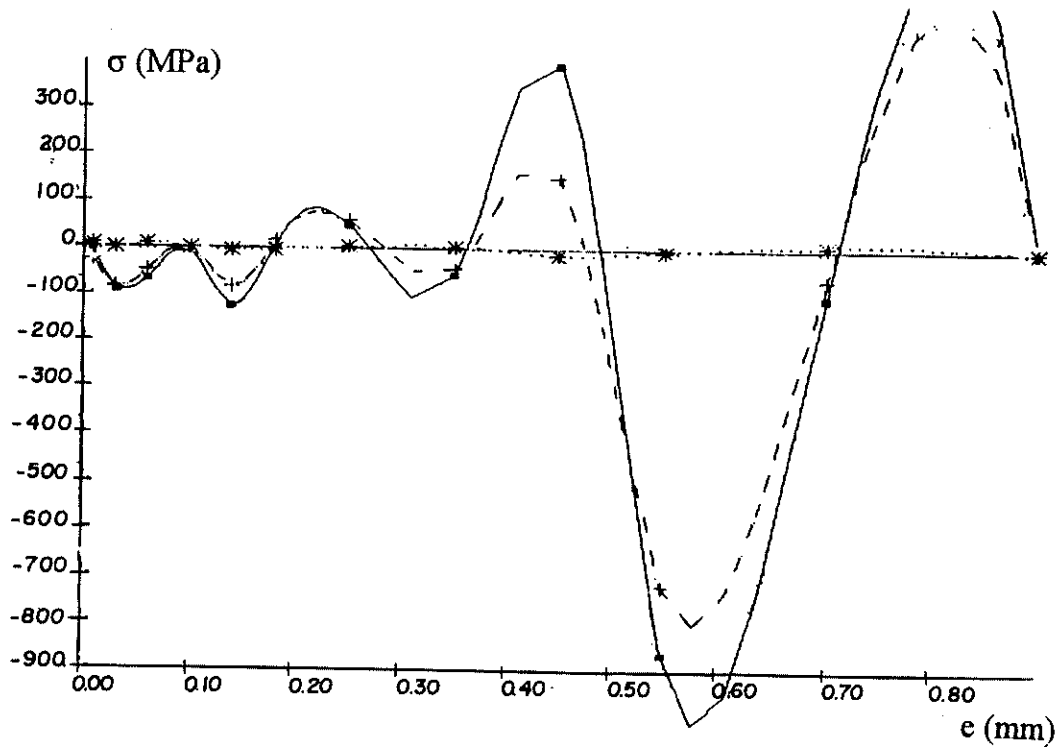


Figure V-48 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex Al₂O₃/34CD4, (P+4R), 3kg/h

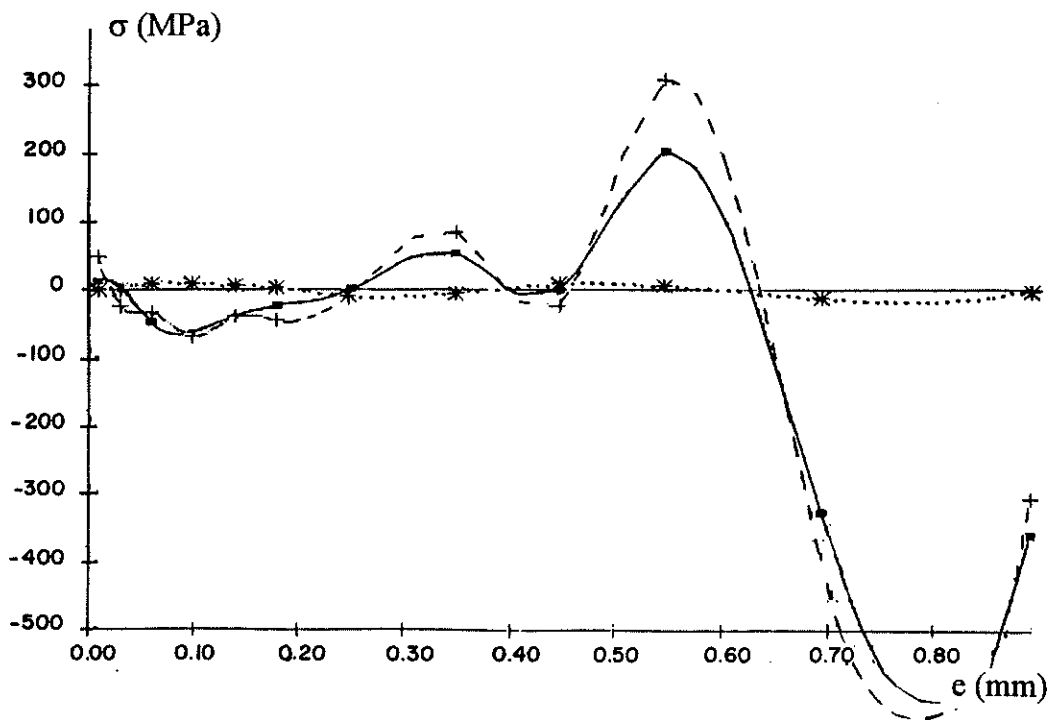


Figure V-49 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex Al₂O₃/FT25, (P+4R), 1 kg/h.

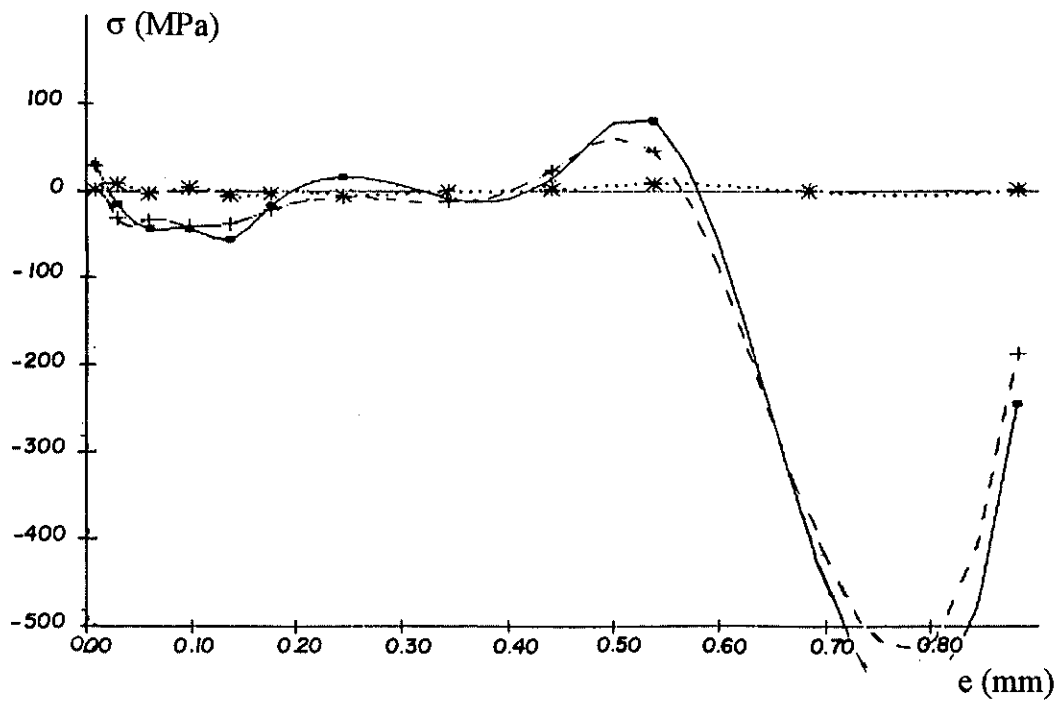


Figure V-50 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex Al₂O₃/34CD4, (P+4R), 1 kg/h.

V-6 CONCLUSION

La méthode de mesure des contraintes basée sur la déformation de lames minces donne des résultats, dont les tendances sont en bon accord avec les calculs simplifiés des contraintes dans un modèle élastique. Toutefois, on ne peut guère attendre plus de telles comparaisons car dans ces modèles, outre leur trop grande simplification, nous avons négligé les contraintes de trempe (en principe faibles pour l'alumine, car relaxées par micro-fissurations) et les contraintes de compression dues au sablage. Enfin, les valeurs du module d'Young et du coefficient de Poisson peuvent varier dans de grandes proportions suivant les contacts inter-lamellaires et les macro-fissurations et de telles variations n'ont pas été prises en compte dans nos calculs. Ceci est confirmé par la détermination de E , à partir des mesures de courbure et de nos modèles, qui donne alors des valeurs très différentes, suivant les conditions de refroidissement des dépôts.

Les mesures de contraintes de surface par RX semblent donner des valeurs en tension nettement surestimées, lorsqu'on les compare aux résultats de la méthode du trou incrémental développée par le CETIM, mais les tendances qu'elles donnent en parfait accord avec les prévisions du fait de la trempe rapide de la couche superficielle du dépôt.

Les mesures par la méthode du trou incrémental soulignent l'importance du préchauffage du dépôt, sans lequel les contraintes en son sein sont très faibles. Ceci est dû à la mauvaise cohésion des dépôts et aux gradients thermiques. Lorsque l'adhérence/cohésion des dépôts est bonne, avec un préchauffage voisin de 300°C, on constate l'existence d'un pic de tension au voisinage de l'interface probablement dû à une déformation plastique du substrat en surface. Cette déformation du substrat à l'interface, qui semble provenir en cours de tir d'un refroidissement rapide à ce niveau, met la (ou les) première(s) couche(s) du dépôt en contact presque parfait avec le substrat en compression, laquelle, lors du refroidissement, se renverse en tension. L'intensité de ce pic de traction augmente avec l'épaisseur du dépôt, tant qu'il n'y a pas de relaxation et il semble difficile de le mettre en évidence par la méthode de courbure (lames minces).

L'importance du refroidissement, additionné à l'effet du déplacement relatif torche-substrat, sur les contraintes résiduelles est nettement remarquée dans le cas de 4 soufflettes (4R) plutôt qu'avec une soufflette (1R). Avec 4 soufflettes, les fluctuations de la température et les gradients thermiques au sein du dépôt et du substrat sont très importants. Ils entraînent soit une fluctuation, soit une relaxation par micro et/ou par macrofissuration des contraintes au sein du dépôt (cf chapitre-V et annexe du chapitre-V). Par conséquent, ces contraintes résiduelles de compression au sein du dépôt sont très faibles.

BIBLIOGRAPHIE DU CHAPITRE V

- [1] S. Kuroda, T. Fukushima, S. Kitahara, Proc. of the Int. Ther. Spr. Conf Orlando, Florida, USA, (Pub.) ASM Int U.S.A, Déc. (1992), p. 325-332.
- [2] A. Ohmori and C-J. Li, Thin Solid Films, 201, (1991), p. 241-252.
- [3] P. McPherson and B. Shafer, Thin Solid films, 97, (1982), p. 201-204.
- [4] C. Gault, S. Boilevin, G. Desplanches, Sci. of Ceramic 14., p. 389-394.
- [5] S. Kuroda, T.W. Clyne, Thin Solid Films 200, (1991), p. 49-66.
- [6] S. Kuroda, T. W. Clyne, -2nd Plasma Technik Symposium, Lucerne, (Pub.) Plasma-Technik, Wohlen, CH, 3, (1991), p. 273-283.
- [7] S. Kuroda, T. Fukushima, S. Kitahara, Thin Solid Films, 164, (1988), p. 157-163.
- [8] S.C. Gill, T.W. Clyne, Met. Trans. 21B, (1990), p. 377-385.
- [9] N. Masmoudi, L. Castex, Matériaux et Techniques Nov. Déc (1989), p. 29-36.
- [10] C. Richard, Etude des caractéristiques mécaniques de revêtements projetés par procédés thermiques, Thèse de l'Université de Technologie de Compiègne, 18 Déc (1992).
- [11] La Mesure des contraintes résiduelles: méthode de la "flèche", méthode de la source de contraintes, Les Mémoires Techniques du CETIM, (31), Sep. 1977.
- [12] D. Fargeot, Etude des phases métastables de l'alumine projetée au chalumeau à plasma, Thèse d'Université de Limoges, 12 Fev. (1987).
- [13] J. C. Glandus "Rupture fragile et résistance aux chocs thermiques de céramiques à usages mécaniques, Thèse d'état, Université de Limoges (1981)
- [14] M. Vardelle, A. Vardelle, A.C. Leger, P. Fauchais, Dynamics of splat formation and solidification in thermal spraying processes. NTSC 94 to be published by ASM.(1994).
- [15] A. Hasui, S. Kitahara, Proceedings of the NRIM (Tokyo), 10th June (1966), p. 180-182.

- [16] M. Zaouali, Caractérisation par diffraction X de l'état mécanique et microstructural des couches minces métalliques et céramiques obtenues par PVD et plasma, Thèse de l'E.N.S.A.M, Paris, 17 Mai (1990).
- [17] T.W. Clyne, S.C. Gill, In heat transfer manufacturing and processing of new materials" Oji International Seminar, (ed.) I. Tanasawa, (Pub.) Hemisphere NY. (1990).
- [18] C. H. Hseuh and A. G. Evans, Jour. of Am. Cera. Soc., 68, (5), (1985), p. 241-248.
- [19] St. Weglowski and L. Pawlowski, Prod. 5th Int. Symp. Plasma Chemistry, (ed.) Prof. P. Fauchais University of Limoges,(1977), p. 592.
- [20] S. G. Gill and T. N. Clyne, Proc. 7th Cimtec, World Ceramic Congr. Venice, (1990), (ed.) R. Vincenzini, paper 51.2A-LO7.
- [21] C. H. Hsueh, Jou. Am. Ceram. Soc., 74, (7), (1991), p. 1646-1649.
- [22] T. W. Clyne Univ. of Cambridge, Private communication (1992).
- [23] Ayal de S. Jayatilaka, Fracture of engineering brittle materials, Applied Science Publishers LDT London (1979), p. 29-35.
- [24] R. W. Knoll and E. R. Bradley, Thin Solid films, 117, (1984), p. 201-210.
- [25] F. Gitzhofer, Contribution à l'étude de la formation des dépôts plasma de zircone stabilisée utilisés dans les barrières thermiques, Thèse de l'Université de Limoges, 6 Mai 1988.
- [26] M. A. Geller, I. L. Kupriyanov, UDC 621. 793. 8, Heat TRANSFER-Soviet Research, 23, (4), (1991), p. 550-577.
- [27] S. C. Gill and T. W. Clyne, (ed.) H. E. Exner and V. Schumacher. Advanced Materials and Processes, Euromat 89. DGM. (1990), p. 1221-1230.
- [28] M. K. Hobbs. and H. Reiter, Surface and Coatings Technology, 34, (1988), p. 33-42.
- [29] L. Castex, J. L. Lebrun, G. Maeder, J. M. Sprauel, Publication E.N.S.A.M, (22),Paris, (1982).
- [30] G. Maeder, Communication du groupement français pour l'analyse des contraintes par diffraction des rayons X, Aix en provence, Oct. (1984).

- [31] B. D. Cullity, Elements of X-ray diffraction, Addison Wesley (1978).
- [32] G. Maeder, J. L. Lebrun, J. M. Sprael, NDT Internatinal, Oct. (1981), p.235-247.
- [33] K. F. Badawi, Thèse d'Université de Reims, Avril, (1986).
- [34] G. Maeder, L. Castex, J. L. Lebrun, J. M. Sprael, Pub. Scien. et Tech. ENSAM, (21), (1981).
- [35] G. Maeder, Matériaux et Techniques, Sept-Oct, (1988), p.5-12.
- [36] L. Castex, J. L. Lebrun, G. Maeder, Pub. Sci. et Tech. ENSAM. (22), Paris, (1981).
- [37] H. Dölle, J. Appl. Cryst, (12), (1979), p. 489-501.
- [38] J. B. Chen, H. Dölle, M.R. James, Proc. of Symp. on Accuracy in Powder Diffraction Held at NBS Gaithersburg, M. D, June 11-15, (1979).
- [39] H.Dölle, J. B. Cohen Mat. Trans. 11A, (1980), p.159.
- [40] L. Castex et J. M. Sprael, Revue Française de Mécanique, 2, (1987), p.103-110.
- [41] H. Zhuang, C. Gu, 1st. Plasma Tech. Symp. Lucerne, Switzerland, 2, (1987), p. 277-284, (Pub.) P. T. Wohlen (CH).
- [42] J. Lu, A. Niku-Lari, J. F. Flavenot, Proc. of Vth Inter. Cong. on experimental mechanics, S.E.S.A., June (1984), p. 678-685.
- [43] A. Niku-Lari, J. Lu, J. F. Flavenot, Experimental Mechanics, 25, (6), 1985, p. 175-185.
- [44] J. Lu, A. Niku-Lari, J. F. Flavenot, Matériaux et Techniques, Déc. (1985), p .709-718.
- [45] J. Lu, J. F. Flavenot, Proc. of VI International Congress on Experimental Mechanics, S.E.M, Portland, June (1988), p.1126-1133.
- [46] J. Lu, J. F. Flavenot, ICRS2-Nancy, Nov, (1988).
- [47] P. Pantucek, E. Lugscheider, U. Müller, 2ND Plasma-Technik-Symposium,1, p. 143-150.(Pub.) P.T. Wohlen (CH).

Conclusion générale

Ce travail a été principalement consacré à l'étude de l'adhérence/cohésion des dépôts d'alumine. Après une étude bibliographique, nous avons défini les conditions de projection des poudres d'alumine. Pour cela nous avons utilisé une torche à courant continu conçu au laboratoire, avec une tuyère de 7 mm de diamètre, un mélange plasmagène de 45 NI/min d'argon et de 15 NI/min d'hydrogène et une intensité de 600 A. Compte tenu des mesures déjà effectuées au laboratoire sur les particules en vol (distributions de température et de vitesse), de telles conditions permettent, pour une injection interne de particules fondues-broyées de distribution granulométrique $-45 +22 \mu\text{m}$, d'obtenir une grande majorité de celles-ci dans un état de fusion lors de leur impact sur une cible située à 100 mm de la sortie de la tuyère.

Pour une distance de tir plus courte, d'une part les particules ne sont pas nécessairement fondues à coeur et d'autre part le contrôle de la température du substrat, fortement chauffé par le panache du jet de plasma, est difficile. Pour une distance supérieure, les particules de cette distribution granulométrique commencent à se refroidir de façon importante. Ces conditions de tir ont été fixées, à partir de l'étude bibliographique du premier chapitre. Nous avons étudié systématiquement l'influence :

- de la température du substrat et du dépôt avant, pendant et après le tir, sur les propriétés des dépôts qui, outre son effet sur l'adhérence/cohésion proprement dite du dépôt, joue un rôle important sur les contraintes résiduelles en son sein, contraintes dont la relaxation par micro-fissuration peut entraîner également une diminution de la cohésion du dépôt.

- de la préparation et la rugosité du substrat sur l'adhérence dépôt-substrat.

Notre travail a donc porté sur les points suivants :

- 1 - étude systématique de la rugosité (R_a , R_t) du substrat, de la façon de l'obtenir et de sa reproductibilité (cf chapitre-II). Cependant, nous n'avons pas déterminé le taux d'abrasif résiduel incrusté dans la surface en fonction des paramètres de sablage. Après une étude bibliographique qui nous a conduits à choisir l'alumine comme abrasif, dans le cadre d'un contrat industriel, nous avons d'abord mis au point une technique d'analyse de la rugosité de surface par analyse d'images afin de permettre, lors d'une étape ultérieure, d'accéder à la dimension fractale de celle-ci et tenté, via l'analyse statistique de Taguchi, de caractériser les principaux paramètres de sablage. Toutefois, ce dernier étant réalisé avec une sableuse à dépression par l'entreprise qui nous donnait les échantillons à analyser, nous n'avons pas pu faire varier les paramètres comme nous l'entendions. C'est pourquoi, compte

tenu de l'expérience acquise, le laboratoire ayant acheté une sableuse à pression, nous avons équipé celle-ci de mouvements simples permettant d'effectuer le sablage de façon reproductible.

Parmi les paramètres analysés : pression de sablage, distance de sablage, angle de sablage, temps de sablage, taille des abrasifs (Al_2O_3), recyclage des abrasifs, nous avons pu constater que les plus critiques pour obtenir un Ra donné étaient, d'une part le temps de sablage t et d'autre part la taille des abrasifs.

Le temps de sablage est important, car en dessous d'une certaine valeur t_c le Ra ou le Rt de la surface croissent extrêmement vite avec le temps (tous les autres paramètres étant fixés) et la reproductibilité devient problématique. Au-delà de t_c , le Ra n'augmente plus, car les aspérités créées sont écrasées par les grains d'abrasif et en outre, il y a création d'un état superficiel de compression, d'autant plus important que l'on utilise les plus grosses granulométries d'abrasif, ce qui peut conduire à l'arrachement brutal des aspérités. De plus, l'abrasif est d'autant plus brisé que t s'accroît (des valeurs de $t = 3 t_c$ suffisent par exemple pour que 39% en poids de l'abrasif de départ d'un diamètre de grain de 1.4 mm soient brisés avec une pression de sablage de 0.2 MPa).

La taille de l'abrasif est le paramètre qui joue le plus sur les valeurs de Ra et de Rt, qui pour une valeur du module d'Young donné, croissent linéairement avec la taille de l'abrasif, la pente de la droite obtenue étant d'autant plus importante que le module d'Young est faible (ou inversement proportionnelle au module d'Young). Cependant, il faut bien garder en mémoire que plus le Ra s'accroît, moins le nombre de pics par unité de surface est élevé.

La pression joue un rôle relativement modeste sur les valeurs de Ra et de Rt, si ce n'est que lorsqu'elle croît, l'usure de l'abrasif croît nettement (pour l'abrasif de 1.4 mm on passe de 39% à 0.2 MPa à 77% d'usure à 0.5 MPa), ainsi d'ailleurs que l'usure de la buse de sablage, dont le diamètre peut varier très rapidement (quelques heures pour des abrasifs de taille importante ≥ 1.5 mm). Soulignons également que l'usure décroît avec la taille de l'abrasif.

La distance de tir n'a que peu d'influence, pourvu qu'elle soit comprise entre 100 et 200 mm en moyenne. Le Ra et le Rt diminuent légèrement, lorsque l'angle de sablage s'écarte de 90° pour atteindre 60° , sans qu'apparemment l'usure de l'abrasif diminue corrélativement.

2 - étude des conditions de contrôle de la température du dépôt et du substrat pendant le tir (cf chapitre-III). Nous avons utilisé pour cela un montage de tir simple où les substrats en forme de disques ($\phi=25$ mm, $e=4$ ou 5 mm) sont disposés sur un porte échantillon cylindrique ($\phi=110$ mm, $l=160$ mm), dont la vitesse de rotation peut être réglée de quelques tr/min à 300 tr/min, le générateur à plasma, perpendiculaire à l'axe du cylindre se déplaçant parallèlement à celui-ci.

Nous avons choisi de travailler en ajustant les vitesses de translation de la torche et de rotation du cylindre, de telle sorte que l'on ait un surschappement des cordons par demi-cordon, conformément aux résultats de la thèse de Daniel Bernard.

Le refroidissement du cylindre a été assuré par des jets d'air comprimé avec des fentes de 1 mm de large et situées soit perpendiculairement au jet de plasma à 15 mm du substrat (B) soit à l'arrière du porte-substrats, à l'opposé de la torche à plasma avec 1 soufflette (1R) ou 4 soufflettes (4R).

Les mesures de température de surface par thermographie IR s'étant avérées très délicates et peu précises, ainsi que celles par contact de surface d'un thermocouple, nous avons finalement utilisé un pyromètre IR monochromatique à bande large de longueurs d'ondes $\lambda_1=4.8$ μm et $\lambda_2=5.6$ μm .

La mesure des facteurs d'émission de nos substrats en fonction de leur rugosité ainsi que ceux des dépôts d'alumine, nous ont permis d'avoir accès à la température de surface des dépôts à $\pm 5\%$ près, le temps de réponse du dispositif étant malheureusement de l'ordre de 1/10s. Ceci nous a permis de définir des conditions de dépôt avec ou sans préchauffage assez reproductibles. Le préchauffage peut être assuré jusqu'à 500°C avec un temps de montée en température compris entre 60 et 180 secondes par le jet de plasma. Finalement, trois températures de tir ont été définies : 150°C correspondant à B+R, 350°C correspondant à 4R et 500°C correspondant à 1R. Le flux thermique le plus important est apporté par le plasma. Celui apporté par les poudres correspond à une élévation de température de 80 à 100°C avec 1 kg/h et de 180°C avec 3 kg/h. Il convient également de souligner que les fluctuations de température dues au déplacement de la torche et à la rotation du porte-substrats peuvent atteindre $\pm 15\%$, en particulier dans le système à 4 soufflettes.

3 - étude de l'adhérence/cohésion des dépôts. Après une brève description des conditions de tir utilisées et des techniques de caractérisation des dépôts, nous avons pris comme référence des conditions de tir industrielles sans préchauffage des substrats. Celles ci nous ont montré que les valeurs d'adhérence/cohésion des dépôts des différents substrats

ne dépassaient pas 12-13 MPa. Le choix de nos conditions de tir, avec une bien meilleure fusion de particules, nous a permis d'atteindre des valeurs de l'ordre de 20-22 MPa.

Nos expériences menées en 1990 au laboratoire avaient cependant montré que ces valeurs d'adhérence/cohésion pouvaient être nettement améliorées par un préchauffage des substrats avant le tir. C'est pourquoi nous avons alors effectué une étude systématique de la température du substrat (alliage d'aluminium AU4G, fonte FT25, acier 34CD4) sur l'adhérence/cohésion des dépôts obtenus sur des substrats avec un Ra de 15-17 μm . Cette étude nous a permis de confirmer que l'adhérence/cohésion des dépôts, en général, augmentait lorsqu'il y avait préchauffage du substrat. Pour des substrats tels que 34CD4 et FT25, dont le coefficient de dilatation n'est pas trop éloigné de celui de l'alumine, les meilleurs résultats ($\gg 40$ MPa) ont été obtenus avec un préchauffage à 300-350°C. Ces résultats sont en très bon accord avec les études menées actuellement au laboratoire sur l'écrasement des particules qui montrent qu'un excellent contact lamelle-substrat ou lamelle-dépôt existe dès lors que la température de surface est supérieure à 200°C. Lors d'un préchauffage, dont la température était contrôlée avec 4 soufflettes au lieu d'une précédemment, du fait vraisemblablement des plus grandes fluctuations de température, les valeurs d'adhérence/cohésion sont légèrement plus faibles.

Il est clair également que les contraintes résiduelles et leur relaxation par macro-fissuration jouent un rôle important, notamment lorsque le différentiel de dilatation dépôt-substrat est élevé. Ceci est constaté en particulier pour les dépôts sur AU4G qui se délaminent au delà d'une température de préchauffage de 150°C. De plus, au delà de ces températures, il peut y avoir fusion locale du substrat, grossissement des grains, précipitation du Cu aux joints de grains et fragilisation du substrat. Des procédures spécifiques de tir devraient permettre d'éviter ce problème.

Dans tous les cas, la barrière d'air comprimé perpendiculaire au jet, même faible de façon à préchauffer à 300°C, conduit à des valeurs d'adhérence/cohésion réduites, car les particules sont refroidies avant l'impact, mais ces valeurs pourraient être aussi très bonnes en déposant les premières couches du dépôt après un préchauffage adéquat et avant d'utiliser le barrage d'air. Toutefois, de par l'élimination des particules infondues passant en périphérie du jet, cette barrière permet d'obtenir les plus faibles valeurs de Ra des dépôts.

Lorsque le débit de poudre passe de 1 kg/h à 3 kg/h, avec pratiquement un triplement de l'épaisseur des passes pour un préchauffage à 350°C, la cohésion des dépôts diminue un peu, du fait probablement des gradients thermiques plus élevés et il conviendrait probablement d'ajuster le préchauffage au débit de poudre ainsi que les conditions de refroidissement.

L'étude de l'adhérence-cohésion en fonction de la couche d'oxyde formée pendant le préchauffage a montré que ce temps de préchauffage devait être sérieusement limité, afin de ne pas faire décroître l'adhérence des dépôts. C'est pourquoi, pour étudier l'influence du sablage (trois Ra : 5-6, 10-12, 15-17 μm) sur l'adhérence-cohésion des dépôts, nous avons mis au point une nouvelle procédure de chauffage permettant d'atteindre des températures, même de 500°C, en moins de 60 secondes. Ceci nous a montré que les plus fortes valeurs (58 \pm 3 MPa) d'adhérence/cohésion sont obtenues avec un préchauffage à 300°C sur un substrat de Ra 5-6 μm .

Pour les plus fortes valeurs de Ra (15-17 μm), un maximum est atteint à cette température, puis l'adhérence/cohésion décroît à 350°C (32 \pm 1 MPa) pour s'accroître à nouveau à 550°C (52 \pm 1 MPa). Dans ce dernier cas, il semble bien que les particules puissent fondre les aspérités et qu'il y ait une diffusion du fer dans l'alumine (cf mesures d'EDAX et de micro-dureté à l'interface).

Sur des substrats en Ti6Al4V, des résultats similaires ont été obtenus alors que sur des aciers inoxydables 304L, il faut atteindre des températures de 300-550°C pour obtenir des valeurs d'adhérence-cohésion significatives. Notons cependant, qu'avec un préchauffage convenable, des résultats au moins équivalents à ceux obtenus jusqu'alors, peuvent être aussi obtenus sur l'acier avec des céramiques autres que l'alumine. L'importance de l'oxydation à travers les porosités ou les macro-fissurations générées lors du dépôt est soulignée par le fait que si les valeurs d'adhérence sur FT25 dépassent 58 MPa pour un dépôt de 450-500 μm , elles ne sont plus que de l'ordre de 25-30 MPa pour des dépôts de 700 et 1200 μm . Ceci est dû à la très forte oxydation de l'interface pendant le tir et aussi à la distribution des contraintes dans le dépôt et le substrat.

4 - étude des contraintes résiduelles au sein des dépôts. L'étude bibliographique nous a montré en particulier les faibles valeurs des contraintes de trempe dans les lamelles d'alumine du fait, soit de leur faible contact avec le substrat, soit de leur relaxation par micro-fissuration. Pour ce qui est des contraintes dues au différentiel de dilatation (en l'absence de gradients de température), nous avons rassemblé diverses méthodes permettant leur calcul, soit en valeur moyenne, soit en répartition (en supposant un comportement élastique du dépôt et du substrat). Nous avons alors appliqué ces méthodes de calcul pour déterminer les répartitions de contraintes en fonction de la nature, de la température du substrat, ainsi que de son épaisseur et de celle du dépôt. En ce qui concerne les mesures de ces contraintes, après un bref rappel des méthodes de mesure (RX, trou incrémental, courbure), nous avons essentiellement utilisé la méthode de la courbure et le CETIM celle du trou incrémental.

La méthode de la courbure nous a donné des résultats de déformation, dont la tendance est identique à celle calculée. Pour les contraintes, la méconnaissance des valeurs exactes du module d'Young E et du coefficient de Poisson ν induit des écarts relativement importants entre les valeurs expérimentales et les valeurs calculées. Toutefois, même si les valeurs de E et de ν étaient bien connues, le calcul effectué, trop simplifié parce que négligeant les déformations plastiques du substrat au niveau de l'interface et la relaxation des contraintes par macro-fissuration, ne serait certainement pas en parfait accord avec celles déduites des mesures de courbure. Ceci est souligné par le fait que lorsque les tendances des calculs et des mesures sont en accord, le module d'Young, déterminé à partir des calculs, varie dans un rapport de 1 à 3 selon les températures de tir conditionnant les contacts interlamellaires. Signalons également les contraintes de compression générées par le sablage, en particulier pour obtenir un R_a élevé avec un gros abrasif.

Les quelques mesures effectuées par RX en surface des dépôts n'ont pas donné des résultats très significatifs. Les contraintes sont toutes en tension avec des valeurs qui semblent trop élevées, en particulier lorsqu'on les compare à celles obtenues par la méthode du trou incrémental mais elles sont en parfait accord avec les prévisions du fait de la trempe rapide de la couche superficielle du dépôt.

La méthode du trou incrémental semble mettre en évidence le fait que les meilleures conditions d'adhérence correspondent à un pic de tension au niveau de l'interface. Ceci est probablement dû au passage du substrat dans un état plastique au voisinage de l'interface et est en bonne corrélation avec la température de préchauffage élevée permettant d'obtenir une excellente adhérence lamelle-substrat ou lamelle-lamelle.

Au plan pratique de la projection plasma, ce travail a apporté des réponses intéressantes aux problèmes posés par les industriels :

- définition des conditions de sablage reproductibles avec une usure minimale de l'abrasif.

- préchauffage des pièces pour obtenir des adhérences/cohésions des dépôts de plus de 60 MPa (contre 20 MPa jusqu'alors) avec des rugosités plus faibles que celles utilisées couramment, préchauffage qui induit des contraintes résiduelles particulières au niveau de l'interface dépôt-substrat.

Au plan scientifique, ce travail a confirmé à l'échelle macroscopique les travaux effectués en parallèle au laboratoire sur l'écrasement des particules, et a permis de mettre au point des méthodes de contrôle de la température pendant le tir ainsi que de mesure des contraintes résiduelles.

Si ce travail a apporté des bonnes réponses pour l'amélioration des valeurs de l'adhérence/cohésion des dépôts, il est certes loin d'avoir tout résolu et de nombreux travaux sont encore nécessaires pour confirmer les résultats obtenus, en particulier compte tenu des travaux en cours sur l'écrasement des particules et le refroidissement des lamelles. Parmi tout ce qui devrait être fait, on peut citer :

- le contrôle de l'oxydation du substrat en fonction de la température et des vitesses de chauffage, afin de déterminer si possible l'évolution de l'épaisseur de la couche d'oxyde et à partir de quelle épaisseur celle-ci devient catastrophique pour l'étalement et l'accrochage des particules. Toutefois, si de telles mesures sont réalisables pour des substrats plans, elles paraissent plus complexes pour des substrats sablés. Pour le contrôle de l'oxydation, on peut envisager la mise en place de sous couches et/ou de cycles thermiques différents de ceux utilisés jusqu'alors.

- l'étude de la vitesse relative torche-substrat associée aux mesures de températures afin de voir qu'elle était son influence sur l'oxydation de l'interface dépôt-substrat via l'adhérence dépôt-substrat.

- l'étude de dispositifs de refroidissement associée aux mesures de températures stationnaires de surface, afin de contrôler beaucoup mieux les fluctuations de température dues au déplacement de la torche et à la rotation du porte substrat. Pour ceci, il semble important de mener les soufflettes de refroidissement en mouvement de translation simultanément avec la torche à plasma, afin de réduire les chocs thermiques subis par la face du dépôt.

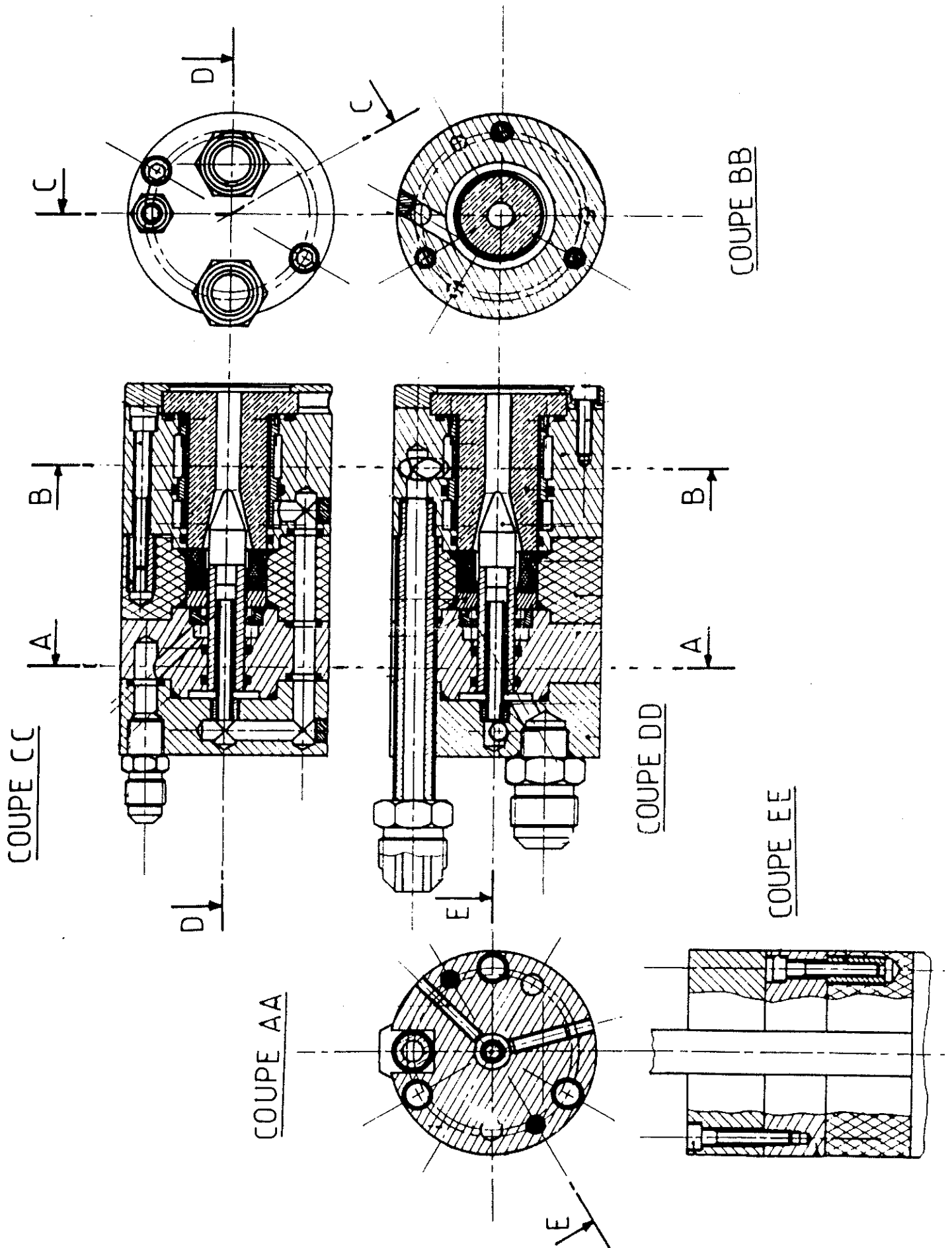
- une telle étude des dispositifs de refroidissement devrait être couplée à une modélisation du chauffage par le jet de plasma seul, puis avec apport des particules et du refroidissement de l'ensemble dépôt-substrat, modélisation permettant d'accéder aux températures transitoires du substrat. Ceci implique au passage des mesures de flux thermiques en présence des substrats chauds et la détermination des coefficients d'échange, à partir de la même température du gaz au voisinage du substrat par diffusion Raleigh par exemple, mesures déjà initiées au laboratoire. Par ailleurs, les températures transitoires pourraient, peut être, être suivies (au moins pour celles supérieures à 500°C) par pyrométrie deux couleurs, avec mesure simultanée des facteurs d'émission comme cela est pratiqué au laboratoire d'Odeillo avec des fréquences d'acquisition atteignant 10 kHz. Cette étude, couplée aux travaux de A. Vardelle concernant les températures au sein des lamelles et dans le dépôt sous-jacent, devrait permettre de mieux cerner les phénomènes thermiques transitoires qui semblent jouer un rôle clef.

- cette modélisation devrait être couplée, en liaison étroite avec le CETIM, à une modélisation des contraintes résiduelles prenant en compte les déformations plastiques et éventuellement les relaxations par micro-fissuration. Ceci devrait être associé aux mesures par la méthode du trou incrémental, dans des conditions de reproductibilité de production des dépôts meilleurs que ceux obtenus jusqu'alors. En particulier, les moyens de fixation des substrats sur le porte substrat devraient être revus, afin d'éliminer les contraintes mécaniques générées comme l'ont montré les récentes études du contrat BRITE sur les propriétés des dépôts zircon. Toutefois, la modélisation comme la détermination des contraintes à partir des mesures de déformation, impliquent la mesure du module d'Young et du coefficient de Poisson du dépôt, en fonction de son histoire thermique, lors de sa réalisation. Nos mesures semblent indiquer une forte dépendance de ces paramètres avec les contacts interlamellaires et les macro-fissurations résultant de la relaxation des contraintes.

- l'étude de l'influence du Ra sur l'adhérence/cohésion du dépôt devrait être reprise, en tenant compte de la dimension fractale des surfaces après sablage et de l'interface dépôt-substrat après tir. Des mesures plus fines de la diffusion du ou des matériaux du substrat dans le dépôt devraient également être entreprises pour tenter de voir dans quelles conditions de préchauffage les pics de sablage peuvent être fondus. Ces mesures devraient être couplées à des calculs tels que ceux développés actuellement par A. Vardelle.

Annexe du chapitre I

SCHEMA DE LA TORCHE A PLASMA UTILISEE DANS CE TRAVAIL



Annexe du chapitre II

A-I RESULTATS LIES AU SABLAGE

Le traitement de surface des métaux par sablage est l'un des moyens parmi d'autres qui est utilisé pour créer une surface rugueuse permettant un accrochage des particules de la poudre projetée par plasma en dépit de l'incrustation des restes des grains d'abrasif en surface. Il constitue donc une étape importante de la projection plasma. Avec un préchauffage adéquat sans oxydation du substrat, l'adhérence est sensiblement indépendante de la rugosité. Cependant, on voit l'intérêt de créer des rugosités faibles, souvent obtenues avec des abrasifs de petites tailles plutôt qu'avec des grandes tailles d'abrasif. A titre d'exemple, la surface sablée d'un acier XC38 (cf figure I-1).

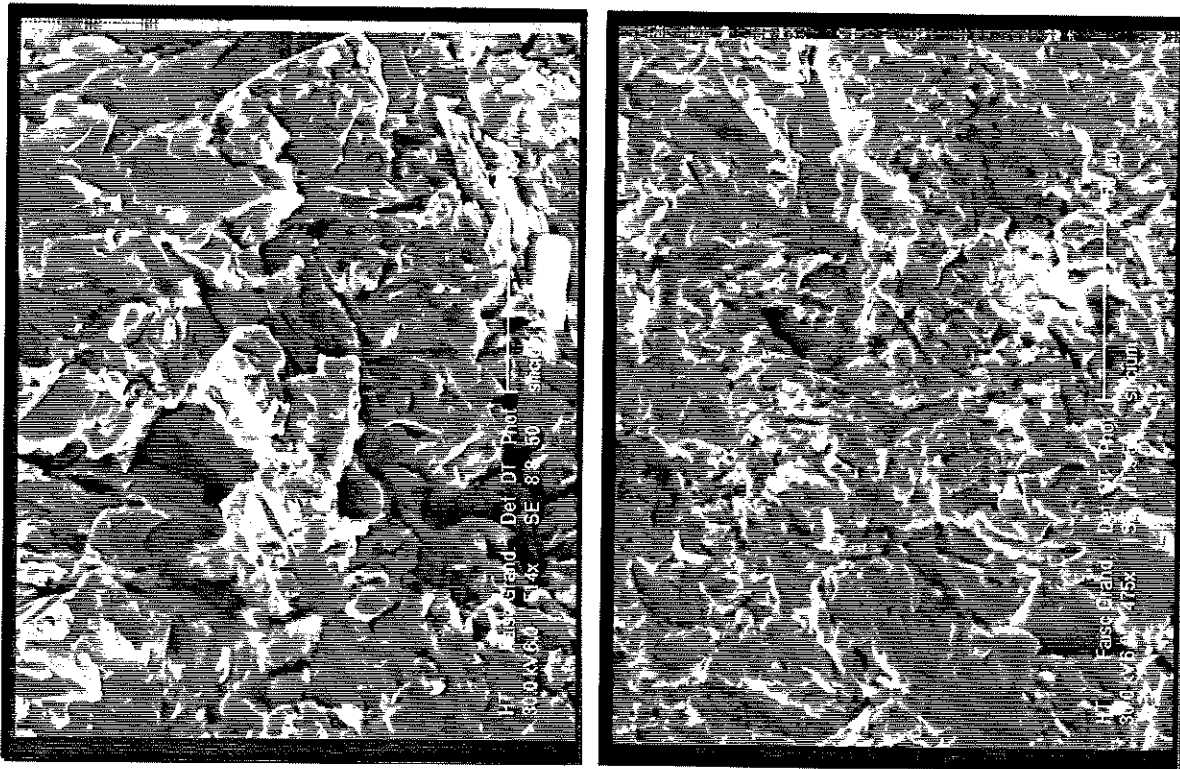


Figure I-1 : Surface d'un échantillon en acier XC38 traité par sablage.

Les résultats, qui complètent la première partie de l'étude du sablage par système à dépression, sont donnés dans les tableaux d'expériences ci-dessous :

I-1 angle et pression de sablage**I-1-1 Conditions de sablage**

Essais	Pression (MPa)	α Angle (°)	d (mm)	ϕ Buse (mm)	Abrasif (Al ₂ O ₃)
1	0.8	30	100	8.1	F10
2	0.8	60	100	8.1	F10
3	0.8	90	100	8.7	F10
4	1.2	30	100	8	F10
5	1.2	60	100	8	F10
6	1.2	90	100	8	F10

Tableau II-7 : Conditions expérimentales.

Essais	AU4G	FT25	XC38	E30	304L	100C6	100C6T
1	10.36	12.70	10.01	12.03	9.81	13.05	6.89
2	20.42	15.32	11.50	16.33	16.09	14.70	7.69
3	20.93	16.35	17.74	20.66	14.40	16.90	8.36
4	14.50	13.50	12.36	13.01	11.20	10.80	7.12
5	24.88	21.10	20.31	20.29	16.77	17.27	8.29
6	26.91	22.69	19.28	22.71	19.10	19.33	9.45

Tableau II-8 : Ra de surface des matériaux.

I-1-2 Influence de l'angle

N°-Angle	AU4G	FT25	XC38	E30	304L	100C6	100C6T
1-30	12.43	13.10	11.19	12.52	10.51	11.93	7.01
2-60	20.18	16.57	15.48	17.57	14.62	14.92	7.87
3-90	23.92	19.52	18.51	21.69	16.75	18.12	8.91
Différence 1/2	7.75	3.47	4.29	5.05	4.11	2.99	0.86
Différence 1/3	11.49	6.42	7.33	9.17	6.25	6.19	1.90
Différence 2/3	3.74	2.95	3.03	4.11	2.14	3.20	1.04

Tableau II-9 : Comparaison des différences.

I-1-3 Influence de la pression

N°-Pression	AU4G	FT25	XC38	E30	304L	100C6	100C6T
1-0.8	17.24	14.79	13.08	16.34	13.43	14.88	7.65
2-1.2	22.10	19.10	17.32	18.67	15.69	15.80	8.29
différence 1/2	4.86	4.31	4.23	2.33	2.26	0.92	0.64

Tableau II-10 : Comparaison des différences.

I-2 Pression de l'air comprimé et taille d'abrasif***I-2-1 Conditions de sablage***

Essais	Pression (MPa)	Abrasif (Al ₂ O ₃)	α Angle (°)	$d_{b-é}$ (mm)	ϕ de la buse (mm)
1	0.3	F10	90	100	8.25
2	0.3	F12	90	100	8.25
3	0.3	F20	90	100	8.25
4	0.3	F36	90	100	8.25
5	0.8	F10	90	100	8.1
6	0.8	F12	90	100	8.1
7	0.8	F20	90	100	8.7
8	0.8	F36	90	100	8.2
9	1.2	F10	90	100	8
10	1.2	F12	90	100	8
11	1.2	F20	90	100	8
12	1.2	F36	90	100	8

Tableau II-11 : Conditions expérimentales.

N° d'essai	AU4G	FT25	XC38	E30	304L	100C6	100C6T
1	14.11	10.00	8.20	7.99	8.20	8.92	4.23
2	11.83	8.89	10.89	9.06	9.91	9.79	5.00
3	8.33	7.86	10.88	8.30	7.06	8.13	4.02
4	4.47	4.50	5.32	5.30	4.80	5.00	3.17
5	21.75	19.76	18.74	17.42	15.51	14.89	8.36
6	25.89	17.47	12.87	13.70	12.09	10.40	6.02
7	13.32	10.39	8.61	8.93	8.29	8.10	4.43
8	9.61	6.37	7.59	7.44	5.59	6.47	4.05
9	26.82	22.69	19.28	22.71	19.12	19.33	9.45
10	23.39	19.99	15.57	16.11	16.00	15.61	10.64
11	20.16	15.15	13.55	13.20	10.05	12.40	7.91
12	13.70	10.14	7.74	9.34	6.60	6.69	4.86

Tableau II-12 : Ra de surface des matériaux.

I-2-2 Contribution de la pression

N°-pression	AU4G	FT25	XC38	E30	304L	100C6	100C6T
1-0.3	9.69	7.81	8.82	7.66	7.49	7.96	4.11
2-0.8	17.64	13.50	11.95	11.87	10.37	9.97	5.72
3-1.2	21.02	16.99	14.04	15.34	12.94	13.51	8.22
Différence 1/2	7.96	5.69	3.13	4.21	2.88	2.01	1.61
Différence 1/3	11.33	9.18	5.21	7.68	5.45	5.55	4.11
Différence 2/3	3.38	3.50	2.08	3.47	2.57	3.54	2.50

Tableau II-13 : Comparaison des différences.

I-2-3 Contribution de l'abrasif

Niveau-Abrasif	AU4G	FT25	XC38	E30	304L	100C6	100C6T
1-F10	20.89	17.48	15.41	16.04	14.28	14.38	7.35
2-F12	20.37	15.45	13.11	12.96	12.67	11.93	7.22
3-F14	13.94	11.13	11.01	10.14	8.47	9.54	5.45
4-F36	9.26	7.00	6.88	7.36	5.66	6.05	4.03
Différence 1/2	0.52	2.03	2.30	3.08	1.61	2.45	0.13
Différence 1/3	6.96	6.35	4.39	5.90	5.81	4.84	1.89
Différence 1/4	11.63	10.48	8.52	8.68	8.61	8.33	3.32
Différence 2/3	6.43	4.32	2.10	2.81	4.20	2.39	1.77
Différence 2/4	11.11	8.45	6.23	5.60	7.00	5.88	3.19
Différence 3/4	4.68	4.13	4.13	2.78	2.80	3.49	1.43

Tableau II-14 : Comparaison des différences.

I-3 Pression, taille d'abrasif et matériaux

Chaque essai a été effectué pendant des durées variables respectivement : 2, 4, 8 et 12 secondes.

Essais	Pression	Matériau	Abrasif	Durée
1	0.8	AU4G	F10	2,4,8,12
2	0.8	AU4G	F12	2,4,8,12
3	0.8	AU4G	F20	2,4,8,12
4	0.8	AU4G	F36	2,4,8,12
5	0.8	XC38	F10	2,4,8,12
6	0.8	XC38	F12	2,4,8,12
7	0.8	XC38	F20	2,4,8,12
8	0.8	XC38	F36	2,4,8,12
9	0.8	100CT	F10	2,4,8,12
10	0.8	100CT	F12	2,4,8,12
11	0.8	100CT	F20	2,4,8,12
12	0.8	100CT	F36	2,4,8,12
13	1.2	AU4G	F10	2,4,8,12
14	1.2	AU4G	F12	2,4,8,12
15	1.2	AU4G	F20	2,4,8,12
16	1.2	AU4G	F36	2,4,8,12
17	1.2	XC38	F10	2,4,8,12
18	1.2	XC38	F12	2,4,8,12
19	1.2	XC38	F20	2,4,8,12
20	1.2	XC38	F36	2,4,8,12
21	1.2	100CT	F10	2,4,8,12
22	1.2	100CT	F12	2,4,8,12
23	1.2	100CT	F20	2,4,8,12
24	1.2	100CT	F36	2,4,8,12

Tableau II-15 : Conditions expérimentales.

Essais	Pression	Matériau	Abrasif	t1=2s	t2=4s	t3=8s	t4=12s
1	0.8	AU4G	F10	16.47	19.45	18.18	17.52
2	0.8	AU4G	F12	11.74	14.19	11.93	11.25
3	0.8	AU4G	F20	9.77	11.22	9.89	9.32
4	0.8	AU4G	F36	8.34	9.63	8.39	8.31
5	0.8	XC38	F10	12.80	13.86	14.94	12.50
6	0.8	XC38	F12	10.80	10.86	12.94	10.00
7	0.8	XC38	F20	8.35	8.34	8.40	7.32
8	0.8	XC38	F36	6.85	6.75	6.90	6.28
9	0.8	100CT	F10	3.40	6.54	8.36	8.68
10	0.8	100CT	F12	3.30	4.20	6.02	5.92
11	0.8	100CT	F20	3.68	4.68	4.43	4.33
12	0.8	100CT	F36	2.80	4.30	4.05	3.95
13	1.2	AU4G	F10	17.97	21.25	20.08	19.52
14	1.2	AU4G	F12	17.07	16.71	18.75	16.76
15	1.2	AU4G	F20	11.77	13.22	11.89	11.32
16	1.2	AU4G	F36	9.34	10.63	9.39	9.31
17	1.2	XC38	F10	11.82	15.37	17.31	14.73
18	1.2	XC38	F12	11.49	14.87	14.94	13.47
19	1.2	XC38	F20	9.51	10.54	11.11	11.00
20	1.2	XC38	F36	7.09	8.09	7.59	7.09
21	1.2	100CT	F10	5.20	8.34	10.16	10.48
22	1.2	100CT	F12	7.41	9.13	8.31	8.03
23	1.2	100CT	F20	5.49	6.24	6.78	6.63
24	1.2	100CT	F36	4.06	4.65	5.28	5.60

Tableau II-16 : Ra de surface des matériaux.

Niveaux	Durée	Abrasif	Matériau	Pression
1 - 2 sec - F10 - AU4G - 0.8	9.02	13.54	13.46	9.00
2 - 4 sec - F12 -XC38 - 1.2	10.54	11.25	10.75	11.10
3- 8 sec -F20 - 100CT	10.67	8.55	5.95	2.10
4 - 12 sec - F36	9.97	6.86	2.71	
Difference 1/2	1.52	-2.29	7.50	
Difference 1/3	1.65	-4.99	4.80	
Difference 1/4	0.95	-6.68		
Difference 2/3	0.12	-2.70		
Difference 2/4	-0.57	-4.39		
Difference 3/4	-0.70	-1.69		

Tableau II-17 : Comparaison des différences.

II-2 CARACTERISTIQUES DE SURFACE

II-2-1 Rugosité moyenne Ra

Par définition, pour un profil isolé d'une surface, la rugosité moyenne (R_a) est la moyenne arithmétique de tous les points du profil sur sa longueur l_m , par rapport à la ligne moyenne. Cette ligne moyenne est définie de manière à obtenir une équipartition des surfaces formées par le profil par rapport à celle-ci (cf figure II-2-a). D'une manière générale, le R_a d'une surface est donnée par l'expression suivante [1], expression qui pourrait être ainsi calculée par la méthode des trapèzes :

$$R_a = \frac{1}{l_m} \int_0^{l_m} |y| dx = \frac{1}{x_N - x_1} \sum_{i=1}^N \frac{(x_{i+1} - x_i) |y_i + y_{i+1}|}{2}$$

Dans la littérature, d'autres formulations ont été définies, par exemple lorsqu'on suppose que l'écart entre deux valeurs de x_i successives est l'unité, (cas des profils isolés par analyse d'images), et que les valeurs des y_i sont voisines dans la mesure où le nombre de couple de points est important, on peut définir la rugosité R_a comme suit [2] :

$$R_a \approx \sqrt{\frac{\sum_i^N [y_i]^2}{N}}$$

y_i : étant la distance réelle de la surface à la ligne moyenne, N : étant le nombre total des points de profil.

Dans tous les cas, l'erreur commise, en utilisant soit la première expression soit la deuxième n'excède pas 2%.

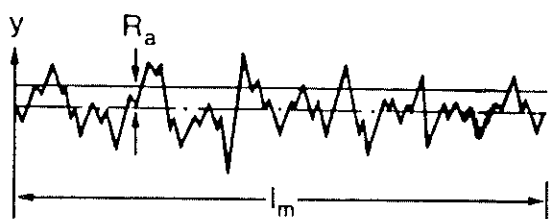


Figure II-2-a : Rugosité R_a d'un profil d'une surface.

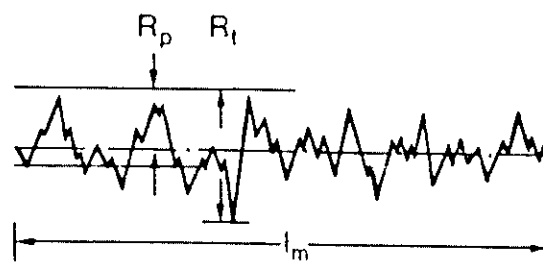


Figure II-2-b : Rugosité R_t d'un profil d'une surface.

II-2-2 Rugosité totale Rt

La rugosité totale (ou maximale R_t) est la différence entre le point le plus haut et le point le plus bas du profil par rapport à la ligne de référence sur toute la longueur d'évaluation l_m (Cf figure II-2-b).

$$Rt = y'_{\max} - y'_{\min}$$

II-2-3 Longueur d'évaluation (lm)

La longueur d'évaluation (lm) est estimée comme étant celle de la ligne de référence. La connaissance des coordonnées x_i' , après transformation des points du profil (cf chapitre II), permet donc la détermination de la valeur de lm :

$$lm = x'_{i=N} - x'_{i=0}$$

ou

$$lm = \sqrt{(x'_{i=N} - x'_{i=0})^2 + (y'_{i=N} - b)^2}$$

(x_i, y_i) étant les couples des points du profil, (x'_i, y'_i) étant les mêmes points après transformation par rapport à la droite de régression linéaire obtenue (cf chapitre-II). b étant l'ordonnée de la ligne moyenne à l'origine.

L'écart entre les deux formules est tout à fait négligeable, ce qui démontre la validité de la transformation des points du profil (x_i, y_i) en (x'_i, y'_i) .

II-2-4 Longueur du profil (P)

La longueur des profils des surfaces est donnée directement par le traitement d'analyse d'images, tandis que le nombre de pics (maximas) et les creux (minimas) constituant le profil sont obtenus à l'aide du programme que nous avons réalisé. La connaissance de la longueur du profil nous conduit à connaître le taux du sablage (selon une direction ou selon deux directions).

II-2-5 Taux macroscopique de sablage

La connaissance des longueurs de profil et des longueurs moyennes lm selon un axe ou selon deux directions perpendiculaire permet donc de connaître la surface de la partie analysée (sablée et non sablée) et le taux de sablage est alors défini par :

$$\tau = \frac{\text{Surface estimée sablée}}{\text{Surface estimée réelle (non sablée)}} = \frac{P_{\perp} \times P_{//}}{lm_{\perp} \times lm_{//}}$$

D'autres paramètres utiles pour étudier les profils des surfaces sont :

l'ondulation du profil, le nombre de pics par unité de surface analysée, la rugosité Rz , la dimension fractale du profil (obtenue par la théorie de la géométrie fractale) Grâce au développement des logiciels de traitement d'images et la programmation, on a pu finalement définir tous les paramètres donnant une information sur l'état d'une telle surface.

Annexe du chapitre V

A-I RESULTATS DES MESURES DES CONTRAINTES RESIDUELLES

Nous présentons ici, la distribution unidimensionnelle des contraintes résiduelles obtenues par la méthode du trou incrémental au CETIM, au sein des dépôts d'alumine réalisés par projection plasma sur des substrats en fonte FT25 et en acier 34CD4.

Les conditions de projection sont celles données dans le tableau V-4 (cf paragraphe V-3-2-1). La poudre d'alumine, fondue et broyée de distribution de taille $(-45+22.5 \mu\text{m})$, est projetée à une distance torche-substrat de 100 mm, à l'aide de notre torche de tuyère 7 mm, avec un mélange Ar-H₂ (45/15 Nl/min) et avec un débit de poudre de 1 kg/h. Le préchauffage du substrat étant réalisé avant dépôt et le refroidissement est maintenu à l'aide des 4 soufflettes permettant une température moyenne de surface du dépôt de 380°C en dépit des fluctuations induites par le déplacement relatif torche/substrat.

A travers ces mesures, nous constatons que, lorsqu'un préchauffage du substrat est réalisé avant dépôt, un pic de traction au voisinage de l'interface dépôt-substrat apparaît. Ce pic de tension, accompagné d'une déformation plastique du substrat à sa surface, semble du côté du dépôt (dans les premières couches du dépôts). Remarquons sur les figures I-1 à I-8, qu'avec un refroidissement à 4 soufflettes (4R), les contraintes résiduelles de compression dans le dépôts sont plus faibles qu'avec une soufflette (1R) (cf chapitre-V), du fait des gradients thermiques importants et de leur relaxation par micro-fissuration dans le dépôt. En effet, avec 4 soufflettes, les fluctuations de température et les gradients thermiques au sein du dépôt et du substrat, sont plus importants qu'avec une soufflette seule (1R).

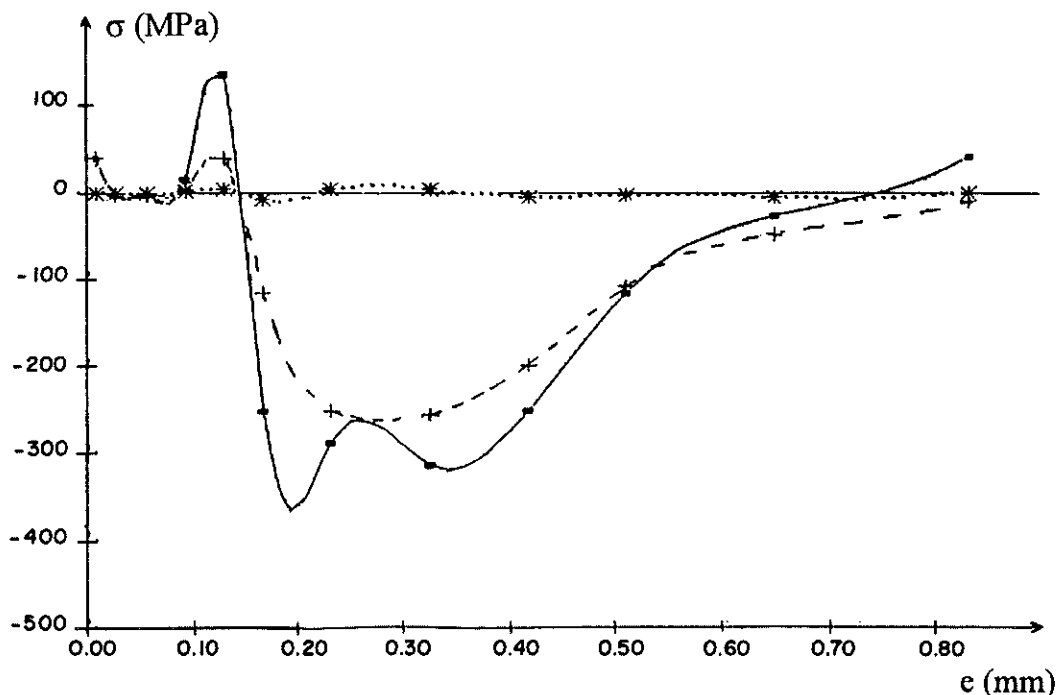


Figure I-1 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex Al₂O₃/FT25, (P+4R), ed ~ 100 µm.

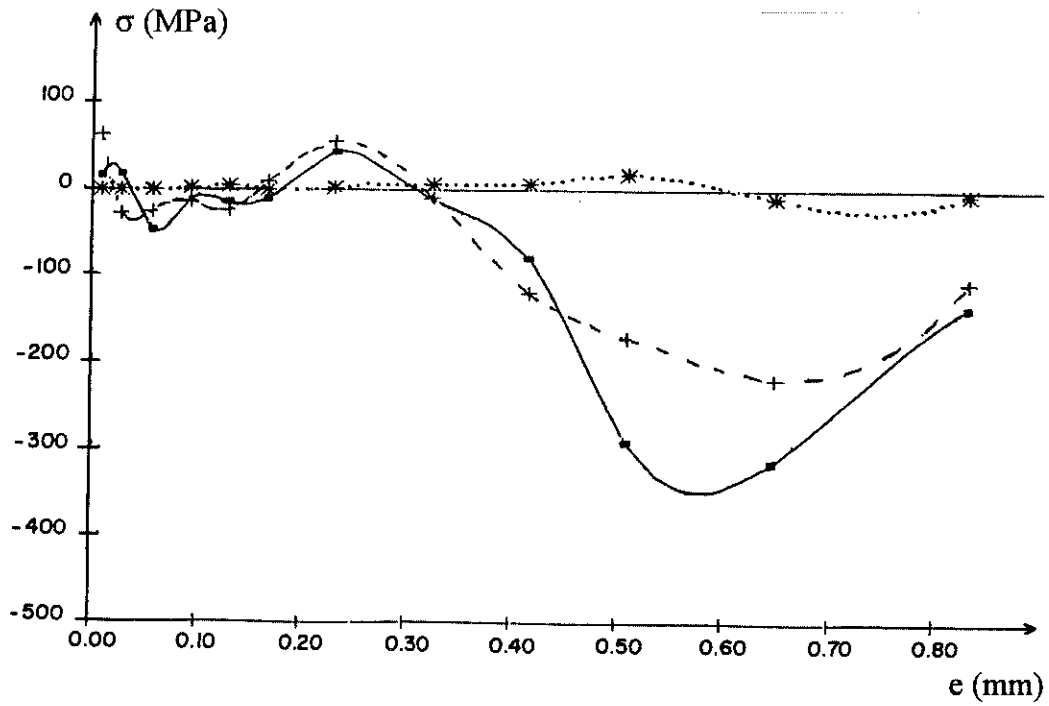


Figure I-2 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $Al_2O_3/FT25$, (P+4R), ed $\sim 200 \mu m$.

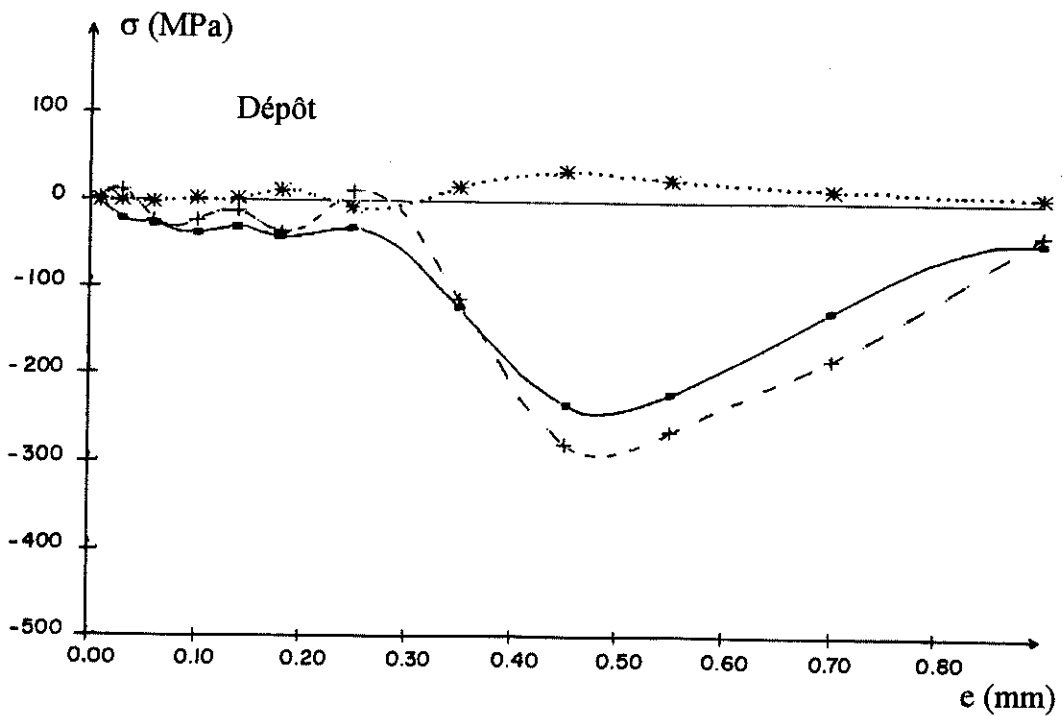


Figure I-3 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $Al_2O_3/FT25$, (P+4R), ed $\sim 300 \mu m$.

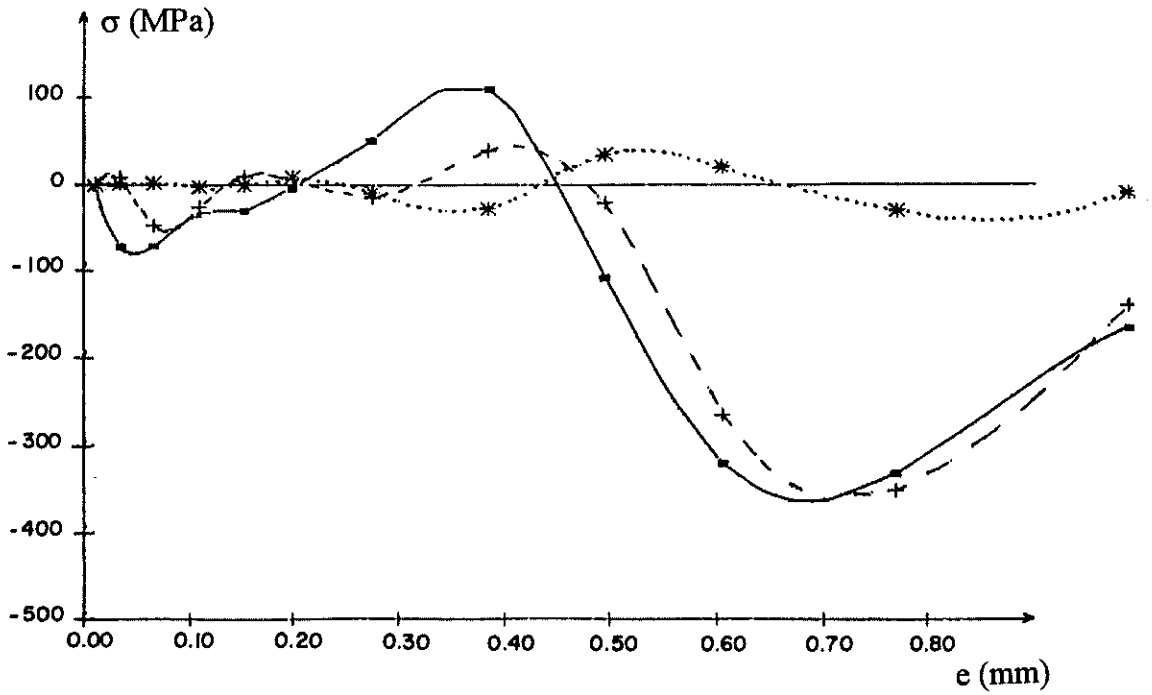


Figure I-4 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{FT25}$, (P+4R), $e_d \sim 400 \mu\text{m}$.

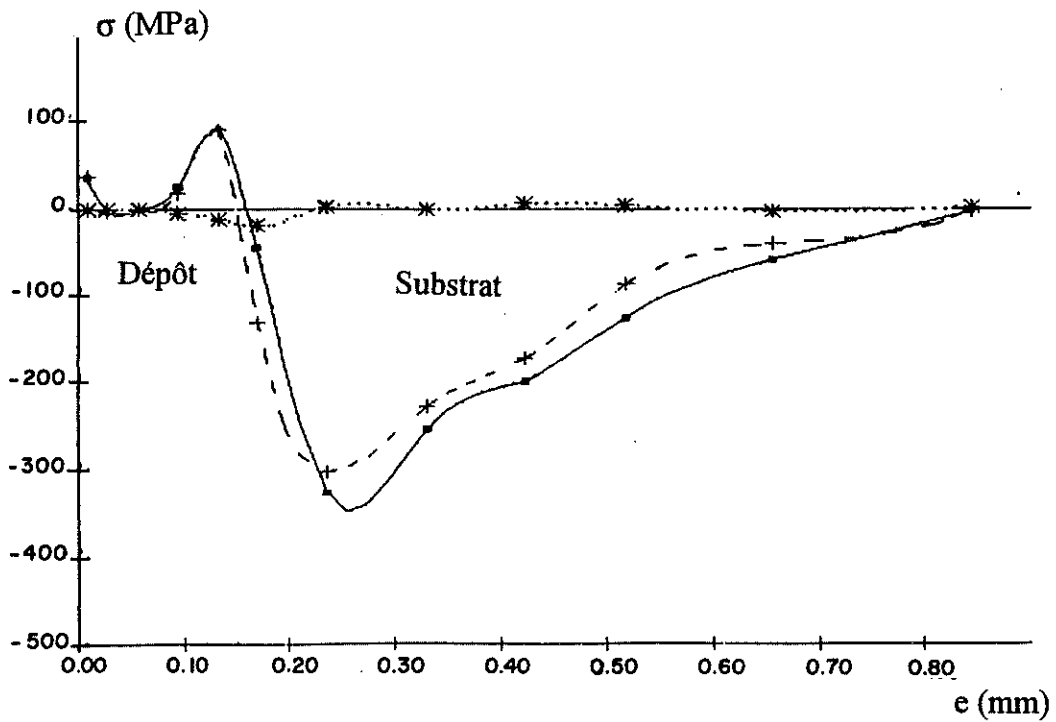


Figure I-5 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/34\text{CD4}$, (P+4R), $e_d = 100 \mu\text{m}$.

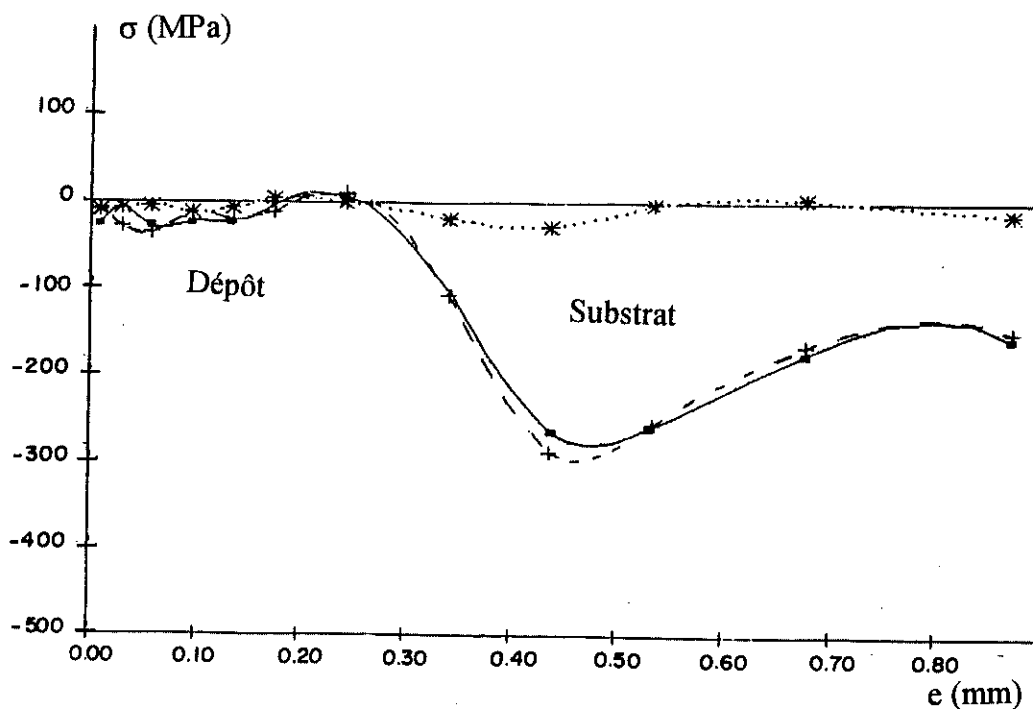


Figure I-6 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/34\text{CD}_4$, (P+4R), ed $\sim 200 \mu\text{m}$.

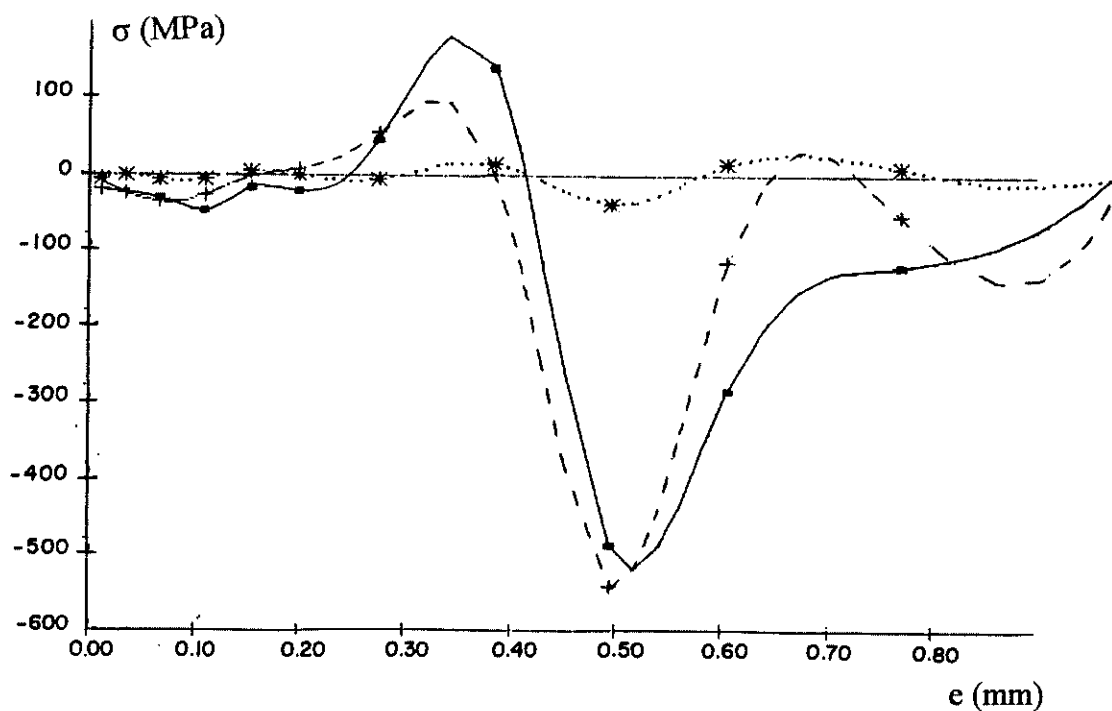


Figure I-7 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/34\text{CD}_4$, (P+4R), ed $\sim 320 \mu\text{m}$.

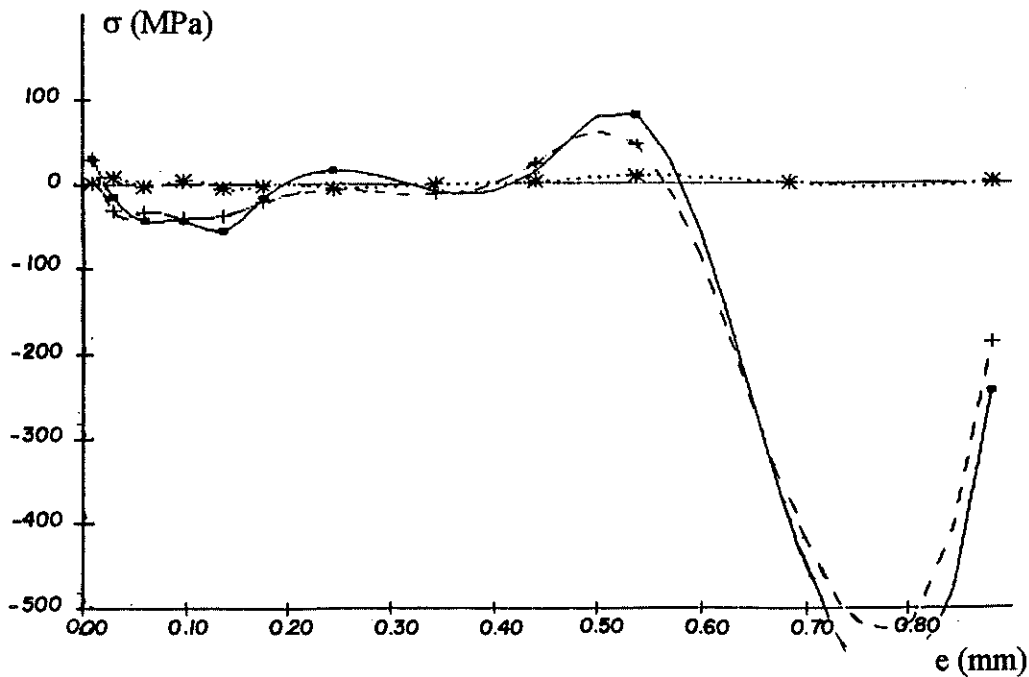


Figure I-8 : Profil de contraintes résiduelles dans un duplex $\text{Al}_2\text{O}_3/34\text{CD}_4$, (P+4R), ed $\sim 400 \mu\text{m}$.

A-II MODULE D'YOUNG

Le module d'Young fait partie des propriétés mécaniques les plus importantes des matériaux du fait que les contraintes résiduelles sont particulièrement proportionnelles à ce paramètre. Il est donc important que les modules d'Young des dépôts réalisés par plasma, en particulier ceux des dépôts céramiques, soient très faibles devant ceux des matériaux massifs. Ceci est lié à la porosité, la micro et la macro-fissuration des dépôts et en particulier au contact imparfait entre les lamelles [3, 4, 5]. Pour l'alumine, le module d'Young est d'environ 6 fois moins élevé que celui de l'alumine dense [5] (cf figure II-2) et dans tous les cas, quel que soit le matériau projeté, plus le rapport d'aspect des pores est faible (pores constituant les contacts inter-lamellaires), plus le module d'Young est faible [3, 4] (cf figure II-3).

Parmi les méthodes simples permettant la détermination du module d'Young on distingue :

- les méthodes destructives (statiques).
- les méthodes non destructives (dynamiques).

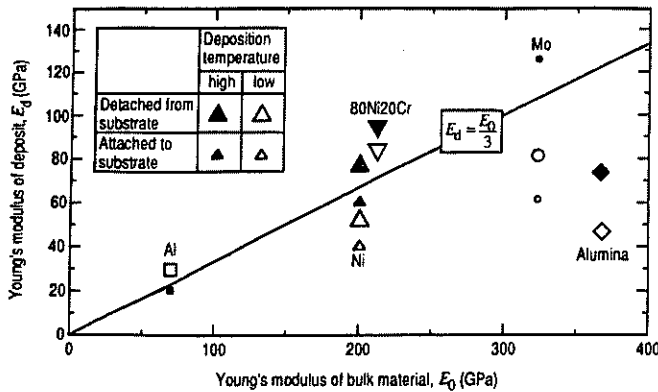


Figure II-2 : Module d'Young des dépôts en fonction de ceux des matériaux massifs de même nature d'après Kuroda [5].

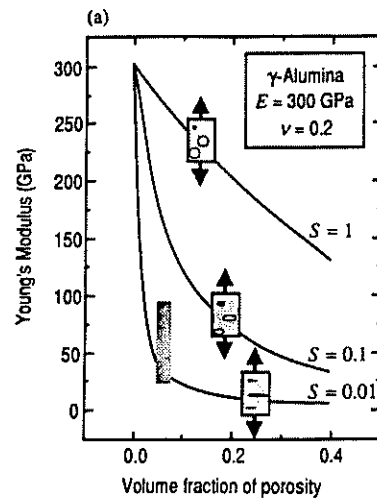


Figure II-3 : Module d'Young d'alumine en fonction de la porosité et le rapport d'aspect des pores d'après Gill [4]. = Experimental data

II-1 MESURES STATIQUES

II-1-1 Flexion à 3 points

Il est possible d'estimer le module d'Young à partir d'une flexion à 3 points d'une poutre dépôt-substrat, si l'on connaît la déflexion centrale maximale subit par l'ensemble lors de l'essai. L'expression qui relie la déflexion au module d'Young est donnée par :

$$\varepsilon = \frac{PL^3}{48 E}$$

Si l'on connaît parfaitement celui du substrat on peut retrouver, à l'aide d'un calcul itératif celui du dépôt [3, 4].

$$\varepsilon = \frac{PL^3}{48 [E_s.I_s + E_d.Id]}$$

Ed et Es : Modules d'Young du dépôt et du substrat, I : moment d'inertie du substrat et du dépôt par rapport à l'axe neutre. L : distance entre les appuis.

II-1-2 Flexion à 4 points

Quant une poutre est soumise à un moment de flexion pur, l'effort normal dans la section droite de la poutre est nulle, la position de la fibre neutre peut être obtenue à partir

des lois de l'élasticité. Cependant, la connaissance des déformations de surface du dépôt (ϵ_d) et du substrat (ϵ_s), dûes au moment de flexion appliqué, permet de donner la position de la fibre neutre. Ces déformations peuvent être obtenues, soit à l'aide des jauges extensométriques disposées de part et d'autre de l'éprouvette lors de l'essai, soit à l'aide de diffraction R-X [6, 7].

Pour un duplex dont le module d'Young du substrat est parfaitement connu, celui du dépôt est donné par l'expression suivante :

$$E_d = \frac{\epsilon_s \cdot E_s (2 \cdot z_0 - \epsilon_s)}{\epsilon_d (\epsilon_d + 2 \cdot \epsilon_s - 2 \cdot z_0)} \text{ avec } z_0 = \frac{\epsilon_s}{\epsilon_s - \epsilon_d} (\epsilon_s + \epsilon_d)$$

ϵ_s et E_s : épaisseur et module d'Young du substrat, ϵ_d et E_d épaisseur et module d'Young du dépôt. ϵ_s et ϵ_d : déformations mesurées à l'aide des jauges disposées en surface du dépôt et du substrat lors de l'essai de flexion.

II-2 METHODES DYNAMIQUES

II-2-1 Méthode de résonance (vibration libre)

Sous l'effet d'une vibration provoquée à une éprouvette libre sur deux appuis, une détection du mouvement vibratoire transformé en signal électrique, la connaissance de la fréquence de résonance à l'aide d'un capteur et les caractéristiques géométriques de l'éprouvette permettent de calculer le module d'Young [9]. Il est adapté à des pièces massives et inopérantes pour les dépôts projetés par plasma pour des problèmes d'atténuation ou des défauts inhérents dans les dépôts.

II-2-2 Méthode classique d'échographie ultrasonore

La vibration produite par un transducteur fonctionnant dans un domaine de fréquence de 20 à 100 MHz est transmise à la pièce à contrôler. Celle ci y propage avant qu'elle soit recueillie, soit par le même transducteur après un parcours aller-retour (méthode par réflexion), soit par un autre transducteur après un simple parcours (méthode par transparence). Souvent pour des faibles fréquences, le couplage se fait par contact ou immersion pour mieux assurer le passage des ultrasons. L'analyse du signal recueilli, sous forme d'une séquence d'échos d'amplitudes correspondant aux réflexions successives de l'onde ultrasonore sur les faces des échantillons, permet de donner les vitesses des ondes longitudinales et transversales. D'après [10], connaissant ces vitesses, on peut obtenir le module d'Young à partir de l'expression suivante :

$$E = \rho \cdot V_l^2 \left(\frac{3 \cdot V_l^2 - 4 V_t^2}{V_l^2 - V_t^2} \right)$$

E étant le module d'Young (kgf/mm²); V_l et V_t étant les vitesses de propagation longitudinale et transversale des ultrasons dans le dépôt (mm/s); ρ étant la densité du dépôt (kg/mm³).

Pour un matériau poreux, des expressions empiriques permettant la détermination de son module d'Young, si celui de son matériau massif est parfaitement connu, ont été développées par plusieurs auteurs, (Cf chapitre-II de la référence [10]). Si ces expressions tiennent compte de la porosité, il n'en est pas de même la micro-porosité due aux contacts imparfait des lamelles. Cette micro-porosité, difficile à déterminer, constitue souvent une fraction importante dans les dépôts projetés par plasma.

A-III CONTRAINTES RESIDUELLES

En projection plasma, les contraintes résiduelles dans les dépôts ont plusieurs origines :

- contraintes de compression laissées par le sablage dans le substrat même si elles sont peu réduites par le préchauffage avant tir et en cours de tir. Souvent, les modèles ne tiennent pas compte de ces contraintes mais elles peuvent modifier la distribution des contraintes dans le dépôt et le substrat. Toutefois nos mesures par la méthode de trou incrémental, ont montré que ces contraintes ne sont pas totalement relaxées après tir.

- contraintes de trempes qui se développent dans le dépôt en cours de tir (toujours de tensions) auxquelles s'ajoutent des contraintes dues aux gradients thermiques (déplacements torche/substrat et refroidissement). Ces gradients thermiques, qui se manifestent aussi au cours du refroidissement de l'ensemble dépôt-substrat à l'ambiante, est le siège des fluctuations de la distribution des contraintes dans le dépôt.

- Contraintes dilatométriques qui se manifestent en cours du refroidissement dont la nature et l'ordre de grandeur dépendent essentiellement de la différence entre le coefficient de dilatation thermique du dépôt et du substrat.

La distribution de ces contraintes dépend aussi de la géométrie des échantillons revêtus et de la nature du serrage des pièces.

Nous allons illustrer la méthode de la courbure en continu et le modèle analytique de Hseuh et Evans [11].

III-1 CONTRAINTES DE TREMPÉ DANS LES DEPOTS PLASMA

Pour mesurer ces contraintes, des procédés expérimentaux ont été développés par Gill et Kuroda [4, 12].

La méthode développée et adaptée par Kuroda (cf figure III-1) pour des dépôts projetés par plasma implique l'utilisation d'une lame métallique mince sablée de dimensions respectivement : $2 \times 1.5 \times 100$ mm, dont on suit l'évolution de la déformation (la courbure) de l'ensemble dépôt-substrat, en déposant une épaisseur qui reste négligeable vis à vis de celle du substrat mais qui cependant doit excéder $10 \mu\text{m}$ pour obtenir une déformation mesurable (rappelant que l'épaisseur d'une lamelle résultant de l'écrasement d'une particule varie entre 1 et $3 \mu\text{m}$ environ).

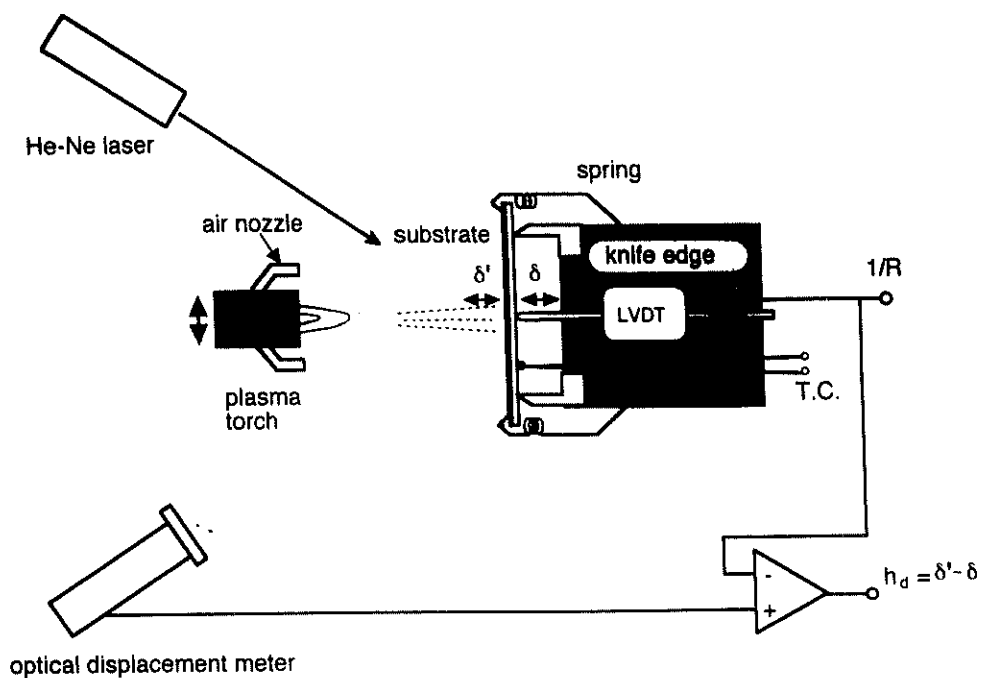


Figure III-1 : Dispositif expérimental de mesure de déformation du dépôt et du substrat [12].

La mesure de la déformation progressive via la courbure progressive de l'ensemble dépôt-substrat (cf figure V-4), durant la projection, permet de calculer la contrainte latérale moyenne de trempe au sein du dépôt supposé maintenu à température constante du substrat T_s (les contraintes dues aux gradients thermiques sont supposées nulles, les déformations périodiques dues aux particules écrasées et aux fluctuations de refroidissement sont négligeables par rapport à celles apportées par les couches déposées [5, 12, 13]).

La contrainte de trempe (plane et biaxiale) est donnée par :

$$\sigma_q(T_s) = \frac{E_s(T_s).e_s^2}{6(1-\nu_s)} \frac{\partial}{\partial ed} \left(\frac{1}{\rho} \right)$$

ed et Ed(Ts) : l'épaisseur et le module de Young du dépôt; es, Es(Ts) : ceux du substrat à température du dépôt Ts. ρ : le rayon de courbure de l'ensemble dépôt-substrat durant la projection. νs : le coefficient de Poisson du substrat.

Cette variation de la courbure en fonction de l'épaisseur d'après l'équation précédente est déterminée par rapport à celle de l'épaisseur du dépôt et celle de la courbure en fonction de la durée du projection. En supposant une variation linéaire de la courbure au temps on obtient le coefficient suivant (cf figure II-2) :

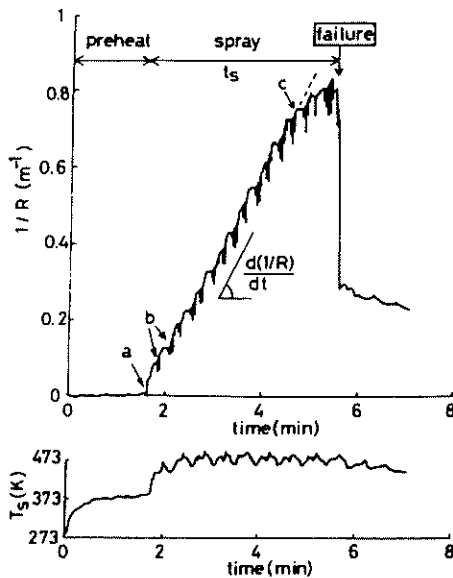


Figure III-2 : Exemple d'évolution de la courbure et de la température en cours de tir [12].

$$K = \frac{\partial}{\partial t} \left(\frac{1}{\rho} \right)$$

De même, la variation linéaire de l'épaisseur du dépôt avec la durée du projection permet de donner le coefficient suivant :

$$K' = \frac{\partial ed}{\partial t} \approx \frac{ed}{t}$$

t : étant la durée de projection du dépôt; ed : étant l'épaisseur du dépôt.

Finalement la contrainte moyenne de trempe $\sigma_q(T_s)$ est donnée par :

$$\sigma_q(T_s) = \frac{E_s(T_s).e_s^2.K.t}{6(1-\nu_s).ed}$$

Une analyse globale des déformations entre les quatre étapes de la projection (sablage, début et fin de projection, début de refroidissement et l'ambiante), la température au sein du dépôt et du substrat, l'évolution de leurs propriétés en fonction de la température, conduisent à une parfaite connaissance de la distribution des contraintes résiduelles dans le dépôt et dans le substrat.

En projection thermique, cette méthode est très intéressante, car elle est la seule à permettre de définir les contraintes de trempe dans les dépôts en cours de tir. Ces

contraintes sont toujours de tension quelle que soit la nature du matériau projeté, et elles sont beaucoup moins élevées dans les dépôts céramiques (Al_2O_3 , $\text{ZrO}_2\text{-}8\%\text{Y}_2\text{O}_3$ cf figure III-3) que dans les métaux (Ni, Ni-20Cr et Mo cf figure III-4).

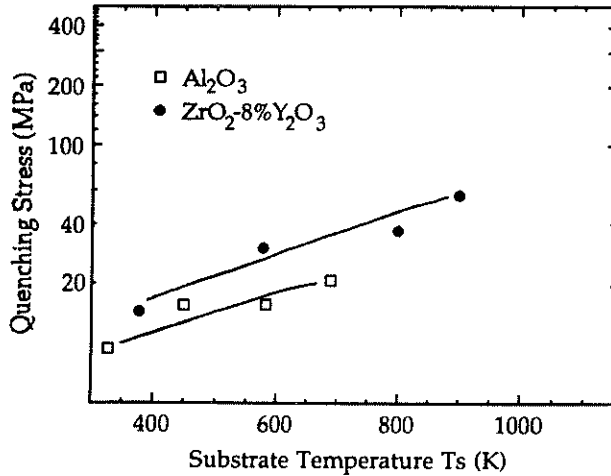


Figure III-3 : Contraintes de trempe dans les dépôts d'alumine et de la zircone stabilisée [18].

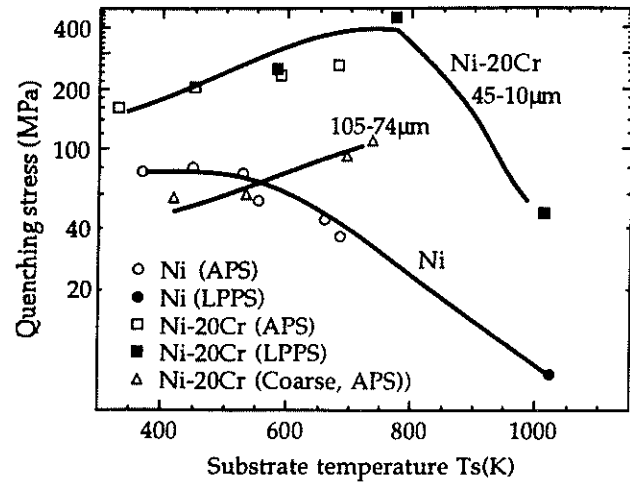


Figure III-4 : Contraintes de trempe dans les dépôts en métal [18].

Sans tenir compte des gradients thermiques dans le dépôt et le substrat ni de l'évolution de leurs propriétés les contraintes résiduelles dans dépôt sont données par l'équation suivante [5] :

$$\sigma_r(T_0) = E_d(T_0) \cdot \left[\frac{\sigma_q(T_s)}{E_d(T_s)} + (\alpha_d - \alpha_s)(T_s - T_0) \right]$$

$E_d(T_s)$, $E_d(T_0)$: modules d'Young du dépôt à température du maintien et à température ambiante. α_s : coefficient de dilatation thermique du substrat, α_d : coefficient de dilatation thermique du dépôt. $\sigma_q(T_s)$ contraintes de trempe des particules.

III-2 CALCUL DEVELOPPE PAR HSEUH ET EVANS (CAS DES LAMES MINCES)

Leurs calculs sont basés sur les hypothèses suivantes :

- le dépôt céramique et le métal (substrat) sont supposés sans contrainte à la température de projection.
- Au cours du refroidissement, des contraintes résiduelles apparaissent, dues à la différence de coefficients de dilatation.

- la céramique est supposée parfaitement élastique.
- Pour le métal, différents cas ont été étudiés :
- Comportement élastique
- Comportement partiellement plastique avec un taux d'écroissage de 0 à ∞ ,
- Comportement plastique.

Au cours du refroidissement, l'équilibre (compatibilité de retrait) impose que la somme des forces induites au sein de chaque matériau soit nulle.

$$\sum_{i=c,m} F_i = 0$$

L'axysymétrie de ces contraintes induit un moment de flexion de l'ensemble dépôt-substrat (cf figure V-III-5) dont le moment total à l'équilibre doit être nul (théorie de flexion simple).

$$\sum_{i=c,m} M_i = 0$$

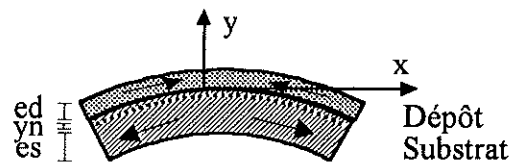


Figure III-5 : Flexion d'une lame revêtue ($\alpha_s > \alpha_d$)

Finalement, après calcul, les équations obtenues, pour une céramique dont le coefficient de dilatation thermique est supérieur à celui du substrat, sont les suivantes :

III-2-1 Cas partiellement plastique

III-2-1-1 Dans le dépôt (élastique)

$$\sigma_c^f = E_d \left[\varepsilon_0 + (\alpha_s - \alpha_d)(T_a - T_s) + \frac{(y - y_n)}{\rho} \right] \quad ed \leq y \leq 0$$

III-2-1-1 Dans le substrat

$$\sigma_s(y=0) > \sigma_y \text{ et } \sigma_s(x=-es) < \sigma_y$$

i) Région plastique

$$\sigma_s^r = E_s \left[\varepsilon_0 + \frac{\sigma_m}{H} + \frac{(y - y_n)}{\rho} \right] \cdot \left(1 + \frac{E_s}{H} \right)^{-1} \quad -y_y \leq y \leq 0$$

ii) Région élastique

$$\sigma_s^r = E_s \left[\varepsilon_0 + \frac{(y - y_n)}{\rho} \right] \quad -es \leq y \leq -y_y$$

a) Taux d'écouissage $H=\infty$

$$y_n = \frac{E_d \cdot e_d^2 - E_s \cdot e_s^2}{2 \cdot (E_d \cdot e_d + E_s \cdot e_s)}$$

$$\varepsilon_0 = \frac{1}{2 \cdot \rho} \frac{E_d \cdot e_d \cdot (e_d + 2 \cdot y_y) - E_s \cdot e_s (e_s - 2 \cdot y_y)}{(E_d \cdot e_d + E_s \cdot e_s)} + \frac{\sigma_y}{E_s}$$

$$\frac{1}{\rho} = \frac{6 E_d \cdot E_s \cdot e_d \cdot e_s \cdot (e_d + e_s) \cdot (\alpha_d - \alpha_s) \cdot \Delta T}{E_d^2 \cdot e_d^4 + E_s^2 \cdot e_s^4 + 2 \cdot E_d \cdot E_s \cdot e_d \cdot e_s \cdot (2 \cdot e_d^2 + 2 \cdot e_s^2 + 3 \cdot e_d \cdot e_s)}$$

$$y_y = \frac{\{ [E_d^2 \cdot e_d^4 + E_s^2 \cdot e_s^4 + 2 \cdot E_d \cdot E_s \cdot e_d \cdot e_s \cdot (2 \cdot e_d^2 + 2 \cdot e_s^2 + 3 \cdot e_d \cdot e_s)] \cdot \sigma_y + E_d \cdot E_s \cdot [E_d \cdot e_d^4 + E_s \cdot e_s^4 \cdot (3 \cdot e_d + 4 \cdot e_s)] \cdot \Delta T \}}{6 \cdot E_d \cdot E_s^2 \cdot e_d \cdot e_s \cdot (e_d + e_s) \cdot (\alpha_s - \alpha_d) \cdot \Delta T}$$

b) Taux d'écouissage $H=0$

$$y_n = \frac{E_d \cdot e_d^2 - E_s \cdot (e_s^2 + y_y^2)}{2 \cdot (E_d \cdot e_d + E_s \cdot (e_s - y_y))}$$

$$\varepsilon_0 = \frac{1}{2 \cdot \rho} \frac{E_d \cdot e_d \cdot (e_d + 2 \cdot y_y) - E_s \cdot (e_s - y_y)^2}{(E_d \cdot e_d + E_s \cdot (e_s + y_y))} + \frac{\sigma_y}{E_s}$$

$$\frac{1}{\rho} = 2 \cdot \frac{(E_d \cdot e_d + E_s \cdot e_s) \cdot \sigma_y + E_d \cdot E_s \cdot e_d \cdot (\alpha_s - \alpha_d) \cdot \Delta T}{E_s^2 \cdot (e_s - y_y)^2 - E_d \cdot E_s \cdot e_d \cdot (e_d + 2 \cdot y_y)}$$

différence de coefficients de dilatation. L'équilibre de l'ensemble sans il y ait flexion est maintenue jusqu'à l'ambiante (flexion compensée par exemple une déformation plastique dans le substrat). Les contraintes dûes aux gradients thermiques dans le dépôt et le substrat sont négligées. Les contraintes développées dans l'ensemble dépôt-substrat sont uniformes; elles sont de tension dans le substrat (σ_s) et de compression (σ_c) dans le dépôt respectivement pour un métal dont son coefficient de dilatation thermique est supérieur à celui du matériau projeté ($\alpha_s > \alpha_d$). Ces contraintes de refroidissement sont déterminées en considérons que les déformations sont uniformes et régissent à l'équation suivante :

$$\frac{\sigma_c}{E_d} + \alpha_d \cdot \Delta T = \frac{\sigma_s}{E_s} + \alpha_s \cdot \Delta T + \frac{\sigma_s - \sigma_y}{H}$$

σ_y : contrainte de Yield et H : taux d'érouissage du substrat. ΔT : gradient thermique de refroidissement (négatif). E_d et E_s : module d'Young du dépôt et du substrat.

La compatibilité de déplacement, impose que la force totale dans l'ensemble dépôt-substrat soit nulle, cependant la contrainte moyenne globale dans le dépôt est donnée par :

$$\sigma_c = -\frac{e_s}{e_d} \left[(\alpha_d - \alpha_s) \cdot \Delta T + \left(\frac{\sigma_y}{H} \right) \right] \left[\frac{1}{E_s} + \frac{e_s}{e_d} \frac{1}{E_c} + \frac{1}{H} \right]^{-1}$$

Pour modèle élastique du substrat (sans déformation plastique ni durcissement), la contraintes moyenne dans le dépôt est obtenue par :

$$\sigma_c = -\frac{E_c \cdot E_s \cdot e_s}{E_c \cdot e_d + E_s \cdot e_s} [(\alpha_d - \alpha_s) \cdot (T_a - T_s)]$$

e_s : épaisseur du substrat, e_d : épaisseur du dépôt, T_a température ambiante, T_s température de projection supposée uniforme (dans l'ensemble dépôt -substrat),

Si on exprime e_s en fonction de l'épaisseur totale du dépôt et du substrat e , telle que ($e_s = e - e_d$) et en posant ($\lambda = \frac{e_d}{e}$) on obtient l'équation donnée par Clyne (cf chapitre-V) :

$$\sigma_c = -\frac{E_c \cdot E_s \cdot (e - e_d)}{E_c \cdot e_d + E_s \cdot (e - e_d)} [(\alpha_d - \alpha_s) \cdot \Delta T]$$

$$\boxed{\sigma_c = -\frac{E_c \cdot E_s \cdot \lambda}{E_c \cdot \lambda + E_s \cdot (1 - \lambda)} [(\alpha_d - \alpha_s) \cdot \Delta T]}$$

$$\Delta T = T_a - T_s < 0$$

III-5 ORGANIGRAMME DE DETERMINATION DES CONTRAINTES RESIDUELLES PAR DIFFRACTOMETRIE R-X DANS LES DEPOTS PLASMA D'ALUMINE.

Détermination des contraintes



Chrome " $\lambda\kappa\alpha=2.291 \text{ \AA}$
 Plan (511) de γ d' Al_2O_3
 $2\theta_0=98,00^\circ$
 θ : # angle de 46° à 52° ; pas de 0.02
 ϕ : 7 angle de 0° à 324° ; pas de 54°
 ψ : 13 angle de -54° à 54° ; pas de 9°



Diffractogrammes



Lissage



θ, d_{511}
 Calcul des déformation

$$\varepsilon = \frac{d_n - d_0}{d_0}$$
 $E=45000 \text{ MPa}, \nu=0.25, S1=6.25 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1},$
 $S2=31.25 \cdot 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$



Régression multiple

$$\varepsilon_{\phi\psi} = \sum F_{ij}(\phi, \psi) \cdot \sigma_{ij}$$

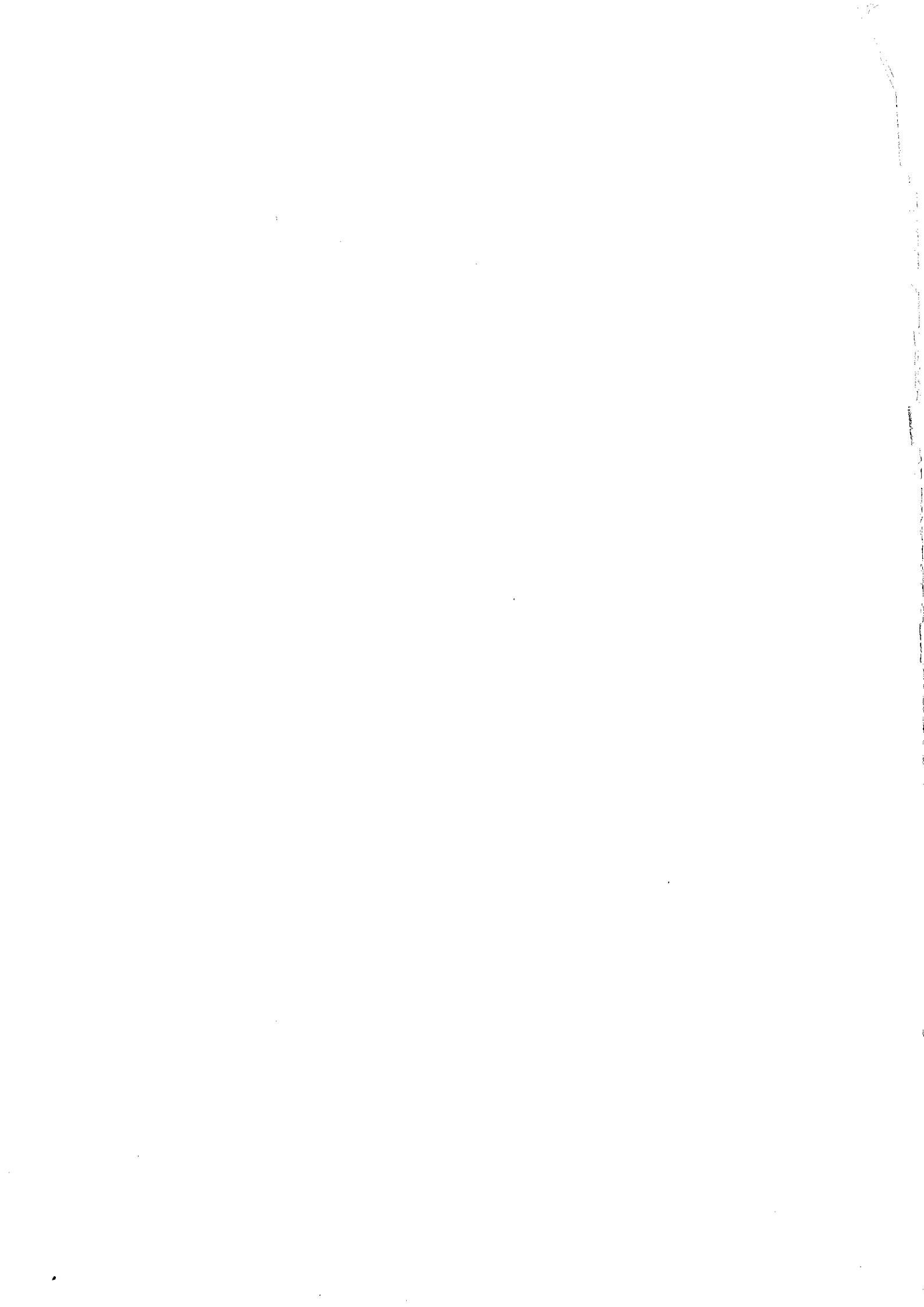


Tenseur complet des σ_{ij}

d_0 pour $\sigma_{33} = 0$

BIBLIOGRAPHIE DES ANNEXES

- [1] J. Wiggren, National Thermal Spraying Conference, Orlando (Sept. 1987), (Pub.), ASM. Int., Proc., Oh. USA, (1988), p. 99.
- [2] S. Cirolini, J. H. Harding, G. Jacucci, Surface and coatings technology, Elsevier Sequoia, Lausanne, 1991, p 1-9.
- [3] S. C. Gill and T. W. Clyne. In H. E. Exner and V. Schumacher (eds). advanced Mate. and Processes Euromat 89. DGM. 1990 pp 1221-1230.
- [4] S. C. Gill, Residual stresses in plasma sprayed deposits, Thesis, University of Cambridge, January 1991.
- [5] S. Kuroda, T.W. Clyne, Thin Solid Films, 200, (1991), p. 49-66.
- [6] M. Zouali, Cractérisation par diffraction X de l'état mécanique et microstructural des couches minces métallurgiques et céramiques obtenues par PVD et Plasma, Thèse de L'ENSAM - Paris, 17 Mai 1990.
- [7] C. C. Chiu, J. Am. Cera. Soc, 73, 7, (1990), p. 1999-05
- [9] J. C. Glandus "Rupture fragile et resistance aux chocs thermiques de céramiques à usages mécaniques, Thèse d'état, Université de Limoges (1981)
- [10] C. Richard, Etude des caractéristiques mécaniques de revêtements projetés par procédés thermiques, Thèse de l'Université de Technologie de Compiègne, 18 Déc (1992).
- [11] C. H. Hsueh, J. Am. Ceram. Soc., 74, (7), (1991), p. 1646-1649.
- [12] S. Kuroda, T. Fukushima, S. Kitahara, Proc. of the Int. Ther. Spr. Conf & Exposition Orlando, Florida, USA, 28 May-5 June 1992.
- [13] S. Kuroda, T. Fukushima and S. Kitahara, Quenching tress in plasma sprayed coatings and its correlation with the deposit microstructure. to be submitted to J.I.S.T (1994).
- [14] M. K. Hobbs. and H. Reiter, Surface and Coatings Technology, 34, (1988), p. 33-42.



MOIS CLÉS :

- Projection plasma, Sablage, Mesure de température, Préchauffage, Adhérence-cohésion, Mesure des contraintes résiduelles.

RÉSUMÉ

Cette thèse porte sur l'étude de l'influence de la rugosité et de la température du substrat et les propriétés de dépôts élaborés par projection plasma. Le matériau déposé est de l'alumine et les matériaux substrats sont des alliages métalliques (AU4G, FT25, 34CD4, Ti6Al4V). Les propriétés étudiées pour les dépôts sont l'adhérence/cohésion, la dureté, la porosité, l'état de surface et les contraintes résiduelles. Les conditions de projection optimales pour l'alumine, c'est à dire celles assurant une bonne fusion des poudres, ont été déterminées à partir d'une étude bibliographique concernant les jets de plasma d'arc Ar-Ti₂, le traitement subi par les poudres dans ces jets et l'élaboration des dépôts.

Une étude systématique des conditions de sablage des divers substrats au coïncin blanc pour une sableuse à dépression et une sableuse à surpression, a conduit à dégager les conditions (taille de l'abrasif, pression et temps de sablage ...) permettant d'obtenir de façon reproductible les rugosités de surface souhaitées. Cette étude a mis en évidence entre autres, l'importance de la taille de l'abrasif sur la rugosité et de la pression ainsi que du temps de sablage sur l'usure de l'abrasif.

Pendant la réalisation des revêtements, la température du substrat avant le tir (préchauffage) et celle du dépôt, pendant le tir sont contrôlées par des dispositifs de refroidissement constitués par des barrières d'air comprimé et des soufflettes dirigées sur le substrat. Les températures sont mesurées par pyrométrie IR.

De tels contrôles ont mis en évidence la possibilité d'acquies l'adhérence/cohésion des dépôts jusqu'à plus de 60 MPa lorsque les substrats sont préchauffés, sans oxydation, à des températures supérieures à 200°C. Si l'adhérence/cohésion des dépôts croit quasi linéairement jusqu'à 20 MPa avec la rugosité du substrat (Ra~15 µm) lorsque le tir est effectué sans préchauffage, elle peut atteindre plus de 60 MPa avec préchauffage avec des Ra de 4-6 µm. Le préchauffage doit être toutefois adapté aux différentiels de dilatation thermique dépôt-substrat comme l'ont montré les calculs (hypothèse d'un comportement élastique) et les mesures de contraintes résiduelles (méthode de flexion de lames minces et celle du trou incrémental appliquée par le CEMM). Il semblerait enfin que lorsque l'adhérence/cohésion des dépôts est très bonne, un pic de tension existe au voisinage de l'interface du fait d'un excellent contact lamelles-substrat et d'une déformation plastique à chaud de ce dernier. Ce pic de tension augmente avec l'épaisseur du dépôt tant que ces contraintes ne sont pas relaxées.