

# UNIVERSITE DE LIMOGES

**ECOLE DOCTORALE Sciences - Technologie - Santé**

**FACULTE des Sciences et Techniques**

Année : 2004

Thèse N° : 49

## Thèse

Pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES**

**Spécialité : Matériaux Céramiques et Traitements de surface**

Présentée et soutenue par

**Salman NOUROUZI**

Le 30 novembre 2004

CONTRIBUTION A L'ETUDE DU PROCEDE ARC-FIL  
POUR LA REALISATION DE DEPÔTS METALLIQUES  
DURS RESISTANTS A L'USURE ABRASIVE

**Thèse dirigée par : Pierre FAUCHAIS - Armelle VARDELLE**

### JURY

<b>M. JEANDIN</b>	<b>Président, Professeur, Ecole des Mines de Paris</b>
<b>J. AMOUROUX</b>	<b>Rapporteur, Professeur, ENSCP, Université Pierre et Marie Curie</b>
<b>G. MONTAVON</b>	<b>Rapporteur Habilité à diriger les recherches, Université de Belfort</b>
<b>J.C. LABBE</b>	<b>Professeur, Université de Limoges</b>
<b>P. FAUCHAIS</b>	<b>Professeur, Université de Limoges</b>
<b>A. VARDELLE</b>	<b>Professeur, Université de Limoges</b>

Remerciements

Ce travail a été réalisé à l'Université de Limoges au sein du laboratoire S.P.C.T.S (Sciences des Procédés Céramiques et de Traitement de Surface) et dans les locaux de l'E.N.S.I.L (Ecole Nationale Supérieure d'Ingénieur de Limoges).

Je tiens tout d'abord à remercier l'Université de Mazandaran et le Ministère des Sciences, de la Recherche et de la Technologie d'IRAN, pour le financement de ce travail.

Je remercie vivement, Madame le professeur A. Vardelle, pour avoir assuré la direction de ce travail, et pour m'avoir apporté la rigueur scientifique nécessaire à son bon déroulement.

A monsieur le professeur P. Fauchais, de l'Université de Limoges, j'exprime ma gratitude pour ses conseils et ses encouragements qui, tout au long de ses trois années, ont largement contribué à l'avancée de ce travail.

J'exprime ma très sincère reconnaissance à Monsieur, le professeur J. Amouroux, de l'Université Pierre et Marie Curie à Paris et Monsieur le professeur G. Montavon, de l'Université de Belfort, pour avoir accepté d'être rapporteurs de cette thèse et de participer au jury.

Je remercie Monsieur le professeur M. Jeandin, de l'Ecole des Mines de Paris, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

A Monsieur le professeur J.C. Labbe, responsable de l'axe 2 du laboratoire, j'exprime mes remerciements pour sa participation au jury.

Je suis très reconnaissant à Messieurs C. Le Niniven, E. Legros, A. Grimaud et A. Denoirjean du laboratoire SPCTS, pour leur aide et leurs conseils tout au long de ce travail.

Je remercie également tous les doctorants et les élèves ingénieurs de l'E.N.S.I.L qui ont participé à cette étude

J'adresse mes remerciements à tous les membres de l'E.N.S.I.L, chercheurs, techniciens et personnels administratifs avec qui j'ai eu le plaisir de travailler.

Enfin, je dédicace ce travail à ma famille et plus particulièrement à mon épouse et mes enfants qui m'ont toujours encouragé et soutenu dans les difficultés.

## Résumé en français

Ces travaux portent sur des dépôts d'alliages métalliques renforcés ou non en particules céramiques et destinés à protéger des pièces industrielles contre l'usure par abrasion. Ce type d'usure correspond à un déplacement de matière provoquée par des

particules dures ou des protubérances dures et les principales propriétés qui jouent un rôle déterminant dans la résistance d'un matériau à l'usure par abrasion sont sa dureté, sa microstructure, sa capacité d'érouissage et sa ténacité. Les dépôts ont été réalisés par le procédé de projection thermique « arc-fil » et l'étude qui a porté sur 3 types de dépôts métalliques (acier inoxydable 316 L, un alliage métallique à base fer (16,8% de chrome, 10,2% de nickel et 2,1% de molybdène) et un cermet), a été menée en 2 phases. La première s'est intéressée au traitement des gouttelettes issues de l'atomisation des fils qui servent d'électrodes pour l'arc électrique. Elle a consisté, d'une part, à collecter les gouttelettes afin de déterminer leur distribution granulométrique, observer leur morphologie, analyser les éléments qui les composent par analyse dispersive en énergie et les phases cristallines par analyse aux rayons X et, d'autre part, à mesurer leur vitesse et température de surface à l'endroit où est positionné le substrat (100 mm de la sortie de buse) à l'aide d'un système d'imagerie et d'une caméra CCD. Ces mesures ont permis de sélectionner des jeux de conditions de tir pour la réalisation des dépôts.

La deuxième phase de l'étude a consisté à réaliser et caractériser les 3 types de dépôts : 316L, 97MXC et 98MXC. Les caractérisations ont porté sur la porosité, la teneur en oxyde, la micro-dureté, la rugosité, l'adhérence et la résistance à l'abrasion. Elles ont montré que la diminution de la taille des gouttelettes qui s'accompagne d'une augmentation de leur vitesse conduite à une amélioration des propriétés des dépôts. Cette diminution de taille peut être obtenue en augmentant la pression du gaz d'atomisation et du gaz de gainage et en utilisant des buses de petits diamètres. Pour les matériaux de notre étude, les meilleures propriétés des dépôts en terme de dureté, porosité, adhérence et résistance à l'usure par abrasion ont été obtenues en utilisant une pression de gaz d'atomisation et de gaz de gainage de 0,41MPa avec une buse de 7mm pour le dispositif d'arc fil que nous avons utilisé (TAF 9000). Ainsi, pour le dépôt d'acier 316L, ces conditions conduisent à une porosité de 5% ; une teneur en oxyde de 13%, et une adhérence de 60MPa).

**Mots clés :** Projection thermique, Arc-fil, fil fourré, dépôt dur, usure par abrasion

## Abstract

This work concerns metal alloys coatings reinforced or not in ceramic particles and intended to protect industrial parts against abrasion wear. This type of wear corresponds to the displacement of material caused by hard particles or hard protuberances. The principal properties of coatings that play a determining role in abrasion-wear-resistance, are hardness,

microstructure, work hardening capacity and tenacity. The wire-arc thermal spray process has been used to produce the coatings and three types of materials have been studied: stainless steel 316L, an iron-base alloy metal (with 16.8 wt% chromium, 10.2 wt% nickel and 2.1 wt% molybdenum) and a cermet (iron- base alloy reinforced with carbide particles). The study has been carried out in two stages. The first dealt with the investigation of the behavior of the droplets resulting from the atomization of the metal wires that act as electrodes for the electric arc. It consisted, on the one hand, to collect the droplets in order to determine their size distribution, morphology, composition by energy dispersive analysis and crystalline phases by X-ray diffraction and, on the other hand, to measure their velocity and surface temperature at the stand-off distance (100mm of the nozzle exit) by using an imaging system and a CCD camera. These measurements made it possible to select sets of operating conditions for the realization of coatings.

The second stage of the study consisted in producing and characterizing three types of coatings: 316L, 97MXC and 98MXC. Coating characterization turned to porosity, oxide content, micro-hardness, roughness, adhesion and wear-abrasion resistance. The results showed that a decrease in droplet size comes with an increase in their velocity resulting in an improvement of coatings properties. The reduction in droplets size can be obtained by increasing the atomization gas pressure and the shrouding gas pressure and by using a small diameter nozzle. For the materials of our study, the best coatings properties in term of hardness, porosity, adhesion and abrasion-wear-resistance were obtained by using an atomization gas and shrouding gas pressure of 0,41MPa with a nozzle diameter of 7mm for the wire-arc device we have used (TAFA 9000). For instance, for the stainless steel 316L coating, these conditions led to a porosity of 5%; oxide content of 13% and adhesion of 60MPa.

**Key words:** Thermal spray, wire-arc, cored- wire, hard coating, abrasion wear

# Table des matières

Liste des tableaux.....	10
Liste des figures.....	11
Liste des annexes.....	16
Introduction.....	17
Chapitre I : Bibliographie.....	20
1.1 Introduction.....	21
1.2 Techniques de projection thermique .....	21
1.2.1 Flamme.....	21
1.2.2 Flamme supersonique.....	23
1.2.2.1 HVOF.....	23
1.2.2.2 Canon à détonation .....	24
1.2.3 Plasma d'arc.....	25
1.2.4 Arc-fil.....	25
1.2.4.1 Avantages et inconvénients de la projection arc-fil.....	28
1.2.4.2 Fils fourrés.....	29
1.3 Paramètres opératoires de la projection arc-fil.....	32
1.3.1 Intensité de courant d'arc.....	32
1.3.2 Tension d'arc.....	34
1.3.3 Vitesse relative pistolet-substrat.....	35
1.3.4 Distance de tir .....	36
1.3.5 Gaz d'atomisation.....	36
1.3.5.1 Protection passive.....	37
1.3.5.2 Protection active.....	37
1.3.7 Pression et débit de gaz.....	38
1.3.8 Gaz de gainage (gaz d'atomisation secondaire).....	39
1.3.8.1 Nature et pression de gaz gainage.....	41
1.3.9 Géométrie et diamètre de la buse du pistolet.....	43
1.4. Substrat.....	44
1.4.1 Préparation de substrat .....	45
1.5 Construction du dépôt .....	45

1.5.1 Phénomènes d'oxydation.....	46
1.5.1.1 Oxydation des gouttelettes en vol .....	47
1.5.1.2 Oxydation lors de la formation du dépôt .....	48
1.6 Caractéristiques du dépôt .....	48
1.6.1 Microstructure.....	48
1.6.2 Teneur en oxydes et porosité.....	48
1.6.3 Adhérence et dureté.....	49
1.6.4 Résistance à la corrosion.....	50
1.6.5 Usure.....	50
1.7 Dépôts considérés dans cette étude.....	52
1.7.1 Dépôt d'acier inoxydable 316L.....	52
1.7.2 Dépôts durs résistant à l'usure.....	56
1.7.2.1 Dépôts durs réalisés à partir de fils fourrés.....	57
1.7.2.2 Comparaison avec les dépôts durs réalisés par HVOF et plasma .....	58
1.7.2 Dépôts métalliques amorphes ou partiellement amorphes.....	60
1.7.3.1 Propriétés des dépôts métalliques amorphes.....	62
1.7.3.1.a. Propriétés mécaniques.....	62
1.7.3.1.b. Résistance à la corrosion.....	62
1.8 Conclusion.....	62
Chapitre II : Stratégie et procédures expérimentales .....	65
2.1 Introduction.....	66
2.2 Dispositif expérimental.....	66
2.2.1 Présentation générale.....	66
2.2.2 Choix du pistolet arc-fil.....	67
2.2.3 Pistolet Arc-jet 9000.....	68
2.2.4 Eléments constitutifs du pistolet Arc-jet 9000.....	68
2.3 Stratégie expérimentale.....	70
2.4 Matériaux de l'étude.....	71
2.4.1 Fils.....	71
2.4.2 Substrats.....	73
2.5 Techniques d'analyse et de caractérisation des particules en vol.....	74
2.5.1 Dispositifs expérimentaux de collecte des particules en vol.....	74
2.5.2 Mesure des caractéristiques des particules en vol avec le dispositif SprayWatch...	75

2.5.2.1	Caméra.....	75
2.5.2.2	Système de mesure .....	77
2.5.3	Mesure de la granulométrie des particules collectées .....	80
2.6	Techniques d'analyse et de caractérisation des dépôts .....	80
2.6.1	Diffraction des rayons X.....	80
2.6.2	Observations microscopiques.....	81
2.6.2.1	Microscope optique .....	82
2.6.2.2	Microscopie électronique à balayage.....	82
2.6.3	Analyse d'image.....	82
2.6.3.1	Epaisseur.....	83
2.6.3.2	Porosité.....	83
2.6.3.3	Teneur en oxyde.....	84
2.6.4	Analyse chimique (LECO).....	84
2.7	Caractérisations mécaniques des dépôts.....	84
2.7.1	Rugosité.....	84
2.7.2	Micro dureté.....	85
2.7.3	Abrasion .....	85
2.7.4	Adhérence.....	86
2.8	Conclusion.....	87
Chapitre III : Etude des caractéristiques des particules en vol par une technique d'imagerie (SprayWatch) .....		88
3.1	Introduction.....	89
3.2	Conditions de tir.....	89
3.3	Caractérisation des particules en vol .....	90
3.3.1	Influence du diamètre de la buse sur la vitesse des particules en vol.....	91
3.3.2	Influence de la pression du gaz d'atomisation.....	91
3.3.3	Influence du gaz de gainage.....	92
3.3.4	Influence du type de positionneur.....	94
3.3.5	Influence du gaz de gainage sur la température des particules.....	95
3.4	Conclusion.....	96
Chapitre IV : Dépôts d'acier inoxydable 316L.....		98
4.1	Introduction.....	99
4.2	Caractérisation des particules en vol.....	99

4.2.1 Conditions de tir.....	99
4.2.2 Résultats et discussion.....	100
4.2.2.1 Répartition en taille des particules.....	100
4.2.2.2 Morphologie des particules collectées.....	103
4.2.2.3 Oxydation des particules collectées en vol.....	103
4.2.3 Conclusion.....	108
4.3 Etude des dépôts d'acier 316L sur substrat XC 38.....	108
4.3.1 Conditions de tir.....	109
4.3.2 Résultats et discussion.....	109
4.3.2.1 Microstructure des dépôts.....	110
4.3.2.2 Rugosité.....	110
4.3.2.3 Micro-dureté.....	111
4.3.2.4 Porosité.....	112
4.3.2.5 Teneur en oxydes.....	112
4.3.2.6 Adhérence des dépôts .....	113
4.4 Conclusion.....	114
Chapitre V : Dépôts présentant une bonne résistance à l'abrasion obtenus à l'aide des fils fourrés 97MXC, 98MXC .....	116
5.1 Introduction.....	117
5.2 Analyse granulométrique des particules collectées en vol .....	118
5.3 Analyse par RX des particules collectées dans l'eau.....	121
5.4 Microstructure des dépôts.....	124
5.4.1 Homogénéité de la dispersion des inclusions dans les dépôts .....	124
5.4.2 Porosité des dépôts.....	127
5.4.3 Teneur en oxydes des dépôts.....	129
5.5 Propriétés mécanique des dépôts.....	129
5.5.1 Rugosité.....	129
5.5.2 Micro-dureté.....	132
5.5.2 Résistance de l'abrasion.....	133
5.5.2.1 Perte de masse pour des dépôts bruts de projection .....	133
5.5.2.2 Perte de masse pour des dépôt polis.....	135
5.5.2.2 Perte d'épaisseur pour des dépôts bruts de projection.....	136
5.6 Conclusion.....	137



Conclusion.....	139
Bibliographie.....	143
Annexes.....	157

## Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Propriétés de dépôts de NiCrAlY réalisés sous air à des distances de tir de 100mm et 150mm (250A, 38V) [37].....	36
Tableau 1.2 : Paramètres de projection pour un fil de NiCrAlY [37].....	44
Tableau 1.3 : Résultats de l'analyse Rietveld d'un dépôt d'acier bas carbone projeté par arc fil [105].....	53
Tableau 1.4 : Comparaison de la teneur en oxyde et de la porosité de dépôts d'acier inoxydable 316L projetés par arc-fil et HVOF [107].....	54
Tableau 2.1 : Composition chimique en pourcentage massique du fil 316L.....	71
Tableau 2.2 : Composition chimique en pourcentage massique du fil fourré 97MXC ( $V_{\text{poudre}}/V_{\text{fil}} = 0,51$ où V représente le volume).....	71
Tableau 2.3 : Composition chimique en pourcentage massique du fil fourré de 98MXC ( $V_{\text{poudre}}/V_{\text{fil}} = 0,59$ ).....	72
Tableau 2.4 : Composition chimique en pourcentage massique du substrat (acier XC38).....	74
Tableau 2.5 : Relations entre la distance de travail et le volume de mesure.....	76
Tableau 3.1 : Conditions de tir utilisées pour l'étude des gouttelettes en vol. Les gaz d'atomisation et de gainage sont de l'air. $I = 150 \text{ A}$ ; $U = 31 \text{ V}$ ; $D = 100 \text{ mm}$ .....	90
Tableau 4.1 : Conditions de tir utilisées pour la collecte des particules dans l'eau.....	99
Tableau 4.2 : Diamètre moyen des particules collectées dans l'eau et dans l'argon.....	100
Tableau 4.3 : Vitesse et température de surface des particules en vol mesurées par un système de caméra CCD (SprayWatch) avec rappel des diamètres.....	105
Tableau 4.4 : Pourcentage volumique en oxygène présent dans les particules collectées en vol et mesuré par un analyseur LECO.....	107
Tableau 4.5 : Conditions de tir utilisées pour la réalisation des dépôts d'acier 316L .....	109
Tableau 4.6 : Propriétés des dépôts d'acier 316L en fonction des conditions de tir.....	109
Tableau 5.1 : Conditions de tir utilisées pour réaliser les dépôts de fils fourrés 97MXC et 98MXC.....	118
Tableau 5.2 : Paramètres de tir, caractéristiques des particules en vol et propriétés des dépôts pour les fils fourrés 97MXC et 98MXC .....	124
Tableau 5.3 : Paramètres de tir, caractéristiques des particules en vol et rugosité des dépôts pour les fils fourrés 97MXC et 98MXC .....	131

## Liste des figures

Figure 1.1 : Schéma de principe d'un pistolet flamme-poudre [7].....	22
Figure 1.2 : Schéma de principe d'un pistolet HVOF [7].....	23
Figure 1.3 : Schéma de principe d'un canon à détonation [3].....	24
Figure 1.4 : Schéma de principe d'une torche à plasma d'arc [7].....	25
Figure 1.5 : Schéma de principe d'un dispositif de projection à l'arc électrique [19].....	26
Figure 1.6 : Schéma de la tête d'un pistolet de projection Arc-Fil équipé d'un système de gaz d'atomisation secondaire [20].....	27
Figure 1.7 : Schéma de principe du remplissage d'un fil fourré [24].....	29
Figure 1.8 : Morphologies-type de dépôts obtenus avec des fils fourrés de Ni-TiB <sub>2</sub> [22].....	31
Figure 1.9 : Evolution du débit de matière en fonction de l'intensité du courant d'arc (fil de NiCrAlY, 38V, Pa= Pg=0,41MPa, Øbuse =6,4mm) [37].....	33
Figure 1.10 : Evolution de la température du substrat pour différentes intensités du courant d'arc (fil de NiCrAlY, 38 V, Pa=Pg=0,41MPa, Øbuse =6,4mm) [37].....	34
Figure 1.11 : Représentation en coupe d'une tuyère de gainage avec injection de gaz secondaire [52].....	39
Figure 1.12 : Evolution de la taille de particules d'acier inox sans (a) et avec (b) l'utilisation d'une atomisation secondaire [50] (100A, 30V, atomisation primaire : 0,55MPa, atomisation secondaire : 0,10MPa, gaz : air).....	40
Figure 1.13 : Distribution du diamètre des particules (a) atomisation sous air (b) atomisation sous CO <sub>2</sub> (c) atomisation sous air avec gaz d'atomisation secondaire : CO <sub>2</sub> [54].....	42
Figure 1.14 : Proportion d'oxyde dans des dépôts d'acier inoxydable [54].....	42
Figure 1.15 : Proportion de chrome dans les dépôts d'acier inoxydable [54].....	42
Figure 1.16 : Représentation en coupe de tuyères utilisées en projection arc-fil [52].....	43
Figure 1.17 : Illustration schématique de la coupe d'un dépôt en croissance réalisé par projection thermique [19].....	46
Figure 1.18 : Mouvements convectifs au sein d'une gouttelette [67].....	47
Figure 1.19 : Schéma de principe de l'usure abrasive [19].....	51
Figure 1.20 : Microstructures de dépôts 316L projetés par arc. Atomisation sous (a) air ; (b) CO <sub>2</sub> [98].....	53
Figure 1.21 : Résistance à l'usure des dépôts et des matériaux massifs [124].....	59

Figure 1.22 : Dureté des dépôts, des matériaux massifs et des particules érosives [124].....	59
Figure 1.23 : Variation du volume spécifique et courbe d'analyse thermique d'un alliage au cours du refroidissement [127].....	61
Figure 2.1 : Schéma du dispositif expérimental.....	67
Figure 2.2 : Schéma d'un pistolet Arc jet 9000 de TAFa.....	68
Figure 2.3 : Vue éclatée de la tête d'un pistolet Arc Jet 9000.....	69
Figure 2.4 : Buses de projection.....	70
Figure 2.5 : (a) Section du fil fourré 97MXC de TAFa ; (b) Spectres RX de la gaine et de la poudre du fil fourré 97MXC.....	72
Figure 2.6 : (a) Poudre du fil fourré 98MXC de TAFa ; (b) Spectre RX de la poudre du fil fourré 98MXC.....	73
Figure 2.7 : Coupe des fils fourrés (a) 97MXC, (b) 98MXC.....	73
Figure 2.8 : Collecte des particules en vol ; (a) dans l'eau (b) dans l'argon .....	75
Figure 2.9 : Caméra du SprayWatch [137].....	76
Figure 2.10 : Disposition du volume de mesure du SprayWatch [137].....	76
Figure 2.11 : Fenêtre d'affichage du SprayWatch [137].....	78
Figure 2.12 : Schéma de la fenêtre de mesure du SprayWatch [141].....	79
Figure 2.13 : Image de la fenêtre de mesure des caractéristiques des particules en vol par le SprayWatch [137].....	79
Figure 14 : (a) Déplacement du pistolet, (b) Surchappement des cordons de projection suivant $d_2$ .....	84
Figure 2.15 : Schéma d'assemblage d'une éprouvette de traction.....	86
Figure 3.1 : Influence du diamètre de la buse sur la vitesse des particules en vol pour les fils 316L, 97MXC et 98MXC ( $P_a=0,55\text{MPa}$ , $P_g=0$ ) .....	91
Figure 3.2 : Influence de la pression du gaz d'atomisation sur la vitesse des particules en vol pour les fils 316L, 97MXC et 98MXC ( $P_g = 0$ , $\varnothing_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$ ).....	92
Figure 3.3 : Influence de l'ajout du gaz de gainage sur la vitesse des particules en vol pour les fils 97MXC et 98MXC ( $P_a = 0,41\text{MPa}$ ).....	93
Figure 3.4 : Influence de l'ajout du gaz de gainage sur la vitesse des particules en vol pour les fils de 97MXC et 98MXC ( $P_a = 0,41\text{MPa}$ ).....	93
Figure 3.5 : Influence de la pression du gaz de gainage sur la vitesse des particules en vol pour les fils 316L, 97MXC et 98MXC ( $P_a = 0,41\text{MPa}$ , $\varnothing_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ).....	94

Figure 3.6 : Influence du type de positionneur sur la vitesse des particules en vol pour les fils 97MXC et 98MXC ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ).....	95
Figure 3.7 : Influence de la pression du gaz de gainage sur la température des particules en vol pour les fils 316L, 97MXC et 98MXC ( $\text{Pa}=0,41\text{MPa}$ ).....	96
Figure 4.1 : Répartition en taille des particules de 316 L suivant les pressions de gaz d'atomisation et de gainage ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ).....	102
Figure 4.2 : Répartition en taille des particules de 316 L selon le diamètre de la buse ( $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ).....	102
Figure 4.3 : Observation au microscope électronique à balayage des particules collectées dans l'eau (a), (b) ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ) (c), (d) ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $\text{Pa}=0,41\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0$ ).....	103
Figure 4.4 : Observation au microscope électronique à balayage des particules collectées dans l'eau ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$ ; $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ).....	104
Figure 4.5 : Observation au microscope électronique à balayage des particules collectées dans l'eau ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$ ; $\text{Pa}=0,55\text{MPa}$ ).....	105
Figure 4.6 : Observation au microscope électronique à balayage et analyse SDE de coupes de particules collectées dans l'eau (a) et dans l'argon (b) ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$ ; $\text{Pa}=0,55\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0$ )...	106
Figure 4.7 : Spectre de diffraction RX de particules collectées dans l'eau ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$ ; $\text{Pa}=0,55\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0$ ).....	107
Figure 4.8 : Micrographie optique d'un dépôt de 316L réalisé par projection arc-fil (a): $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$ ; $\text{Pa}=0,55\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0$ ; (b) : $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$ ; $\text{Pa}=0,41\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0$ .....	110
Figure 5.1 : Répartition en taille des particules collectées dans l'eau avec les mêmes conditions de tir ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $\text{Pa}=0,55\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0$ ) pour les fils 97MXC et 98MXC....	119
Figure 5.2 : Répartition en taille des particules collectées dans l'eau avec les mêmes conditions de tir ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ) pour les fils 97MXC et 98MXC.....	119
Figure 5.3 : Observation au microscope électronique à balayage des particules (a) : de 97MXC ; (a) : de 98MXC ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ).....	120
Figure 5.4 : Observation au MEB de la poudre contenue dans les fils fourrés (a) 97MXC (diamètre moyen de la poudre : $60\mu\text{m}$ ) ; (b) 98MXC (diamètre moyen de la poudre : $110\mu\text{m}$ )..	121
Figure 5.5 : Spectre de diffraction RX des particules provenant du fil fourré 98MXC et collectées dans l'eau ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ).....	121

Figure 5.6 : Spectre de diffraction RX des particules provenant du fil fourré 97MXC et collectées dans l'eau ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ).....	122
Figure 5.7 : Observation au MEB de la coupe d'une particule A7844 (fil 97MXC ; $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ; $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ) et analyse des éléments par SDE.....	123
Figure 5.8 : Observation au MEB de la coupe d'une particule A7844 (fil 97MXC ; $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ; $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ) et analyse des éléments par SDE.....	123
Figure 5.9 : Observation au MEB de la microstructure d'une section du dépôt A7850 (fil 97MXC ; $\text{Pa}=0,55\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0$ ; $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ) et cartographies des éléments par SDE.....	125
Figure 5.10 : Observation au MEB de la microstructure d'une section du dépôt 8844 (fil 98MXC ; $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ; $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ) et cartographies des éléments par SDE.....	126
Figure 5.11 : Observation au MEB de coupes des particules : (a) A7844 (fil 97MXC ; $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ; $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ) et (b) A8844 (fil 98MXC ; $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ; $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ).....	127
Figure 5.12 : Micrographie MEB des dépôts réalisés à partir des fils fourrés 97MXC (a), 98MXC (b) ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $\text{Pa}=0,41\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ ; $D=100\text{mm}$ ).....	127
Figure 5.13 : Influence de la vitesse des particules accélérées uniquement par le gaz d'atomisation sur la porosité des dépôts de fils fourrés 97MXC et 98MXC ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $D=100\text{mm}$ ; $\text{Pa}=0,31, 0,41$ et $0,55\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0$ ).....	128
Figure 5.14 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et le gaz de gainage sur la porosité des dépôts de fils fourrés 97MXC et 98MXC ( $\text{Pa}=0,41\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0,27, 0,31$ et $0,41\text{MPa}$ ; $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $D=100\text{mm}$ ).....	129
Figure 5.15 : Influence de la vitesse des particules accélérées uniquement par le gaz d'atomisation sur la rugosité des dépôts réalisés avec les fils 97MXC et 98MXC ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $D=100\text{mm}$ ; $\text{Pa}=0,31, 0,41$ et $0,55\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0$ ).....	130
Figure 5.16 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et le gaz de gainage sur la rugosité des dépôts réalisés avec les fils 97MXC et 98MXC ( $\text{Pa}=0,41\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0,27, 0,31$ et $0,41\text{MPa}$ ; $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $D=100\text{mm}$ ).....	131
Figure 5.17 : Influence de la vitesse des particules accélérées uniquement par le gaz d'atomisation sur la micro-dureté des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $D=100\text{mm}$ ; $\text{Pa}=0,31, 0,41$ et $0,55\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0$ ).....	132
Figure 5.18 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et le gaz de gainage sur la micro-dureté des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $\text{Pa}=0,41\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0,27, 0,31$ et $0,41\text{MPa}$ ; $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ; $D=100\text{mm}$ ).....	133

Figure 5.19 : Influence de la vitesse des particules accélérées uniquement par le gaz d'atomisation sur la perte de masse des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $\text{Øbuse}=7,7\text{mm}$ ; $D=100\text{mm}$ ; $P_a=0,31, 0,41$ et $0,55\text{MPa}$ ; $P_g=0$ ).....	134
Figure 5.20 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et par le gaz de gainage sur la perte de masse des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $P_a=0,41\text{MPa}$ ; $P_g=0,27, 0,31$ et $0,41\text{MPa}$ ; $\text{Øbuse}=7,7\text{mm}$ ; $D=100\text{mm}$ ).....	135
Figure 5.21 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et par le gaz de gainage sur la perte de masse des dépôts lisses ( $R_a=0,3\mu\text{m}$ ) de 97MXC et 98MXC ( $P_a=0,41\text{MPa}$ ; $P_g=0,27, 0,31$ et $0,41\text{MPa}$ ; $\text{Øbuse}=7,7\text{mm}$ ; $D=100\text{mm}$ ).....	136
Figure 5.22 : Influence de la vitesse des particules accélérées uniquement par le gaz d'atomisation sur la perte d'épaisseur des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $\text{Øbuse}=7,7\text{mm}$ ; $D=100\text{mm}$ ; $P_a=0,31, 0,41$ et $0,55\text{MPa}$ ; $P_g=0$ ).....	136
Figure 5.23 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et le gaz de gainage sur la perte d'épaisseur des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $P_a=0,41\text{MPa}$ ; $P_g=0,27, 0,31$ et $0,41\text{MPa}$ ; $\text{Øbuse}=7,7\text{mm}$ ; $D=100\text{mm}$ ).....	137

## Liste des annexes

Annexe 1 : Référence de tir.....	157
Annexe 2 : Résultats des caractéristiques de particules en vol par le SprayWatch.....	157
Annexe 3 : Résultats de la porosité et de la teneur en oxyde des dépôts des fils fourrés 97MXC et 98MXC par l'analyse d'image.....	159



# Introduction

La projection thermique est un terme générique qui regroupe un ensemble de procédés utilisés pour déposer des matériaux métalliques et non métalliques sur une pièce à revêtir. Ces revêtements sont utilisés dans de nombreux secteurs industriels : nucléaire (modérateurs), aéronautique (ailettes de turbines fixes, chambre de combustion, pièces d'usure et d'abrasion,...), automobile (têtes de soupape, pales de turbocompresseur, pistons,...), industrie papetière, minière, chimique,... Ils permettent de modifier les propriétés de volume de la pièce et de lui conférer des propriétés spécifiques en surface comme une bonne résistance à la corrosion et à l'usure ou des propriétés fonctionnelles (chimique, électrique, magnétique).

Parmi les procédés de projection thermique, la projection par arc électrique (dénommée également « projection arc-fil ») se caractérise par un rendement de dépôt élevé (de 5 à 40 kg de matière déposée par heure) et des coûts d'investissement, de fonctionnement et de maintenance très inférieurs à ceux des dispositifs de projection par plasma ou flamme supersonique. Ce procédé, relativement ancien puisqu'il a été utilisé par Shoop dès 1911, est basé sur l'utilisation d'un arc électrique pour fondre un matériau qui est ensuite pulvérisé sous forme de gouttelettes dont les tailles sont comprises entre 10 à 150  $\mu\text{m}$ . Ces gouttelettes sont projetées à l'aide d'un jet de gaz (généralement de l'air comprimé) sous forte pression (0,3 à 0,6 MPa). Le matériau à fondre se présente sous forme de fils qui servent aussi d'électrodes.

L'usage de ce procédé a d'abord été limité à des matériaux tréfilables et conducteurs électriques. Mais récemment ont été développés des matériaux sous forme de fils dit fourrés constitués d'une gaine métallique tréfilable et conductrice, remplie de poudres d'alliages renforcées, éventuellement en particules céramiques. Ces fils fourrés autorisent la réalisation par le procédé arc-fil de revêtements de superalliages (NiCrAlY) et de cermets et étendent son champ d'application.

Cependant, les dépôts réalisés par arc-fil présentent généralement des taux de porosité (jusqu'à 10%) et d'oxydation (typiquement 5-10% mais jusqu'à 25% dans certaines conditions de tir pour certains matériaux) assez élevés comparés à ceux réalisés par d'autres techniques de projection thermique. La porosité des dépôts s'explique, en grande part, par les vitesses d'impact des particules sur le substrat relativement faibles (généralement 100-150 m/s) pour

un procédé de projection thermique. Par ailleurs, l'utilisation d'air comprimé pour atomiser le métal en fusion et le fait que le dispositif soit généralement placé dans l'atmosphère environnante expliquent les taux d'oxyde observés dans les dépôts. D'autres gaz peuvent être utilisés comme gaz d'atomisation (essentiellement azote, argon ou CO<sub>2</sub>) pour limiter l'oxydation des gouttelettes mais au détriment du coût.

La résistance à l'usure mécanique et en particulier l'usure par abrasion, est un des principaux domaines d'application des revêtements réalisés par projection thermique. Ce type d'usure correspond à un déplacement de matière provoqué par des particules dures véhiculées par un fluide ou des protubérances dures. Les facteurs qui doivent être pris en compte dans ce type d'usure sont essentiellement :

- la charge appliquée qui dépend de la nature, de la morphologie, de la taille des abrasifs ainsi que de leur dureté,
- la façon dont cette charge est appliquée : charge continue, cyclique ou dynamique,
- la vitesse relative de défilement de la surface abrasive,
- le mode de contact qui dépend des formes macro et micro-géométriques des surfaces en contact,
- la nature du milieu de travail et sa température.

Et les caractéristiques qui jouent sur les performances de tenue d'un matériau à l'usure par abrasion sont :

- sa dureté : d'après la loi d'Achard l'usure volumique du matériau est inversement proportionnelle à sa dureté,
- sa capacité d'écrouissage : elle se traduit par une élévation de la dureté au cours du processus d'abrasion mais la résistance à l'usure n'est cependant que faiblement améliorée,
- sa microstructure,
- sa ténacité. Cette propriété joue un rôle déterminant pour les matériaux de faible ductilité.

L'objectif de cette thèse est d'étudier et de comparer la tenue à l'usure par abrasion de dépôts métalliques réalisés par projection arc-fil et renforcés ou non en particules céramiques. La démarche adoptée pour ce travail a consisté à :

1. étudier l'influence des paramètres opératoires du procédé sur les caractéristiques des gouttelettes formées par l'atomisation de l'extrémité fondue des fils-électrodes,
2. réaliser et caractériser des dépôts avec les mêmes conditions opératoires,

afin d'optimiser les conditions de projection pour obtenir autant que faire se peut des dépôts durs présentant des faibles taux de porosité et éventuellement d'oxydes.

Le premier chapitre présente d'abord une brève étude bibliographique sur les différentes techniques de projection thermique qui permet de situer le procédé arc-fil, puis une étude bibliographique plus approfondie sur ce dernier procédé. Cette étude décrit le fonctionnement du pistolet arc-fil et l'influence des paramètres de projection et ceux du substrat sur les caractéristiques du dépôt. Elle se termine par une revue des propriétés des dépôts qui seront le sujet de notre étude : acier inoxydable 316 L et alliages métalliques renforcées par des particules céramiques.

Le deuxième chapitre décrit la stratégie expérimentale suivie pour étudier les gouttelettes en vol, réaliser les dépôts et les caractériser.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude de l'influence des paramètres de projection sur les caractéristiques des particules en vol. Ces caractéristiques sont leurs distributions de taille, de vitesse et de température de surface. Les premières sont déterminées après collecte des particules en vol alors que leur vitesse et température de surface sont estimées par un système d'imagerie à l'aide d'une caméra CCD.

Le quatrième chapitre s'intéresse à la projection d'acier inoxydable 316L. Il traite de l'influence des paramètres de projection sur les caractéristiques des particules collectées dans l'eau et dans l'argon ainsi que sur les propriétés physico-chimiques des dépôts réalisés.

Enfin, le dernier chapitre rappelle les caractéristiques des 2 fils fourrés utilisés et présente les résultats de l'étude sur les particules en vol puis sur les dépôts. Il se termine par l'analyse de l'influence des paramètres des gouttelettes à l'impact sur les propriétés des revêtements : microstructure, porosité, micro-dureté et résistance à l'abrasion.

# Chapitre I : Bibliographie

Notre étude portant sur la réalisation de dépôts protecteurs par projection arc-fil, nous situons dans ce chapitre cette technologie par rapport aux autres techniques de projection thermique, puis nous détaillons les principaux paramètres de ce procédé et leur influence sur la formation des dépôts. Enfin, nous concluons ce chapitre par une brève description des propriétés des dépôts qui seront le sujet de notre étude : dépôts d'acier inoxydable et dépôts réalisés à partir de fils « fourrés » et destinés à la protection contre l'usure.

## 1.1 Introduction

Différentes technologies de dépôt permettent d'apporter un matériau à la surface d'une pièce pour en changer les propriétés de surface. Parmi les techniques les plus utilisées nous pouvons citer : l'électrodépôt, les dépôts chimiques, l'immersion dans un bain de métal en fusion, les dépôts physiques ou chimiques en phase vapeur et la projection thermique. Les applications de ces dépôts concernent essentiellement la protection contre l'usure et la corrosion, la décoration ou la réalisation de dépôts à propriétés physiques spécifiques (électrique, magnétique, thermique,...) [1-2].

## 1.2 Techniques de projection thermique

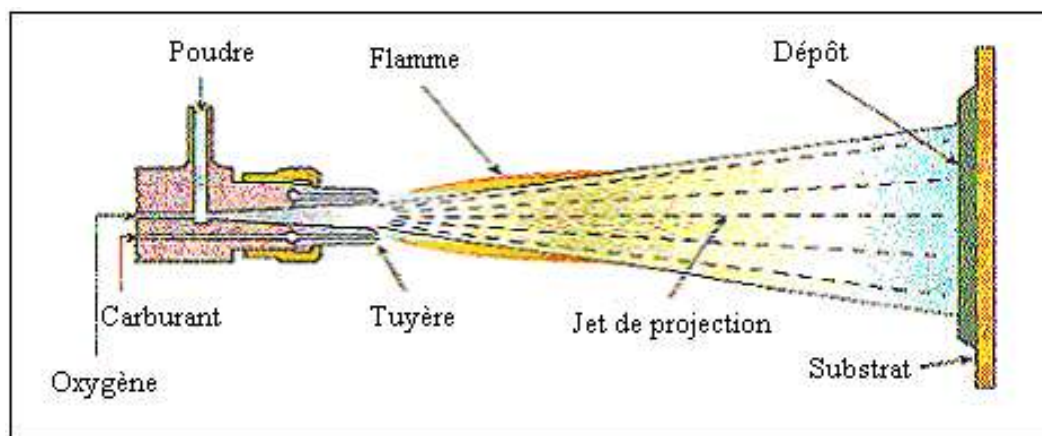
La projection thermique regroupe l'ensemble des procédés dans lesquels un matériau d'apport est fondu ou porté à l'état plastique grâce à une source de chaleur, puis est projeté à l'aide d'un gaz vecteur sur la surface à revêtir sur laquelle il se solidifie. La matière à déposer, sous forme de poudre, de fil ou de baguette est fondue totalement ou partiellement dans la source de chaleur (flamme, arc électrique, plasma) [3-5]. Ces techniques permettent de projeter une grande gamme de matériaux : métaux et alliages, cermets, céramiques et dans certaines conditions, des polymères. Une différence de 300 K entre la température de fusion et la température de décomposition ou d'évaporation du matériau est nécessaire pour que le matériau puisse être projeté dans de bonnes conditions [6].

### 1.2.1 Flamme

Le procédé de projection par flamme est basé sur la combustion d'un carburant sous forme gazeuse avec l'oxygène de l'air. Dans la technologie dite flamme-poudre, le matériau est introduit sous forme de poudre dans la flamme diffusante qui le véhicule jusqu'au substrat (*cf. figure 1.1*). Les températures de la flamme sont de l'ordre de 3000 °C, et donc les températures atteintes par les particules à projeter ne dépassent pas environ 2000 °C.

La vitesse des particules projetées par la flamme est faible (~50m/s) et c'est pourquoi elles sont souvent accélérées avec de l'air. La distance entre la buse et le substrat est comprise

entre 100 et 200 mm afin que les particules de poudre aient un temps de séjour suffisamment long pour être fondues. Ce procédé permet d'obtenir des dépôts de quelques dixièmes à quelques centièmes de millimètre d'épaisseur, à des taux horaires de dépôt d'environ 2 à 3kg/h, sans échauffement important du substrat ( $T < 250^{\circ}\text{C}$ ). Les matériaux les plus utilisés restent les alliages auto-fusibles (alliages à base Nickel ou Cobalt contenant des éléments de petite taille tels que le bore et/ ou le silicium et chargés éventuellement en carbures), qui sont réchauffés à  $1150^{\circ}\text{C}$  après dépôt pour améliorer l'adhérence, éliminer en partie les oxydes et diminuer la porosité du dépôt. Notons que cette température exclut l'usage de substrats à base d'aluminium. La projection d'acier, d'alliages à bas point de fusion ou de polymères est également possible par le procédé flamme-poudre [3-6].



**Figure 1.1 : Schéma de principe d'un pistolet flamme-poudre [7]**

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

## 1.2.2 Flamme supersonique

### 1.2.2.1 HVOF<sup>1</sup>

La projection à la flamme supersonique utilise également une torche à flamme mais la géométrie spéciale de la tuyère et l'ajout d'une chambre de combustion (où règne une pression de 0,5 à 0,7MPa), suivie d'une tuyère convergente-divergente, permet à la flamme d'atteindre des vitesses supersoniques. Le matériau à projeter se présente généralement sous forme de poudre. Il est injecté à l'aide d'un gaz neutre dans la flamme où il est fondu et accéléré dans la tuyère à une vitesse de 300 – 600 m/s (*cf. figure 1.2*) [8-12].

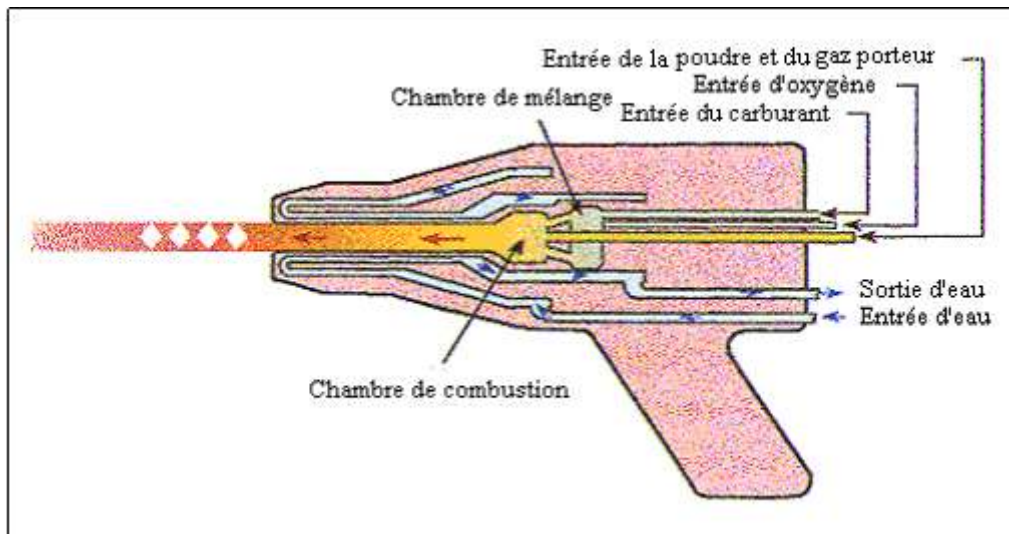


Figure 1.2 : Schéma de principe d'un pistolet HVOF [7]

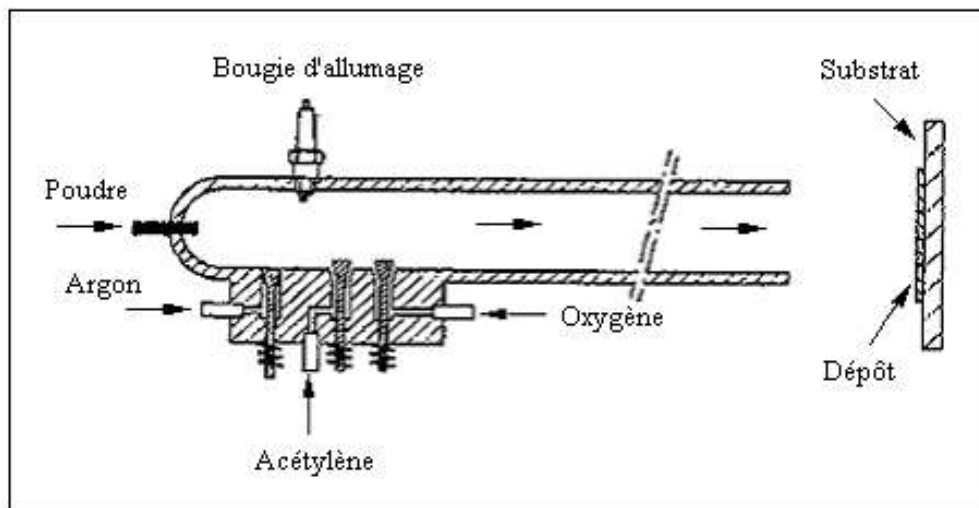
Les pressions importantes atteintes dans le pistolet n'autorisent pas l'utilisation de l'acétylène comme gaz combustible (risque d'explosion). Pendant leur temps de séjour très court (quelques dixièmes de millisecondes) dans la flamme, les particules sont généralement chauffées à l'état pâteux, l'énergie cinétique (vitesse > 300 m/s) acquise permettant cependant la réalisation de dépôts caractérisés par une faible porosité (< 2%), une bonne adhérence (70-100 MPa) et une faible rugosité de surface.

Les principales applications de ce procédé sont la projection de cermets (WC-Co, Cr<sub>3</sub>C<sub>7</sub>-Co ou NiCr), de métaux, d'alliages et d'alliages auto fusibles [8-12].

<sup>1</sup> HVOF : High Velocity Oxyfuel Flame

### 1.2.2.2 Canon à détonation

Cette technique de projection consiste à introduire le matériau d'apport sous forme de poudre, dans un tube fermé à une extrémité, en même temps que les gaz de combustion (généralement oxygène et acétylène). Ce mélange détoune grâce à une étincelle, les gaz brûlés sont balayés par de l'azote et les gaz explosifs frais réinjectés à la fréquence de 6 à 60 allumages par seconde. La poudre est chauffée et éjectée à très grande vitesse (950m/s) par l'onde de choc qui se propage dans le tube avec une surpression de l'ordre de 2 MPa (cf. *figure1.3*). Le régime de projection est discontinu. Les particules impactent dans un état plastique donc avec une oxydation très faible (moins de 0,1 % en poids). La densification du dépôt est excellente compte tenu de la vitesse d'impact [8 - 12].



**Figure 1.3 : Schéma de principe d'un canon à détonation [3]**

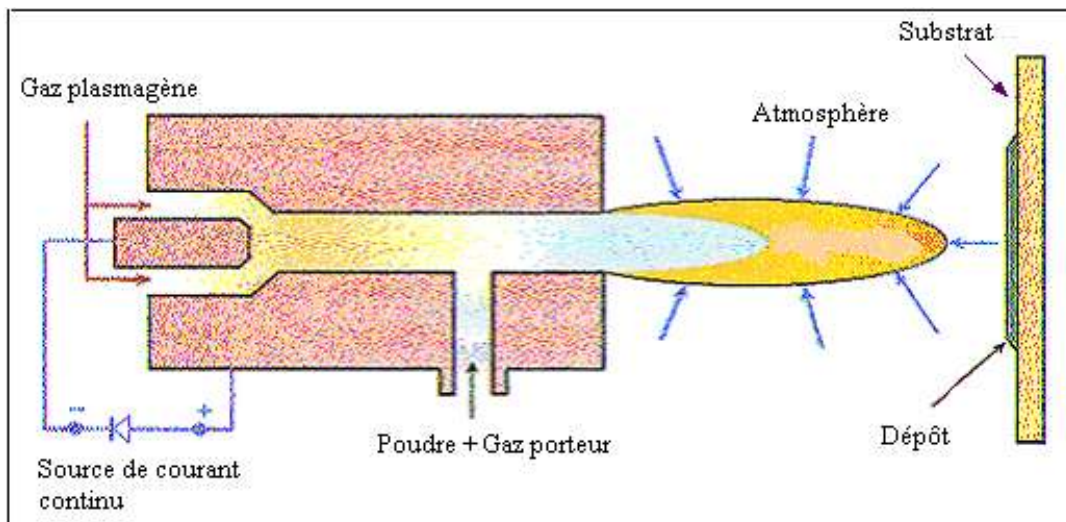
Ce procédé permet d'obtenir des dépôts très denses (porosité inférieure à 1%), avec une adhérence élevée (souvent supérieure à 80 MPa) et une rugosité faible ( $Ra = \pm 3 \mu m$ ). Les taux de dépôt sont compris entre 2 et 5 kg/h. Il est, cependant, peu répandu du fait de la complexité et du prix du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



### 1.2.3 Plasma d'arc

La source de chaleur utilisée est un plasma thermique créé par l'ionisation partielle d'un gaz plasmagène. Le jet de plasma est caractérisé par des températures comprises entre 10000 et 14000 K. Celles-ci dépendent essentiellement de la composition du gaz plasmagène et de son enthalpie spécifique. Les vitesses de l'écoulement sont typiquement de l'ordre de 800 à 2200m/s en sortie de tuyère avec un plasma ayant une très faible densité (1/30 à 1/40 du gaz froid). Cependant, l'écoulement resté subsonique du fait des vitesses élevées du son à ces températures. Ainsi, elle est supérieure à 2800 m/s à 14000 K pour les mélanges Ar-H<sub>2</sub> qui sont très utilisés pour la projection des matériaux réfractaires.

Les particules de poudre sont introduites dans le jet de plasma à l'aide d'un gaz porteur, généralement de l'argon en raison de sa masse molaire élevée (*cf. figure 1.4*).



**Figure 1.4 : Schéma de principe d'une torche à plasma d'arc [7]**

Les dépôts réalisés avec cette technique ont de nombreuses applications : barrières thermiques, protection contre l'oxydation et la corrosion, résistance au frottement et à l'usure, revêtements conducteurs électriques et isolants, implants médicaux, etc. [13-15].

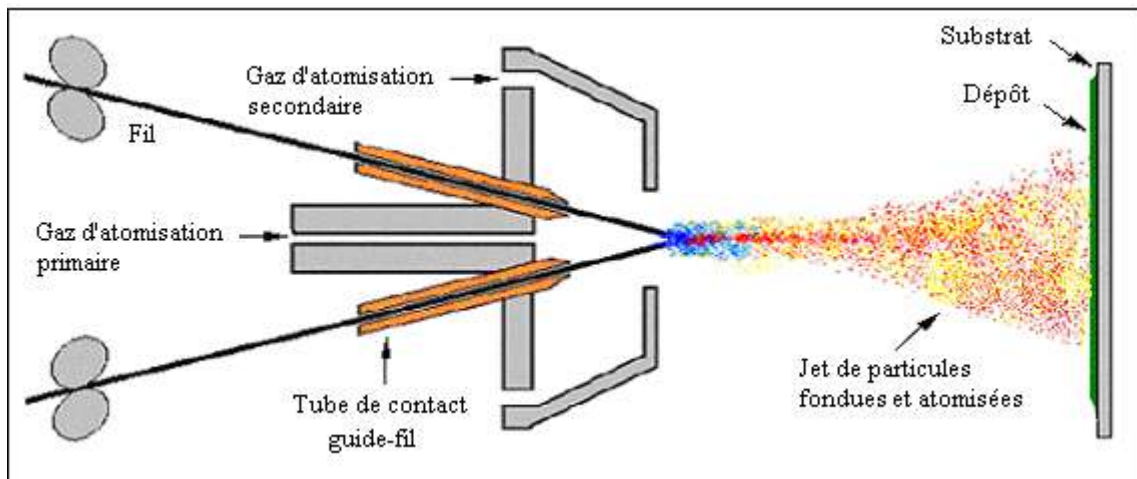
### 1.2.4 Arc-fil

La projection arc-fil est une technique de revêtement de surface relativement économique qui compte de nombreuses applications industrielles. Elle est utilisée industriellement en Europe depuis 1945 [16-18].

Le principe consiste à faire éclater un arc électrique entre deux fils ductiles consommables et à atomiser le matériau aussi fondu par un jet de gaz comprimé (généralement de l'air) qui le projette sur le substrat (*cf. figure 1.5*). Les pistolets à arc

électrique sont alimentés par des générateurs à courant continu avec des tensions d'arc comprises entre 25 et 40 V, pour des intensités de courant allant de 100 à 500 A. Ils sont essentiellement constitués de deux parties :

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



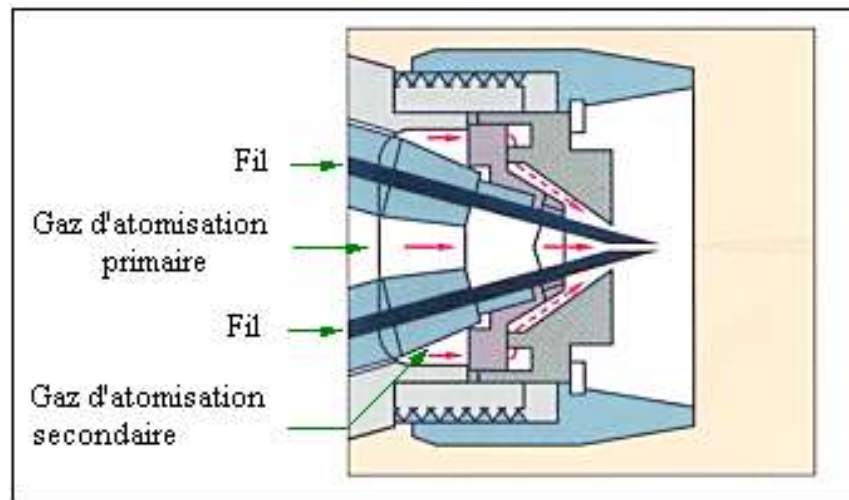
**Figure 1. 5 : Schéma de principe d'un dispositif de projection à l'arc électrique [19]**

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

A l'intérieur du pistolet, les fils sont guidés par deux tubes permettant, d'une part, le positionnement du fil avant son entrée dans la zone de fusion et, d'autre part, la transmission du courant électrique aux fils. Une buse située derrière le point d'intersection des fils, dirige un flux de gaz comprimé à grande vitesse sur l'extrémité des fils en fusion, et propulse le matériau atomisé sur le substrat.

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

L'avance des fils à vitesse constante permet la projection en continue avec des débits de matière élevés (jusqu'à 20kg/h), ceci en dépit du caractère discontinu qu'induit la création et l'extinction de l'arc électrique lors de la formation et de l'atomisation des gouttelettes de matériau fondu (cf. figure 1.6).



**Figure 1.6 : Schéma de la tête d'un pistolet de projection Arc-Fil équipé d'un système de gaz d'atomisation secondaire [20]**

L'utilisation d'un gaz d'atomisation secondaire (gaz de gainage) conduit à une meilleure canalisation du jet des particules et à l'augmentation de leurs vitesses à l'impact sur le substrat, ce qui améliore les propriétés du dépôt. Le gaz d'atomisation secondaire permet aussi de réduire l'entraînement de l'air ambiant et l'oxydation du dépôt.

En effet, l'air comprimé utilisé comme gaz d'atomisation ainsi que l'air ambiant provoquent une oxydation des gouttelettes métalliques surchauffées. L'inclusion d'oxydes dans le dépôt métallique a pour effet de diminuer la ductilité du dépôt et d'augmenter la dureté du matériau, ce qui peut être un inconvénient pour certaines applications, en particulier celles qui nécessitent un ré-usinage, mais un avantage dans les cas où une résistance à l'usure est recherchée. Elle peut aussi affecter la cohésion du dépôt. Cette oxydation est diminuée en utilisant un gaz d'atomisation neutre (azote, par exemple).

La plupart des matériaux métalliques tels que le zinc, le cuivre, l'aluminium, le bronze, l'acier ainsi que de nombreux alliages peuvent être projetés par cette technique. En raison d'une température d'arc élevée, la variété des matériaux métalliques déposés n'est limitée que par la fabrication des fils. Récemment, l'émergence de fils fourrés ductiles, composés d'une gaine métallique remplie de poudre de matériaux non ductiles a permis de projeter une gamme plus large de matériaux, ce qui rend cette technique concurrente de la

projection à la torche à plasma ou à la flamme pour certaines applications et, en particulier, pour le revêtement de grandes surfaces.

Un autre intérêt de la technique de projection à l'arc réside dans son coût de mise en œuvre relativement peu élevé par rapport aux procédés à la torche à plasma ou à la flamme en raison d'une conception particulièrement simple ne nécessitant qu'une maintenance réduite et l'utilisation de gaz courants comme l'air comprimé ou l'azote à un degré de pureté inférieur à celui nécessaire en projection plasma pour garantir une durée de vie correcte des électrodes. Par ailleurs, le coût de l'équipement de tir seul est de plus d'un ordre de grandeur plus faible que celle d'un dispositif de projection par plasma d'arc ou HVOF.

La technique de projection à l'arc tire également sa compétitivité d'une productivité très élevée. Celle-ci peut aller jusqu'à 40 kg/h pour certains modèles de pistolet, mais va jusqu'à 15 kg/h pour les modèles courants ce qui permet de réduire de 3 à 6 fois les temps de cycle par rapport aux torches flamme ou plasma [21-22].

#### 1.2.4.1 Avantages et inconvénients de la projection arc-fil

Les principaux avantages du procédé arc-fil sont les suivants :

- un procédé économique : la puissance électrique est de l'ordre de 5 à 10 kW et le gaz utilisé comme gaz d'atomisation est généralement de l'air comprimé ;
- un taux de dépôt élevé : 5- 40 kg/h ;
- un rendement énergétique important: 60 à 70 % de la puissance électrique fournie est utilisée pour fondre les fils ;
- avec un fil plein le matériau projeté est complètement fondu ;
- il n'est généralement pas nécessaire de refroidir le substrat ( $T_{\text{substrat}} \# 100-200^{\circ}\text{C}$ ).

Les principaux inconvénients de la projection par arc électrique sont les suivants :

- un jet de particules divergeant qui se traduit par une tache d'impact sur le substrat relativement large (25 à 50mm de diamètre à 100mm de la sortie torche) ;
- des dépôts présentant une porosité (de l'ordre 10%) et une teneur en oxyde (jusqu'à 25%) relativement élevées par rapport aux dépôts obtenus avec les autres techniques de projection thermique ;
- une perte des composants les plus volatils du fait de la température de l'extrémité des fils très au delà de la température de fusion ;

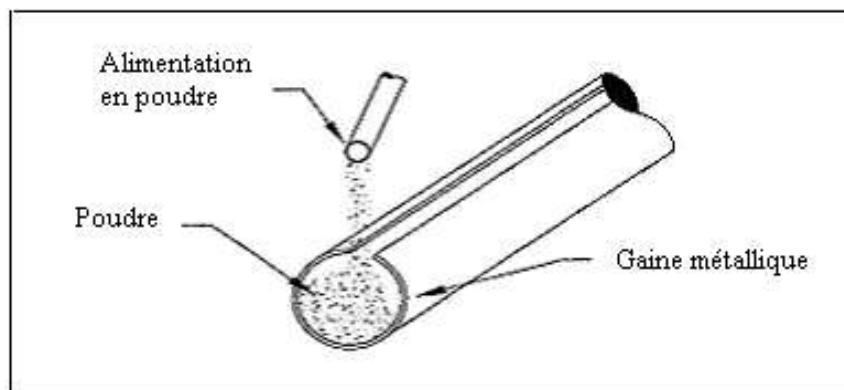
- des fluctuations élevées de tension ( $\Delta V/V \# 0,6$ ) dues à une variation continue de la distance inter-électrode à cause de la différence de fusion entre le fil cathode et le fil anode, ce qui rend le procédé instable.

#### 1.2.4.2 Fils fourrés

Il existe deux types de fils pour la projection thermique par arc-fil :

- pour les métaux purs ou certains alliages ductiles, on utilise des fils « pleins », uniquement constitués du matériau à déposer [23,25] ;
- pour des alliages plus complexes ou des composites, on peut utiliser des fils « fourrés » constitués d'une enveloppe métallique ductile électriquement conductrice à l'intérieur de laquelle est introduite une poudre (*cf. figure 1.7*).

Ce type de fil est utilisé depuis 1980 pour la réalisation de dépôts présentant une dureté élevée et une bonne résistance à l'usure. De tels dépôts peuvent être obtenus à partir d'aciers à forte teneur en carbone et d'alliages métalliques. Cependant, en raison de leur mauvaise plasticité, la fabrication de fils avec ces matériaux est généralement difficile et la technique du fil fourré s'avère nécessaire pour réaliser ce type de dépôt par arc-fil. En raison des limitations physiques des fils fourrés, il est pratiquement impossible de produire des dépôts par arc-fil contenant plus de 50 % en volume de particules céramique [25-30].



**Figure 1.7 : Schéma de principe du remplissage d'un fil fourré [24]**

Il existe plusieurs types de fils fourrés qui diffèrent par leur mode de fabrication. On trouve ainsi des fils fourrés étirés et des fils fourrés plissés ou sertis. Actuellement, les fils fourrés sont élaborés essentiellement par formage au train de galets, la fabrication par étirage étant limitée car trop onéreuse. Le procédé de fabrication au train de galets consiste à garnir de poudre métallique, grâce à des trémies, un feillard métallique mis en forme par des galets puis à calibrer le fil obtenu à travers des filières jusqu'à obtenir le diamètre nominal. La fabrication du fil peut être complétée par un étuvage et un traitement de bleuissage au four. Le fil est ensuite conditionné en bobines.

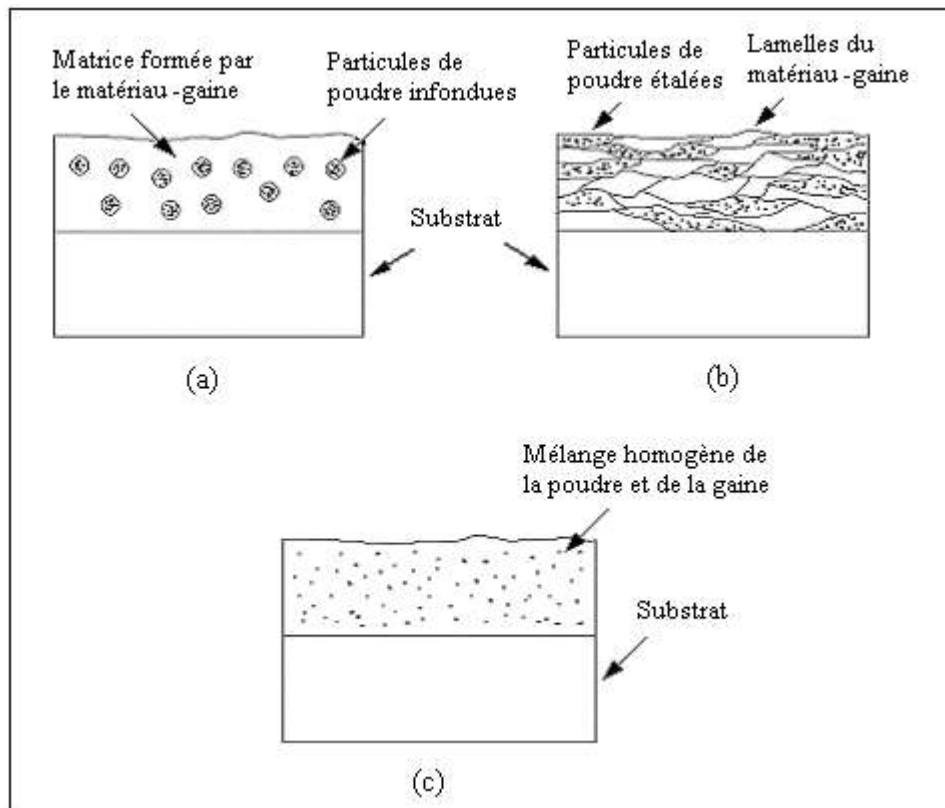
La structure des dépôts obtenus à partir de fils fourrés dépend de la composition du fil, de son mode de fabrication et des conditions de projection [22].

On distingue, en général, trois types de morphologie de dépôt (*cf. figure 1.8*).

Le premier correspond à un dépôt dans lequel les particules de poudre, peu ou pas fondues, sont dispersées dans une matrice constituée du matériau de la gaine. Ce type de dépôt (8a) présente une adhérence et une cohésion faibles en raison du manque d'accrochage entre les particules de la poudre originale et le reste du matériau. De plus, le dépôt peut présenter des caractéristiques très hétérogènes ce qui conduit, généralement, à un mauvais comportement à l'usage.

Le deuxième type de dépôt (8b) est constitué d'un empilement de lamelles provenant de la poudre et du matériau de la gaine. Par rapport au premier type de dépôt, les particules de la poudre arrivent sur le substrat à l'état fondu et elles s'étalent lors de l'impact pour former des lamelles.

Enfin, le troisième type de dépôt (8c) est un mélange homogène du matériau de la gaine et de la poudre, grâce à une parfaite fusion de cette dernière dans l'arc électrique. Ce dépôt présente les meilleures propriétés en fonctionnement.



**Figure 1.8 : Morphologies-type de dépôts obtenus avec des fils fourrés de Ni-TiB<sub>2</sub> [22]**

Ces différentes morphologies montrent bien qu'il est nécessaire d'ajuster soigneusement les paramètres de projection afin d'assurer une parfaite fusion de la poudre et obtenir, ainsi, un dépôt homogène [22].

L'utilisation de fils fourrés présente quatre principaux avantages :

- la composition chimique peut être adaptée à l'application envisagée,
- des poudres développées pour d'autres procédés de projection peuvent être utilisées pour remplir les fils fourrés ;
- des matériaux trop difficiles à mettre en œuvre sous forme de fils pleins peuvent être utilisés sous forme de fils fourrés ;
- l'utilisation de ces fils fourrés, combinée avec les adhérences élevées (jusqu'à 47MPa avec un dépôt de cermet sur substrat d'acier [20]) des dépôts réalisés par arc-fil, peut permettre de produire des dépôts aux propriétés comparables à ceux obtenus par projection plasma pour certaines applications spécifiques avec un coût moindre. En effet les coûts d'équipement et les frais d'exploitation sont respectivement le cinquième et le neuvième de ceux de la technique de projection plasma [24].

## 1.3 Paramètres opératoires de la projection arc-fil

Les principaux paramètres de projection sont : la tension et l'intensité du courant d'arc, la nature et la pression du gaz d'atomisation, la nature et la pression du gaz de gainage, la forme et le diamètre interne de la buse, la vitesse relative pistolet-substrat et la distance de tir [31-33].

Différentes études ont montré que la taille des gouttelettes atomisées était un des facteurs qui affectait le plus la morphologie du dépôt. Aussi, les paramètres de projection sont-ils généralement optimisés de façon à obtenir des gouttelettes les plus fines possibles et, donc, avec des vitesses à l'impact les plus élevées possibles. Dans ce paragraphe, nous détaillons l'influence des paramètres de projection du procédé arc-fil sur la formation et le traitement des gouttelettes.

Tout d'abord, il faut noter que le procédé arc-fil est caractérisé par des fluctuations de tension liées à la variation de la distance inter-électrodes. En effet, les deux fils jouant le rôle d'anode et de cathode ne sont pas fondus et atomisés de manière identique.

L'observation de l'arc par une technique d'imagerie rapide a montré que [34] :

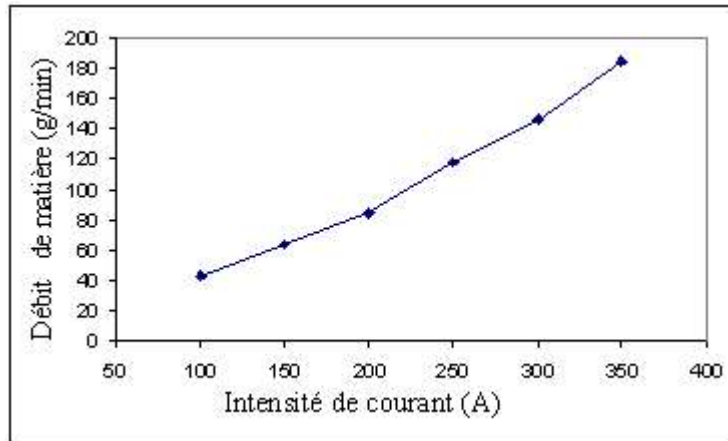
- l'anode fond plus lentement et de façon inégale, l'arc y étant attaché de manière diffuse. Les gouttelettes qui se détachent de l'extrémité de l'électrode sont relativement grosses compte-tenu de la répartition assez large du flux thermique sur le fil ;
- la cathode fond plus rapidement et de façon plus localisée, le point d'attachement de l'arc étant très constricté.

Cette différence de taux de fusion entre les 2 électrodes se traduit généralement par une distribution bimodale de la taille des particules collectées en vol et affecte les propriétés des dépôts [35-36].

### 1.3.1 Intensité de courant d'arc

En projection à l'arc électrique, le débit de matière est asservi à l'intensité électrique transmise aux fils (*cf. figure 1.9*) de sorte que l'énergie fournie au matériau reste relativement constante.





**Figure 1.9 : Evolution du débit de matière en fonction de l'intensité du courant d'arc (fil de NiCrAlY, 38V, <sup>2</sup>Pa= <sup>3</sup>Pg=0,41MPa, <sup>4</sup>Øbuse =6,4mm) [37]**

La figure 1.9 montre l'évolution du débit de matière avec l'intensité du courant pour une projection de NiCrAlY. Elle illustre également l'un des avantages de la projection à l'arc électrique : le taux de dépôt élevé. Il est en effet, possible d'atteindre des débits de matière de l'ordre de 180-200 g/min (11-12kg/h) avec un courant de 350 A pour les conditions opératoires de cette étude (pistolet TAFA 9000, U=38V).

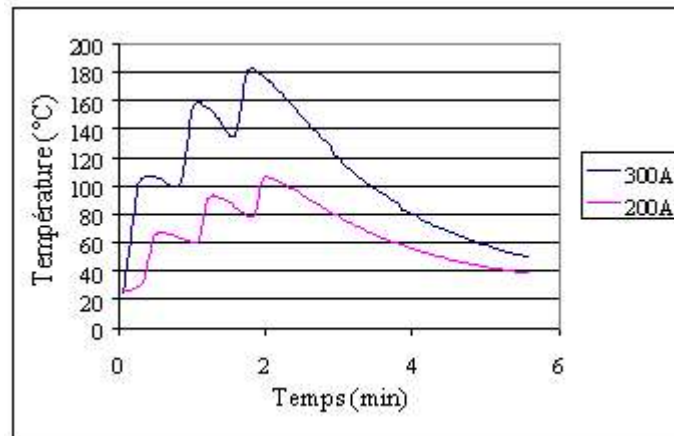
Remarquons que l'augmentation du débit de matière se traduit par une augmentation de l'épaisseur déposée par passe, qui s'accompagne d'une élévation de la température du substrat, comme le montre la figure 1.10.

Une intensité de courant élevée (>300A) avec une vitesse d'avancée du fil faible (<60g/min) entraîne des températures d'arc plus élevées et par conséquent, une énergie spécifique plus élevée (jusqu'à 40kJ/kg). En raison d'une viscosité plus faible du matériau fondu, les gouttelettes atomisées sont plus fines et le dépôt a une teneur en oxyde plus élevée.

<sup>2</sup> Pa : pression du gaz d'atomisation

<sup>3</sup> Pg : pression du gaz de gainage

<sup>4</sup> Øbuse : diamètre interne de la buse



**Figure 1.10 : Evolution de la température <sup>5</sup> du substrat pour différentes intensités du courant d'arc (fil de NiCrAlY, 38 V, Pa=Pg=0,41MPa, Øbuse =6,4mm) [37]**

De plus, on peut observer une perte en éléments d'alliage (carbone, chrome) lors de la projection d'acier, et ceci a comme conséquence une structure de dépôt mécaniquement plus faible [38-39].

### 1.3.2 Tension d'arc

Les fluctuations de tension résultent également de l'avance du fil à travers les tubes de contact (*cf. figure 1.5*). En effet, la résistance réelle de contact entre le fil et le guide fil change en raison des variations de la courbure et du comportement du fil [40]. Pour limiter les fluctuations de tension, un système d'asservissement permet de diminuer la vitesse d'avancement des fils en abaissant l'intensité de courant. Le courant et la tension sont donc deux paramètres importants du procédé puisqu'ils déterminent, en grande partie, la façon dont les gouttelettes sont formées à l'extrémité des électrodes [41].

Lorsque la tension d'arc est faible, les gouttelettes produites ont généralement une distribution fine et étroite. En deçà de la plus basse tension stable, les fils commencent à se toucher par intermittence et l'arc devient très instable. Lorsque l'espace entre les fils augmente, la tension augmente et l'énergie fournie aux fils est plus élevée ce qui peut produire une perte plus importante en éléments d'alliage [31,42].

En pratique, il s'avère difficile de faire varier l'intensité de courant et la tension de manière indépendante. Par ailleurs, l'intensité de courant qui contrôle la vitesse d'avancement des fils et la tension d'arc peuvent varier de façon importante en fonction de la géométrie de la buse et de la pression des gaz.

<sup>5</sup> Température mesurée par un thermocouple positionné dans le substrat à 2 mm de sa face avant

### 1.3.3 Vitesse relative pistolet-substrat

La vitesse de déplacement transversal du pistolet conditionne l'épaisseur et donc le refroidissement de la couche déposée. Une vitesse trop lente peut causer un échauffement de la surface et une irrégularité dans l'épaisseur du dépôt. Une vitesse trop rapide peut aboutir à une épaisseur de passe trop fine.

En projection thermique, l'épaisseur déposée par passe est un facteur primordial dans la tenue en service des dépôts. En effet, une épaisseur par passe trop importante peut conduire à un gradient de température élevé entre les deux faces de la couche déposée et à la formation de fissures horizontales entre chaque passe consécutives au développement de contraintes résiduelles. Ces fissures peuvent être responsables de la décohésion du dépôt en cours d'usage.

En raison de son mode de fonctionnement, le dispositif de projection par arc électrique ne peut être utilisé à des vitesses de translation élevées. En effet, en cas de mouvements complexes, c'est à dire avec de nombreux points d'arrêt, l'avance des fils peut être perturbée par les forces d'accélération et de freinage (surtout à des vitesses élevées). C'est pourquoi, il est conseillé de faire fonctionner les systèmes de projection « Arc-Fil » à des vitesses de translation au plus égales à 1 m/s.

De faibles vitesses de translation alliées à des débits de matière élevés entraînent obligatoirement des épaisseurs par passe importantes qu'il est nécessaire de contrôler attentivement lors de l'optimisation des paramètres de projection. Néanmoins, des dépôts de NiCrAlY réalisées à 300 A (soit environ 150g/min) et une vitesse relative de déplacement de 0,75 m/s, avec un pas de recouvrement de seulement 5mm, lié à la faible largeur de la tache de tir, n'ont pas montré de signe de fragilisation avant et après traitement thermique malgré une épaisseur déposée par passe supérieure à 50  $\mu\text{m}$  [37].

L'étude des dépôts de NiCr montre une excellente liaison au substrat pour de faibles vitesses de rotation de ce dernier (0,08–0,5m/s), vitesses qui conditionnent le surchappement de passes. Cependant, on note la présence de quelques pores à l'interface, leur nombre augmentant avec la vitesse de rotation. L'analyse d'image montre que le diamètre minimal des pores reste constant alors que leur diamètre maximal augmente avec la vitesse de rotation et que la forme des pores devient ovale pour des vitesses de rotation élevées [31].

### 1.3.4 Distance de tir

En projection à l'arc électrique, à la différence des procédés de projection à la torche à d'arc plasma ou à la flamme, les particules subissent un refroidissement tout au long de leur trajectoire depuis les électrodes jusqu'au substrat. La distance de projection est donc un paramètre prépondérant pour s'assurer que les particules présentent encore un état de fusion satisfaisant au moment de l'impact. Une distance de projection trop courte peut entraîner un échauffement excessif du substrat. Par contre lorsque la distance est trop grande, les particules peuvent être trop froides voire partiellement resolidifiées lorsqu'elles impactent sur le substrat.

La caractérisation de dépôts (*cf. tableau 1.1*) de NiCrAlY réalisées à 100 mm et 150mm de la sortie de buse montre une diminution du rendement de projection (de 58 à 55%), et de l'épaisseur déposée par passe lorsque la distance de tir est de 150 mm. Ceci peut s'expliquer par un refroidissement plus important des particules les plus fines qui ne participent plus, alors, à la formation du dépôt.

Les micrographies des coupes de dépôt montrent que les lamelles sont plus épaisses pour une distance de tir de 150 mm, ce qui peut indiquer qu'à cette distance, les particules ont une température plus faible, et donc une viscosité plus élevée à l'impact. Cependant, aucune variation significative de rugosité du dépôt n'est observée [37].

**Tableau 1.1 : Propriétés de dépôts de NiCrAlY réalisés sous air à des distances de tir de 100mm et 150mm (250A, 38V) [37]**

Distance de tir (mm)	Epaisseur du dépôt (mm)	Epaisseur par passe ( $\mu\text{m}$ )	Poids déposé (g)	Rendement de projection (%)	Rugosité Ra ( $\mu\text{m}$ )
100	160	40	4,8	58	12
150	140	35	4,3	55	11

La teneur en oxyde des dépôts réalisés à une distance de 150 mm diminue de 45% lorsque le gaz d'atomisation est de l'argon, tandis que pour des dépôts réalisés à 100 mm, la diminution de la teneur en oxyde est de 63%. Ceci peut s'expliquer par le fait que la quantité d'air mélangé au gaz d'atomisation augmente avec la distance de tir [33].

### 1.3.5 Gaz d'atomisation

Le gaz d'atomisation a pour fonction la formation des gouttelettes initiales et leur accélération jusqu'au substrat. Ce gaz, en général de l'air, est dirigé vers les extrémités des

fil où il détache la partie fondue d'abord sous forme de « feuilles » qui sont ensuite atomisées sous forme de gouttelettes et, les projette sur la surface du substrat. Les propriétés des dépôts dépendent en grande partie de la nature et de la pression du gaz d'atomisation à cause de sa forte interaction avec l'arc [43 - 45].

En projection à l'arc électrique, le gaz le plus utilisé pour l'atomisation des électrodes et l'accélération des gouttelettes est l'air en raison de son faible coût et de sa facilité de production. Cependant, il conduit généralement à une oxydation des particules métalliques surchauffées. Les oxydes réduisent l'adhésion des particules sur le substrat et la cohésion des particules entre elles au sein du dépôt. Les inclusions d'oxydes sont souvent poreuses comme le sont les interfaces oxyde-métal. La porosité, en plus du changement de la composition chimique du dépôt à cause de l'oxydation des gouttelettes, contribue à la fragilisation du dépôt à cause de risques accrus de corrosion. Néanmoins, l'inclusion d'oxydes plus durs dans le dépôt peut augmenter la résistance à l'usure du dépôt et être bénéfique dans certaines applications par exemple en augmentant la mouillabilité de la goutte [46-47].

#### 1.3.5.1 Protection passive

Pour réduire l'oxydation des particules métalliques on peut utiliser un gaz inerte tel que l'azote, le dioxyde de carbone ou plus rarement l'argon, à cause de son coût élevé. Les propriétés et les performances du dépôt sont améliorées par l'atomisation sous gaz inerte [44]. Par exemple, une étude de J.J. Kaiser et R.A. Miller [48] a mis en évidence une diminution notable du taux d'oxygène dans le dépôt de Ni-Cr, qui passe de 18% sous air à environ 9% sous azote et seulement 6% sous argon.

Le gaz inerte aide également à limiter la perte de carbone dans les dépôts d'acier, sa teneur dans le dépôt a ainsi été évaluée à 58% vol. en projection sous air et 75% vol. en projection sous azote [49].

#### 1.3.5.2 Protection active

L'oxydation et la décarburation des dépôts, peuvent aussi être réduites en utilisant un gaz réactif comme le méthane ou le propane qui joue un rôle de protection active en créant une atmosphère réductrice autour des particules. Une étude réalisée par la société TAFA [50] sur un dépôt d'acier montre une réduction de 5 à 10% du taux d'oxyde et une diminution d'environ 2% de la porosité, grâce à l'utilisation d'un mélange azote/propane injecté en gainage autour des électrodes.

Le méthane, mélangé à l'air comprimé peut également être utilisé comme gaz d'atomisation. Les avantages de ce gaz résident dans sa faible densité et une faible toxicité qui permettent d'obtenir une atmosphère plus sûre que celles obtenues avec le propane ou le butane. Sa très grande affinité avec l'oxygène aide à réduire notablement (jusqu'à 50%) la proportion d'oxydes à l'intérieur des dépôts et ses propriétés de « carburant » permettent également de réduire les pertes en carbone dans le cas de la projection de matériaux tels que les aciers où le pourcentage de carbone influe particulièrement sur les propriétés. Enfin, sa capacité à rester gazeux aux pressions élevées, permet de garantir un fonctionnement stable du système.

La projection d'un acier faiblement allié (inférieur à 0,3% poids de C) à l'aide d'un mélange de méthane et d'air comprimé (51%/49% en vol.) [51] conduit à un taux d'oxygène au sein du dépôt de 0,5% contre 1,2% en vol. lorsque la projection est réalisée à l'air. Cependant, l'utilisation de tels gaz peut engendrer des problèmes de sécurité, en particulier des risques d'explosion, si leur combustion n'est pas complète.

### 1.3.7 Pression et débit de gaz

Durant la projection, l'air d'atomisation et l'air ambiant entraîné par le jet de gaz peuvent provoquer une oxydation des particules en fusion. L'augmentation de la pression du gaz d'atomisation se traduit par une augmentation de la vitesse du gaz de telle sorte que les particules atomisées sont plus fines et réagissent plus fortement avec l'oxygène à cause de leur plus grande surface spécifique [52]. Ceci entraîne un accroissement des inclusions d'oxydes et de la perte éventuelle de carbone dans le dépôt, mais conduit à une diminution de la porosité [21,47].

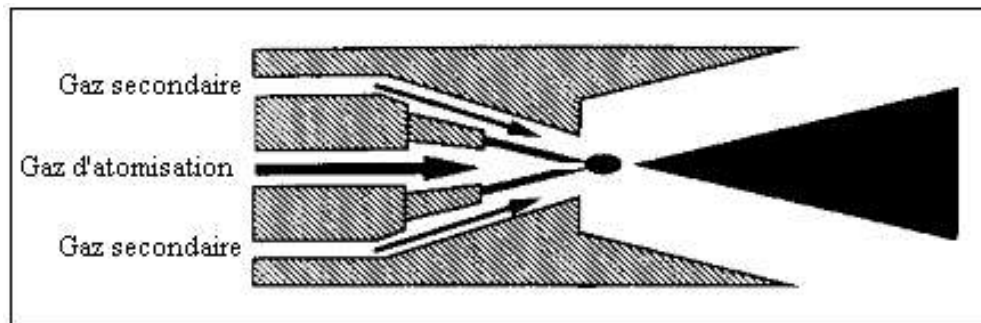
En général, des pressions d'atomisation élevées conduisent à des lamelles moins épaisses et une densité de dépôt plus élevée, parce que des particules plus fines ( $<30\mu\text{m}$ ) atteignent des vitesses plus élevées ( $>100\text{m/s}$ ). Pour la même raison, des pressions d'atomisation plus élevées ( $>0,4\text{MPa}$ ) entraînent une diminution de la rugosité du dépôt et généralement une meilleure cohésion de celui-ci et une meilleure adhérence au substrat [53].

Cependant, l'augmentation de la pression d'atomisation peut aussi avoir un effet néfaste sur la qualité du dépôt. En effet, lorsque les particules atteignent une vitesse trop importante ( $>100\text{m/s}$ ), ce qui arrive pour des pressions élevées, elles « explosent » au contact de substrat et cela se traduit par une diminution du rendement de projection. De plus, à la différence de la projection par flamme ou par plasma, la projection à l'arc électrique utilise un

gaz froid qui au lieu de chauffer les particules les refroidit considérablement. Aussi, une augmentation de la pression d'atomisation doit s'accompagner d'une réduction de la distance de projection pour conserver un état de fusion des particules satisfaisant à l'impact [54,55].

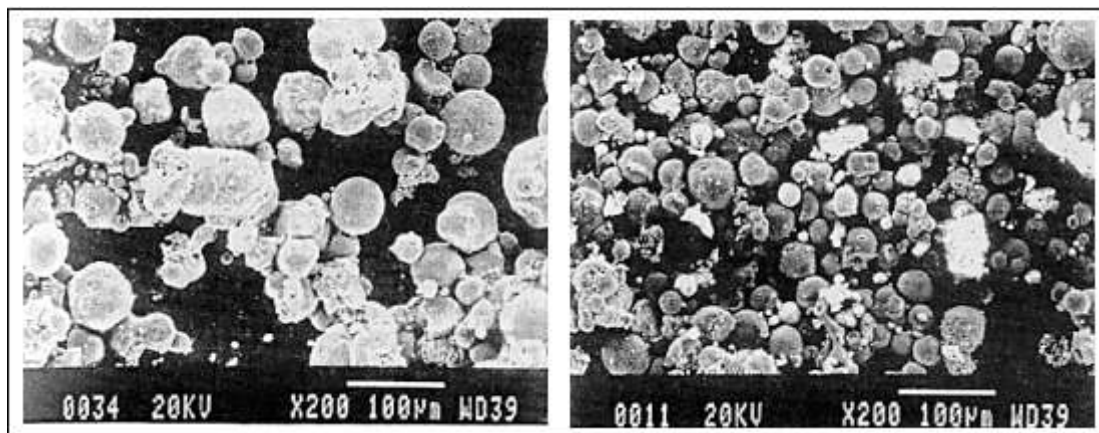
### 1.3.8 Gaz de gainage (gaz d'atomisation secondaire)

L'utilisation d'un gaz secondaire injecté en gainage autour des électrodes (cf. *figure 1.11*) diminue la largeur du jet tout en réduisant l'entraînement de l'air ambiant. Il permet également une fragmentation secondaire des gouttelettes et conduit aussi à une distribution plus uniforme de la taille des particules avec une augmentation significative de leur vitesse. Les dépôts réalisés présentent une rugosité et une oxydation inter lamellaire plus faibles, ainsi qu'une densité plus élevée [52].



**Figure 1.11 : Représentation en coupe d'une tuyère de gainage avec injection de gaz secondaire [52]**

Une étude réalisée avec des fils d'acier inoxydable montre que la vitesse des particules passe de 70m/s à 105m/s en utilisant le gaz secondaire (gaz de gainage) grâce à la concentration du jet des particules. La figure 1.12 montre l'évolution de la taille des particules, collectées en vol, avec l'emploi d'un gaz de gainage [50].



**Figure 1.12 : Evolution de la taille de particules d'acier inox sans (a) et avec (b) l'utilisation d'une atomisation secondaire [50] (100A, 30V, atomisation primaire : 0,55MPa, atomisation secondaire : 0,10MPa, gaz : air)**

Elle a également montré que l'utilisation d'un gaz d'atomisation secondaire peut améliorer l'adhérence du dépôt. Dans le cas de la projection d'acier inoxydable sur des substrats en aluminium, l'adhérence passe de 28MPa à 40MPa. Cette augmentation est principalement due au fait que les particules sont plus fines et acquièrent une vitesse plus élevée permettant de diminuer leur temps de vol et ainsi de conserver un meilleur état de fusion jusqu'à l'impact.

Cela a également pour effet de provoquer un meilleur étalement et une vitesse de trempe des lamelles plus élevée. De plus, le phénomène d'accrochage mécanique peut être renforcé par un phénomène supplémentaire. Ainsi, X. Wang et Heberlein ont suggéré qu'avec un gaz d'atomisation secondaire, trois types de mécanismes de liaison pouvaient intervenir entre les lamelles et le substrat :

- liaison physique due à l'action des forces de van der Waals entre le dépôt et le substrat (en général de quelque MPa) ;
- liaison mécanique : les particules fondues épousent les aspérités de la surface sur laquelle elles s'écrasent et pénètrent dans les infractuosités si leur viscosité est suffisamment faible. Lors de la solidification, elles s'accrochent mécaniquement autour de ces aspérités si la taille des pics multipliée par un facteur de 2 à 4 est égale au diamètre des lamelles. Cet accrochage mécanique est favorisé par l'usage d'un gaz d'atomisation secondaire qui se traduit généralement par une température des gouttelettes plus élevée à l'impact ;
- liaison métallurgique : elle est favorisée par la fusion locale du substrat et /ou l'inter diffusion d'éléments entre le substrat et les lamelles ou entre les lamelles. Toutefois, ceci implique pour la fusion locale du substrat que son effusivité<sup>6</sup> soit inférieure à celle des particules à l'impact et pour la diffusion des éléments, que la température soit supérieure à 800-900 °C pour le fer, ce qui à l'air libre entraîne généralement un fort développement de la couche d'oxyde préjudiciable à la diffusion métallique [52].

L'usage d'un gaz d'atomisation secondaire injecté en gainage autour des électrodes devrait permettre de diminuer d'une manière générale l'oxydation des gouttelettes par protection passive vis-à-vis de l'atmosphère extérieure, et également de diminuer la rugosité

<sup>6</sup> Effusivité :  $E = \sqrt{k\rho c_p}$  où K est la conductivité thermique de matériau (W/(m.K)),  $\rho$  est masse volumique (kg/m<sup>3</sup>) et  $C_p$  est sa chaleur spécifique (J/(kg.K))



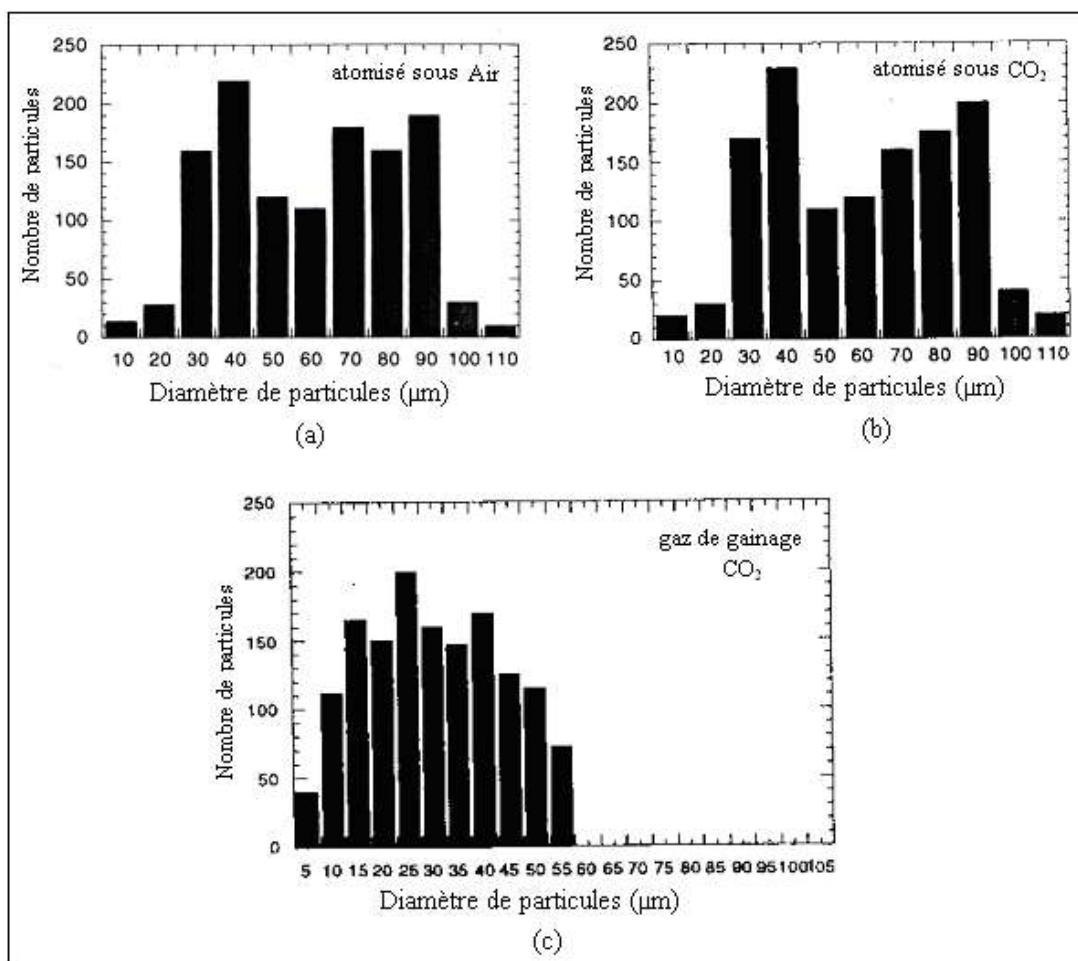
et la porosité par création de particules plus fines. Cependant, la réduction de diamètre des gouttelettes augmente sensiblement le taux d'oxyde dans le dépôt en raison d'une surface spécifique par unité de masse plus élevée.

De même, une faible taille des particules alliée à une vitesse trop élevée ( $>100\text{m/s}$ ), ce qui se produit pour des débits de gaz d'atomisation importants ( $>1000\text{ L/min}$ ), peut engendrer un phénomène d'éclaboussures à l'origine d'une chute du rendement de projection [57].

### 1.3.8.1 Nature et pression de gaz gainage

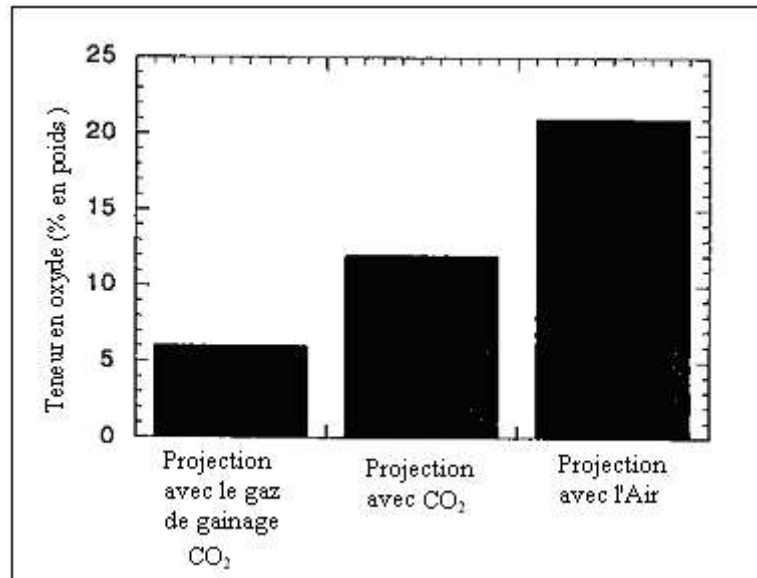
L'utilisation d'un gaz de gainage inerte conduit généralement à des vitesses de particules plus élevées, ce qui a pour conséquence des températures de particule plus élevées à l'impact sur le substrat en raison d'un temps de vol court, des dépôts moins oxydés et donc plus homogène et moins poreux [52]. Une étude réalisée sur des dépôts d'acier inoxydable montre que :

- le gaz de gainage  $\text{CO}_2$  a tendance à créer des particules plus petites et de taille plus uniforme (*cf. figure 1.13*),



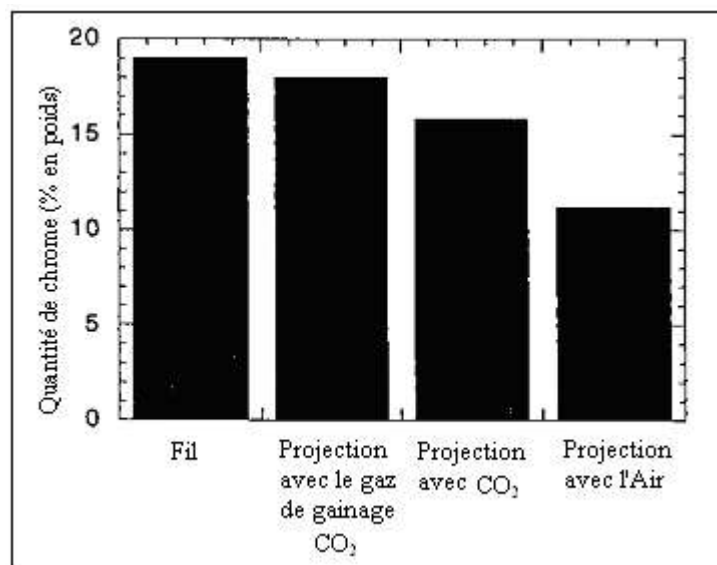
**Figure 1.13 : Distribution du diamètre des particules (a) atomisation sous air (b) atomisation sous CO<sub>2</sub> (c) atomisation sous air avec gaz d'atomisation secondaire : CO<sub>2</sub> [54].**

- les dépôts sont moins oxydés du fait de la protection du flux de particules (*cf. figure1.14*) ;



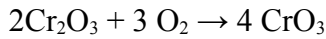
**Figure 1.14 : Proportion d'oxyde dans des dépôts d'acier inoxydable [54]**

- en utilisant un gaz de gainage, le dépôt contient moins de micro fissures car le nombre d'interfaces métal-oxyde, sièges de micro fissurations, est moindre ;
- pour le cas des dépôts d'alliage, la perte d'éléments en alliage est plus faible (*cf. figure1.15*).



**Figure 1.15 : Proportion de chrome dans les dépôts d'acier inoxydable [54]**

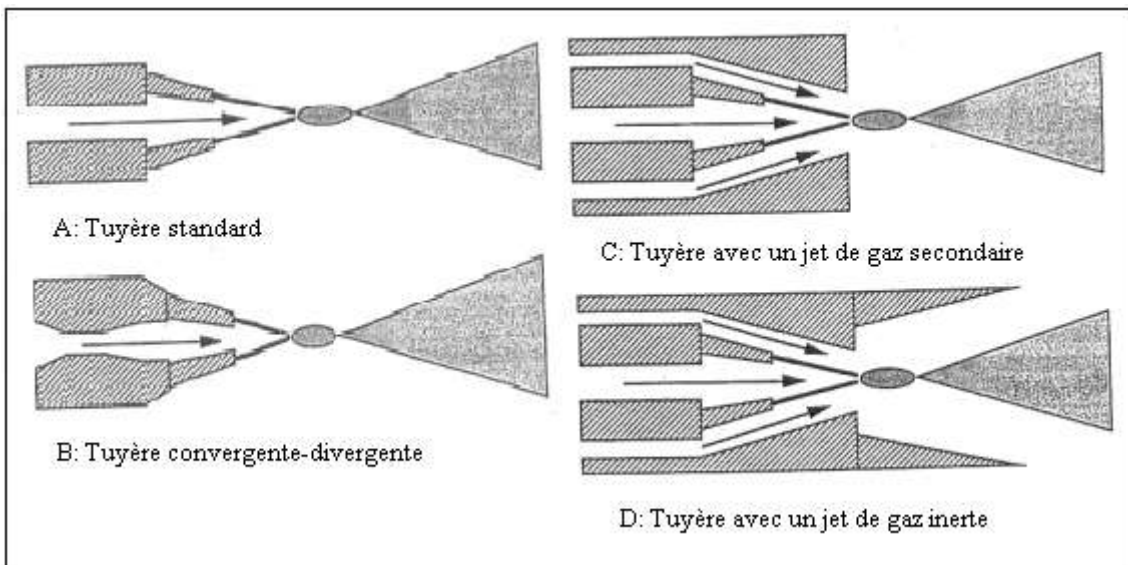
Par exemple, pour un dépôt d'alliage contenant du chrome, la réaction :



qui se produit à haute température (jusqu' à 1200 °C) est moins importante à cause de la diminution de l'oxygène entraîné avec le flux de particule [54].

### 1.3.9 Géométrie et diamètre de la buse du pistolet

La tuyère qui dirige le gaz d'atomisation sur l'extrémité des fils, peut avoir des formes variables (cf. figure 1.16).



**Figure 1.16 : Représentation en coupe de tuyères utilisées en projection arc-fil [52]**

Une étude sur l'influence des différentes formes de tuyère a montré que l'utilisation d'une tuyère de type convergent - divergent, permet d'obtenir un gaz d'atomisation moins turbulent au niveau des électrodes et ainsi d'améliorer l'atomisation par rapport à une tuyère standard [36].

L'utilisation d'une tuyère avec un convergent - divergent conduit à des vitesses de gaz, et donc de particules, plus élevées, mais également à des températures de particules plus élevées à l'impact. Celles-ci entraînent une viscosité plus faible des gouttelettes et donc une porosité plus faible des dépôts par rapport à ceux produits avec une tuyère conventionnelle. En outre, les dépôts obtenus avec une tuyère avec un convergent - divergent ont généralement des pores de tailles plus petites que ceux des dépôts obtenus avec une tuyère conventionnelle. L'utilisation d'une tuyère avec un jet de gaz secondaire (tuyère C de la figure 1.16) conduit à une distribution plus uniforme en taille des particules et à une vitesse plus élevée à l'impact, ce qui permet d'obtenir un dépôt plus dense et adhérent. L'utilisation d'une tuyère avec un jet

de gaz inerte (tuyère D) aide à limiter l'oxydation des particules en vol et, ainsi, permet d'obtenir un dépôt avec une plus faible teneur en oxyde [52].

L'étude de deux dépôts réalisés sous air (*cf. tableau 1.2*) avec des buses de 7,0 mm et 6,4 mm de diamètre permet de constater la différence de rugosité de la surface du dépôt liée à la variation du diamètre (d) de la buse. En effet, la vitesse du gaz d'atomisation varie à peu près comme  $1/d^2$ .

**Tableau 1.2 : Paramètres de projection pour un fil de NiCrAlY [37]**

Gaz	Diamètre de buse (mm)	Pression du gaz d'atomisation (MPa)	Courant (A)	Tension (V)	Distance de tir (mm)	<sup>7</sup> R de Projection (%)	Ra (µm)
air	7,0	0,55	150	33	100	63	18
air	6,4	0,55	150	33	100	63	13

Cependant, l'utilisation des buses de 6,4 mm avec une pression de 0,55 MPa engendre des perturbations de l'arc électrique qui se traduisent par des variations d'intensité de courant de 20 A (pour I=150A) et de tension de 2 V à 5 V (pour U=33V). Il s'avère donc nécessaire de diminuer la pression d'atomisation pour obtenir un fonctionnement stable. En effet, une pression excessive (par exemple : >0,5 MPa avec un diamètre de buse de 6,4 mm) provoque des turbulences au niveau des extrémités des électrodes, ce qui empêche l'arc électrique de s'accrocher correctement. Un fonctionnement normal est obtenu pour des pressions d'atomisation primaire et secondaire de 0,41 MPa.

Il est à noter qu'il est possible dans certaines conditions, d'atteindre 0,69 MPa avec la buse de 6,4mm de diamètre, sans qu'aucune instabilité significative ne soit observée. Il serait intéressant de poursuivre plus longuement l'investigation, en élargissant progressivement le diamètre de sortie de la buse de manière à observer les variations de stabilité de l'arc et les variations de propriétés des dépôts [37].

## 1.4. Substrat

Dans le cas de la projection thermique, l'état physico-chimique de la surface du substrat joue un rôle très important sur la structure des lamelles, la formation du dépôt et, par conséquent, son adhérence. Cette propriété est un critère de qualité important, car il est en

<sup>7</sup> R: rendement de projection

effet inutile de réaliser un revêtement aux propriétés remarquables, si celui-ci n'adhère pas à son substrat [58-59].

### 1.4.1 Préparation de substrat

Les techniques de préparation de surface doivent permettre de nettoyer les matériaux et de modifier l'état géométrique de leur surface. La réalisation d'un dépôt par projection thermique impose de réaliser une série d'opérations indispensables dans un ordre bien établi [55,60] :

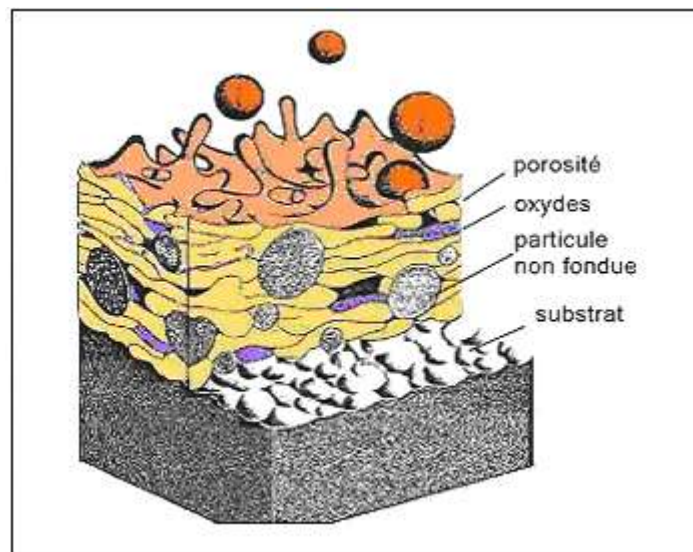
- un dégraissage qui consiste à débarrasser la surface des films passivants et des graisses. C'est la première étape de préparation des pièces destinées à être revêtues. En effet, elle a pour conséquence la destruction et l'élimination de la plupart des impuretés (graisses, inclusions superficielles, etc.) généralement responsables de la mauvaise tenue des revêtements ;
- un traitement mécanique appelé « sablage » ou projetage qui permet la création d'un état de surface rugueux. Après le nettoyage des pièces, il est nécessaire de créer une rugosité sur la surface à revêtir afin de permettre aux particules en fusion ou à l'état pâteux de venir épouser les rugosités de la surface et réaliser ainsi un bon accrochage mécanique. Outre la création d'une grande surface d'adhérence, la rugosité permet également de diminuer les contraintes résiduelles générées au sein du dépôt en empêchant leur addition par la séparation des grains écrasés, notamment pour les contraintes parallèles au substrat qui tendent à provoquer le décollement des dépôts.

En contrepartie, cependant, le sablage crée des contraintes de compression dans le substrat au voisinage de la surface sablée. Le sablage se fait généralement à l'aide de particules d'abrasifs, le plus souvent de l'alumine, entraînées par de l'air sous pression et dirigées sur le substrat. Un nettoyage ultérieur (par ultrasons et solvant par exemple) est indispensable pour éliminer les particules de sablage incrustées dans les creux et toute trace de graisse (introduite par exemple par l'air de sablage).

## 1.5 Construction du dépôt

La formation du revêtement est obtenue par l'impact, la déformation et la solidification rapide des particules sur le substrat. Le revêtement présente une structure lamellaire [61-62] comportant éventuellement des oxydes, des micro-porosités, des fissurations inter et intra lamellaires, des zones de contact entre lamelles et avec le substrat plus ou moins parfaites (*cf. figure 1.17*). La manière dont les gouttelettes s'étalent et se

solidifiant influe sur les caractéristiques du dépôt et notamment sur sa porosité. Par ailleurs, la formation des lamelles peut s'accompagner d'un phénomène d'éclaboussure à l'impact et /ou à la fin de la phase d'étalement. Les mécanismes d'étalement et de solidification des particules sont relativement complexes, car ils dépendent de l'énergie cinétique et thermique des gouttelettes, de leur viscosité et de leur mouillabilité vis à vis du matériau substrat, de la nature et de l'état de surface du substrat ainsi que de sa température [54]. Le phénomène d'éclaboussure peut être réduit en diminuant la taille des gouttelettes et/ou leur vitesse d'impact en jouant sur le débit du gaz d'atomisation ou sur la géométrie des buses.



**Figure 1.17 : Illustration schématique de la coupe d'un dépôt en croissance réalisé par projection thermique [19]**

Outre la porosité, une caractéristique des dépôts arc-fil est leur forte teneur en oxyde comparée à celles des dépôts réalisés par d'autres techniques de projection thermique.

### 1.5.1 Phénomènes d'oxydation

L'inclusion d'oxydes dans les dépôts tend généralement à dégrader leurs propriétés : ils présentent des lamelles moins fortement liées, une composition chimique hétérogène et des contraintes internes résultant de la différence de coefficient de dilatation thermique entre oxydes et métaux.

Les phénomènes d'oxydation mis en jeu en projection arc-fil peuvent intervenir à différents stades du procédé [63-64] :

- oxydation des gouttelettes métalliques chauffées en vol,
- oxydation pendant la phase de formation des lamelles sur le substrat,

- oxydation de la surface du dépôt lors de son refroidissement.

Ce dernier mécanisme est généralement négligeable compte tenu de la température atteinte par le substrat (100-200°C).

### 1.5.1.1 Oxydation des gouttelettes en vol

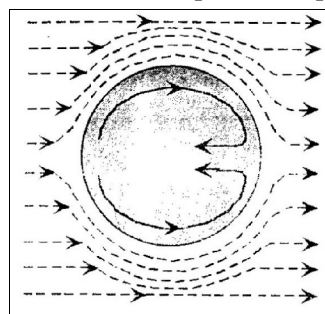
L'importance de l'oxydation des gouttelettes en vol dépend [65-67] :

- de la nature du matériau projeté,
- de la température des gouttelettes,
- du temps de séjour des particules en vol, donc de leur vitesse et de la distance de tir,
- de la quantité d'oxygène présente au voisinage des gouttelettes,
- de la cinétique des réactions d'oxydation,
- des mécanismes de diffusion de l'oxygène vers le cœur des particules.

La quantité d'oxygène présent dans le jet provient du gaz d'atomisation s'il s'agit d'un gaz oxydant comme l'air, mais aussi de l'entraînement de l'air ambiant à la sortie de la tuyère.

L'oxydation des particules en vol peut être due à deux mécanismes :

- 1)- la diffusion de l'oxygène dans les gouttelettes fondues ;
- 2)- des mouvements de convection induits au sein de la gouttelette liquide par l'écoulement du gaz d'atomisation (*cf. figure 1.18*). Ces mouvements entraînent de l'oxygène et des oxydes vers le centre de la gouttelette, et amènent du métal « frais » en surface qui peut alors s'oxyder. De tels mouvements se produisent pour des différences de viscosité cinématique entre le gaz et la particule importantes ( $v_{\text{gaz}} / v_{\text{particule}} > 50$ ) et pour un nombre de Reynolds de la particule supérieur à 20. Ce phénomène est donc favorisé par des vitesses de gaz d'atomisation élevées [64,68,69].



**Figure 1.18 : Mouvements convectifs au sein d'une gouttelette [67]**

L'oxydation en vol peut être donc relativement importante et ne doit pas être sous-estimée.

### 1.5.1.2 Oxydation lors de la formation du dépôt

Il est possible de distinguer 2 types d'oxydations [70] :

1)-l'oxydation des lamelles : elle est généralement peu importante car les lamelles ne sont soumises à l'air ambiant que pendant quelques microsecondes, avant qu'elles ne soient recouvertes par d'autres lamelles ;

2)-l'oxydation entre deux passes successives : elle peut être non négligeable puisqu'il peut s'écouler quelques secondes à quelques heures entre deux passes successives suivant la taille de la pièce et la vitesse pistolet-substrat. L'étape limitante est la diffusion de l'oxygène à travers la couche d'oxyde en surface. Elle dépend en grande partie de la température du couple dépôt /substrat pendant et après le tir. Cependant, ce type d'oxydation est limitée en projection arc-fil car la température du substrat dépasse rarement les 200 °C

## 1.6 Caractéristiques du dépôt

### 1.6.1 Microstructure

Les particules fondues s'écrasent sur le substrat où des particules sont déjà déposées et forment de fines lamelles qui s'adaptent aux irrégularités de la surface. Le temps de solidification d'une particule projetée est de l'ordre de la microseconde à la dizaine de microsecondes [71-74].

Les caractéristiques de la microstructure dépendent, d'une part, des paramètres des particules à l'impact (vitesse, taille, état de fusion et état chimique) et d'autre part, des paramètres du substrat (matière, rugosité, état chimique de la surface et température) [75-83].

### 1.6.2 Teneur en oxydes et porosité

Fondamentalement, trois paramètres principaux, la vitesse, la température et la taille de particules, influencent la porosité et la teneur en oxydes des dépôts. La fraction d'oxydes dans le dépôt est inversement proportionnelle au diamètre et à la vitesse de particules et directement proportionnelle à la température de surface des particules [84,85]. L'augmentation de la température des particules se traduit par une diminution de leur viscosité et la rugosité du dépôt est réduite.

On peut distinguer trois types de porosités. La première est la porosité fermée avec des pores entièrement inclus dans le dépôt. La seconde est la porosité ouverte avec des pores qui présentent une « extrémité » fermée et une autre ouverte au niveau de la surface du dépôt ou



de la surface de coupe. La troisième concerne les pores ou plutôt des fissures qui traversent le dépôt, de sa surface jusqu'au substrat [86].

### 1.6.3 Adhérence et dureté

Plusieurs mécanismes interviennent sur l'adhérence du dépôt au substrat tels que la diffusion, les réactions chimiques, des forces électrostatiques, l'accrochage mécanique, etc. [87,88]. Cependant, dans le cas des dépôts élaborés par projection à l'arc, l'adhérence est générée essentiellement par trois types de liaisons [52,89], comme nous l'avons déjà évoqué au paragraphe 1.3.8 :

- 1- l'accrochage mécanique,
- 2- les liaisons chimiques,
- 3- les liaisons métalliques.

En considérant la solidification rapide des particules et la microstructure lamellaire des dépôts, l'accrochage mécanique est le mécanisme principal d'adhérence. Le comportement mécanique du dépôt et en particulier son adhésion/cohésion dépendent de la morphologie des lamelles, des aires de contact réel entre les lamelles ainsi que de la rugosité du substrat [90-94].

La préparation du substrat avant projection détermine donc en grande partie l'adhérence finale du dépôt. Ainsi, un sablage adapté (particules projetées, contrôle des contraintes de compression générées au voisinage de la surface et conditions de préchauffage éventuel du substrat) favorisera l'accrochage mécanique des particules. De plus, les opérations de nettoyage et de dégraissage du substrat ainsi que l'élimination des résidus de sablage favorisent un bon contact entre les lamelles étalées et le substrat [60,91].

La micro dureté est une propriété significative parce qu'elle donne une indication de la résistance à l'usure abrasive. Elle est affectée par la teneur en oxydes et la porosité du dépôt. La dureté des dépôts dépend donc de la nature du gaz de projection. Pour des dépôts d'acier, il a été observé que, avec de l'air comme gaz d'atomisation, une teneur en oxydes plus élevée conduit à une dureté plus élevée, mais en utilisant de l'azote, une meilleure conservation du carbone permet aussi une augmentation de la dureté avec une teneur en oxyde limitée. L'augmentation de la porosité se traduit également par une diminution de la dureté moyenne du dépôt [52,84].

### 1.6.4 Résistance à la corrosion

La corrosion, et en particulier l'oxydation, reste l'un des plus grands problèmes techniques auquel on doit faire face. Chaque année dans les pays développés, la corrosion détruit l'équivalent de 3 à 5 % du produit intérieur brut. Les dépôts réalisés par projection thermique peuvent en particulier prémunir de la corrosion des structures en acier et en fer [95].

La résistance à la corrosion des dépôts dépend de leur microstructure et de la résistance à la corrosion des matériaux qui les constituent. Il faut en effet prendre en compte la corrosion du substrat au travers des pores traversants ou d'autres défauts dans le dépôt et les surfaces au contact. Il peut également se produire une corrosion galvanique du dépôt ou du substrat. Celle-ci peut aussi se produire entre deux phases ou constituants du dépôt lui-même. Le colmatage d'un dépôt poreux peut diminuer significativement le risque de corrosion générale et galvanique du dépôt [96,97].

Les dépôts réalisés par projection thermique ont fondamentalement trois inconvénients quand ils sont utilisés pour lutter la corrosion. Le premier point faible est la teneur en oxydes qui est générée pendant la projection. Il convient de noter que la présence d'oxydes dans le dépôt diminue sa passivité [98,99]. Le deuxième inconvénient réside dans la présence de pores ouverts et de fissures entre les lamelles, par lesquelles les environnements corrosifs pénètrent jusqu'au substrat. Les espaces entre les lamelles sont à l'origine également de la corrosion caverneuse. Le troisième est la dégradation des matériaux constitutifs des dépôts pendant la projection. Certains éléments tels que le chrome et l'aluminium sont partiellement oxydés. En raison de ce phénomène, la composition chimique du dépôt est différente de celle du matériau projeté [100-102].

### 1.6.5 Usure

Il existe trois principaux types d'usure : adhésif, érosif et abrasif. Des dépôts de natures différentes peuvent être employés efficacement pour combattre ces mécanismes d'usure, y compris lorsque celle-ci est accompagnée de phénomènes de corrosion, à température ambiante ou élevée.

L'usure adhésive est provoquée par le transfert de matière d'une surface à l'autre de deux pièces en contact et en mouvement relatif. La composition, la microstructure et la topographie de la surface, la présence ou l'absence des lubrifiants ou d'autres médias, la charge et la vitesse de contact, et la température affectent ce type d'usure.

L'usure érosive est provoquée par l'impact sur la surface d'un fluide, contenant une suspension des particules dures. Le taux d'érosion est fonction de l'angle d'impact, de la composition et de la microstructure de la surface et des particules impactantes, de la vitesse, de la taille, de la forme et de la masse de ces particules, et des températures du fluide et de la surface [92,96].

L'usure abrasive correspond à une perte progressive de matière à la surface de travail d'un corps et résultant d'un mouvement relatif au niveau de cette surface (cf. figure 1.19).

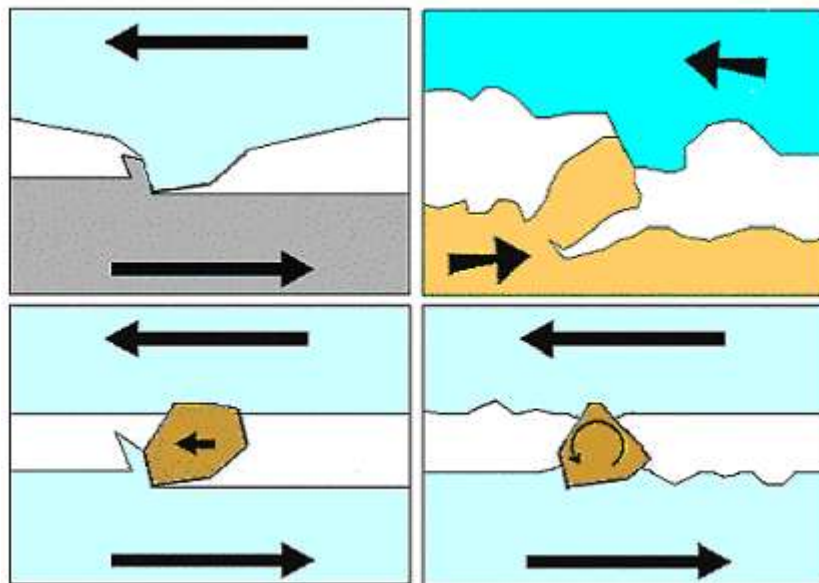


Figure 1.19 : Schéma de principe de l'usure abrasive [19]

Une loi généralisée d'usure par abrasion a été proposée sous la forme [103] :

$$W = \frac{KFL}{3H} \quad (1-2)$$

Avec

$$K = K' \lambda \left[ 1 - \exp \left( - \ln 2 \left( \frac{Ha}{mH} \right)^{1+2m} \right) \right]$$

Où

W, est l'usure volumique du matériau soumis à l'abrasion,

m<sup>3</sup>

Ha, la dureté de l'abrasif,

N/m<sup>2</sup>

H, la dureté du matériau soumis à l'abrasion,

N/m<sup>2</sup>

m, le coefficient létal d'abrasion,	constant
L, la longueur du contact,	m
F, la force appliquée,	N
$\lambda$ : le facteur d'angularité de l'abrasif,	constant

et  $K'$ (constant), un coefficient caractéristique de l'écoulement du matériau soumis à l'abrasion.

En général, un matériau mou et malléable conduit à une usure uniforme tandis que pour un matériau plus dur, l'usure est plus localisée dans la région inter lamellaire ou les couches d'oxydes forment des points faibles et entraînent le décollement des lamelles [104].

Pour le cas de dépôts élaborés par projection thermique, la perte volumique ( $W$ ) dépend des caractéristiques suivantes :

- la nature chimique du dépôt (composition et homogénéité),
- la microstructure (porosité et teneur en oxyde),
- la dureté du dépôt,
- l'adhérence du dépôt (mode d'accrochage, ...),
- l'épaisseur du dépôt.

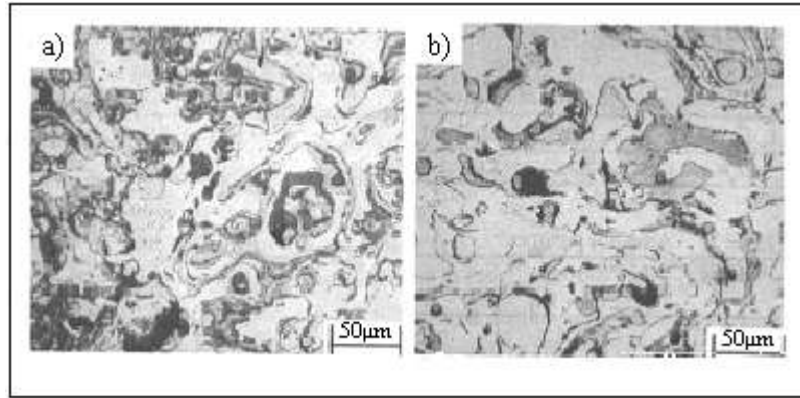
## 1.7 Dépôts considérés dans cette étude

### 1.7.1 Dépôt d'acier inoxydable 316L

Les dépôts élaborés par projection thermique exposés aux environnements corrosifs réagissent généralement plus que les matériaux à base d'acier inoxydable. Ce comportement est essentiellement lié à la porosité dans les dépôts, et à la non homogénéité chimique provoquée par l'oxydation du chrome et de fer pendant l'opération de projection.

La microstructure des dépôts d'acier inoxydable 316L projetés par arc se présente en microscopie optique comme une matrice blanche avec des inclusions (grises) et des trous (noirs) (*cf. figure 1.20*).

Les inclusions contiennent essentiellement trois phases : une phase appauvrie en chrome, de l'oxyde de chrome et de l'oxyde de Fe-Cr. La phase appauvrie en chrome est généralement séparée ou mélangée avec l'oxyde de chrome alors que l'oxyde de Fe-Cr est dispersé de manière aléatoire dans la matrice d'acier inoxydable.



**Figure 1.20 : Microstructures de dépôts 316L projetés par arc. Atomisation sous (a) air ; (b) CO<sub>2</sub> [98]**

Les résultats des analyses d'images montrent qu'en utilisant de l'air comme gaz d'atomisation, les inclusions sont plus larges que dans les dépôts réalisés avec un gaz d'atomisation neutre comme l'azote ou CO<sub>2</sub>. Parmi ces phases, la phase appauvrie en chrome et l'oxyde de chrome diminuent la résistance à la corrosion. La porosité peut conduire à la détérioration du substrat dans des environnements corrosifs. Le colmatage de la porosité des dépôts par des polymères peut être une manière efficace de protéger le substrat contre la pénétration de solutions corrosifs [98].

L'oxydation du matériau constitutif du dépôt intervient habituellement pour n'importe quel procédé de projection thermique sous air. Dans le procédé conventionnel de projection arc fil, l'air est employé pour atomiser et projeter les particules fondues vers le substrat et cela entraîne une forte teneur en oxydes dans les dépôts de matériaux ou d'alliages métalliques. L'analyse RX avec la méthode Rietveld de dépôts d'acier bas carbone projeté à l'arc a montré que la quantité de fer non oxydée était de moins de 40% (en poids), le reste du fer étant présent dans le dépôt sous forme d'oxydes FeO et Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> [105]. Les résultats sont récapitulés dans le tableau 1.3.

**Tableau 1.3 : Résultats de l'analyse Rietveld d'un dépôt d'acier bas carbone projeté par arc fil [105]**

Matériau	Quantité (% en poids)
Fe	36,9
FeO	48,0
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	15,1

Comparés aux dépôts d'acier bas carbone, les dépôts d'acier 316L ont une microstructure lamellaire plus fine et plus homogène qui conduit à une résistance à l'usure plus uniforme [106]. Une étude réalisée sur un dépôt 316L a montré que  $FeCrO_4$  est la principale phase d'oxyde dans les dépôts 316L [64].

L'acier inoxydable 316L a été déposé sur un substrat de même nature par les procédés de projection HVOF et arc électrique [108]. Pour la technique de projection par arc électrique, l'azote et l'argon ont été employés comme gaz primaire et secondaire (gaz de gainage) pour produire des dépôts avec différentes teneurs en oxyde. Les quantités d'oxyde et de pores ont été déterminées par analyse d'image des coupes transversales des dépôts. Les résultats de cette étude sont résumés dans le tableau 1.4. Quand l'air est employé comme gaz primaire et secondaire, 13 à 15 % (en vol.) de l'acier inoxydable ont été oxydés alors qu'avec l'azote ou l'argon, l'oxydation peut être réduite de moitié. Les dépôts réalisés par HVOF présentent une teneur en oxyde de 2 % (en vol).

L'étude réalisée sur des dépôts de 440C, de Duocor, de 95MXC et de 316L montre que le dépôt de 316L est homogène alors que tous les dépôts composites à matrice métallique ne sont pas complétement homogènes. Ils présentent diverses phases, des pores, des fissures et des oxydes. La taille des lamelles des dépôts de 440C, de Duocor et de 95MXC est tout à fait semblable, mais la structure lamellaire du dépôt 316 est plus fine que celle des autres alliages.

**Tableau 1.4 : Comparaison de la teneur en oxyde et de la porosité de dépôts d'acier inoxydable 316L projetés par arc-fil et HVOF [107]**

Procédé de projection	Porosité (% en vol)	Teneur en oxyde (% en vol)
HP / HVOF	<1	2
Arc air	4,5	12,9
Arc azote	5,8	5,6
Arc argon	6,1	6,6

Les procédés de projection plasma à l'air (APS) et HVOF ont également été employés pour produire des dépôts d'acier inoxydable 316L. L'oxydation du matériau projeté a pu être réduite de manière significative en utilisant le procédé HVOF avec des paramètres appropriés. Les dépôts réalisés par HVOF sont plus denses et plus durs que ceux produits par APS. Les dépôts réalisés par HVOF présentent également le meilleur comportement à la corrosion. Le

comportement à la corrosion des dépôts dépend cependant fortement des conditions de corrosion. Aussi, un dépôt de HVOF dans une solution de  $H_2SO_4$  tient moins bien à la corrosion qu'un dépôt réalisé par projection plasma à l'air dans une solution d'acide citrique ( $C_6H_8O_7$ ) [108-109].

L'acier inoxydable 316L a été également déposé par le procédé HVOF pour différentes conditions de tir. Les résultats montrent que la teneur en oxydes dépend fortement des conditions de projection. Pour des conditions de projection optimisées, il est possible d'obtenir des dépôts sans porosité ou presque mais le plus souvent de fortes teneurs en oxydes sont mesurées [110].

Dans une autre étude, quatre sortes de poudre d'acier inoxydable ont été utilisées pour réaliser des dépôts par deux techniques de projection HVOF, par projection plasma et par projection à la flamme [99]. La résistance à la corrosion des dépôts a été évaluée par des études de polarisation et des essais d'immersion. La porosité des dépôts HVOF était inférieure à 1 %, ce qui correspond à la même valeur que celle mentionnée ci-dessus. Les dépôts d'acier inoxydable 316L projetés par plasma ont une résistance à la corrosion inférieure à celle de l'acier brut de même composition. Ceci est dû à l'hétérogénéité de la microstructure des dépôts conduisant à une passivité limitée. Cependant, les dépôts réalisés par HVOF ont une résistance à la corrosion supérieure à ceux déposés par les autres procédés de projection utilisés.

Dans une autre étude, un alliage de Fe-20%Cr-18%Ni-6.2%Mo-0.8%Cu-0.2%N a été projeté par APS, par APS avec un gaz de gainage (argon), par deux procédés HVOF, par une technique de dépôt par canon à détonation (DGS) et par plasma sous vide (VPS). Les propriétés des dépôts, y compris la porosité, ont été comparées par observation au microscope. La résistance à la corrosion des dépôts dans une solution de NaCl de 3,5 % et dans une solution d'acide sulfurique a été examinée à l'aide de méthodes électrochimiques [98]. La porosité minimale est obtenue avec le procédé HVOF où les particules qui impactent sur le substrat sont complètement fondues alors que la teneur minimale en oxyde est obtenue par le procédé VPS.

Un système d'injection en vortex d'un gaz de gainage inerte a été développé puis adapté sur le procédé de projection HVOF [111]. L'acier inoxydable 316L, l'Hastelloy C, B, la Stellite 6 et 21 ont été déposés par ce procédé. Des dépôts sans presque aucun défaut, denses et propres ont été obtenus. Ces dépôts d'alliage peuvent jouer le rôle de véritables barrières contre la corrosion notamment dans l'industrie pétrolière, ils présentent un

comportement à la corrosion proche de celle obtenue avec les matériaux forgés correspondants.

### 1.7.2 Dépôts durs résistant à l'usure

Des dépôts de natures différentes peuvent être employés efficacement pour combattre l'usure abrasive, adhésive ou érosive, y compris pour des applications qui nécessitent une résistance à l'usure et à la corrosion, aux températures ambiantes ou élevées [112].

Les dépôts de carbure se révèlent souvent un excellent choix pour des applications contre l'usure et la corrosion. Ces dépôts se composent de petites particules en céramique incrustées dans une phase intermédiaire métallique. Ainsi, les dépôts à base de WC-Co et  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ , sont utilisés en remplacement des dépôts de chrome dur [113-115].

Les matériaux à base de carbure de tungstène avec un liant cobalt (WC-Co) sont employés intensivement dans l'industrie dans leur forme massive ou sous forme de dépôts réalisés par projection thermique pour des applications nécessitant une résistance à l'abrasion, au glissement, à la corrosion et à l'érosion. Les particules dures de WC sont le constituant majeur dans la résistance à l'usure, alors que le liant de cobalt apporte la ténacité et le support. Des propriétés telles que la dureté et la résistance à l'usure sont influencées principalement par la taille des grains de WC et leur fraction volumique et par la porosité et la composition de la phase liante [86].

Parmi les quatre types de dépôts ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , WC-Co,  $\text{Cr}_3\text{C}_2$ -NiCr et  $\text{TiO}_2$ ), le dépôt  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  possède le plus bas coefficient d'usure. La résistance d'un dépôt  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  à l'usure par érosion avec une poudre de céramique ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) augmente avec la température, grâce à la formation d'un film protecteur se composant de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , d'  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et de verre de  $\text{SiO}_2$  sur la surface du dépôt  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  [92,93,116,117].

Des microfissures peuvent se former très facilement dans les lamelles de matériaux fragiles comme les céramiques à cause des contraintes en tension qui apparaissent lors du refroidissement des lamelles. De telles microfissures conduisent à une augmentation de la porosité [93].

Nous allons présenter quelque type types de dépôts durs ( $\text{Cr}_3\text{C}_2$  ; WC-Co ; WC-Co-Cr ;  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) utilisées pour leur résistance à l'usure. Ils sont projetés par différents procédés de projection thermique.



### 1.7.2.1 Dépôts durs réalisés à partir de fils fourrés

Les dépôts de carbure sont généralement projetés par HVOF. Cependant, des dépôts résistants à l'usure abrasive peuvent être obtenus par projection arc-fil avec des fils fourrés contenant des particules en céramique dures. Évidemment, la résistance à l'usure abrasive des cermets augmente avec la proportion en céramique.

Une étude réalisée sur des dépôts de 440C, de Duocor, de 95MXC et de 316L par arc-fil montre que le comportement des matériaux projetés par arc à l'érosion sèche dépend de la taille de particules érodantes. Pour des particules érodantes de grande taille, l'érosion relative des dépôts est presque indépendante de l'angle d'attaque. Pour des particules plus petites en taille, l'effet d'angle est le facteur dominant. Il affecte la perte volumique sous érosion sèche [118].

L'étude de dépôts de 316-TiB<sub>2</sub> réalisés par S. Dallaire et H. Levert [119] montre que la résistance à l'usure des dépôts d'acier 316-TiB<sub>2</sub> produits par projection arc-fil dépend de la proportion de TiB<sub>2</sub> dans le fil fourré ainsi que d'autres additifs (Sn, CuSn, Si, Ti, W,...). Ils ont proposé une relation entre la perte volumique de dépôt par abrasion et les pertes volumiques de composants (1-3).

$$\frac{1}{W} = \frac{f_1}{W_1} + \frac{f_2}{W_2} \quad (1-3)$$

Où

W : est la perte volumique du dépôt, m<sup>3</sup>

W<sub>1</sub> : la perte volumique du premier composant, m<sup>3</sup>

f<sub>1</sub> : la fraction volumique du premier composant, % en vol

W<sub>2</sub> : la perte volumique du deuxième composant, m<sup>3</sup>

et

f<sub>2</sub> : la fraction volumique du deuxième composant % en vol

Le remplissage d'un fil fourré avec des poudres de ferro-alliages diminue le niveau d'oxydation du matériel d'atomisation en cours de formation du dépôt et conduit à l'amélioration des propriétés physico-mécaniques et de service des dépôts projetés par arc-fil. L'aluminium, le ferrochrome, le ferrobore, le calcium et l'alliage de Ni-Al-Co (REM) possèdent de telles propriétés [121]. Les fils avec une teneur élevée en carbures améliorent la résistance à l'usure des dépôts. Les dépôts de cermets par projection arc-fil montrent une

résistance à l'usure abrasive aussi bonne que des dépôts de WC-Co-Cr 86/10/4 élaborés par HVOF conventionnel [53].

Une étude réalisée sur les dépôts à partir de fils fourrés montre que l'addition de la poudre d'Al au fil conduit à l'amélioration des propriétés mécaniques du dépôt. La force de rupture augmente de 180 à 230MPa. L'augmentation du contenu d'Al dans la composition de poudre jusqu'à 30% (en poids) induit une augmentation de la dureté du dépôt. Ceci est dû à la réduction de la porosité du dépôt et en même temps à un dépôt de structure plus homogène [106].

Une étude réalisée par M. Shining par arc-fil montre que les propriétés tribologiques du dépôt composite métal-céramique qui contient des particules d' $Al_2O_3$  sont bien meilleures que celles du dépôt d'aluminium. Les particules dures dans le dépôt composite amplifient considérablement sa résistance à l'usure et maintiennent le coefficient de frottement au-dessus de 0,7 pendant plus longtemps [121]. La résistance à l'usure érosive des dépôt de fil fourré  $Fe_3Al/WC$  est 3,14 fois plus grande que celle de l'acier 1018 sous un angle d'incidence de  $30^\circ$  à  $650^\circ C$  [122, 123].

#### 1.7.2.2 Comparaison avec les dépôts durs réalisés par HVOF et plasma

Une étude réalisée par S. Dallaire [103] sur les dépôts durs montre que la perte volumique due à l'abrasion du dépôt (*cf. figure 1.21*) de Alpha-1800 projeté par arc est 15 fois moins importante que celle du matériau massif. Se rangeant entre le dépôt de WC-Ni par HVOF et le dépôt de WC- NiCr par Lasercarb, la perte volumique d'abrasion d'un dépôt de Alpha-1800 est 2 fois moins grande que celle de (Fe-Cr-C) et 24 fois moins grande que celle de l'acier 1045 projeté par arc. La signification de la dureté quant au comportement à l'usure observé ne peut pas être déterminée directement.

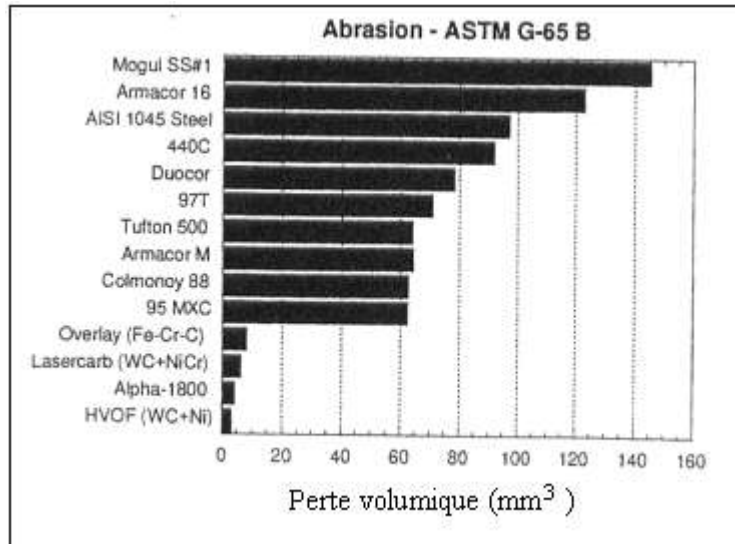


Figure 1.21 : Résistance à l'usure des dépôts et des matériaux massifs [124]

Évidemment, tous les matériaux examinés contiennent un mélange de zones dures et de zones tendres dont l'essai de dureté ne peut pas tenir compte en raison de la taille de ces phases et de la méthode employée pour déterminer leur dureté (cf. figure 1.22).

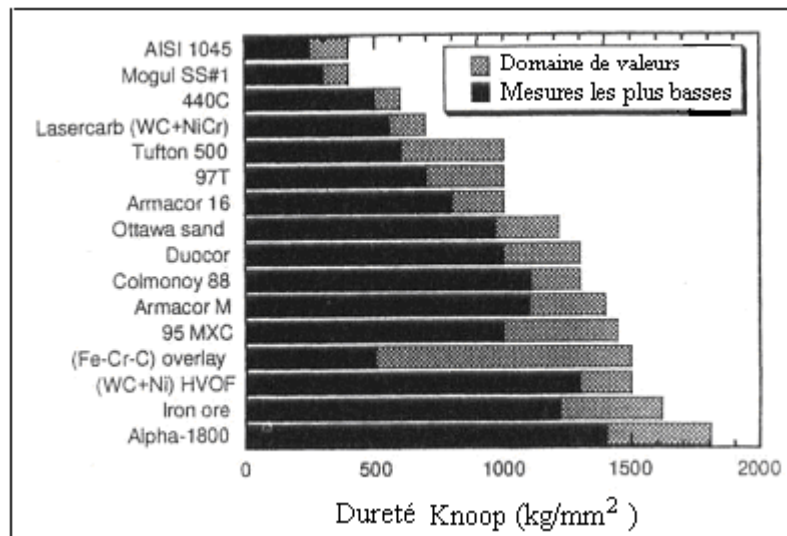


Figure 1.22 : Dureté des dépôts, des matériaux massifs et des particules érosives [124]

Cependant, le dépôt de WC-Ni par HVOF et les dépôts Alpha-1800 qui peuvent résister à l'impact des particules angulaires dures présentent la dureté la plus élevée.

Le dépôt métallique du procédé HVOF a été réalisé avec des poudres d'alliage à base de nickel dont la taille était comprise entre 75 et 104  $\mu\text{m}$ . Le dépôt composé de particules partiellement fondues présentait une microstructure dense et une force d'adhérence au substrat de 76MPa, deux fois plus élevée que celles du dépôt obtenu avec une poudre de 45-74 $\mu\text{m}$  de diamètre. Une grosse gouttelette à l'état partiellement fondu est plus efficace pour

l'amélioration de l'adhérence d'un dépôt métallique réalisé avec le procédé HVOF qu'une petite gouttelette, qui est également partiellement fondu. On peut suggérer que des particules totalement fondues conduisent essentiellement à un effet mécanique de liaison qui atteint une force adhésive limite de 40 à 50MPa [125].

### 1.7.2 Dépôts métalliques amorphes ou partiellement amorphes

Récemment sont apparus des poudres ou fils d'alliages métalliques destinés à la projection thermique et présentant la capacité de former un revêtement amorphe ou partiellement amorphe. Ces dépôts sont généralement destinés à des applications anti-usure ou à des applications combinant anti-usure et anti-corrosion.

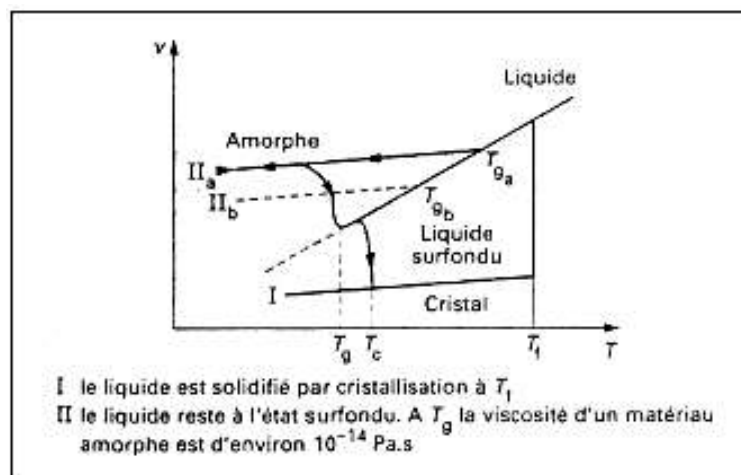
En projection thermique, les couches sont élaborées par l'empilement de particules qui impactent dans un état fondu ou partiellement fondu sur le substrat. La solidification de ces gouttelettes est généralement accompagnée par un phénomène classique de nucléation et de croissance. Cependant, dans ces techniques de dépôt, la vitesse de trempe des lamelles sur le substrat est supérieure à  $10^6\text{K/s}$  et peut atteindre  $10^8\text{K/s}$  au début de la phase de refroidissement. Cette vitesse de trempe dépend de l'efficacité du transfert de chaleur de la lamelle au substrat [126]. Elle peut permettre le maintien à basse température d'un état structural stable à plus haute température et en particulier, pour certains alliages métalliques de figer l'état structural désordonné du liquide. Cependant, le matériau est dans un état métastable et généralement un chauffage ultérieur à une température suffisante l'amènera à retourner à l'état cristallisé par un processus de germination et croissance. Si la température est trop basse ou le temps de maintien trop court, la structure peut évoluer au chauffage tout en restant amorphe.

Les phénomènes de cristallisation et de relaxation ont été très étudiés en raison des importantes variations de propriétés qui les accompagnent, telles que la fragilisation ou l'amélioration des propriétés mécaniques. La connaissance de cette évolution est essentielle pour les applications. Au cours du refroidissement d'un alliage liquide dans les conditions usuelles, le volume massique diminue avec la température et lorsque la solidification intervient, cette transformation s'accompagne d'une chute brutale du volume, de la viscosité, de l'enthalpie et de nombreuses autres propriétés (figure 1.23, courbe I). Si le refroidissement est suffisamment rapide, l'alliage reste liquide à l'état surfondu, la contraction volumique est linéaire jusqu'à une température  $T_g$  dite température de transition vitreuse. En dessous de  $T_g$ , il

Il y a un changement de pente lié au fait que la mobilité atomique ne peut plus suivre la contraction volumique (figure 1.23, courbe II) [127].

Sur la figure 1.23, la courbe IIa traduit un refroidissement plus rapide que celui de la courbe IIb et  $T_{ga} > T_{gb}$ . Les deux états correspondent à des répartitions atomiques voisines mais différentes, avec une densité plus faible, un volume libre plus important pour la vitesse de trempe la plus élevée. A  $T_g$ , la viscosité est de l'ordre de  $10^{14}$  Pa.s.

Au cours du chauffage, le volume de l'échantillon rejoint la courbe de l'état surfondu vers  $T_g$ , puis lorsque la température s'élève, la cristallisation intervient et il rejoint la courbe de l'état cristallisé. Les courbes d'analyses thermiques différentielles ATD traduisent cette évolution en enregistrant les variations de température ou de flux de chaleur.



**Figure 1.23 : Variation du volume spécifique et courbe d'analyse thermique d'un alliage au cours du refroidissement [127].**

Lorsque l'on chauffe un échantillon amorphe, il y a une température  $T_c$  pour laquelle le matériau métastable retrouve son état normal par cristallisation. Cette transformation se traduit par une variation importante de l'ensemble des propriétés. La température de cristallisation est une caractéristique de la composition chimique d'un alliage. Comme la solidification, la cristallisation est un phénomène exothermique et les méthodes calorimétriques permettent d'en avoir une bonne connaissance phénoménologique et thermodynamique : température de cristallisation, différentes étapes du phénomène, enthalpie de cristallisation.

Les facteurs critiques qui contrôlent la formation de la phase amorphe lors de la projection thermique sont :

- 1- la composition chimique des matériaux projetés,

- 2- la température du substrat,
- 3- la qualité du contact entre les lamelles qui détermine le coefficient de transfert thermique,
- 4- l'épaisseur des lamelles.

Cette épaisseur de lamelles dépend de la vitesse des particules à l'impact, de la viscosité du matériau liquide et de sa tension superficielle.

Les oxydes qui se forment pendant l'atomisation et le traitement des gouttelettes en vol peuvent modifier la qualité du contact entre les lamelles et avec la couche sous-jacente mais aussi favoriser la phase de nucléation.

### 1.7.3.1 Propriétés des dépôts métalliques amorphes

L'intérêt des alliages amorphes est dû à leurs propriétés physiques, mécaniques et chimiques uniques [128,129]

#### 1.7.3.1.a. Propriétés mécaniques

Les matériaux amorphes ont des propriétés mécaniques différentes de celles des verres d'oxydes et de celles des métaux. Les valeurs élevées de dureté les rapprochent des verres alors que leur ductilité les rapproche des métaux. Ils présentent aussi une bonne tenue à la fatigue et une résistance à la traction élevée. Les propriétés mécaniques des alliages amorphes dépendent cependant fortement du domaine de température où les essais sont réalisés [129-131].

#### 1.7.3.1.b. Résistance à la corrosion

La résistance à la corrosion de ces alliages est en général très bonne, ce qui peut être attribué à l'homogénéité chimique et à l'absence de précipités ou de phases secondaires et de défauts structuraux (joints de grain, dislocations, défauts d'empilement) qui constituent des emplacements préférentiels pour une attaque corrosive [132,133].

Ainsi, un dépôt de Fe-Cr-P-C présent une teneur élevée en phase amorphe, une dureté plus élevée et également une résistance à la corrosion dans une solution de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> supérieure à celles d'un dépôt d'acier inoxydable austénitique [134-136].

## 1.8 Conclusion

Les applications des dépôts réalisés par arc-fil concernent généralement la résistance à l'usure, à l'oxydation ou à la corrosion. Les fils fourrés permettent l'utilisation d'alliages ou de

cermets avec des compositions adaptées à une application spécifique avec un taux de dépôt proche de celui des fils pleins. Le rendement de dépôt est de l'ordre de 60 à 80% ce qui est proche et parfois supérieur à celui atteint en projection plasma. Cependant, les dépôts réalisés par arc-fil présentent des teneurs en oxydes et de taux de porosité généralement supérieurs à ceux des dépôts obtenus par plasma ou HVOF.

En général, l'atmosphère de projection et la taille des particules en vol sont les facteurs principaux sur la teneur en oxydes du dépôt. Les particules plus petites réagissent plus aisément avec l'oxygène que les particules plus grosses en raison de leur plus grande surface spécifique. Aussi les dépôts atomisés sous air à une pression d'atomisation élevée présentent-ils généralement une teneur en oxyde élevée.

Les paramètres qui affectent la taille des particules formées lors de l'atomisation sont essentiellement la valeur du courant d'arc, la pression du gaz d'atomisation et le diamètre de la buse. Un courant et une tension faibles avec une pression de gaz d'atomisation élevée permettent d'obtenir des particules plus petites en taille. La géométrie de la tuyère affecte également la taille des particules.

Un autre paramètre qui affecte la teneur en oxydes est la distance de tir. Avec une plus grande distance de tir, les particules ont plus de temps pour s'oxyder. Par ailleurs, quand la distance de tir est diminuée la température des particules à l'impact devient plus élevée et les gouttelettes se déforment plus en impactant sur le substrat mais le taux de dépôt peut alors diminuer.

La porosité du dépôt quant à elle dépend essentiellement de la vitesse d'impact des gouttelettes et de leur viscosité à leur impact.

L'utilisation d'un gaz de gainage conduit en général à un dépôt avec de meilleures propriétés mécaniques grâce à :

- une distribution mono-modale des particules,
- des particules plus petites en taille,
- une augmentation de la vitesse des particules,
- un meilleur étalement des particules sur le substrat,
- une augmentation de la densité de dépôt,
- un jet de particules minimum divergent.

Après avoir présenté dans ce chapitre les principales caractéristiques de la technique de projection arc-fil, nous détaillons dans le chapitre suivant le dispositif que nous avons

utilisé pour notre étude ainsi que les techniques que nous avons mises en oeuvre pour caractériser les particules en vol et les dépôts.



# Chapitre II : Stratégie et procédures expérimentales

## 2.1 Introduction

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

Le second objectif est de réaliser et d'étudier des dépôts plus durs que ceux de l'acier inoxydable. Pour ce faire, nous avons utilisé 2 fils fourrés (97MXC et 98MXC de la société TAFE), dont un est renforcé en particules céramiques carbures.

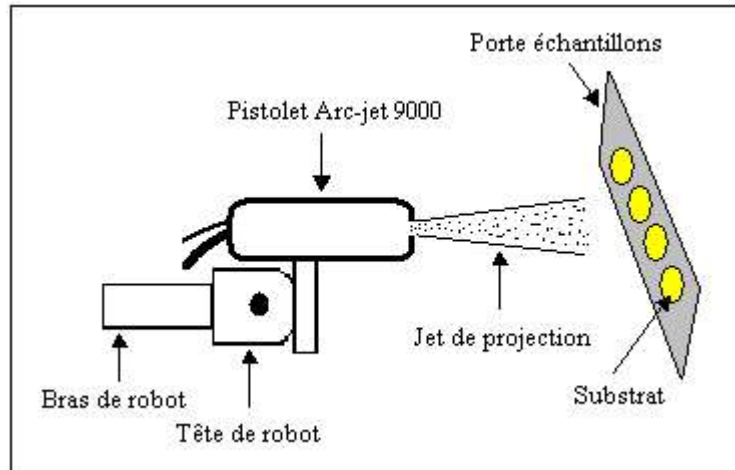
Dans ce chapitre, nous présentons le pistolet de projection employé pour l'élaboration des dépôts, les matériaux de l'étude (fils et substrat), le dispositif de projection et les différentes techniques d'analyse que nous avons utilisées pour étudier les particules en vol et caractériser les dépôts.

## 2.2 Dispositif expérimental

### 2.2.1 Présentation générale

Nous avons utilisé un système de projection par arc électrique qui comprend :

- un pistolet de type TAFE 9000 avec un système d'alimentation en puissance électrique et en fil. Avec ce type de pistolet, les gaz d'atomisation et de gainage sont de même nature ;
- un bras robotisé 6 axes programmable ABB (IRB 2400) qui permet de réaliser des dépôts avec une distance de tir et une vitesse de déplacement relative pistolet-substrat constantes (*cf. figure. 2.1*).



**Figure 2.1 : Schéma du dispositif expérimental**

Avant l'opération de dépôt, les substrats sont sablés (avec des grains de corindon de 400  $\mu\text{m}$  de diamètre) puis dégraissés à l'acétone et nettoyés aux ultrasons. Après préparation, ils présentent une rugosité moyenne ( $R_a$ ) de 6  $\mu\text{m}$  et doivent être utilisés rapidement (moins de 30minutes) pour éviter leur oxydation.

La distance de tir, la vitesse pistolet-substrat, et le nombre de passes sont programmés sur un ordinateur qui gère le bras robotisé. Ce dispositif permet d'améliorer la reproductibilité des dépôts réalisés.

### 2.2.2 Choix du pistolet arc-fil

Dans le cas présent, le choix du modèle de pistolet arc fil a été principalement guidé par la taille du robot et par les mouvements qu'il doit effectuer. En raison de problèmes d'encombrement, il s'avère impossible d'intégrer les bobines de fil sur le robot, comme cela aurait pu être fait avec un système « poussé » ou « tiré ».

C'est pourquoi le choix s'est porté sur un modèle « poussé-tiré » équipé de gaines de 5,0 m plus adaptées à l'application. Cependant, de longues gaines induisent un frottement plus important du fil qui peuvent, éventuellement, être à l'origine de dysfonctionnements dus à une avance de fil irrégulière. De plus, ces gaines en matériau plastique présentent une certaine rigidité ce qui peut également être la source de dysfonctionnements en cas de fortes sollicitations en flexion.

### 2.2.3 Pistolet Arc-jet 9000

Le pistolet Arc-Fil utilisé pour notre étude est un Arc Jet 9000 d'origine TAFA (cf. *figure. 2.2*). Conçu pour une utilisation robotisée ou manuelle, ce modèle d'Arc-Fil possède deux moteurs d'entraînement du fil au niveau du pistolet et de la console de commande, synchronisés électroniquement pour assurer une alimentation régulière du fil. La pression appliquée au fil par les galets d'entraînement est adaptée automatiquement pour permettre une traction régulière et un débit constant du fil sans l'endommager.

La source de courant du modèle 9000 est prévue pour fonctionner sur une gamme de courant variant de 0 à 400A. Elle doit permettre de projeter tout type de fil à des productivités élevées (jusqu' à 40kg/h). Cette source peut être reliée à la console de commande par des câbles électriques de grande longueur (5m) afin de la protéger des ambiances poussiéreuses et permettre un gain de place. Enfin, l'Arc Jet 9000 est équipé d'un système d'atomisation secondaire.

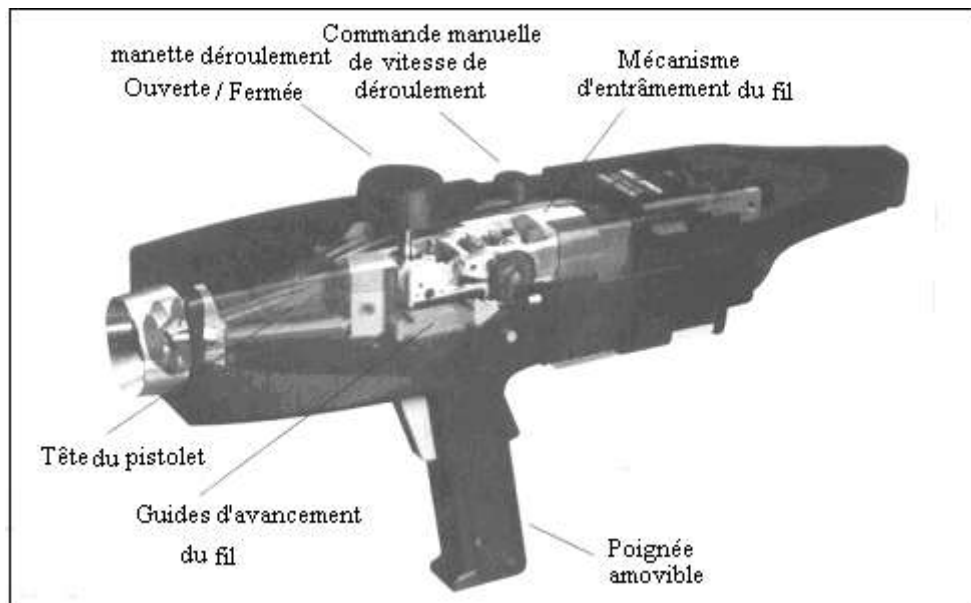


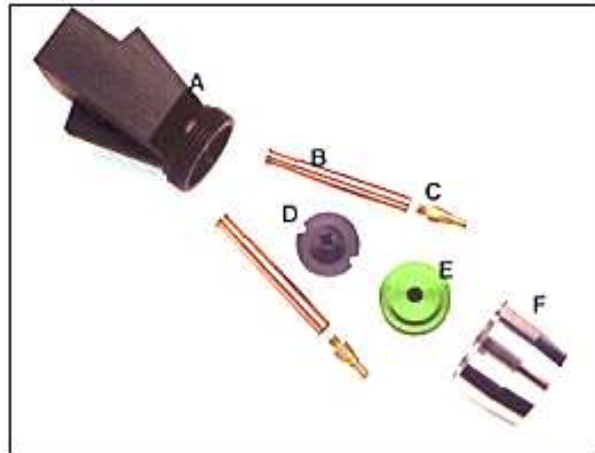
Figure 2.2 : Schéma d'un pistolet Arc jet 9000 de TAFA

### 2.2.4 Eléments constitutifs du pistolet Arc-jet 9000

La tête du pistolet de projection se compose de plusieurs pièces jouant chacune un rôle dans le traitement des particules de métal fondu. La figure 2.3 représente une vue éclatée de la tête de projection. Ses éléments sont les suivants :

- A : la tête de pistolet ;

- B : les tubes contact ; disposés à l'intérieur de la tête du pistolet, ils transmettent le courant électrique aux fils ;



**Figure 2.3 : Vue éclatée de la tête d'un pistolet Arc Jet 9000.**

- C : les guide-fils alésés ; ils dirigent les fils au centre du jet d'air d'atomisation. Ils doivent être régulièrement remplacés après plusieurs heures de fonctionnement. Il existe plusieurs modèles de guide-fil adaptés aux diamètres des fils, mais également à leur composition ;
- D : le positionneur ; il localise exactement les guide-fils et contribue à la formation du jet de gouttelettes. Les positionneurs sont, quant à eux, disponibles sous plusieurs formes en fonction de la buse utilisée mais également de la forme de jet désirée. On peut ainsi obtenir un jet de particules concentré (circulaire) ou au contraire plus diffus (ovale) selon le type de surface à revêtir ;
- E : la buse à air ; elle aide au contrôle de la forme du jet de projection. Comme la plupart des modèles, l'Arc Jet 9000 utilise des buses à air en sortie de pistolet dont le diamètre conditionne la pression au niveau des électrodes et influe sur l'atomisation de leurs extrémités. Plusieurs types de buses sont disponibles, leur couleur définissant leur diamètre (*cf. figure. 2.4*) :
  - buse bleue :  $\phi$  8,4mm ;
  - buse verte :  $\phi$  7,7mm ;
  - buse jaune :  $\phi$  7,0mm ;
  - buse rouge :  $\phi$  6,4mm



**Figure 2.4 : Buses de projection**

Pour les buses verte, jaune et rouge, il est conseillé d'utiliser un positionneur long ;

- F : bouchon ; cette pièce permet d'assurer le maintien du positionneur et de la buse.

Ces deux dernières pièces, peu soumises à l'usure, ne nécessitent pas un remplacement régulier.

## 2.3 Stratégie expérimentale

Compte tenu des travaux déjà effectués au laboratoire et de l'étude bibliographique, nous avons choisi de faire varier les paramètres de projection suivants :

- le diamètre de la buse de sortie :  $\varnothing_{\text{buse}}$ ,
- la pression du gaz d'atomisation (air comprimé) : Pa,
- la pression du gaz de gainage (air comprimé) : Pg,
- le type de fil.

L'étude a consisté à :

- étudier la morphologie et l'état de fusion des particules collectées en vol dans un récipient rempli d'eau ou d'argon (*cf.* §.2.5.1). Ce second fluide permet de limiter l'oxydation des particules pendant la phase de refroidissement. Après séchage, la distribution granulométrique des particules est déterminée à l'aide d'un granulomètre laser. La morphologie «externe» et «interne» des particules est observée par microscopie électronique à balayage et leur composition par analyse aux rayons X et par analyse dispersive en énergie (SDE) ;
- mesurer la vitesse et température moyenne des particules en vol à l'aide du système SPRAY WATCH (*cf.* §.2.5.2) ;
- caractériser les dépôts réalisés dans les conditions de tir sélectionnées à partir de l'étude sur les particules en vol.

## 2.4 Matériaux de l'étude

### 2.4.1 Fils

Dans ces travaux, nous avons utilisé trois types de fil de diamètre 1,6 mm: un fil d'acier inoxydable 316L et deux fils fourrés 97MXC, 98MXC. Ces 3 fils sont vendus par la société TAFSA.

#### - fil 316L

Sa composition est donnée dans le tableau 2.1.

**Tableau 2.1 : Composition chimique en pourcentage massique du fil 316L**

C	Mn	Si	P	S	Cr	Ni	Mo	Fe
0,02	1,44	0,60	0,026	0,01	16,80	10,20	2,06	68,84

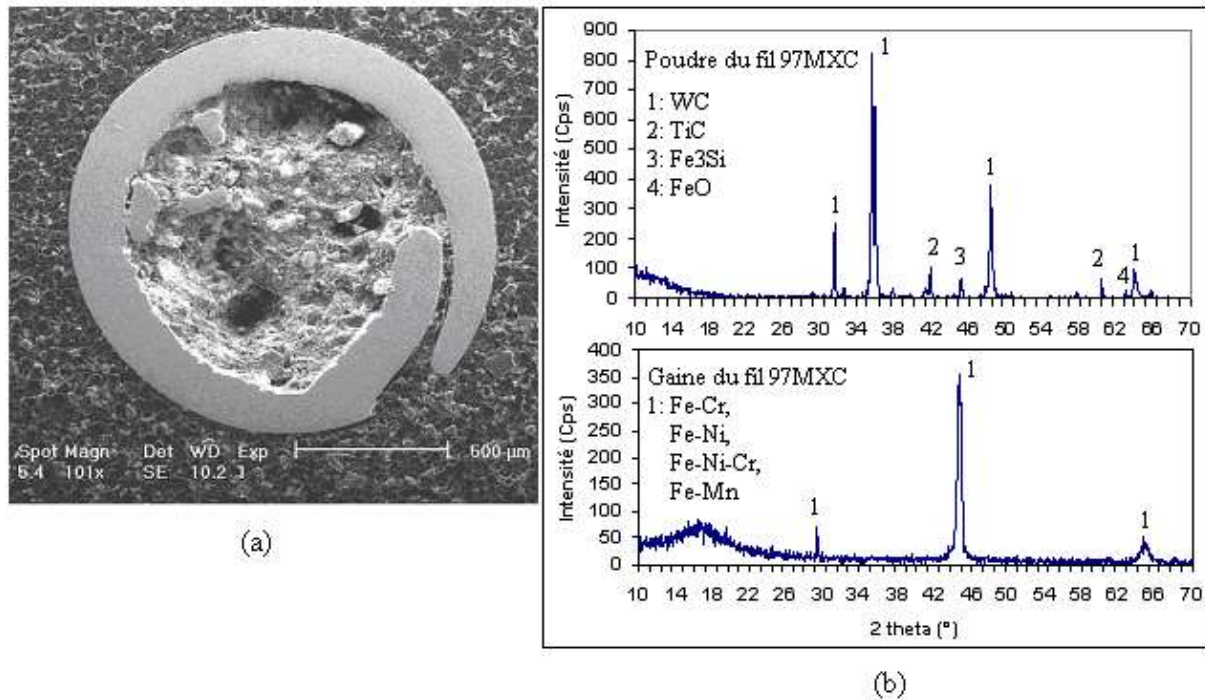
#### - fil fourré 97MXC

Sa composition est donnée dans le tableau 2.2 et la figure 2.5 présente la section du fil fourré 97MXC observée par microscopie électronique à balayage et les spectres RX de la gaine et de la poudre contenue dans cette gaine.

**Tableau 2.2 : Composition chimique en pourcentage massique du fil fourré 97MXC**

( $V_{\text{poudre}}/V_{\text{fil}} = 0,51$  où V représente le volume)

B	Mn	Si	Cr	Ni	WC	TiC	Fe
1,87	0,55	1,25	14,00	4,50	26,00	6,00	45,83



**Figure 2.5 : (a) Section du fil fourré 97MXC de Tafa ; (b) Spectres RX de la gaine et de la poudre du fil fourré 97MXC**

*Remarque : les spectres RX de la poudre (cf. figure. 2.5b) montrent que, parmi les différentes céramiques (WC, TiC, Fe<sub>3</sub>Si et FeO) contenues dans le fil, les principales sont le WC et le TiC. Par ailleurs, la gaine est en acier inoxydable chrome-nickel avec des éléments comme le manganèse et le silicium en solution solide.*

#### - fil fourré 98MXC

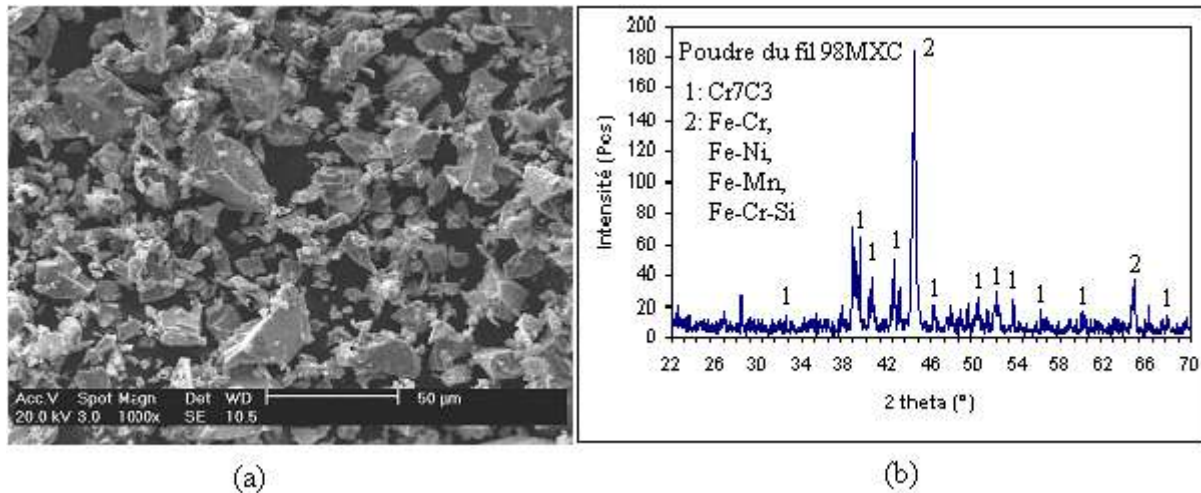
Sa composition est donnée dans le tableau 2.3 et la figure 2.6 présente la poudre contenue dans ce fil fourré observée par microscopie électronique à balayage ainsi que l'analyse RX de cette poudre.

**Tableau 2.3 : Composition chimique en pourcentage massique du fil fourré de 98MXC**

$$(V_{\text{poudre}}/V_{\text{fil}} = 0,59)$$

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	Fe
1,70	1,60	1,60	26,00	3,00	0,80	65,30

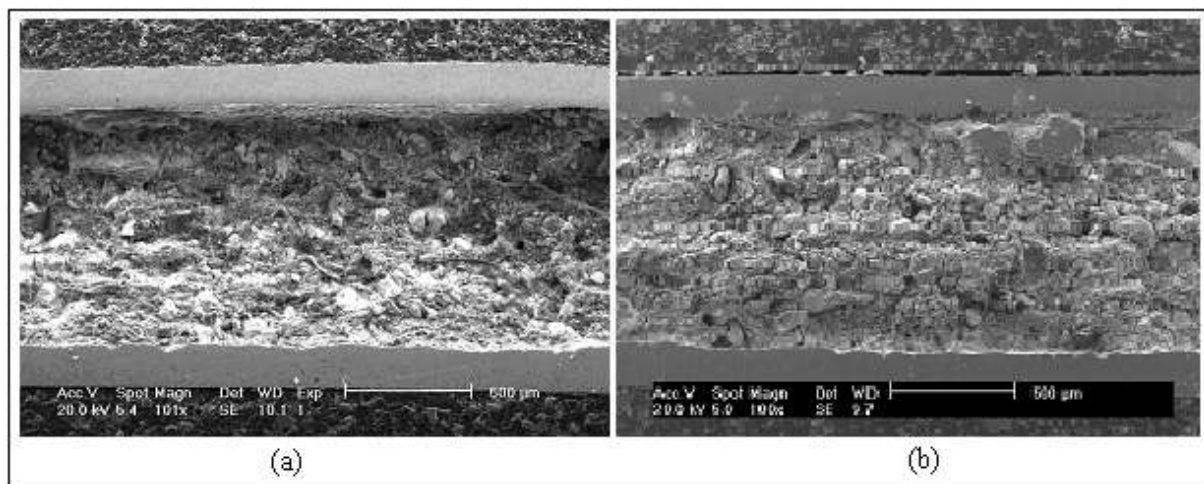




**Figure 2.6 : (a) Poudre du fil fourré 98MXC de TAFA ; (b) Spectre RX de la poudre du fil fourré 98MXC**

*Remarque : le spectres RX de la poudre (cf. figure. 2.6b.) montre que parmi les différentes composants ( $Cr_7C_3$ , Fe-Cr, Fe-Ni, Fe-Mn et Fe-Cr-Si) contenus dans le fil, le constituant principal est le carbure de chrome  $Cr_7C_3$ .*

La figure 2.7 montre les photographies obtenues par microscopie électronique à balayage, des coupes des fils fourrés 97MXC et 98MXC.



**Figure 2.7 : Coupe des fils fourrés (a) 97MXC, (b) 98MXC**

## 2.4.2 Substrats

Nous avons réalisé les dépôts sur des substrats d'acier bas carbone XC38 (cf. tableau. 2.4), couramment employé dans l'industrie. Les substrats ont été réalisés à partir d'une barre de XC38 de 25 mm de diamètre étirée à chaud. La barre est découpée sous forme de disques

de 5 mm d'épaisseur à l'aide d'une tronçonneuse. La bonne planéité des échantillons et le parallélisme de leur faces planes sont vérifiés après la découpe.

**Tableau 2.4 : Composition chimique en pourcentage massique du substrat (acier XC38)**

C	Mn	P	S	Fe
0,31-0,38	0,60-0,90	max.0,04	max.0,05	balance

La préparation des échantillons avant la projection est effectuée à l'aide d'une sableuse à dépression en utilisant de l'alumine de type corindon d'une granulométrie moyenne de 400  $\mu\text{m}$ . Pour ce faire, les substrats sont fixés sur un porte-échantillons de diamètre 110 mm animé d'une vitesse de rotation de 90 tr/min. La pression dans la buse de sablage, de diamètre interne 8 mm, est de 0,6MPa et la vitesse de translation de la buse est de 0,045 m/s. Le sablage est effectué perpendiculairement aux substrats pendant 2 min. Les substrats ainsi préparés subissent un dégraissage et un nettoyage à l'acétone dans une cuve à ultrasons pendant 5 min. La surface sablée et nettoyée (par les ultrasons et l'acétone) est alors prête à recevoir un revêtement. La rugosité ( $R_a$ ) de la surface des échantillons ainsi préparés est généralement comprise entre 5 et 7  $\mu\text{m}$ .

## 2.5 Techniques d'analyse et de caractérisation des particules en vol

### 2.5.1 Dispositifs expérimentaux de collecte des particules en vol

Nous avons, d'abord, effectué la collecte des particules en vol dans un récipient rempli d'eau (*cf. figure. 2.8a*) mais pour limiter l'oxydation des particules au contact de l'eau, nous avons utilisé, dans un second temps, un système de refroidissement à l'argon avec un débit de 80 l/min (*cf. figure. 2.8b*).

Dans les deux cas, le pistolet arc-fil est disposé à la verticale du collecteur à une distance égale à la distance de tir, soit 100 mm, et les durées de tir sont d'environ 30 secondes afin d'avoir un nombre de particules suffisant pour effectuer une analyse statistique correcte de leur répartition granulométrique.

En fonctionnement, l'utilisation du dispositif de collecte dans l'eau s'accompagne d'une variation de la distance de tir liée aux flux de gaz et de particules arrivant dans le récipient. Le système de collecte dans l'argon ne permet pas, quant à lui, de refroidir

suffisamment rapidement toutes les particules, puisqu'un dépôt se forme au fond du collecteur. Les deux dispositifs sont donc à améliorer pour refroidir efficacement les gouttelettes collectées.

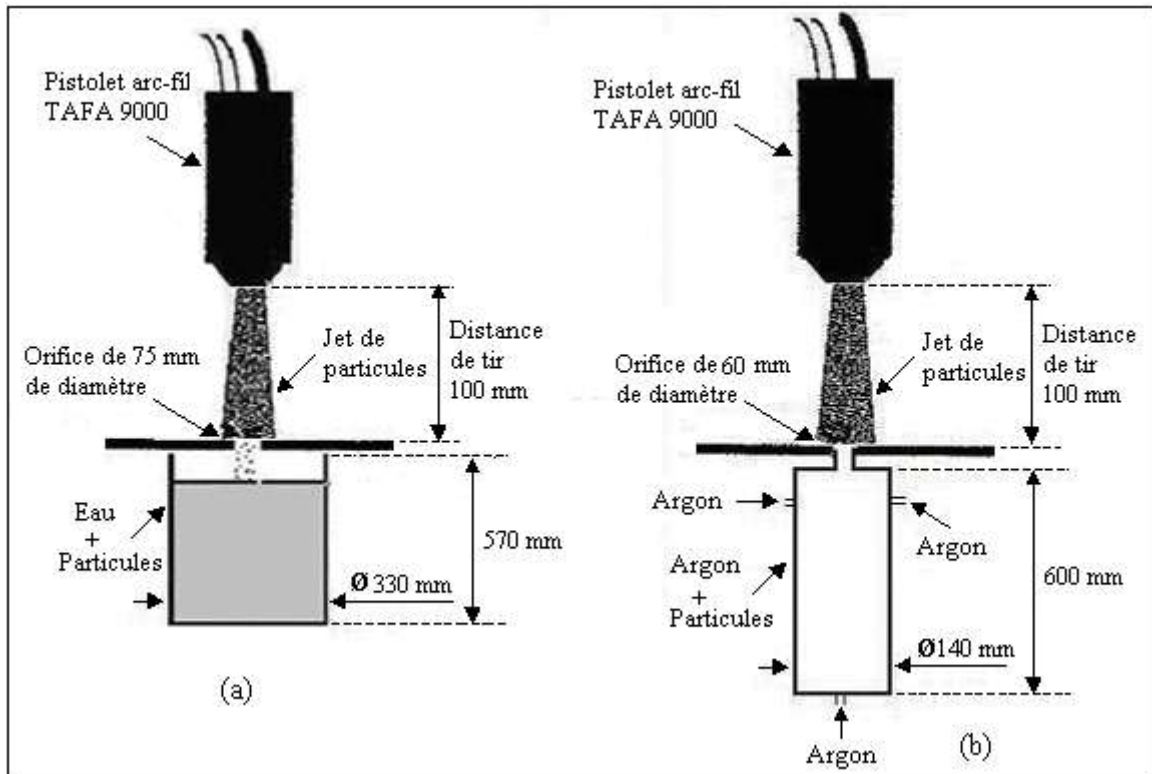


Figure 2.8 : Collecte des particules en vol ; (a) dans l'eau (b) dans l'argon

## 2.5.2 Mesure des caractéristiques des particules en vol avec le dispositif SprayWatch

### 2.5.2.1 Caméra

Les techniques d'imagerie ont connu pendant la dernière décennie un fort développement dans le domaine du diagnostic en projection thermique. Elles permettent d'obtenir de nombreuses données quantitatives utiles pour la recherche, le développement et la surveillance des procédés. Afin d'observer l'état des particules en vol au cours de la projection par arc, nous avons utilisé un système d'imagerie (SprayWatch) qui est commercialisé par la société OSEIR (Tampere, Finlande). Il permet, entre autre, de connaître la température de surface et la vitesse des particules ainsi que leur flux (*cf. figure. 2.9*).

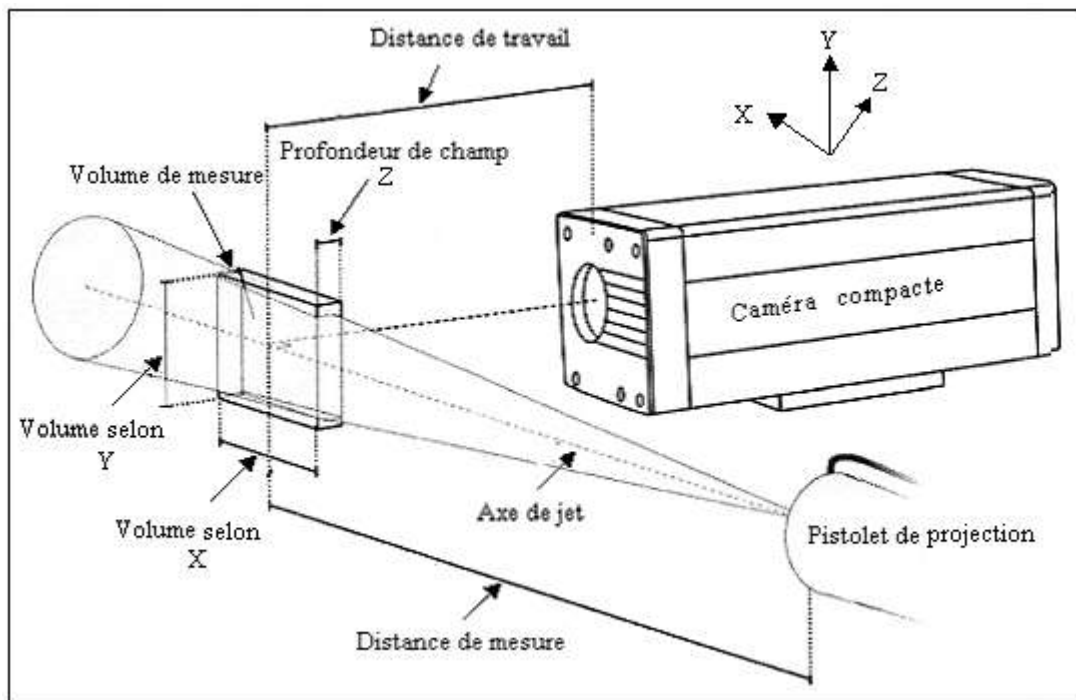
Un courant d'air comprimé est utilisé pour refroidir le circuit à l'intérieur de la caméra et pour garder propre la fenêtre de mesure. Le système de mesure est géré par un ordinateur et situé dans une enceinte qui le protège contre la poussière et les vapeurs.



**Figure 2.9 : Caméra du**

**SprayWatch [137]**

Les mesures sont effectuées dans un volume ( $X=33\text{mm}$ ,  $Y=25\text{mm}$ ,  $Z=35\text{mm}$ ) du jet de particules. Les valeurs fournies sont, en fait, une moyenne des valeurs mesurées sur un ensemble de particules détectées dans ce volume. Il faut donc que le SprayWatch détecte à tous instant suffisamment ( $>1000$  particules) de particules distinctes pour déclencher la mesure. Le volume de mesure peut être ajusté en réglant la mise au point de la caméra. La distance entre la caméra et le centre du jet est de 185 à 400 millimètres. La définition du volume de mesure et des différents paramètres d'observation est reportée sur la figure 2.10.



**Figure 2.10 : Disposition du volume de mesure du SprayWatch [137]**

Dans le tableau 2.5 sont reportées les variations de largeur et de hauteur du volume de mesure avec la distance à laquelle est effectuée la mesure (figure 2.10).

**Tableau 2.5 : Relations entre la distance de travail et le volume de mesure**

Distance de travail (mm)	Longueur du volume selon X (mm)	Longueur du volume selon Y (mm)
185	18,7	14,0
250	25,1	18,8
400	39,2	29,4

La profondeur du volume de mesure (selon Z) dépend de l'ouverture du diaphragme du système optique de formation d'image. L'ouverture est automatiquement choisie sur la base du niveau du signal, ou de la luminosité du procédé étudié. Le centre du volume de mesure est positionné à 100 mm de la sortie du pistolet soit à la distance où est positionné le substrat pendant la réalisation des dépôts.

#### 2.5.2.2 Système de mesure

La détection des particules dans l'environnement thermique du jet est basée sur le rayonnement (émission) thermique des particules chauffées. La caméra est équipée d'un obturateur électronique permettant d'obtenir des temps d'exposition de l'ordre de la microseconde. Ceci permet de détecter un certain nombre de particules dans le jet et de mesurer leurs vitesses. La vitesse des particules est calculée à partir des longueurs de leurs traces sur l'image pendant un temps d'exposition connu. La longueur et l'angle de direction de la trace dépendent de la vitesse de la particule, de la géométrie d'image et du temps d'exposition.

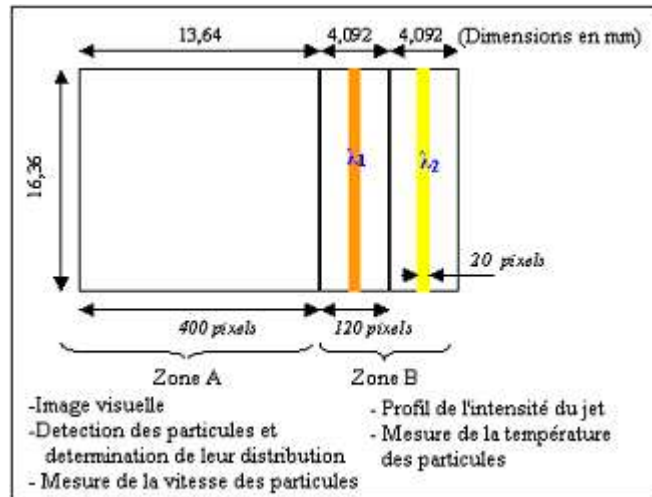
La température moyenne de particules est mesurée à l'aide d'un pyromètre à deux couleurs. La fenêtre d'affichage du SprayWatch est divisée en deux parties (*cf. figure. 2.11*): le côté gauche de la fenêtre est toujours identique et correspond à la fenêtre de mesure. Le côté droit présente les résultats de mesure sur sept pages différentes.



Figure 2.11 : Fenêtre d'affichage du SprayWatch [137]

Les pages contiennent également différentes fonctions pour ajuster la mesure au procédé de projection.

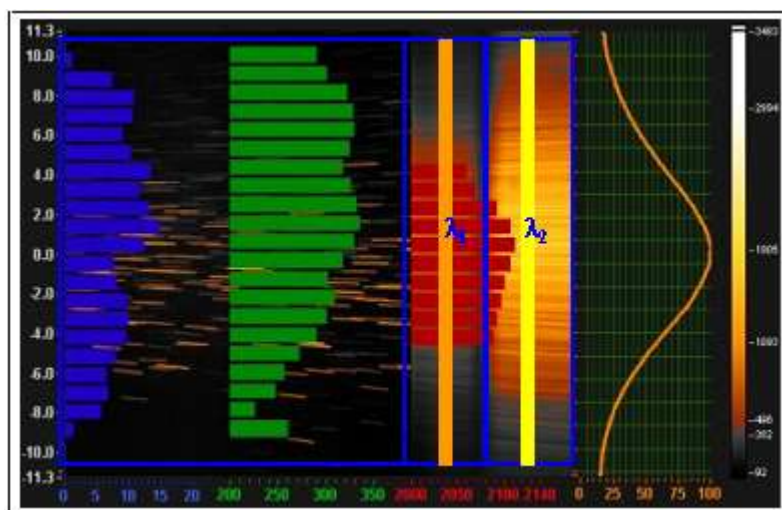
La fenêtre de mesure est divisée en deux zones (cf. figure. 2.12). La zone A correspond à l'image obtenue par le système optique qui permet la détection individuelle des particules et la mesure de leurs traces. La zone B correspond à l'image obtenue à l'aide de deux filtres optiques dans deux gammes de longueurs d'onde (680nm et 870nm). Elle permet de déterminer une température moyenne du jet de particules.



**Figure 2.12 : Schéma de la fenêtre de mesure du SprayWatch [141]**

Les valeurs mesurées sont affichées instantanément ce qui permet d'observer les variations des caractéristiques du jet de particules au cours du temps et d'évaluer sa stabilité. La figure 2.13, montre l'interface Labview® qui retranscrit les résultats à l'opérateur.

Les images du jet de particules sont analysées et les données sont traitées par un logiciel dédié fonctionnant sur un système informatique PC standard. Le logiciel est entièrement automatique et permet l'enregistrement de données et la réalisation d'un compte rendu [137-143].



**Figure 2.13 : Image de la fenêtre de mesure des caractéristiques des particules en vol par le SprayWatch [137]**

### 2.5.3 Mesure de la granulométrie des particules collectées

Nous avons réalisé les mesures de répartition granulométrique des particules collectées avec un granulomètre laser de marque CILAS 715 E477. Il permet de comptabiliser des particules dont le diamètre varie entre 1 et 128  $\mu\text{m}$ . Il est équipé d'un laser hélium-néon de faible puissance (1,5 mW) : celui-ci émet un faisceau lumineux qui traverse un échantillon du produit à analyser en suspension dans un liquide. La lumière est diffractée par les particules et l'observation de la répartition de l'énergie dans la figure de diffraction permet de déterminer la dimension des éléments diffractant, supposés sphériques.

Les particules ont été placées en milieu aqueux. Toutefois, en raison de l'agglomération des particules, l'utilisation d'ondes ultrasonores, pendant une minute à une fréquence de 20 kHz dans la cuve de mesure s'est avérée nécessaire pour assurer la dispersion des particules. Pour chaque lot, nous avons fait deux essais afin de nous assurer de la validité des résultats obtenus.

## 2.6 Techniques d'analyse et de caractérisation des dépôts

### 2.6.1 Diffraction des rayons X

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

$$n\lambda = 2 d_{hkl} \sin(\theta) \quad (2-1)$$

L'appareillage utilisé est un diffractomètre SIEMENS D5000. Il est couplé à un ordinateur réalisant l'automatisation des balayages angulaires et des enregistrements. La source de rayon X est constituée d'un tube scellé à anticathode de cuivre ( $\lambda = 1.5418 \text{ \AA}$ ) couplé à un monochromateur arrière en graphite afin de filtrer le raie  $K_{\beta}$  du cuivre et éventuellement la fluorescence de l'échantillon.

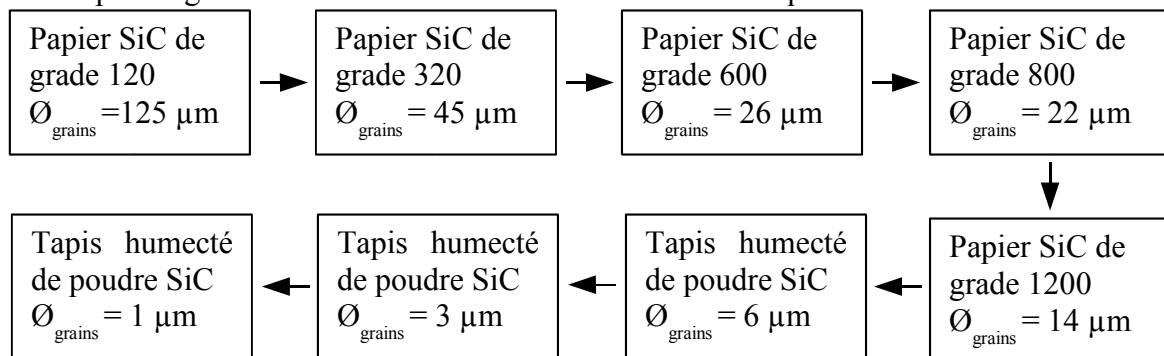
Le montage utilisé permet d'obtenir des spectres par réflexion. Les fentes avant et arrière ont été fixées à 2 mm. Le balayage est de  $10\text{-}70^{\circ}$  ( $2\theta$ ). Le pas de balayage est de  $0,02^{\circ}$ ,



pour un temps d'acquisition moyen de 2 heures pour l'identification des composés, 12 heures pour des études plus poussées. L'identification des composés cristallins s'appuie sur la comparaison des valeurs expérimentales des distances réticulaires avec les données de la littérature. Un logiciel de type DIFFRACplus (Eva. version 9,0) permet d'étudier le spectre de diffraction des RX et d'identifier les phases cristallines de l'échantillon à analyser. Les raies de diffraction sont comparées aux spectres des différentes phases compilées dans les fiches PDF<sup>8</sup> (Powder Diffraction File).

## 2.6.2 Observations microscopiques

L'observation microscopique nécessite un polissage fin de la surface ou de la coupe du dépôt à observer. Le polissage mécanique, obtenu manuellement dans notre cas, vise à rendre les surfaces uniformes. Il consiste à abrader la surface, sous une charge constante, à l'aide de papiers revêtus de carbure de silicium (SiC) de grade progressif, montés sur des tourets de polissage dont la vitesse est de 300 tr/min. La diminution de la taille des grains d'abrasif d'un papier à l'autre permet d'affiner progressivement l'état de polissage et de diminuer la rugosité moyenne. Compte tenu de la différence de dureté existant entre le carbure et la matrice métallique (2500 HV5 pour SiC et 180 HV5 pour l'acier), la surface à polir se couvre de rayures de plus en plus fines, caractéristiques des sillons laissés par les grains de SiC. Le polissage à la main des échantillons se fait selon la séquence suivante :



Chaque séquence dure environ 5 minutes. Les échantillons ainsi polis (surface ou coupe des dépôts) peuvent alors être observés au microscope. La résine utilisée est de type phénolique, elle permet d'enrober une poudre et assure une bonne conduction électronique.

Un nettoyage à l'acétone et un séchage par flux d'air chaud terminent le polissage mécanique. Notons aussi que cette même procédure a été suivie pour préparer les échantillons sur lesquels les mesures de dureté ont été effectuées.

<sup>8</sup> ICDD : International Centre for Diffraction Data, 12 Compus Boulevard, Pennsylvania, USA.

### 2.6.2.1 Microscope optique

Un microscope métallographique de type NEOPHOT 32 permet l'observation des échantillons, avec un grandissement qui varie de 5 à 1000. Ce microscope s'accompagne d'une caméra, d'un téléviseur et d'une imprimante de photo de type SONY. L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.

Mais compte tenu de sa faible résolution, il n'est pas possible de l'utiliser pour une observation fine d'objets rugueux de petite taille ; la microscopie électronique à balayage est alors mieux adaptée.

### 2.6.2.2 Microscopie électronique à balayage

Les microscopes électroniques à balayage (MEB) utilisés sont de type PHILIPS 35 ou HITACHI SC2500. Avant observation, les poudres non conductrices sont métallisées avec un film d'or ou de graphite dans un évaporateur sous vide de façon à assurer la conduction électronique lorsqu'elles sont soumises au bombardement du faisceau électronique.

La tension d'accélération peut varier de 10 à 30 kV et les grossissements utilisés sont compris entre 100 et 4000. Quand aux dépôts, ils ne subissent aucune métallisation afin ne pas gêner l'analyse quantitative du graphite. A chacun de ces microscopes électroniques est associée une sonde de microanalyse EDAX 9100/60. Elle permet d'obtenir la répartition pondérale ou atomique des éléments présents sur la surface observée et ainsi de réaliser des cartographies de ces éléments.

### 2.6.3 Analyse d'image

L'analyse d'image permet l'étude des échantillons à l'échelle microscopique. Les deux grands types d'utilisation sont l'analyse quantitative et la reconnaissance. Dans le premier cas, c'est l'exploitation de données numériques, portant aussi bien sur la taille, la densité, la couleur, la forme des objets ou l'organisation des structures, qui est primordiale, dans le second cas, c'est l'identification des formes. Les formes peuvent être identifiées soit à partir de mesures, comme en analyse quantitative, soit à partir de transformations d'images suivies uniquement d'un dénombrement pour tester la présence ou non de la figure recherchée, l'analyse quantitative étant alors très réduite.

A chaque application correspond un programme d'analyse d'images, qui comporte quatre étapes essentielles [144,145] :

1. acquisition de l'image,
2. sélection des zones d'intérêt,
3. mesures,
4. interprétation des résultats.

Nous avons appliqué la méthode d'analyse d'image à la mesure d'épaisseur, de porosité et de teneur en oxyde des dépôts.

### 2.6.3.1 Epaisseur

Les mesures de l'épaisseur ont été réalisées par analyse d'image en utilisant le mode « distances » avec le logiciel Inspector 2.2. de la société Cimarron Computer Engineering, Inc [146]. Les valeurs de l'épaisseur obtenues résultent de la moyenne de 20 mesures.

### 2.6.3.2 Porosité

La porosité peut être caractérisée par différentes méthodes dont les plus utilisées sont basées sur l'infiltration d'un corps étranger (eau, mercure, gaz) dans les pores (pycnométrie) et l'observation de coupes métallographiques par microscopie et quantification par analyse d'image [147]. Les méthodes pycnométriques donnent accès au volume de porosité connecté avec la surface du dépôt, c'est-à-dire la porosité ouverte. Par calcul on peut ensuite déterminer la porosité fermée.

La porosimétrie au mercure permet, en plus, de mesurer la taille des pores ouverts (la pression à appliquer au mercure est d'autant plus grande que la taille des pores est petite). Ces techniques présentent le désavantage ne pas garantir une imprégnation complète de la porosité ouverte. Les méthodes basées sur l'observation de coupes permettent de quantifier un taux global de porosité mais aussi d'observer des objets fins comme des fissures, des porosités interlamellaires. Cependant, une grande partie des interconnexions peuvent ne pas se trouver dans le plan d'observation, et ces méthodes ne donnent que des informations partielles (surfiques) sur la porosité et sa répartition dans le dépôt. Remarquons que des techniques comme la microtomographie peuvent être utilisées pour obtenir une visualisation 3-D de la porosité [148].

Les mesures de porosité ont été réalisées par analyse d'image en évaluant les niveaux de noir avec le logiciel Inspector 2.2. Cette méthode demande une bonne préparation de surface et reste cependant assez délicate à utiliser pour donner des résultats convenables.

### 2.6.3.3 Teneur en oxyde

La teneur en oxyde a été déterminée par analyse d'image en évaluant les niveaux de gris avec le logiciel Inspector 2.2. Les valeurs de la porosité et de la teneur en oxyde obtenues résultent de la moyenne de 10 mesures (5 photos pour chaque échantillon).

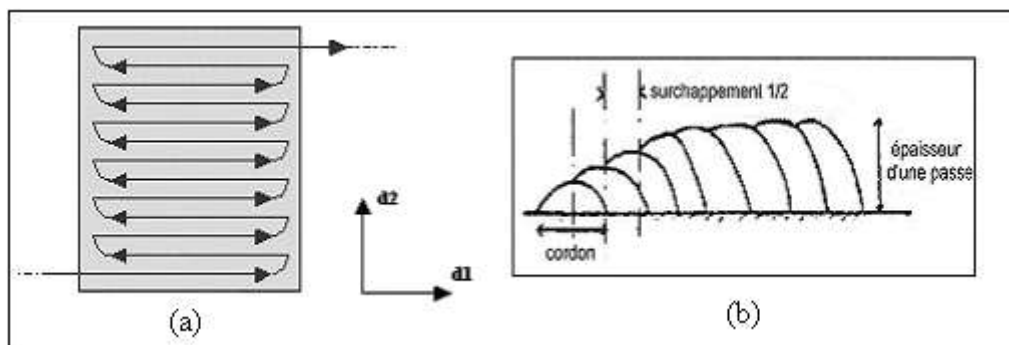
### 2.6.4 Analyse chimique (LECO)

Pour quantifier la quantité d'oxygène présente dans les particules collectées en vol, nous avons également utilisé un analyseur LECO®. Les échantillons de poudre sont placés dans un four-pyrolyse et décomposés à 1300°C, l'oxygène libéré réagit alors avec du charbon de bois pour former du CO, qui est oxydé en CO<sub>2</sub> dont la quantité est mesurée à l'aide d'un détecteur infrarouge. Ainsi, l'analyseur LECO® permet de mesurer les pourcentages volumiques en oxygène au sein des particules collectées.

## 2.7 Caractérisations mécaniques des dépôts

### 2.7.1 Rugosité

Les mesures de rugosité ont été réalisées avec un appareil Hommel Tester T2000 suivant la direction de tir (**d1**) puis perpendiculairement à cette même direction (**d2**), (six mesures sont effectuées par échantillon. Elles sont séparées par une distance de 4,8 mm). En effet, les dépôts présentent du fait de leur mode de construction des rugosités différentes selon ces deux directions (*cf. figures 14.a et 14.b*).



**Figure 14 : (a) Déplacement du pistolet, (b) Surchappement des cordons de projection suivant d2**

Les valeurs de Ra relevées selon la direction d1 sont ainsi légèrement plus faibles que celles mesurées suivant d2, direction suivant laquelle les cordons se surchappent.

Toutefois, les différences de rugosité relevées sur les dépôts restent assez faibles : on relève au maximum un micron de différence en Ra. En effet, par passes successives, il est possible d'obtenir des dépôts d'épaisseur relativement uniforme.

### 2.7.2 Micro dureté

Cet essai consiste à mesurer l'empreinte faite dans une partie du dépôt. Ceci est utile pour estimer la résistance à l'usure et étudier la structure du dépôt. Les mesures de la micro dureté des dépôts ont été effectuées sur des surfaces ou des coupes polies. Elles ont été réalisées avec un indenteur de type Vickers. Des charges de 3 Newton ont été appliquées pendant 30 secondes pour les dépôts d'acier 316L. Pour les dépôts de 98MXC, 97MXC qui présentent une plus grande hétérogénéité, des charges de 2 Newton ont été appliquées pendant 45 secondes. L'appareillage utilisé est un duromère SHIMADZU MICRO HARDNESS TESTER qui est équipé d'un pénétrateur diamant Vickers. Les valeurs de dureté obtenues résultent de la moyenne de 20 mesures.

### 2.7.3 Abrasion

Cet essai consiste à appliquer une charge en mouvement sur un dépôt, puis à mesurer l'épaisseur d'usure et la perte de poids. Il a été réalisé avec un abrasimètre de type linéaire, TABER modèle 5700. Les paramètres importants pendant cet essai sont les suivants :

- la charge (N) : la charge minimale du système d'essai d'abrasion est de 3,5N et peut être augmentée au maximum à 16N ;
- la vitesse (cycle/minute) de déplacement de la charge : la vitesse maximale du système d'essai d'abrasion est de 60 cycles /minute ;
- les embout abrasifs : l'abrasimètre est équipé de trois types d'embouts de dureté différente ;
- la nombre de cycles : le nombre de cycles peut être réglé jusqu' à 10000 cycles.

Nous avons d'abord utilisé un plan d'expérience pour déterminer les conditions optimales d'essai pour les 3 types de dépôts de notre étude. Ce plan d'expérience a conduit aux valeurs suivantes : Meule = H22, Charge = 8,5N, Vitesse = 60 rms, Nombre de cycles = 3000. Les épaisseurs d'usure sont mesurées par analyse d'image sur les coups des échantillons et résultent de la moyenne de 10 mesures pour chaque échantillon. La perte de masse liée à l'usure résulte de la moyenne de 3 à 5 mesures pour chaque condition.

## 2.7.4 Adhérence

Les essais d'adhérence ont été effectués selon le test ASTM-C633-79 [88] avec une machine de traction ADAMEL-LHOMARGY DY26. L'ensemble substrat-dépôt est collé sur des éprouvettes de traction cylindriques (diamètre 25 mm, longueur 50 mm) comme le montre la figure 2.15. Une colle à forte résistance mécanique à la traction (supérieure à 50MPa) de type EP15 (Master Bond Inc.) a été utilisée pour le collage des échantillons sur les éprouvettes de traction. Afin d'éviter tout problème dans l'alignement, l'appareil de traction possède des mors auto-alignés. Le collage nécessite un traitement thermique de polyrécuisson à 180 °C pendant une heure et demie. Un montage spécifique permettant un bon alignement des éprouvettes a été développé pour la procédure de collage afin de limiter les effets de cisaillement lors de l'essai de traction.

Cette méthode destructive de traction consiste à soumettre les dépôts réalisés, à une force de traction supposée uniforme sur toute l'interface du dépôt et du substrat. Ce type d'essai présente des inconvénients liés au collage des éprouvettes et à leur alignement. Dans le cas de dépôts poreux, une diffusion excessive de la colle peut induire des résultats de traction surévalués, alors qu'un mauvais alignement introduira une composante de cisaillement qui provoquera la chute de la valeur d'adhérence. Les valeurs de l'adhérence obtenus résultent de la moyenne de 3 à 5 mesures.

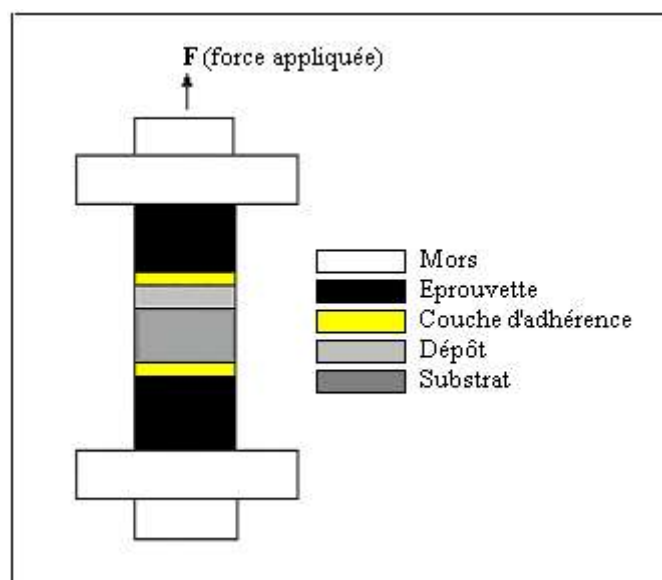


Figure 2.15 : Schéma d'assemblage d'une éprouvette de traction

## 2.8 Conclusion

Nous avons présenté, dans ce deuxième chapitre, les diverses techniques utilisées pour collecter les particules en vol, mesurer leurs caractéristiques et étudier les propriétés des dépôts correspondants. A partir des travaux présentés dans la littérature, nous avons défini des paramètres de projection permettant d'obtenir une large relativement gamme de caractéristiques des particules (taille, morphologie, vitesse, ...). Les propriétés des dépôts sont caractérisées par différentes techniques (analyse au MEB, RX, dureté, adhérence, abrasion, etc.) qui nécessite une préparation des échantillons (polissage, nettoyage, rectification, ...) dont la procédure a été soigneusement définie.

Outre la présentation des diverses techniques de mesure, d'analyse et de caractérisation des particules en vol et des dépôts réalisés, ce chapitre décrit le dispositif expérimental de projection arc-fil qui est utilisé pour la réalisation de dépôts d'alliages métalliques enrichis ou non en particules céramiques.

Chapitre III : Etude des caractéristiques des  
particules en vol par une technique d'imagerie  
(SprayWatch)



## 3.1 Introduction

Les propriétés de dépôt dépendent nécessairement des paramètres de projection qui conditionnent les caractéristiques des particules à l'impact sur le substrat : vitesse, température, taille, état de fusion et état chimique. L'état de fusion et l'état chimique dépendent, d'une part, de la nature du matériau projeté, de la quantité d'oxygène présente dans le jet de projection et, d'autre part, de la vitesse et de la température des particules.

La vitesse et la température des particules jouent un rôle prépondérant sur les propriétés des dépôts. L'augmentation de la vitesse des particules conduit à une augmentation de leur énergie cinétique à l'impact et une meilleure « accommodation » des particules sur le substrat ce qui conduit à une diminution de la porosité et de la teneur en oxydes (temps de séjour plus court) et à une augmentation de l'adhérence des dépôts. Une diminution de la température des particules tout en la maintenant au-dessus de la température de fusion du matériau, entraîne, généralement, une diminution de la teneur en oxydes des gouttelettes et permet d'améliorer la qualité des dépôts.

Dans ce chapitre, nous présentons successivement les conditions de tir et les mesures réalisées sur les particules en vol à l'aide de dispositif SprayWatch. En effet, avant de réaliser et de caractériser les dépôts obtenus avec les 3 matériaux de l'étude (inox 316L, 97MXC et 98MXC), nous avons étudié les caractéristiques des particules en vol par une technique d'imagerie utilisant une caméra CCD<sup>9</sup>.

## 3.2 Conditions de tir

Les trois matériaux de l'étude, acier 316L, 97MXC et 98MXC ont été projetés avec les mêmes conditions opératoires afin de pouvoir comparer les résultats obtenus sur les particules en vol. Les conditions de projection choisies permettent d'étudier l'influence du diamètre de la buse, de la pression du gaz d'atomisation et du gaz de gainage sur les vitesses et températures des gouttelettes. La tension  $U$ , le courant d'arc  $I$  et la distance de tir  $D$  sont maintenus constants tout au long de ces essais. Les conditions de tir sont rassemblées dans le tableau 3.1

---

<sup>9</sup> Charge Coupled Device

**Tableau 3.1 : Conditions de tir utilisées pour l'étude des gouttelettes en vol. Les gaz d'atomisation et de gainage sont de l'air. I = 150 A ; U = 31 V ; D = 100 mm**

Référence <sup>10</sup> de tir	Diamètre de buse Øbuse (mm)	Gaz d'atomisation Pa (MPa)	Gaz de gainage Pg (MPa)
AX730	7,0	0,31	-
AX740	7,0	0,41	-
AX750	7,0	0,55	-
AX733	7,0	0,31	0,31
AX744	7,0	0,41	0,41
AX830	7,7	0,31	-
AX840	7,7	0,41	-
AX850	7,7	0,55	-
AX822	7,7	0,27	0,27
AX833	7,7	0,31	0,31
AX842	7,7	0,41	0,27
AX843	7,7	0,41	-
AX844	7,7	0,41	0,41

### 3.3 Caractérisation des particules en vol

Nous avons étudié l'influence de chacun des paramètres de projection présentés dans le tableau 3.1 sur l'état des particules en vol pour chaque matériau, puis nous avons comparé l'ensemble de ces résultats afin de conclure sur l'influence générale de ces paramètres.

Les résultats sont rassemblés dans l'annexe 2. Les valeurs présentées dans les tableaux correspondent aux moyennes mesurées par le SprayWatch pendant la durée de chaque mesure (environ 30-60 secondes par mesure).

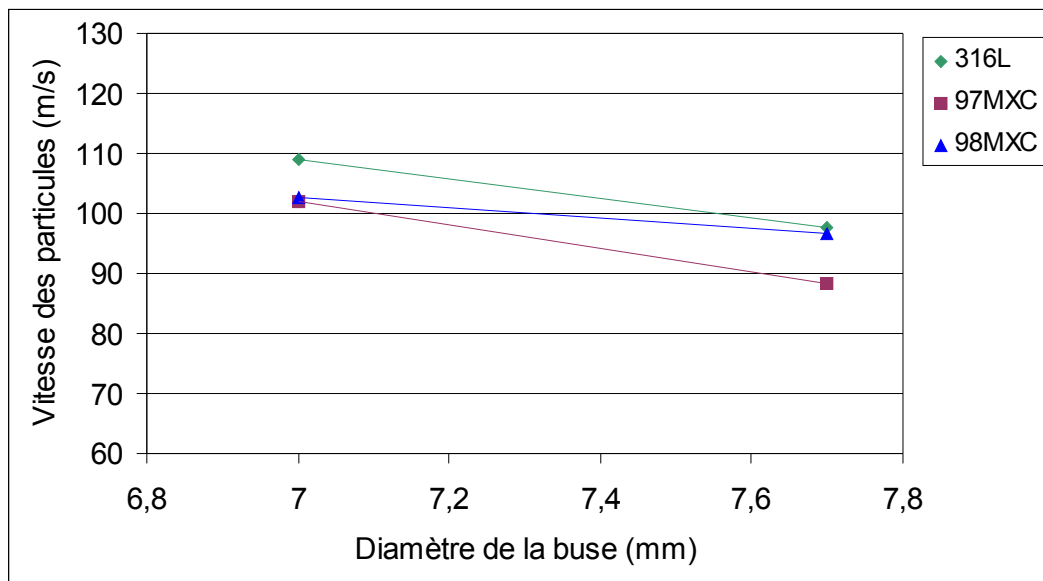
Avant tout, en observant la totalité des résultats, on peut noter que la température des particules est au-dessus de la température de fusion de l'acier (environ 1535°C) et est très peu sensible à la variation des paramètres de projection. En effet, elle varie pour les 3 matériaux entre 1990°C et 2230°C ce qui reste un écart très faible compte tenu notamment de la précision de la mesure. L'effet de la variation des paramètres de projection est, par contre, facilement observable sur la vitesse des particules. C'est pourquoi, dans les paragraphes suivants, nous avons limité l'étude de l'influence des paramètres de projection comme : le

<sup>10</sup> La méthodologie de référencement des tirs est présentée en annexe 1.

diamètre de la buse, la pression du gaz d'atomisation et du gaz de gainage, le type de positionneur, sur la vitesse des particules en vol.

### 3.3.1 Influence du diamètre de la buse sur la vitesse des particules en vol

La figure 3.1 montre l'influence du diamètre de buse (7,0 ou 7,7mm) pour des conditions de pressions de gaz identiques. Comme attendu, la vitesse des particules augmente quand le diamètre de la buse diminue. En effet, à débit de gaz constant, plus le diamètre de la buse de projection est étroit, plus la vitesse du gaz d'atomisation et sa turbulence augmentent. Ceci se traduit par l'augmentation de la vitesse des particules liée à l'augmentation de la vitesse du gaz d'atomisation et également à la diminution de la taille des gouttelettes. Ainsi lorsqu'on passe de la buse de 7,0 mm de diamètre à la buse de 7,7 mm de diamètre, la vitesse des particules diminue d'environ 11,2 ; 13,6 et 6,0 m/s, respectivement, pour les fils de 316L, 97MXC et 98MXC.



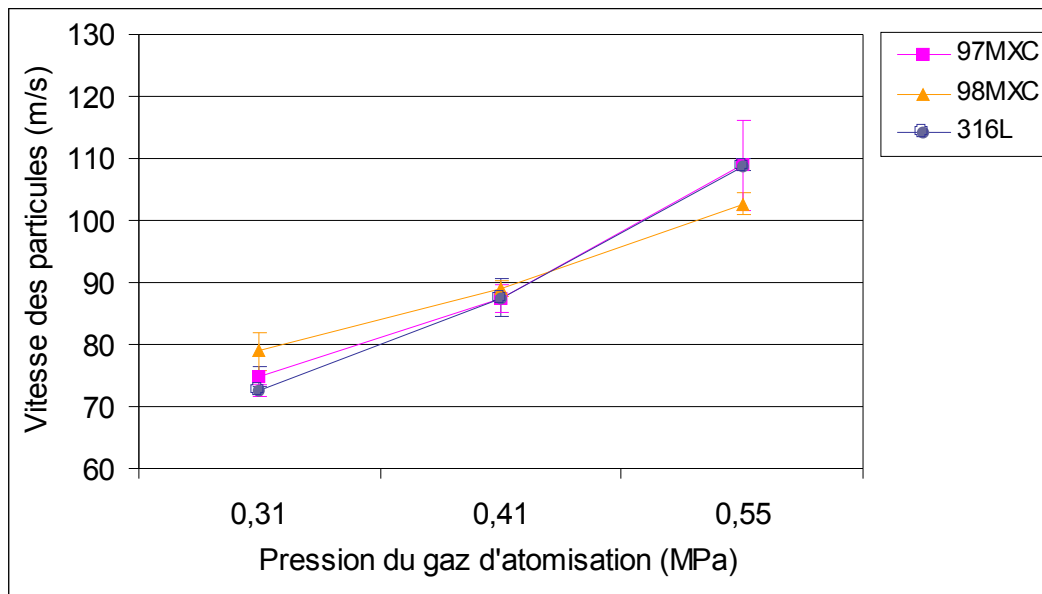
**Figure 3.1 : Influence du diamètre de la buse sur la vitesse des particules en vol pour les fils 316L, 97MXC et 98MXC ( $P_a=0,55\text{MPa}$ ,  $P_g=0$ )**

### 3.2.2 Influence de la pression du gaz d'atomisation

La figure 3.2 montre les variations de la vitesse des particules en fonction de la pression du gaz d'atomisation, en l'absence de gaz de gainage ( $P_g=0$ ) et pour des diamètres de buse identiques.

Pour les trois fils les variations sont identiques, c'est à dire que lorsque le débit du gaz d'atomisation augmente, la vitesse des particules augmente. Ce résultat était attendu étant

donné que lorsque le débit de gaz est plus grand, les gouttelettes de matériau fondu sont plus rapidement arrachées de l'extrémité des fils, leur taille diminue et leur vitesse est aussi plus grande compte tenu du fait qu'elles sont transportées par l'écoulement gazeux. De façon générale, l'augmentation de la pression du gaz d'atomisation se traduit par une augmentation de la vitesse des particules d'environ 131 m/s/MPa pour les 3 fils.



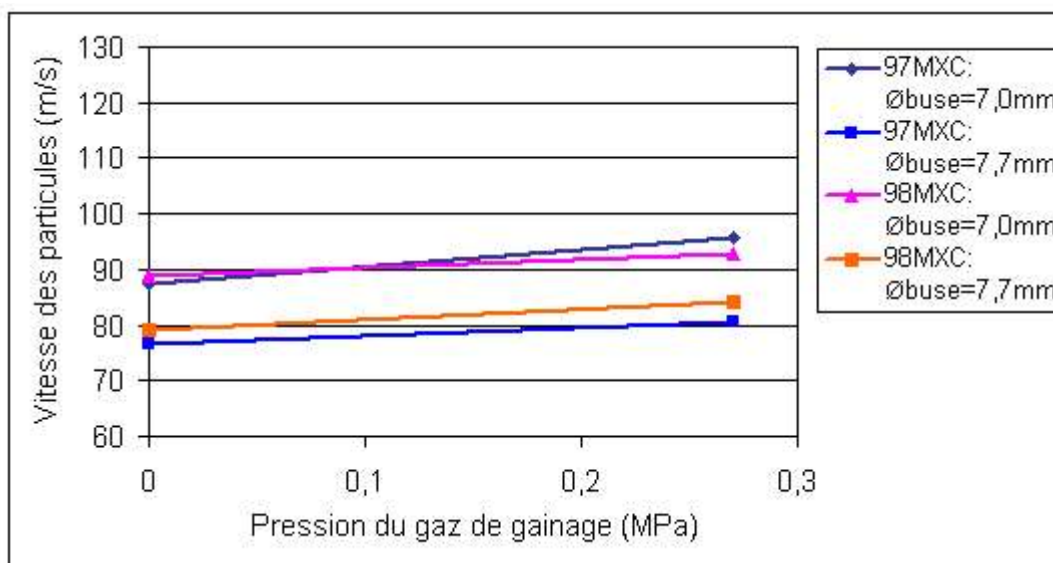
**Figure 3.2 : Influence de la pression du gaz d'atomisation sur la vitesse des particules en vol pour les fils 316L, 97MXC et 98MXC ( $P_g=0$ ,  $\varnothing_{buse}=7,0\text{mm}$ )**

### 3.3.3 Influence du gaz de gainage

Pour le gaz de gainage, nous avons étudié, dans un premier temps, l'effet de l'ajout de ce gaz par rapport à une projection avec uniquement le gaz d'atomisation. Ensuite, nous avons observé l'influence de la pression du gaz de gainage sur la vitesse des particules.

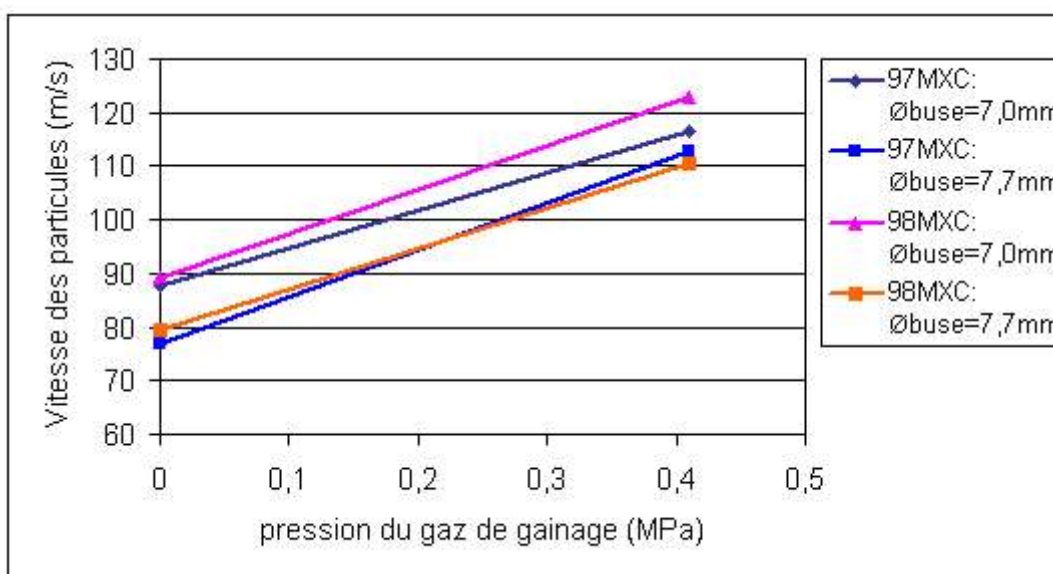
L'ajout du gaz de gainage permet d'augmenter notablement la vitesse des particules. Cet effet est identique pour tous les fils quelque soit le diamètre de la buse ou la pression du gaz d'atomisation. En effet, les courbes sont presque parallèles entre elles. Lorsqu'on ajoute le gaz de gainage, la vitesse augmente d'environ 58 m/s/MPa (pour  $P_g=0,31\text{MPa}$ ). Cet effet est plus prononcé lorsque le gaz d'atomisation est à fort débit :

- pour  $P_g = 0,27\text{MPa}$  (cf. figure 3.3), la vitesse augmente de 15,5 m/s (soit 57 m/s/MPa),
- alors que pour  $P_g = 0,41\text{MPa}$  (cf. figure 3.4), il y a une augmentation de 32,6 m/s (soit 79 m/s/MPa).



**Figure 3.3 : Influence de l'ajout du gaz de gainage sur la vitesse des particules en vol pour les fils 97MXC et 98MXC ( $P_a = 0,41\text{MPa}$ )**

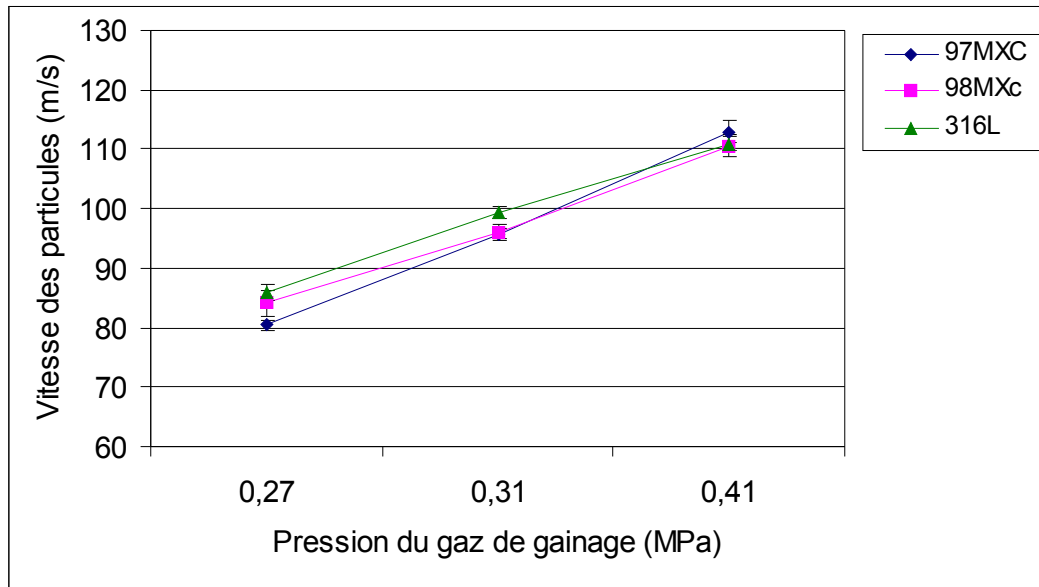
L'ajout du gaz de gainage est donc le paramètre qui influence le plus la vitesse des particules.



**Figure 3.4 : Influence de l'ajout du gaz de gainage sur la vitesse des particules en vol pour les fils de 97MXC et 98MXC ( $P_a = 0,41\text{MPa}$ )**

La figure 3.5 montre les variations de la vitesse des particules en fonction de la pression du gaz de gainage. Comme pour le gaz d'atomisation, l'augmentation du débit du gaz de gainage, conduit à une augmentation de la vitesse des particules. Ce phénomène est vérifié pour les trois fils. Les résultats montrent qu'en utilisant simultanément le gaz d'atomisation et

le gaz de gainage, la vitesse des particules pour les trois fils est proche et supérieure à 110m/s pour les conditions de projection caractérisées par  $P_a=P_g=0,41\text{MPa}$  et  $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ . L'augmentation de la pression du gaz de gainage conduit à l'augmentation de la vitesse moyenne des particules pour les trois fils d'environ 200 m/s/MPa.

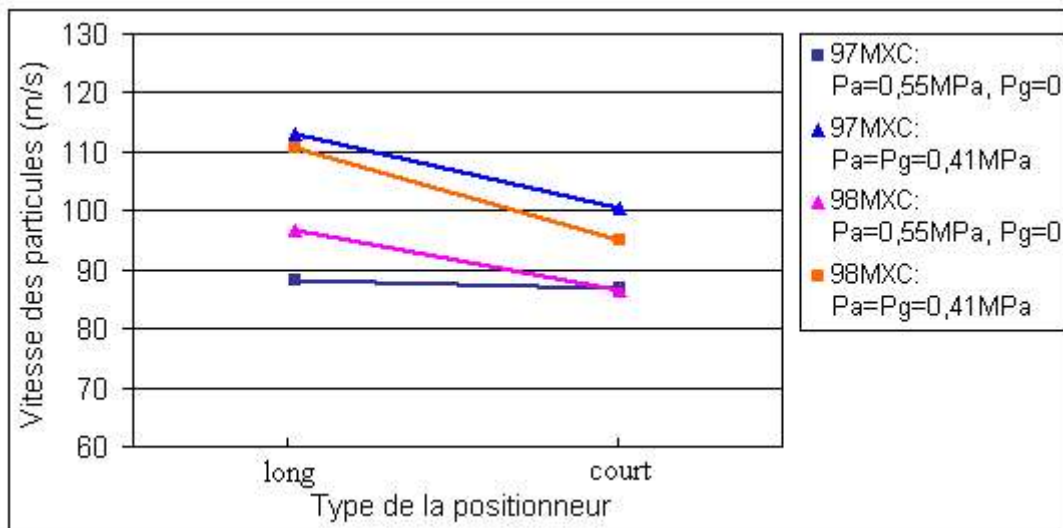


**Figure 3.5 : Influence de la pression du gaz de gainage sur la vitesse des particules en vol pour les fils 316L, 97MXC et 98MXC ( $P_a = 0,41\text{MPa}$ ,  $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ )**

### 3.3.4 Influence du type de positionneur

La figure 3.6 montre l'influence du type de positionneur sur la vitesse des particules. On peut noter que :

- lorsqu'on utilise un positionneur court au lieu d'un positionneur long, la vitesse des particules diminue ;
- l'influence du type de positionneur sur la vitesse des particules est plus importante lorsqu'on utilise simultanément le gaz d'atomisation et le gaz de gainage.

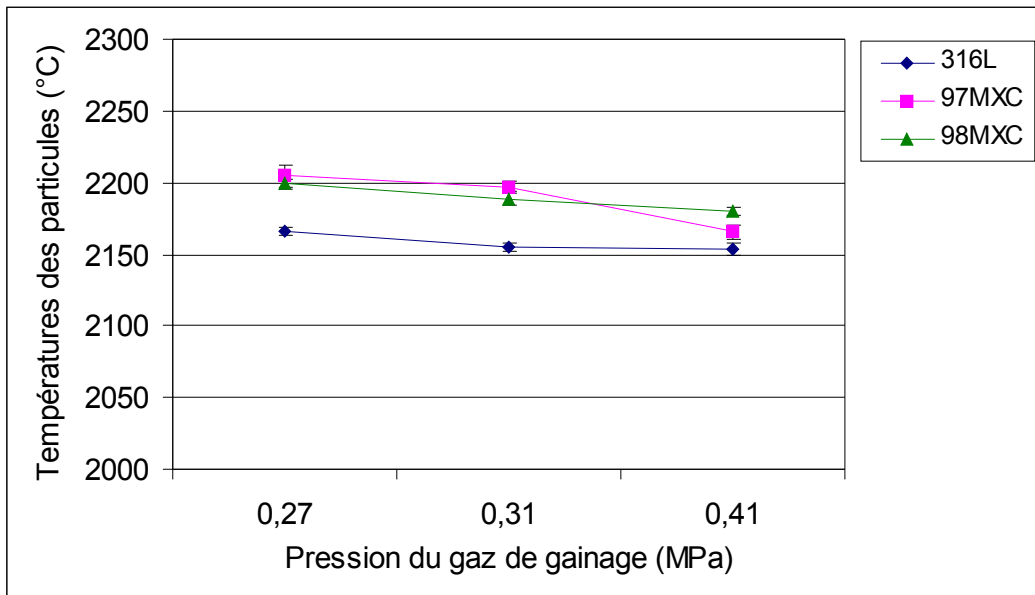


**Figure 3.6 : Influence du type de positionneur sur la vitesse des particules en vol pour les fils 97MXC et 98MXC ( $\text{\O}buse=7,7\text{mm}$ )**

### 3.3.5 Influence du gaz de gainage sur la température des particules

La figure 3.7 montre l'influence de la pression du gaz de gainage sur la température des particules en vol pour les conditions de projection utilisées ( $P_a=0,41\text{MPa}$  et  $P_g=0,27-0,41\text{MPa}$ ). Cette température varie, pour l'ensemble des fils, entre  $2150^\circ\text{C}$  et  $2200^\circ\text{C}$  ce qui correspond à une gamme de variation très faible. Il est aussi important de noter que cette température est bien supérieure à la température de fusion des fils (de l'ordre de  $1535^\circ\text{C}$ ).

Lorsque les particules sont atomisées, elles sont dans un état de surfusion qui peut être accompagné d'un phénomène de vaporisation important. Il semble que ce soit le rayonnement émis par les vapeurs entourant le flux de particules qui est pris en compte dans la méthode de mesure, plutôt que le rayonnement des particules elles-mêmes. Or, comme l'enrobage est le même pour les trois fils et que leurs compositions sont proches, les vapeurs sont sans doute assez proches pour les trois fils. C'est probablement pourquoi la température mesurée est identique pour les trois fils et que les variations de température en fonction de la variation des paramètres de tir ne sont pas détectées.



**Figure 3.7 : Influence de la pression du gaz de gainage sur la température des particules en vol pour les fils 316L, 97MXC et 98MXC ( $P_a=0,41\text{MPa}$ )**

### 3.4 Conclusion

L'objectif des travaux présentés dans ce chapitre était d'observer l'état des particules en vol en projection arc-fil. Nous avons utilisé un système de caméra CCD (SprayWatch) pour étudier les caractéristiques des particules (vitesse et température) pour les matériaux de l'étude projetés avec diverses conditions de tir. Les paramètres que nous avons fait varier sont les suivants : diamètre de la buse, pression du gaz d'atomisation et pression du gaz de gainage.

Grâce aux variations de la vitesse, nous avons pu mettre en évidence l'influence des différents paramètres de projection sur l'état des particules. Ainsi, nous avons pu noter que la vitesse des particules augmente quand :

- le diamètre de la buse diminue ;
- la pression du gaz d'atomisation augmente ;
- un gaz de gainage (secondaire) est utilisé ;
- la pression du gaz de gainage augmente ;
- un positionneur long est utilisé.

Ces résultats sont conformes à ceux obtenus lors d'études précédentes [52,149]. Un point intéressant est que ces effets des différents paramètres sont reproductibles et quasiment



identiques pour les trois fils. Il semble donc qu'on puisse maîtriser l'état des particules en vol en contrôlant les paramètres de projection.

Nous avons également étudié les caractéristiques et l'état des particules en vol pour le fil plein 316L et les fils fourrés 97MXC et 98MXC pour d'autres conditions de projection. Les résultats sont présentés dans les chapitres IV et V de ce manuscrit.

# Chapitre IV : Dépôts d'acier inoxydable 316L

## 4.1 Introduction

Les aciers inoxydables offrent une résistance supérieure à la corrosion due à l'addition de chrome et (ou) de nickel dans l'acier liquide lors de leur élaboration. Ces aciers sont fabriqués à partir d'un alliage de fer qui contient un minimum de 10,5% en masse de chrome. Leur qualité inoxydable est obtenue grâce à la formation d'un film mince et adhérent d'oxyde riche en chrome à leur surface.

Avant d'étudier les dépôts réalisés à partir de fils fourrés, nous avons commencé par étudier des dépôts d'acier inoxydable 316L réalisés par projection arc-fil, afin de pouvoir comparer les deux types de dépôts (dépôt métallique et dépôt composite). Ces dépôts ont été réalisés sur un acier ordinaire XC38 afin d'améliorer ses propriétés mécaniques de surface.

Dans la première partie de ce chapitre, nous exposons d'abord les conditions de tir utilisées et la caractérisation (granulométrie et analyse MEB et SDE) des particules en vol collectées soit dans l'eau soit dans l'argon. Puis, nous présentons la caractérisation physico-chimique des dépôts obtenus.

## 4.2 Caractérisation des particules en vol

### 4.2.1 Conditions de tir

L'équipementier TAFE propose les gammes de variations suivantes pour le courant d'arc, la tension et la distance pistolet-substrat [20] :

Intensité de courant:  $I=50-350$  A,

Tension:  $U=30-32$  V,

Distance de tir:  $D=75-125$  mm.

Pour l'ensemble des tirs, nous avons choisi de maintenir constants ces 3 paramètres et nous les avons fixé aux valeurs suivantes :

$I = 150$  A ;  $U = 31$  V ;  $D = 100$  mm. Nous avons fait varier le diamètre de la buse d'atomisation et le débit des gaz d'atomisation et de gainage. L'ensemble des tirs effectués et leurs conditions opératoires sont récapitulés dans le tableau 4.1

**Tableau 4.1 : Conditions de tir utilisées pour la collecte des particules dans l'eau**

$I = 150$  A ;  $U = 31$  V ;  $D = 100$  mm

Référence de tir	Diamètre de buse $\varnothing_{\text{buse}}$ (mm)	Gaz d'atomisation $P_a$ (MPa)	Gaz de gainage $P_g$ (MPa)
A16844	7,7	0,41	0,41
A16833	7,7	0,31	0,31
A16850	7,7	0,55	-
A16840	7,7	0,41	-
A16744	7,0	0,41	0,41
A16750	7,0	0,55	-
A16644	6,4	0,41	0,41
A16650	6,4	0,55	-
A16640	6,4	0,41	-

*Remarque :*

*L'utilisation de la buse de diamètre 6,4 mm s'accompagne, sous de fortes pressions de gaz d'atomisation ( $P_a > 0,4 \text{ MPa}$ ) d'une variation de l'intensité de courant. Les fluctuations relevées peuvent s'expliquer par le régime d'écoulement particulièrement turbulent qui se développe au niveau de la buse compte tenu de son faible diamètre et des fortes vitesses de gaz. Il en résulte alors une instabilité marquée de l'arc qui s'établit entre les 2 électrodes.*

Les conditions de tir utilisées lors de la collecte des particules dans l'argon ont été sélectionnées à partir des résultats obtenus lors de l'étude des particules collectées dans l'eau.

La collecte des particules dans l'argon a, ainsi, été réalisée pour 4 conditions de tir (A16850, A16844, A16750, A16744) utilisées lors de la collecte dans l'eau et une condition supplémentaire (A16740 :  $\varnothing_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$  ;  $P_a=0,41\text{MPa}$  ;  $P_g=0\text{MPa}$ ) qui apparaît intéressante pour obtenir de petites particules peu oxydées.

## 4.2.2 Résultats et discussion

### 4.2.2.1 Répartition en taille des particules

La distribution en taille des particules collectées a été obtenue par analyse granulométrique à l'aide d'un granulomètre laser. Les valeurs des diamètres moyens des particules collectées dans l'eau et dans l'argon sont récapitulées dans le tableau 4.2

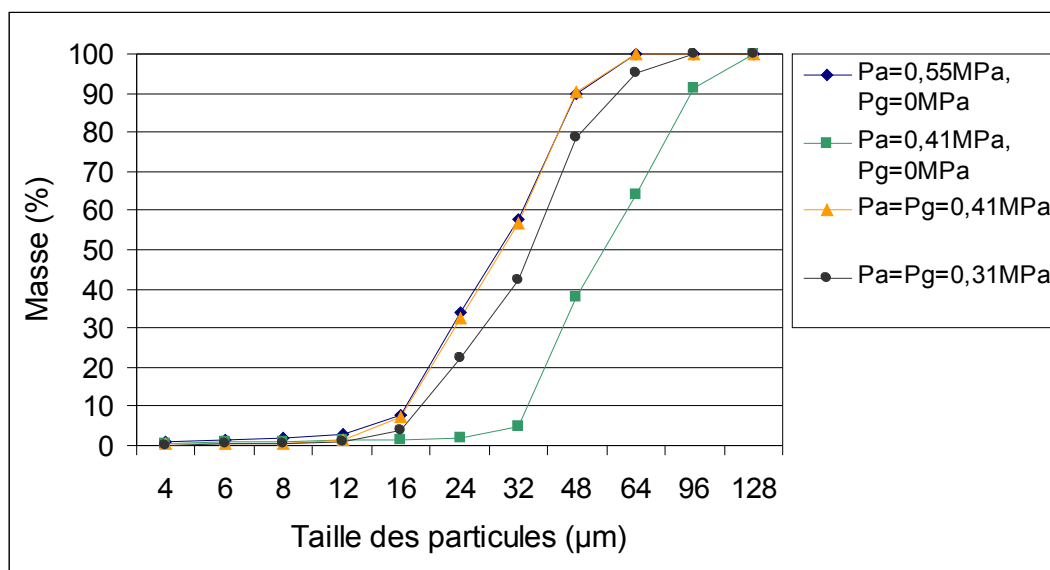
**Tableau 4.2 : Diamètre moyen des particules collectées dans l'eau et dans l'argon**

Référence de tir	A16840	A16833	A16850	A16844	A16740	A16750	A16744	A16640	A16650	A16644

<b>Diamètre moyen</b> ( $\mu\text{m}$ ) eau	55	35	29	30	28	20	22	28	23	25
<b>Diamètre moyen</b> ( $\mu\text{m}$ ) argon			40	38	45	36	38			

Les résultats de diamètre moyen des particules collectées dans l'eau lors de la projection avec la buse de diamètre de 7,7 mm montrent qu'en utilisant en même temps le gaz d'atomisation et le gaz de gainage avec des pressions élevées (0,41MPa pour tous les deux), on peut diminuer la taille des particules d'environ 50% (55 $\mu\text{m}$  et 30 $\mu\text{m}$  respectivement pour A16840 et A16844). Les particules collectées dans l'argon ont, pour les mêmes conditions de tir, des tailles plus élevées que celles collectées dans l'eau. Ceci peut s'expliquer par la formation d'agglomérats dans le collecteur, les particules n'y étant pas refroidies suffisamment rapidement. Toutefois, le classement par taille suivant les conditions de tir reste le même que celui relevé lors de la collecte dans l'eau. Ainsi, logiquement, une pression de gaz d'atomisation élevée conduit à l'obtention de particules de plus petite taille et ceci quel que soit le diamètre de buse.

La figure 4.1 montre l'influence de la pression des gaz d'atomisation et de gainage sur la taille des particules. Les tailles des particules sont approximativement comprises entre 10 et 120 $\mu\text{m}$ . La plus petite taille est obtenue avec une pression de gaz d'atomisation élevée ( $P_a=0,55\text{MPa}$ ) ou lors de l'utilisation à la fois du gaz d'atomisation et du gaz de gainage avec une pression élevée ( $P_a=P_g=0,41\text{MPa}$ ).



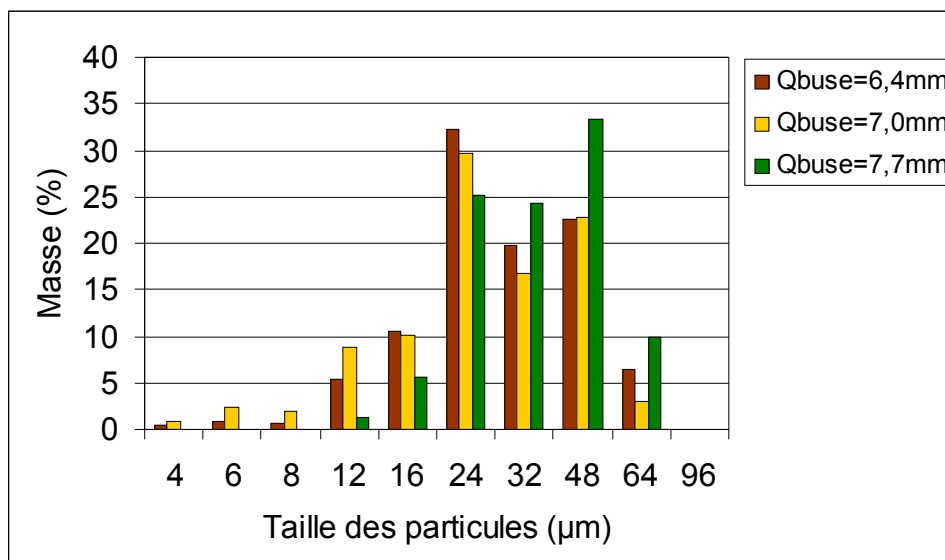
**Figure 4.1 : Répartition en taille des particules de 316 L suivant les pressions de gaz d'atomisation et de gainage ( $\varnothing_{buse}=7,7\text{mm}$ )**

Les répartitions granulométriques obtenues sont bimodales et traduisent ainsi la différence de fusion entre les 2 fils qui jouent respectivement le rôle d'anode et de cathode, les particules les plus grosses provenant de l'anode où la densité énergétique est plus faible. Par ailleurs, le diamètre de la buse influe de manière notable sur la taille des particules. Un diamètre de buse plus petit favorise la formation de particules plus fines, la vitesse des gaz étant plus élevée que pour des buses plus larges, sous la même pression.

La figure 4.2 montre l'influence du diamètre de buse sur la taille des particules. Grâce à l'utilisation simultanée du gaz d'atomisation et du gaz de gainage, la taille des particules obtenues avec les trois buses diminue mais reste comprise entre 4 et 96  $\mu\text{m}$ . L'utilisation de la buse de diamètre 6,4 mm conduit néanmoins à l'obtention de particules plus grosses que la buse de diamètre 7,0 mm, ce résultat pouvant s'expliquer par les instabilités du courant d'arc relevées lors des tirs.

Pour avoir des particules de petites tailles, il faut donc travailler :

- à une pression de gaz d'atomisation élevée,
- avec une buse de petit diamètre mais suffisamment large pour éviter les instabilités de l'arc : buse de 7,0 mm de diamètre,
- avec un gaz de gainage à une pression élevée (supérieure à 0,4MPa).

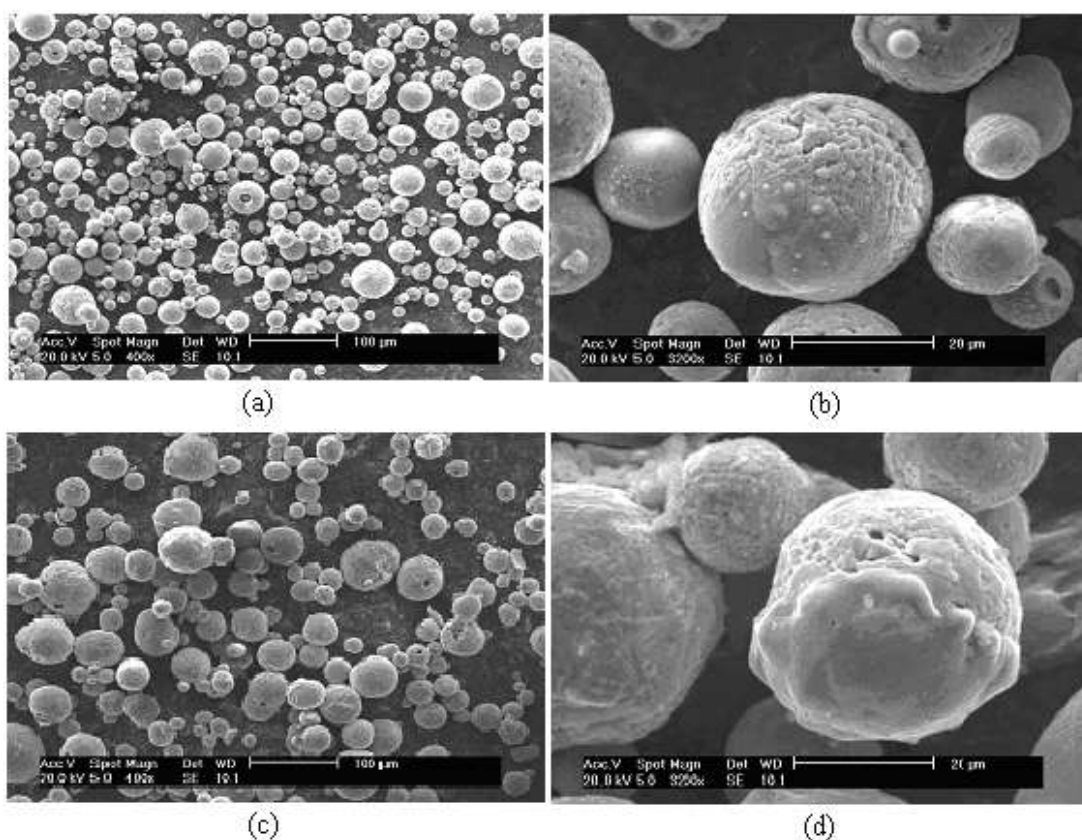


**Figure 4.2 : Répartition en taille des particules de 316 L selon le diamètre de la buse ( $P_a=P_g=0,41\text{MPa}$ )**

#### 4.2.2.2 Morphologie des particules collectées

Les particules collectées dans l'eau et dans l'argon ont une forme sphérique (*cf. figure 4.3*), ce qui atteste leur bon état de fusion. Il est évident que la taille des particules projetées avec un gaz d'atomisation et un gaz de gainage est inférieure à celle obtenue avec un gaz d'atomisation seul sous la même la pression.

La vue d'ensemble des particules au MEB montre une relative régularité de la surface des particules. Cependant, une observation plus détaillée permet de noter la présence de craquelures et d'une fine pellicule, plus ou moins détachée de la surface à certains endroits, qui peut correspondre à une couche d'oxydes.



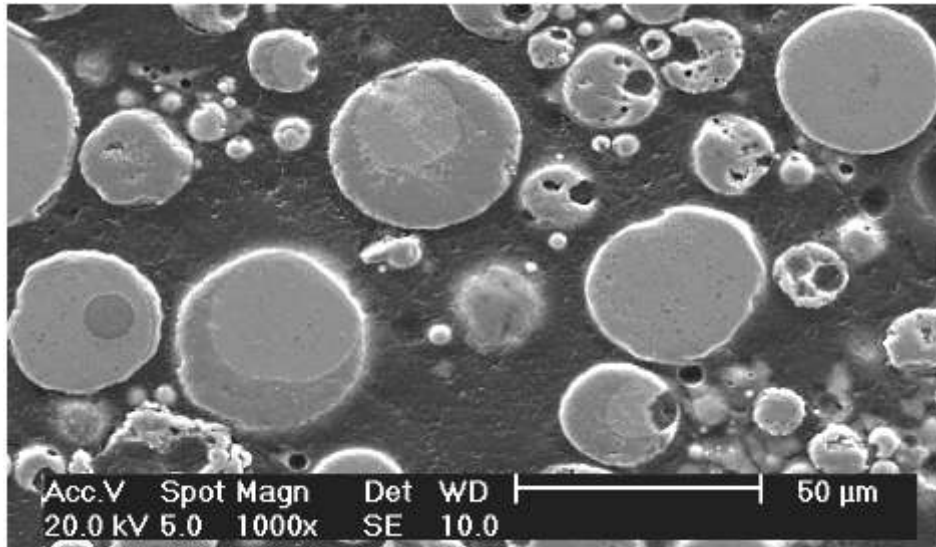
**Figure 4.3 : Observation au microscope électronique à balayage des particules collectées dans l'eau (a), (b) ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$  ;  $\text{P}_a=\text{P}_g=0,41\text{MPa}$ ) (c), (d) ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$  ;  $\text{P}_a=0,41\text{MPa}$  ;  $\text{P}_g=0$ )**

#### 4.2.2.3 Oxydation des particules collectées en vol

L'oxydation des particules a été étudiée tout d'abord au microscope électronique à balayage à partir de vues en coupe de ces dernières afin de localiser les oxydes présents dans les particules. En effet, comme l'indique la littérature [69], l'oxyde peut se trouver au cœur des gouttelettes du fait de mouvements convectifs internes dans les gouttelettes projetées.

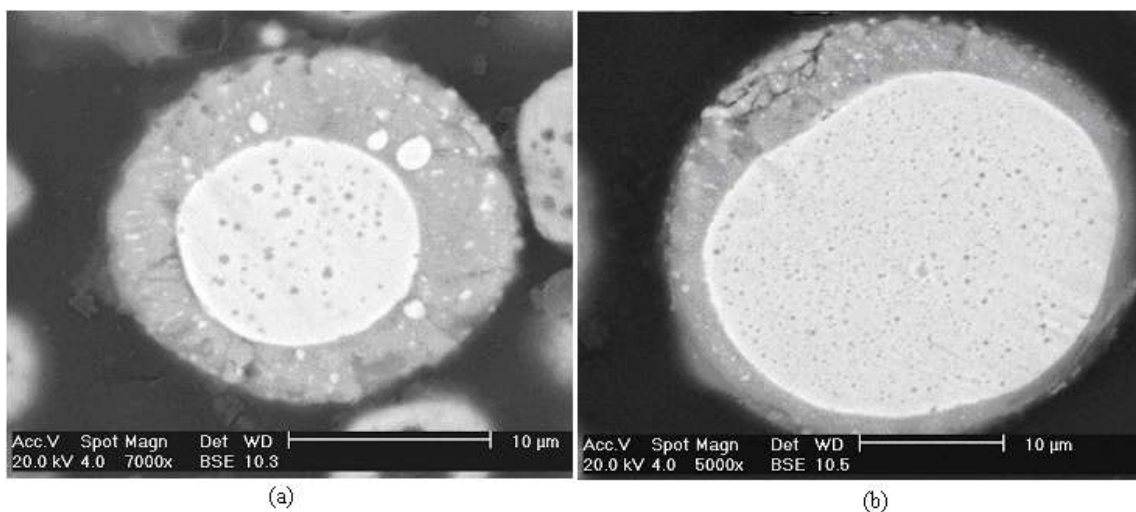
Les micrographies présentées (cf. figure 4.4) permettent de mettre en évidence deux distributions différentes en oxydes :

- en surface, sous la forme d'une couche plus ou moins fine,
- à cœur avec la présence de nodules d'oxydes dus à des mouvements convectifs internes (cf. figure 4.5). Ce type de distribution reste néanmoins minoritaire et ne concerne que de très rares particules. Il n'a été observé que pour des particules de tailles supérieures au diamètre moyen obtenu pour les différentes conditions de tir.



**Figure 4.4 : Observation au microscope électronique à balayage des particules collectées dans l'eau ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$  ;  $P_a=P_g=0,41\text{MPa}$ )**

De plus, il est à noter la non-miscibilité entre les 2 phases liquides (oxyde et métal) qui peut s'expliquer par des différences de densité ( $d_{316L}=7970$  et  $d_{\text{oxyde}(\text{FeCr}_2\text{O}_4)}=4500\text{-}4800\text{ kg/m}^3$ ) et de tension de surface [67].





**Figure 4.5 : Observation au microscope électronique à balayage des particules collectées dans l'eau ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$  ;  $\text{Pa}=0,55\text{MPa}$ )**

Les observations de coupes de particules au microscope électronique à balayage montrent que l'utilisation d'un gaz de gainage permet de réduire l'épaisseur de la couche d'oxyde observée en surface. En fait, le gaz de gainage joue les rôles suivants :

- concentration du jet de particules et gainage de ce dernier ce qui limite la quantité d'air entraînée ;
- augmentation de la vitesse des particules et donc diminution de leur temps de séjour en vol et diminution de leur température cause d'un refroidissement à plus énergique déterminé par l'observation des gouttelettes collectées dans l'eau (*cf. tableau 4.3*).

**Tableau 4.3 : Vitesse et température de surface des particules en vol mesurées par un système de caméra CCD (SprayWatch) avec rappel des diamètres**

Référence de tir	A16850	A16844	A16740	A16750	A16744
<b>Vitesse des particules (m/s)</b>	98±4	110±6	87±4	109±7	125±6
<b>Température des particules (°C)</b>	2063±39	2021±43	2117±122	2072±122	2058±55
<b>Diamètre moyen des particules (µm)</b>	29	30	28	20	22

Des pressions de gaz d'atomisation élevées conduisent à une teneur en oxyde plus importante. Ceci s'explique, d'une part, par la plus petite taille des particules et donc leur plus grande surface spécifique, mais aussi par une augmentation de la quantité d'air entraînée par le jet.

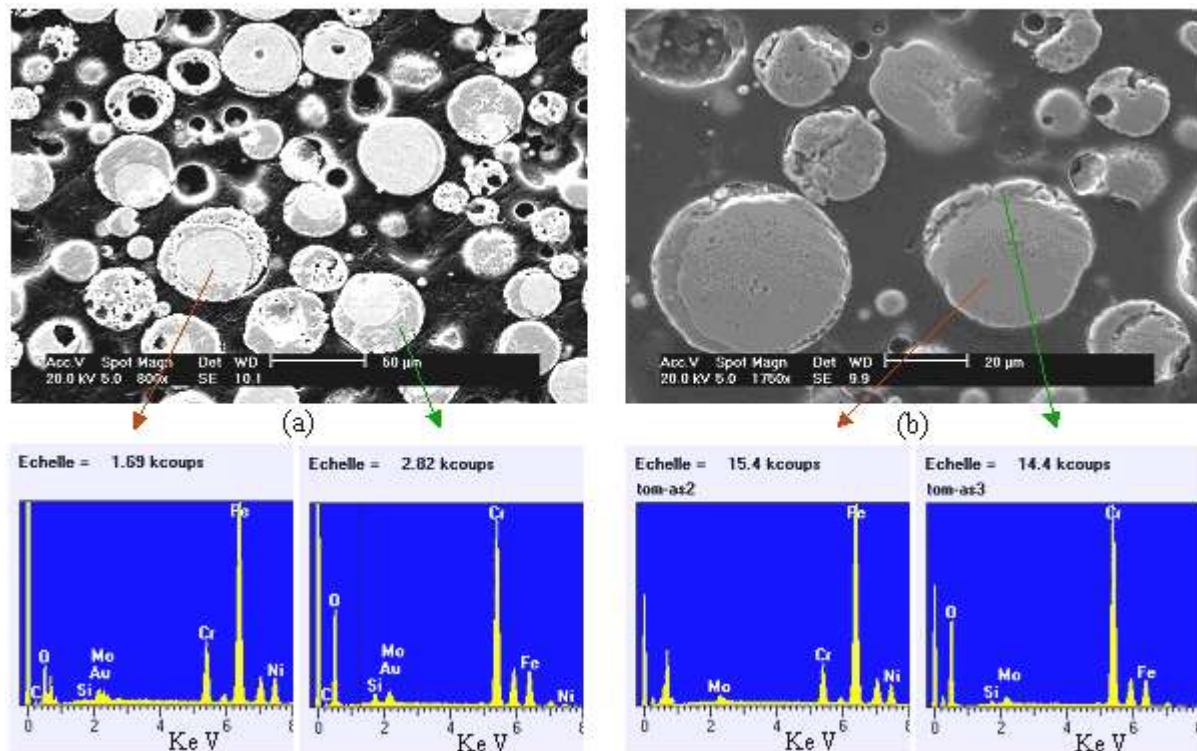
Par ailleurs, on observe que les particules de plus petites tailles obtenues avec les conditions <sup>11</sup>A1650 et <sup>12</sup>A16844 sont plus oxydées ; elles présentent une épaisseur d'oxyde importante (jusqu'à 2 µm) qui résulte de leur plus grande surface spécifique.

<sup>11</sup> A16850 :  $\text{Ø}_{\text{buse}} = 7.0 \text{ mm}$  ;  $\text{Pa} = 0.55 \text{ MPa}$  ;  $\text{Pg} = 0 \text{ MPa}$

<sup>12</sup> A16844 :  $\text{Ø}_{\text{buse}} = 7.0 \text{ mm}$  ;  $\text{Pa} = 0.41 \text{ MPa}$  ;  $\text{Pg} = 0.41 \text{ MPa}$

En outre, pour une même condition de tir, l'épaisseur relative de la couche d'oxyde des particules collectées dans l'argon est plus faible que celle observée sur les particules collectées dans l'eau. La collecte dans l'eau semble donc bien s'accompagner d'une oxydation supplémentaire au contact de l'eau alors que le système de collecte dans l'argon permet de s'en affranchir.

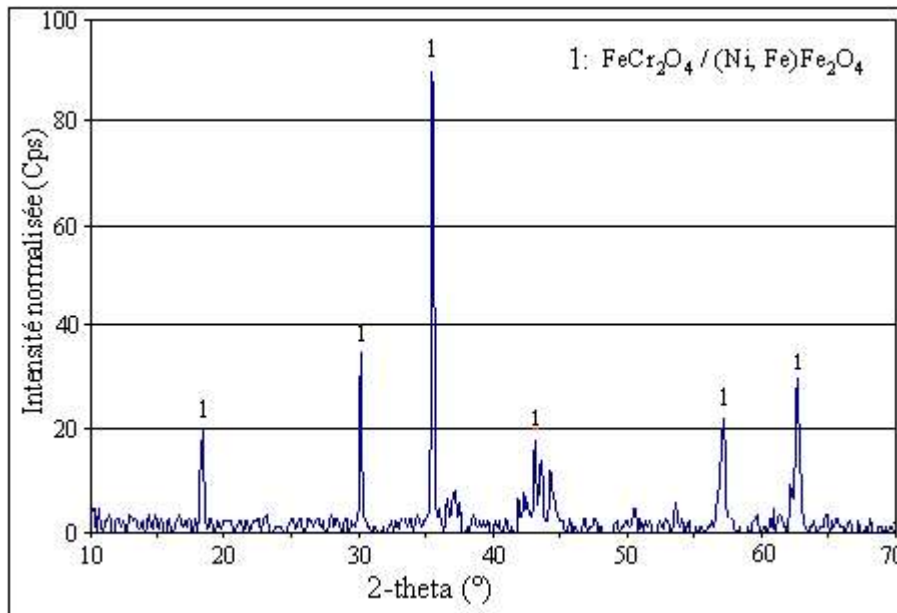
L'utilisation d'une sonde d'analyse à dispersion d'énergie (SDE) couplée au microscope électronique à balayage a permis de déterminer de manière qualitative les éléments présents au sein de la particule et dans la couche d'oxyde. Ainsi, que ce soit pour les particules collectées dans l'eau ou dans l'argon, nous relevons sur les spectres (*cf. figure 4.6*) des pics correspondant à l'oxygène et au chrome plus intenses dans les couches d'oxyde qu'au cœur des particules. L'oxydation en vol des particules semble donc conduire à la formation d'une couche d'oxyde riche en chrome.



**Figure 4.6 : Observation au microscope électronique à balayage et analyse SDE de coupes de particules collectées dans l'eau (a) et dans l'argon (b) ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$  ;  $\text{Pa}=0,55\text{MPa}$  ;  $\text{Pg}=0$ )**

Les analyses par rayons X sur les poudres pour identifier les phases en présence se sont avérées délicates à interpréter. En effet, en comparant les spectres (*cf. figure 4.7*) obtenus avec ceux de la base de donnée (fiches JCPDS), 3 phases présentent des spectres relativement identiques avec des pics qui apparaissent aux mêmes valeurs d'angle  $2\theta$  avec des hauteurs de

pic assez similaires. Il s'agit de la magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), de la chromite ( $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ ) et de la trévorite ( $(\text{Ni}, \text{Fe})\text{Fe}_2\text{O}_4$ ). D'après la littérature [64,66], la phase d'oxyde dominante est la chromite non stœchiométrique, la présence de trévorite restant à confirmer.



**Figure 4.7 : Spectre de diffraction RX de particules collectées dans l'eau ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$  ;  $\text{Pa}=0,55\text{MPa}$  ;  $\text{Pg}=0$ )**

Pour quantifier la quantité d'oxygène présente dans les particules, nous avons également utilisé un analyseur LECO®. Il permet de mesurer les pourcentages volumiques en oxygène au sein des particules collectées. Les résultats de ces mesures sont présentés dans le tableau 4.4.

**Tableau 4.4 : Pourcentage volumique en oxygène présent dans les particules collectées en vol et mesuré par un analyseur LECO**

	Milieu de collecte	A16844 ( $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ , $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ )	A16744 ( $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ , $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$ )	A16750 ( $\text{Pa}=0,55\text{MPa}$ ; $\text{Pg}=0$ ; $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$ )
<b>Pourcentage volumique en oxygène</b>	eau	14,83% ± 0,68	22,40% ± 0,27	21,32% ± 0,20
	argon	9,01% ± 2,26	10,18% ± 0,83	

D'après ce tableau, pour des conditions de tir identiques, les particules collectées dans l'eau ont, comme nous pouvions le supposer, une teneur en oxygène plus élevée que celles collectées dans l'argon. Ce résultat confirme l'hypothèse selon laquelle la collecte dans l'eau

s'accompagne d'une oxydation supplémentaire des particules qui peut être due à la décomposition de H<sub>2</sub>O vapeur en OH et H.

Par ailleurs, selon les conditions de tir, la teneur en oxygène varie fortement pour des particules collectées dans l'eau, et varie moins pour des particules collectées dans l'argon. Ces variations de teneur en oxygène peuvent s'expliquer par des tailles de particules différentes et donc des surfaces spécifiques différentes. En effet, d'après l'analyse granulométrique, avec les conditions de tir A16844 et A16850, les particules collectées ont un faible diamètre (~ 30 µm) et donc, présentent une surface spécifique plus grande. Elles sont par conséquent plus oxydées que des particules de taille supérieure.

### 4.2.3 Conclusion

Des particules plus fines sont obtenues soit pour des pressions de gaz d'atomisation élevées (Pa=0,55MPa) soit des pressions de gaz d'atomisation et de gainage élevées (Pa=Pg=0,41MPa) et en utilisant des buses de faible diamètre (7,0mm). La buse de 6,4 mm de diamètre ne sera pas utilisée pour la réalisation des dépôts compte tenu des instabilités de l'arc observées.

Nous ne travaillerons donc plus par la suite qu'avec les buses de 7,0 et de 7,7 mm de diamètre en privilégiant des pressions en gaz d'atomisation et en gaz de gainage élevées (>0,4MPa) car elles permettent d'obtenir des particules de plus petites tailles qui devraient favoriser la réalisation de dépôts denses.

Néanmoins et, compte tenu des fortes teneurs en oxydes relevées pour les particules projetées avec les conditions de tir A16750 et A16744, il paraît souhaitable de réaliser des essais à plus faible pression de gaz (<0,5MPa, par exemple avec la condition de tir A16740) pour limiter l'oxydation tout en gardant des particules de petites tailles.

## 4.3 Etude des dépôts d'acier 316L sur substrat XC 38

L'étude de caractéristiques des particules collectées nous a permis de sélectionner les conditions de tir qui semblent pouvoir conduire à l'obtention de dépôts denses et peu oxydés, à savoir des pressions de gaz d'atomisation et de gaz de gainage élevées (conditions de tir : A16850 et A16844 par exemple) et l'utilisation de buses de petit diamètre (conditions de tir : A16750, A16740...). Les valeurs sont données dans le tableau 4.5.

La caractérisation des dépôts portera notamment sur leur épaisseur, leur rugosité, leur dureté, leur porosité, leur teneur en oxyde et leur adhérence.

### 4.3.1 Conditions de tir

L'ensemble des dépôts a été réalisé à une distance de tir de 100 mm, en 5 passes et avec une vitesse relative pistolet-substrat de 1m/s. On repère sur les échantillons la direction de l'axe de tir, car les propriétés des dépôts réalisés par passes successives peuvent varier suivant que les mesures sont effectuées parallèlement à l'axe de tir ou perpendiculairement.

Les conditions de tir utilisées pour la réalisation des dépôts sont résumées dans le tableau 4.5.

**Tableau 4.5 : Conditions de tir utilisées pour la réalisation des dépôts d'acier 316L**

I = 150 A ; U = 31 V ; D = 100 mm

Référence de tir	Diamètre de buse Øbuse(mm)	Gaz d'atomisation Pa (MPa)	Gaz de gainage Pg (MPa)
A16850	7,7	0,55	-
A16844	7,7	0,41	0,41
A16750	7,0	0,55	-
A16744	7,0	0,41	0,41
A16740	7,0	0,41	-

### 4.3.2 Résultats et discussion

L'ensemble des résultats obtenus est reporté dans le tableau 3.6, les différents essais étant classés par taille moyenne croissante des particules.

**Tableau 4.6 : Propriétés des dépôts d'acier 316L en fonction des conditions de tir**

Référence de tir	Taille de particules (µm)	Rugosité Ra (µm)	Epaisseur de dépôt (µm)	Microdureté (HV <sub>3N</sub> )	Adhérence (MPa)	Porosité <sup>13</sup> (%)	Teneur en oxyde <sup>14</sup> (%)
A16750	20	7,2 ± 1,7	253	303 ± 29	59 ± 9	7	17
A16744	22	7,5 ± 1,3	273	347 ± 30	60 ± 8	5	13
A16850	29	7,7 ± 1,7	279	327 ± 24	59 ± 2	7	18

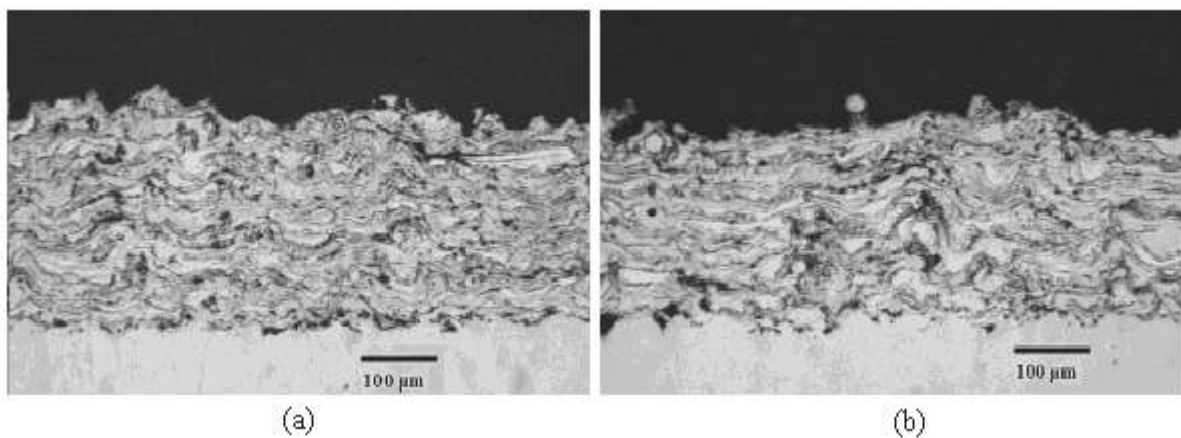
<sup>13</sup> Ces mesures sont réalisées par analyse d'image.

<sup>14</sup> Ces mesures sont réalisées par analyse d'image.

A16844	30	8,3 ± 2,2	260	309 ± 26	65 ± 9	8	16
A16740	28	8,1 ± 1,3	243	305 ± 19	58 ± 4	9	17

#### 4.3.2.1 Microstructure des dépôts

Les dépôts présentent une microstructure avec des lamelles de relativement faible (2-5µm) épaisseur et une porosité plus faible (7%) pour des particules avec des vitesses plus élevées (~110 m/s). Cette différence est, par exemple, assez marquée pour les dépôts réalisés avec les conditions de tir A16740 et A16750 (*cf. figure 4.8*).



**Figure 4.8 : Micrographie optique d'un dépôt de 316L réalisé par projection arc-fil (a):  $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$  ;  $P_a=0,55\text{MPa}$  ;  $P_g=0$  ; (b) :  $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,0\text{mm}$  ;  $P_a=0,41\text{MPa}$  ;  $P_g=0$**

Une observation plus précise conduit à noter que les lamelles diffèrent notamment en termes de taille et de forme. Ces dernières sont plus fines et plus étirées pour des pressions en gaz élevées. Dans de telles conditions, les particules qui forment le dépôt sont petites ( $\text{Ø}=20\mu\text{m}$  pour la condition de tir A16750) et impactent sur le substrat avec des vitesses élevées (109 m/s pour la condition de tir A16750). Elles s'avèrent donc plus aptes à se déformer et à s'étaler. Par conséquent, pour de faibles pressions en gaz, la structure obtenue est relativement hétérogène alors qu'elle devient plus régulière sous de fortes pressions.

#### 4.3.2.2 Rugosité

Les mesures de rugosité ont été réalisées suivant des moyennes de trois mesures (longueur de mesure=4,8mm) dans la direction de tir puis de trois mesures perpendiculairement au tir. En effet, les dépôts présentent du fait de leur mode de construction

des rugosités différentes selon ces deux directions. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 4.6.

Pour la buse de diamètre 7 mm, l'augmentation de la pression du gaz d'atomisation (correspondant aux conditions de tir A16740 et A16750) conduit à une augmentation de la vitesse des particules à l'impact et donc à une diminution de la rugosité des dépôts obtenus. Pour les conditions de tir qui utilisant une pression de gaz d'atomisation et de gainage plus élevées (conditions de tir A16844 et A16744), en diminuant le diamètre de buse de 7,7mm à 7,0mm, la rugosité diminue de 8,3 à 7,5 $\mu$ m. Cette diminution de rugosité peut s'expliquer par la diminution de la taille des particules mais aussi par l'augmentation de la vitesse des particules à l'impact sur le substrat.

#### 4.3.2.3 Micro-dureté

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 4.6. Le dépôt le plus dur est le dépôt A16744 réalisé avec la buse de diamètre 7,0 mm en présence d'un gaz de gainage. Ce dépôt présente une dureté de 347 $\pm$ 30 HV<sub>3N</sub>, A titre indicatif la dureté de l'acier 316L massif est d'environ 230 HV. Cette valeur de dureté élevée peut s'expliquer leur teneur en oxydes assez élevée. Mais cela ne peut être la seule explication puisqu'on obtient avec la condition A16750 un dépôt moins dur bien (303 $\pm$ 29 HV<sub>3N</sub>) que les particules soient plus petites et plus oxydées.

La dureté apparente du dépôt A16744 peut alors s'expliquer soit par une plus grande vitesse des particules à l'impact résultant de la constriction du jet par le gaz de gainage, soit par une différence de composition chimique entre les particules A16750 et A16744 provenant d'une éventuelle évaporation d'éléments comme le chrome lors de l'oxydation en vol pour les particules A16750.

Pour la buse de diamètre 7,7mm, l'utilisation d'un gaz du gainage tend, au contraire, à diminuer la dureté des dépôts obtenus. Ceci peut s'expliquer par la plus grosse taille des particules A16844 mais aussi et surtout par la plus forte teneur en oxyde du dépôt A16850.

En effet, pour la condition de tir A16850, grâce à une vitesse de particules plus basse (98m/s) par rapport à la condition de tir A16844 (110m/s), l'oxydation de particules et du dépôt augmentent (18%). Cette dernière conduit à l'obtention d'une micro-dureté plus élevée du dépôt A16850 (327 $\pm$ 24HV<sub>3N</sub>) par rapport au dépôt A16844 (309 $\pm$ 26HV<sub>3N</sub>).

#### 4.3.2.4 Porosité

Les mesures de porosité ont été réalisées par analyse d'image à partir des niveaux de noir sur les micrographies des dépôts. Le dépôt le plus poreux est obtenu pour les conditions de tir A16740 (*cf. tableau 4.6*). Son taux de porosité s'explique par la faible vitesse des particules projetées. Leur déformation à l'impact et leur étalement sont alors moins aisés. La microstructure est donc plus grossière et comporte des pores en grande quantité.

Par contre, le dépôt obtenu pour les conditions de tir A16744 est le moins poreux grâce à deux effets simultanés : l'utilisation d'un gaz de gainage et de la buse de petit diamètre qui conduisent à une forte vitesse des particules à l'impact sur le substrat.

#### 4.3.2.5 Teneur en oxydes

Les résultats de l'analyse du LECO montrent que l'influence du diamètre de buse sur la quantité d'oxygène des particules collectées dans l'eau est plus forte que sur celles collectées dans l'argon. C'est à dire qu'en diminuant le diamètre de buse de 7,7 mm à 7,0 mm, le pourcentage d'oxygène des particules collectées dans l'eau et dans l'argon augmentent de 51% et de 13% en volume, respectivement.

Il est également évident que la nature de l'environnement de collecte des particules influence fortement la quantité d'oxygène des particules collectées. En effet, en utilisant de l'argon à la place de l'eau pour collecter les particules, la quantité d'oxygène pour les particules atomisées sous les conditions de tir A16844 et A16744, diminue environ de 120% et 64% en volume respectivement.

La teneur en oxyde a été déterminée par analyse d'image à partir des niveaux de gris du dépôt. La buse de diamètre 7,0mm avec un gaz de gainage permet d'obtenir des dépôts peu oxydés (13%) alors que la buse de diamètre 7,7mm dans les mêmes conditions conduit à un pourcentage d'oxyde plus élevé (16%). Cette différence peut s'expliquer par les vitesses élevées des particules lors de l'utilisation de la buse de diamètre 7mm avec une double injection de gaz. Les gouttelettes ont donc un temps de séjour dans le jet plus court et sont alors moins oxydées malgré leur petite taille.

Il est cependant important de noter que l'influence du gaz de gainage est difficile à mettre en évidence, le système d'alimentation en air comprimé ne permettant pas de travailler avec des pressions en gaz d'atomisation et de gainage égales à 0,55MPa comme c'est le cas pour la pression d'atomisation dans les tirs réalisés sans gaz de gainage (*cf. tableau 4.5*).



#### 4.3.2.6 Adhérence des dépôts

L'ensemble des dépôts réalisés présente une adhérence élevée (#60MPa). A titre de comparaison :

- le dépôt d'acier 316L réalisé sur un substrat d'aluminium AU4G par arc-fil présente une adhérence de l'ordre de 44 MPa [106] ;
- le procédé HVOF, caractérisé par l'obtention de dépôts particulièrement adhérents ne permet d'atteindre qu'une valeur de 54,3MPa [150] pour le même couple substrat/dépôt (acier bas carbone/316L).

Cette forte valeur d'adhérence peut s'expliquer soit par la pénétration de l'adhésif au sein du dépôt jusqu'à l'interface dépôt/substrat [93], soit par la mise en jeu de 3 mécanismes de liaison au niveau de l'interface substrat/dépôt [56] :

- une liaison physique résultant de l'interaction de forces de type Van der Waals,
- une liaison mécanique qui correspond à la contraction et à la solidification des particules étalées sur les anfractuosités du substrat,
- une liaison métallurgique qui résulte de la fusion et de l'inter-diffusion d'espèces au niveau de l'interface conduisant à la formation d'une phase métallique.

Pour un mécanisme de diffusion, la profondeur diffusion  $X$  dépend du temps selon l'équation  $X \approx \sqrt{Dt}$  ou  $D$  est le coefficient de diffusion. Sa variation avec la température peut être

exprimée par  $D = D_0 \exp\left(\frac{-E}{RT}\right)$ , d'où l'importance de la température.

Ce dernier mécanisme d'adhérence ne peut se produire que pour une température de substrat égale au moins à 0,6 fois sa température de fusion ( $T_f \# 1400-1500^\circ\text{C}$ ), soit dans notre cas environ  $750^\circ\text{C}$  même si, localement et pendant quelque dixième de microsecondes, les températures à l'impact sont proches de la température de fusion.

Le substrat atteint pendant le tir des températures comprises entre  $100$  et  $200^\circ\text{C}$ , températures donc insuffisantes pour conduire à la formation d'une liaison métallurgique à l'interface. Les fortes valeurs d'adhérence obtenues peuvent, cependant, s'expliquer par des vitesses de particules élevées. Ces dernières sont peu refroidies au contact de l'air, leur température à l'impact est élevée et leur viscosité est donc faible assurant ainsi un bon étalement des particules sur le substrat et un bon contact inter-facial et inter-lamellaire favorisant l'accrochage mécanique.

## 4.4 Conclusion

Cette campagne d'essais nous a permis de déterminer les conditions de tir optimales pour obtenir un dépôt d'acier inoxydable 316L dense et peu oxydé. Pour ce faire, il faut sélectionner la buse de 7,0mm de diamètre et travailler avec une pression de 0,41MPa pour le gaz d'atomisation et le gaz de gainage. Avec de telles conditions, il est possible d'obtenir un dépôt présentant les caractéristiques suivantes :

Dureté :  $347 \pm 30 \text{ HV}_{3N}$ ;

Adhérence :  $60 \pm 8 \text{ MPa}$  (sur le substrat d'acier XC 38,  $R_a = 5,5 \pm 7 \mu\text{m}$ ) ;

Porosité : 5 % (déterminée par analyse d'image) ;

Teneur en oxyde : 13 % (déterminée par analyse d'image).

L'étude des particules collectées en vol puis la réalisation de dépôts de 316L nous ont permis de mettre en évidence l'influence des paramètres opératoires. Ainsi, nous avons pu noter qu'avec des pressions élevées de gaz d'atomisation et de gaz de gainage ( $P_a=P_g=0,41\text{MPa}$ ), nous obtenons des particules de petite taille ( $22\mu\text{m}$ ) avec une forte vitesse d'impact (125 m/s) ce qui conduit aux dépôts les plus denses. Cependant, de telles pressions conduisent, généralement à des dépôts à forte teneur en oxydes (13 %) avec une porosité de seulement 5 %.

Des buses de faible diamètre permettent également de réduire la taille des particules mais un diamètre de buse trop petit conduit toutefois à une instabilité de l'arc.



Chapitre V : Dépôts présentant une bonne  
résistance à l'abrasion obtenus à l'aide des fils  
fourrés 97MXC, 98MXC

## 5.1 Introduction

L'usure par abrasion, appelée aussi parfois usure en travail, se produit lorsqu'une surface présentant des aspérités très dures ou que des particules dures encastrées dans une surface plus tendre ou en suspensions dans un fluide déplacent de la matière sur la surface dure à laquelle elle fait face.

La littérature indique que pour qu'un dépôt métallique ait une bonne résistance à l'usure par abrasion, il doit présenter une microstructure adaptée au type de contact avec le matériau abrasif, une dureté élevée et une certaine capacité d'écrouissage, mais aussi une bonne adhérence au substrat et une bonne cohésion, propriétés qui exigent un contrôle de la porosité et de la teneur en oxydes ainsi qu'en particules infondues ou re-solidifiées [151-154].

Pour un dépôt réalisé sur un substrat d'une nature et d'une température données, ces propriétés dépendent, essentiellement, comme nous l'avons déjà expliqué dans le chapitre bibliographique :

- de l'état de fusion et de la température des particules à l'impact,
- de leur vitesse,
- de la nature des gaz d'atomisation et de l'atmosphère environnante,
- de la vitesse relative pistolet-substrat.

L'état de fusion et la vitesse des particules dépendent notamment de leur taille à l'impact, elle-même conditionnée par la géométrie de buse d'atomisation et la nature du gaz d'atomisation utilisé ainsi que son débit et les propriétés physiques (masse volumique) et thermiques (chaleur spécifique, température de fusion,...) du matériau constituant le fil projeté [151-154].

Nous présentons dans ce chapitre les travaux effectués sur 2 types de matériaux : 97MXC et 98MXC (dont les compositions ont été données au *chapitre 2*). Pour optimiser les conditions de tir afin d'obtenir des dépôts résistants à l'abrasion le travail a été effectué en deux temps :

1. collecte en vol et caractérisation des gouttelettes atomisées,
2. réalisation de dépôts avec différentes conditions opératoires sélectionnées à partir de l'étude sur les gouttelettes (*chapitre 3*) et de l'étude sur les dépôts d'acier (*chapitre 4*).

Le tableau 5.1 résume les conditions de tir pour la réalisation des dépôts. Nous avons fixé la vitesse à déplacement pistolet-substrat à 1m/s de façon à avoir des passes assez fines

(de l'ordre de 20-30 $\mu$ m pour les dépôts de 97MXC et 98MXC) tout en évitant des problèmes dans la distribution du fil. Ces conditions de tir sont aussi celles utilisées pour la collecte des particules vol.

**Tableau 5.1 : Conditions de tir utilisées pour réaliser les dépôts de fils fourrés 97MXC et 98MXC**

I = 150 A ; U = 31 V ; D = 100 mm ; Øbuse=7,7mm

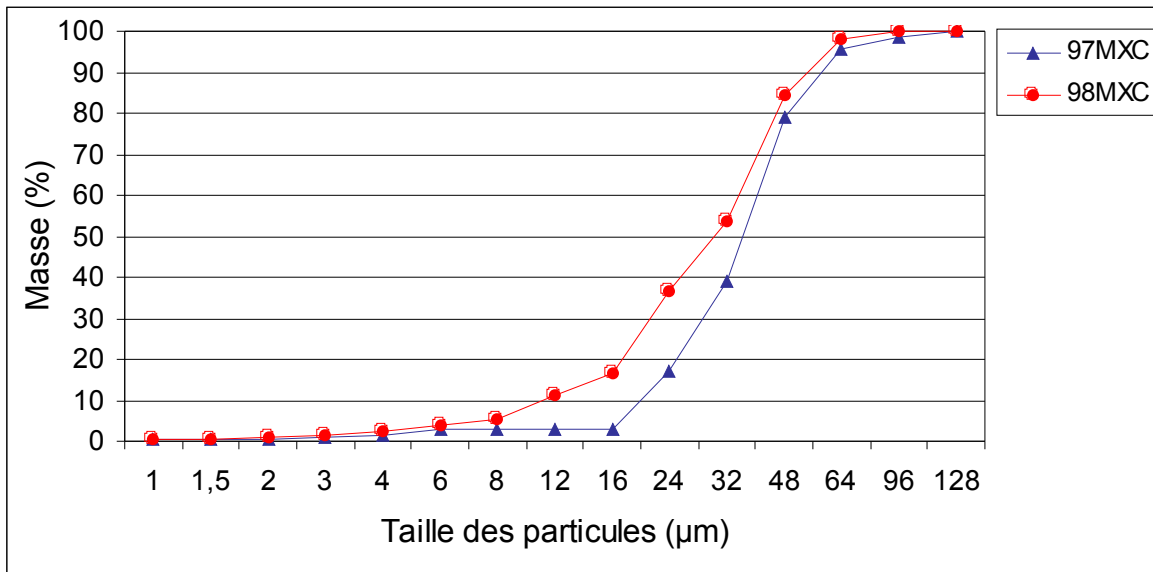
Référence de tir <sup>15</sup>	Gaz d'atomisation Pa (MPa)	Gaz de gainage Pg (MPa)
A7830, A8830	0,31	0
A7840, A8840	0,41	0
A7850, A8850	0,55	0
A7842, A8842	0,41	0,27
A7843, A8843	0,41	0,31
A7844, A8844	0,41	0,41

## 5.2 Analyse granulométrique des particules collectées en vol

Nous avons collecté dans l'eau les gouttelettes provenant de l'atomisation des fils en utilisant les mêmes conditions opératoires pour les fils 97MXC et 98MXC, c'est à dire que nous avons utilisé les mêmes conditions pour le gaz d'atomisation et pour le gaz de gainage. Deux exemples sont donnés ci-après :

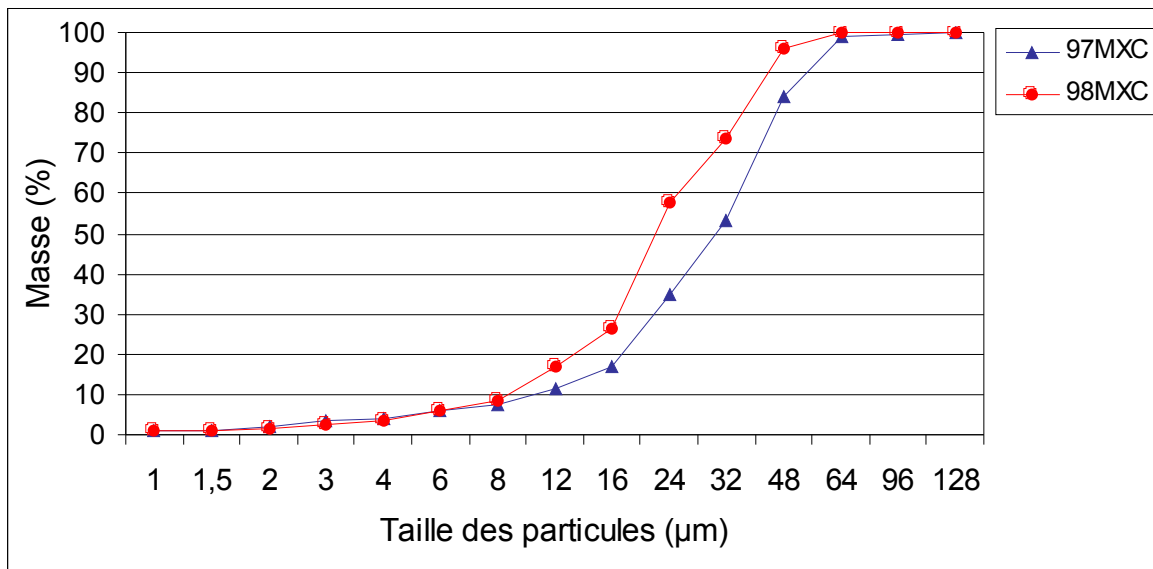
Pour la condition Pa=0,55MPa ; Pg=0 ; Øbuse=7,7mm, la distribution granulométrique des particules collectées en vol est représentée sur la figure 5.1.

<sup>15</sup> La méthodologie de référencement des tirs est présentée en annexe 1.



**Figure 5.1 : Répartition en taille des particules collectées dans l'eau avec les mêmes conditions de tir ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$  ;  $P_a=0,55\text{MPa}$  ;  $P_g=0$ ) pour les fils 97MXC et 98MXC**

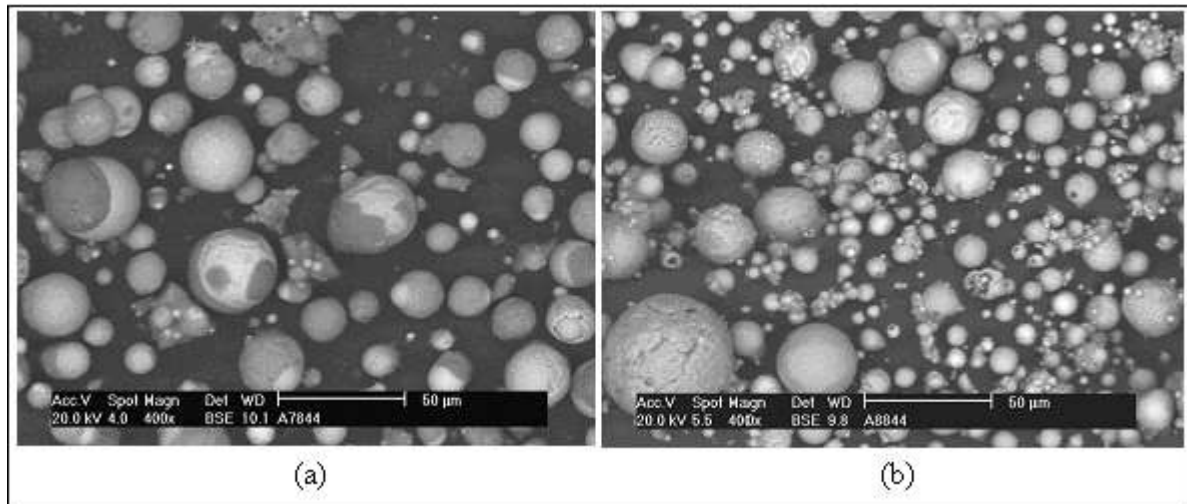
On peut noter que la taille moyenne des particules issues de la projection du fil fourré 97MXC est plus élevée que celle du fil fourré 98MXC. La figure 5.2 montre la distribution en taille des particules de fils fourrés 97MXC et 98MXC obtenues avec les mêmes conditions de tir, mais avec l'utilisation d'un gaz de gainage contrairement aux conditions de la figure 5.1 ( $P_a=P_g=0,41\text{MPa}$  et  $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ).



**Figure 5.2 : Répartition en taille des particules collectées dans l'eau avec les mêmes conditions de tir ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$  ;  $P_a=P_g=0,41\text{MPa}$ ) pour les fils 97MXC et 98MXC**

Remarquons que les particules collectées dans l'eau présentent une forme quasi sphérique comme l'indiquent les photos de la figure 5.3. Cette figure montre la morphologie

des particules issues des fils fourrés 97MXC (a) et 98MXC (b) après collecte et séchage. Elles attestent du bon état de fusion général des particules collectées.



**Figure 5.3 : Observation au microscope électronique à balayage des particules (a) : de 97MXC ; (a) : de 98MXC ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$  ;  $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ )**

Comme pour les conditions précédentes, on peut noter que :

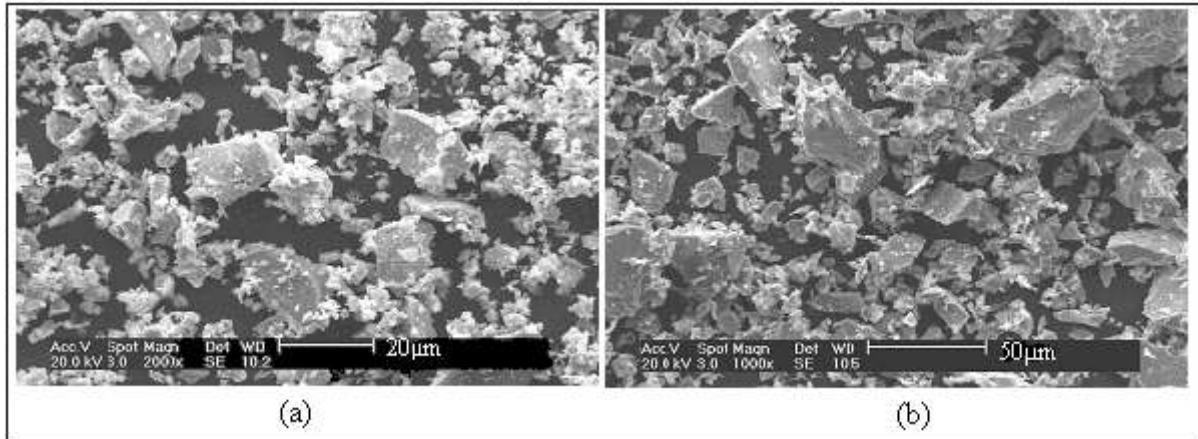
- la taille moyenne des particules issues du fil fourré 97MXC est plus élevée que celle du fil fourré 98MXC,
- la distribution de taille des particules est bimodale, les particules les plus grosses provenant de l'anode où la densité de flux énergétique est moindre.

La figure 5.4 montre les particules de poudre contenues initialement dans les fils fourrés 97MXC (a) et 98MXC (b). Ces particules ont une forme angulaire et une distribution en taille assez large. Une analyse granulométrique des poudres, à l'aide d'un granulomètre laser, montre que la taille des particules varie entre 1,5 et 192µm pour le fil 97MXC et entre 7 et 298µm pour le fil 98MXC.

Il faut noter que, si la taille moyenne des particules contenues dans le fil 97MXC est plus petite que celle des particules contenues dans le fil 98MXC, par contre, les particules résultant du traitement du fil 97MXC collectées dans l'eau pour les deux conditions de tir qui viennent d'être présentées ont une taille moyenne supérieure à celles provenant du fil 98MXC.

Cela peut s'expliquer par les grains de carbure (carbure de tungstène, carbure de titane et carbure de silicium) qui sont contenus dans cette poudre et qui constituent le « cœur » du fil 97MXC, grains qui ne fondent pas pendant la projection.

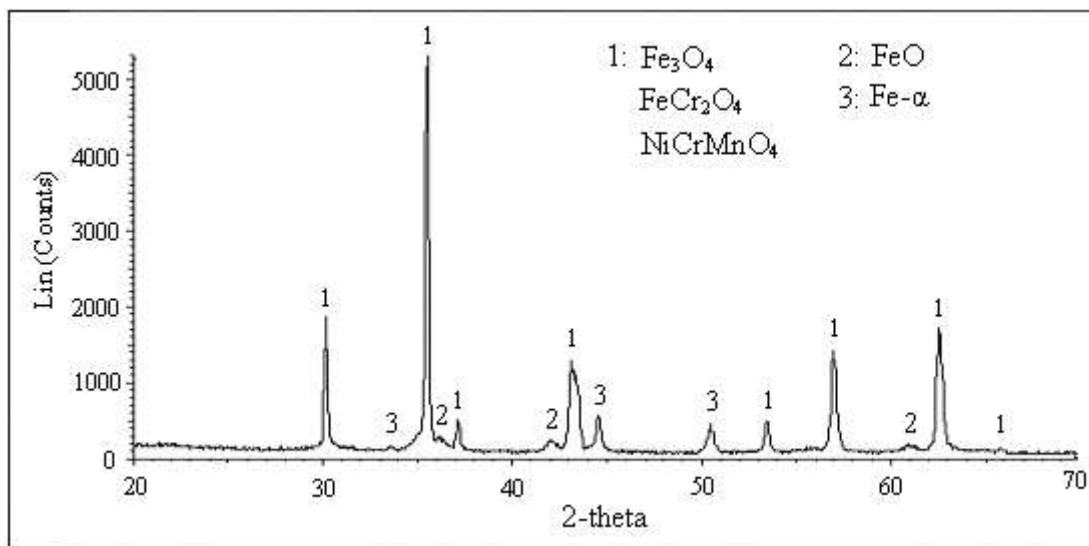




**Figure 5.4 : Observation au MEB de la poudre contenue dans les fils fourrés (a) 97MXC (diamètre moyen de la poudre : 60μm) ; (b) 98MXC (diamètre moyen de la poudre : 110μm)**

### 5.3 Analyse par RX des particules collectées dans l'eau

Les analyses par diffraction de rayons X des particules provenant du fil fourré 98MXC et collectées dans l'eau se sont avérées délicates à interpréter et ne permettent pas de conclure sur la composition de ces particules. En effet, la comparaison des spectres (*cf. figure 5.5*) obtenus avec ceux de la base de données du dispositif de RX utilisé (fiches PDF), révèle que 3 phases présentent des spectres relativement identiques avec des pics qui apparaissent aux mêmes valeurs d'angle  $2\theta$  et avec des hauteurs de pic similaires.

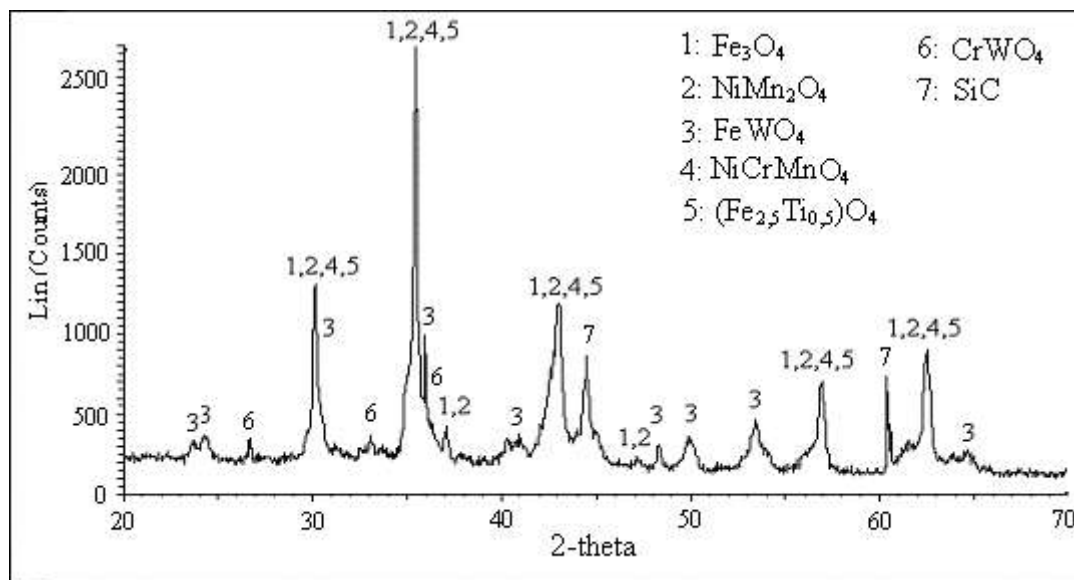


**Figure 5.5 : Spectre de diffraction RX des particules provenant du fil fourré 98MXC et collectées dans l'eau ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$  ;  $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ )**

Il s'agit de la magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), de la chromite ( $\text{FeCr}_2\text{O}_4$ ), et de l'oxyde du nickel chrome manganèse ( $\text{NiCrMnO}_4$ ). Les autres phases sont la wustite ( $\text{FeO}$ ) et une solution solide de fer ( $\text{Fe-}\alpha$ ).

La comparaison avec le spectre RX de la poudre originale contenue dans le fil (figure 2.6) montre que les principaux éléments (Fe, Ni, Cr, Mn) ont réagi avec l'oxygène ou d'autres éléments métalliques. Cependant l'oxydation observée sur les particules en vol collectées dans l'eau est supérieure à celle observée sur les dépôts (*cf. chapitre 4*) et s'explique probablement par une réaction avec le milieu de collecte.

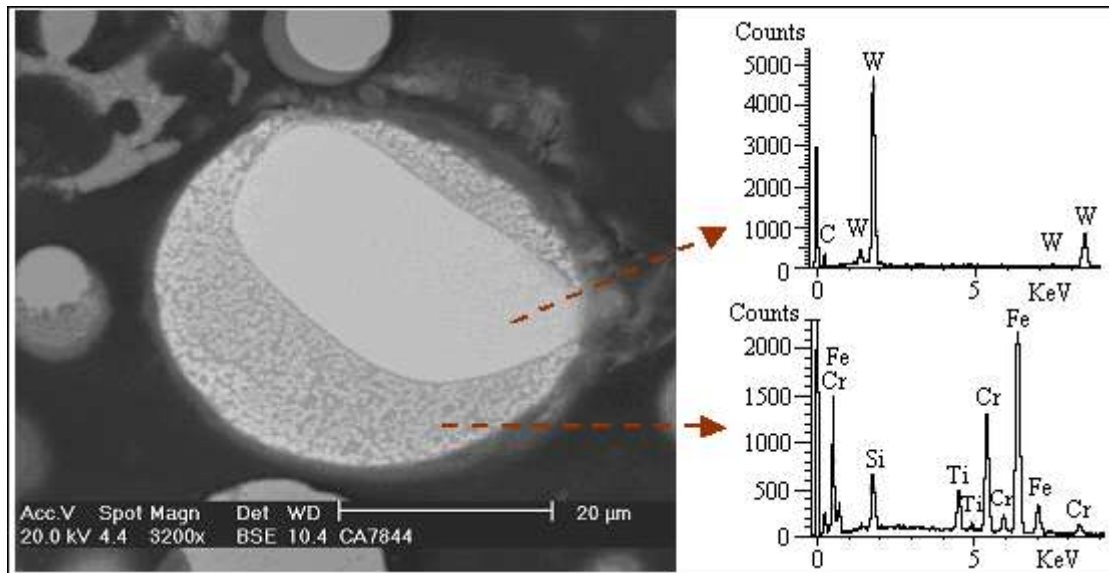
La figure 5.6 présente le spectre d'analyse par rayons X des particules provenant du fil fourré 97MXC et collectées dans l'eau. Ce spectre montre la présence des phases suivantes : la magnétite ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ), la ferborite ( $\text{FeWO}_4$ ), l'oxyde de nickel manganèse ( $\text{NiMn}_2\text{O}_4$ ), l'oxyde de nickel chrome manganèse ( $\text{NiCrMnO}_4$ ), l'oxyde de fer titane ( $\text{Fe}_{2,5}\text{Ti}_{0,5}\text{O}_4$ ), l'oxyde chrome tungstène ( $\text{CrWO}_4$ ) et le carbure de silicium ( $\text{SiC}$ ).



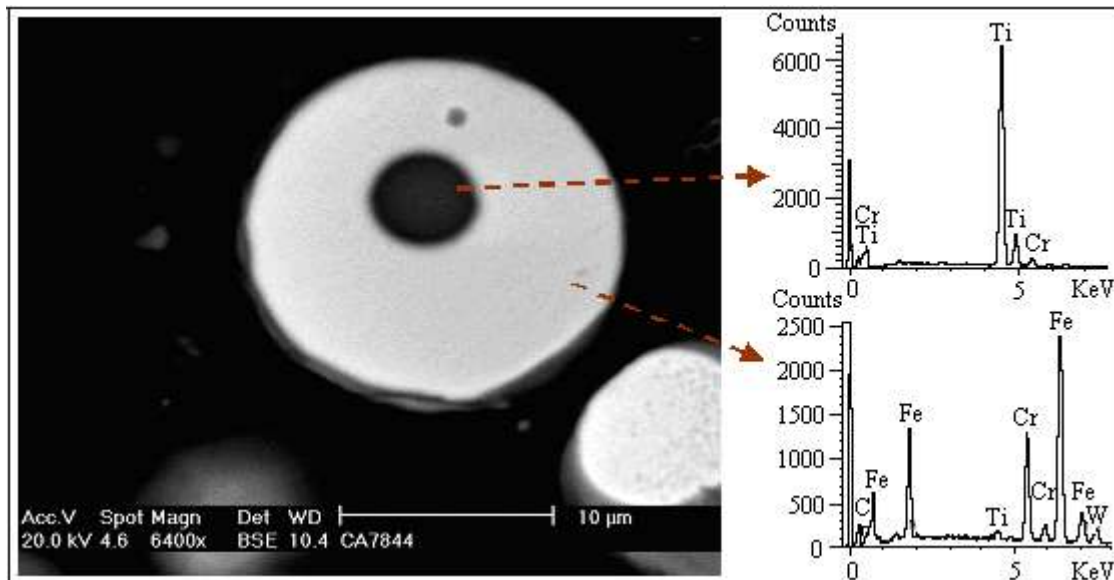
**Figure 5.6 : Spectre de diffraction RX des particules provenant du fil fourré 97MXC et collectées dans l'eau ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$  ;  $\text{Pa}=\text{Pg}=0,41\text{MPa}$ )**

La comparaison du spectre RX des particules collectées dans l'eau (*cf. figure 5.6*) et celui la poudre d'origine (*cf. figure 2.5*) conduit aux mêmes remarques pour le fil 98MXC : les particules subissent des réactions d'oxydation qui prennent place dans l'air mais aussi dans l'eau.

De plus, l'analyse aux RX effectuée sur la surface des particules ne détecte pas les particules de céramiques (WC et TiC) qui peuvent être enrobées d'une gangue métallique lors de l'étape de pulvérisation. Ceci est en effet observé sur les figures 5.7 et 5.8 qui montrent la coupe de particule du fil 97MXC collectées dans l'eau et leur analyse par SDE. On peut y constater que le carbure de tungstène et le carbure de titane sont présents sous forme d'inclusions dans les gouttelettes collectées dans l'eau.



**Figure 5.7 : Observation au MEB de la coupe d'une particule A7844 (fil 97MXC ; Pa=Pg=0,41MPa ; Øbuse=7,7mm) et analyse des éléments par SDE.**



**Figure 5.8 : Observation au MEB de la coupe d'une particule A7844 (fil 97MXC ; Pa=Pg=0,41MPa ; Øbuse=7,7mm) et analyse des éléments par SDE.**

## 5.4 Microstructure des dépôts

L'ensemble des dépôts a finalement été réalisé avec les conditions de tir présentées dans le tableau 5.2. Ce dernier résume également les caractéristiques des particules collectées en vol et les microstructures des dépôts.

Les microstructures des dépôts de 97MXC et 98MXC peuvent être comparées à partir de l'homogénéité de la dispersion des inclusions dans les dépôts, de leur porosité et de leur teneur en oxyde.

**Tableau 5.2 : Paramètres de tir, caractéristiques des particules en vol et propriétés des dépôts pour les fils fourrés 97MXC et 98MXC**

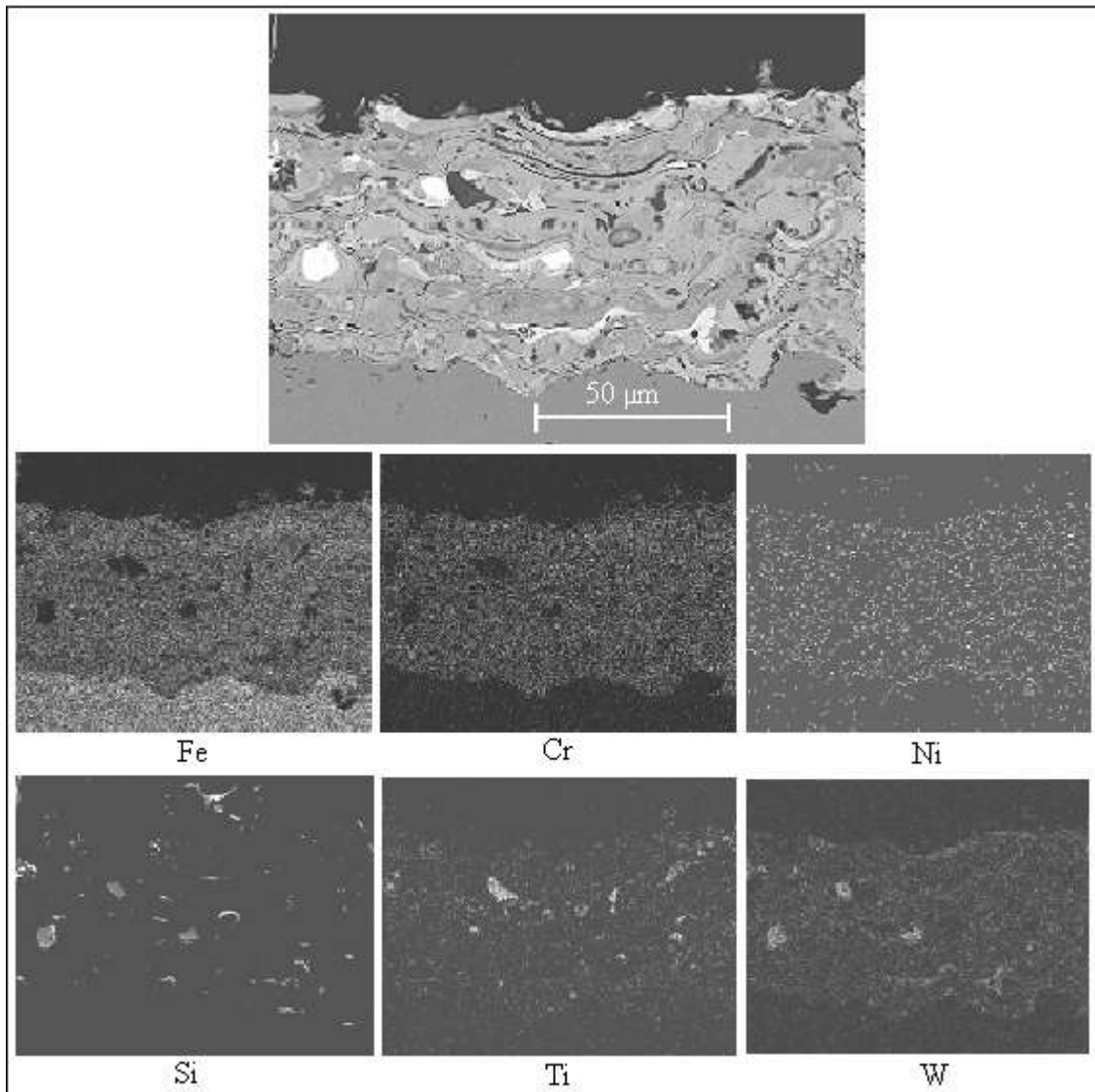
Fil /(réf. de tir)	Densité du fil (kg/m <sup>3</sup> )	Condition de tir		Ø <sub>particule</sub> (µm)	V <sub>particule</sub> (m/s)	E <sub>cinétique</sub> moyenne des particules à l'impact (J)	Ra du dépôt (µm)	Porosité du dépôt (%)	Teneur en oxyde (%)
		Pa (MPa)	Pg (MPa)						
97MXC (A7850)	7690	0,55	-	36	88	0,721	8,7±0,7	8,0	17,0
97MXC (A7844)	-	0,41	0,41	31	113	0,735	8,7±0,8	8,0	12,5
98MXC (A8850)	6600	0,55	-	31,5	97	0,508	9,2±0,9	5,0	10,5
98MXC (A8844)	-	0,41	0,41	23	111	0,242	9,2±0,8	2,5	11,5

### 5.4.1 Homogénéité de la dispersion des inclusions dans les dépôts

L'observation des coupes de dépôt (*cf. figures 5.9 et 5.10*) montre que ceux réalisés avec le fil 97MXC semblent moins homogènes que ceux réalisés avec le fil 98MXC. Cela peut s'expliquer par la présence des particules de carbures dans la poudre originale de 97MXC. Ces particules réfractaires fondent partiellement ou pas du tout dans le procédé de dépôt, ou encore se dissolvent dans la matrice métallique (*cf. figures 5.11*)

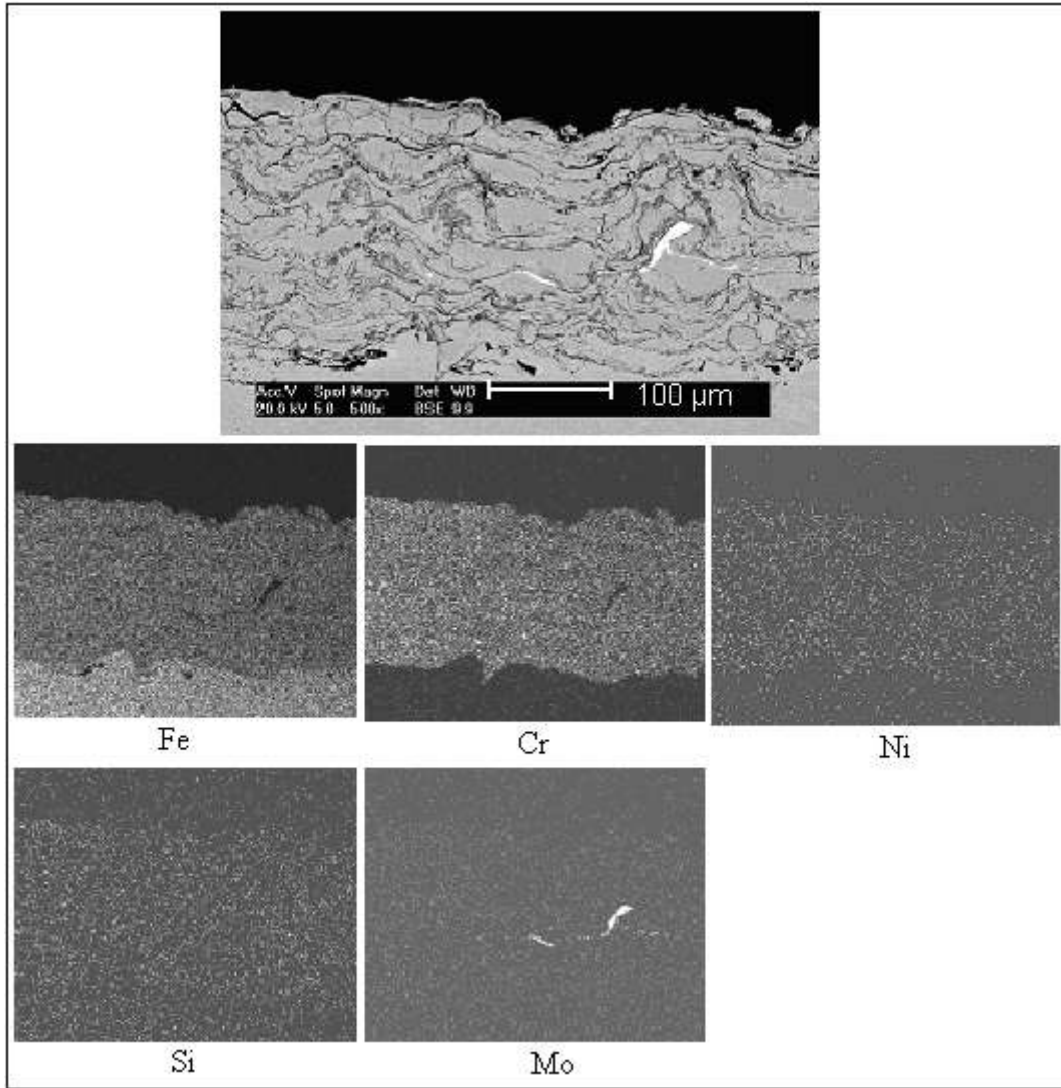
Une analyse par dispersion d'énergie (SDE) permet de visualiser la répartition des éléments au sein du dépôt. Par exemple pour le dépôt A7850 (*cf. figure 5.9*), cette analyse montre que le fer, le chrome et le nickel sont répartis de façon relativement homogène dans l'ensemble du dépôt. Par contre le silicium, le titane et le tungstène apparaissent « localisés »

sous forme d'inclusions. Ces inclusions peuvent provenir de la poudre contenue dans la gaine du fil. Cette répartition est identique pour l'ensemble des dépôts réalisés à partir du fil fourré 97MXC.

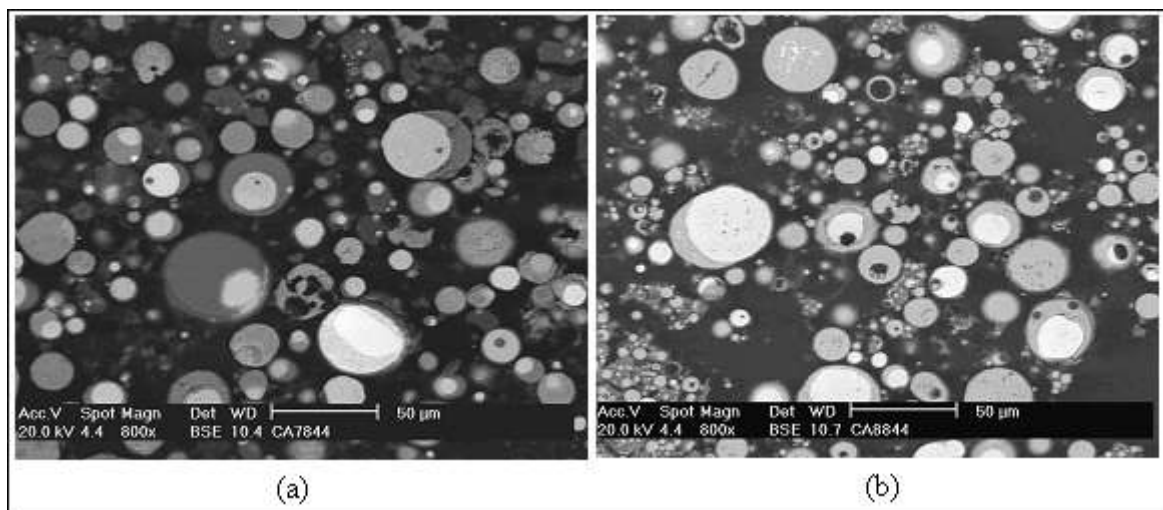


**Figure 5.9 : Observation au MEB de la microstructure d'une section du dépôt A7850 (fil 97MXC ; Pa=0,55MPa ; Pg=0 ; Øbuse=7,7mm) et cartographies des éléments par SDE.**

La figure 5.10 montre une coupe d'un dépôt de 98MXC (A8844) et la cartographie en éléments obtenue par SDE. A part le molybdène, les éléments sont relativement bien dispersés dans le dépôt. Il faut noter que le molybdène se trouve en faible quantité (0,8% en masse) dans la poudre originale. Sa répartition dans le dépôt est, sans doute, représentative de sa répartition dans la poudre.



**Figure 5.10 : Observation au MEB de la microstructure d'une section du dépôt 8844 (fil 98MXC ; Pa=Pg=0,41MPa Øbuse=7,7mm) et cartographies des éléments par SDE.**



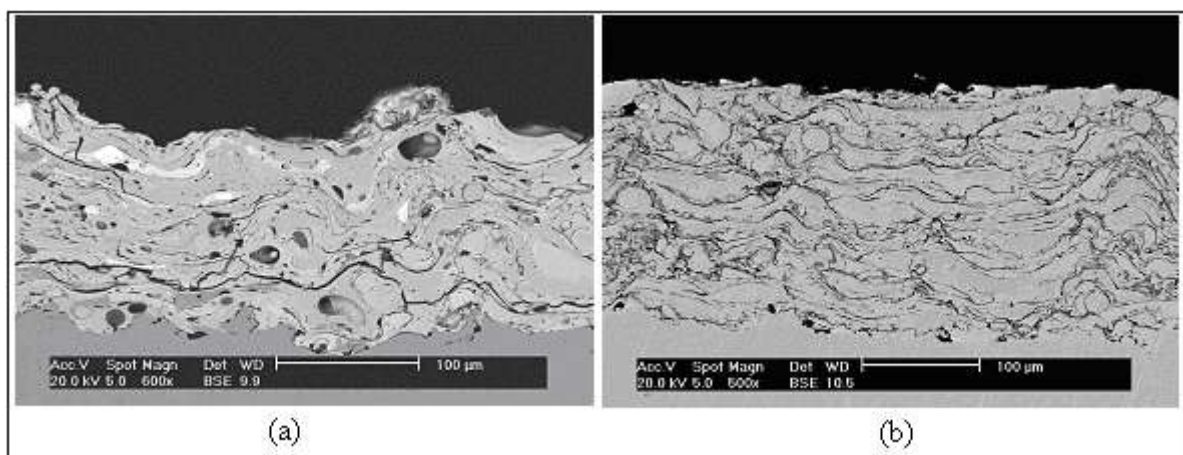
**Figure 5.11 : Observation au MEB de coupes des particules : (a) A7844 (fil 97MXC ; Pa=Pg=0,41MPa ; Øbuse=7,7mm) et (b) A8844 (fil 98MXC ; Pa=Pg=0,41MPa ; Øbuse=7,7mm)**

### 5.4.2 Porosité des dépôts

La mesure de la porosité par analyse d'image montre que les dépôts réalisés avec le fil 97MXC sont plus poreux que ceux réalisés avec le fil 98MXC, comme on peut le constater sur la figure 5.12 qui présente un dépôt de fil fourré 97MXC (a) et un de fil fourré 98MXC (b), dépôts obtenus avec les mêmes conditions de tir. Le pourcentage plus élevé de porosité du dépôt 97MXC (8% en vol. contre 2,5% en vol. pour le 98MXC) peut s'expliquer par l'hétérogénéité de la structure et une taille de gouttelettes plus élevées à l'impact (31µm pour le 97MXC contre 23µm pour le 98MXC).

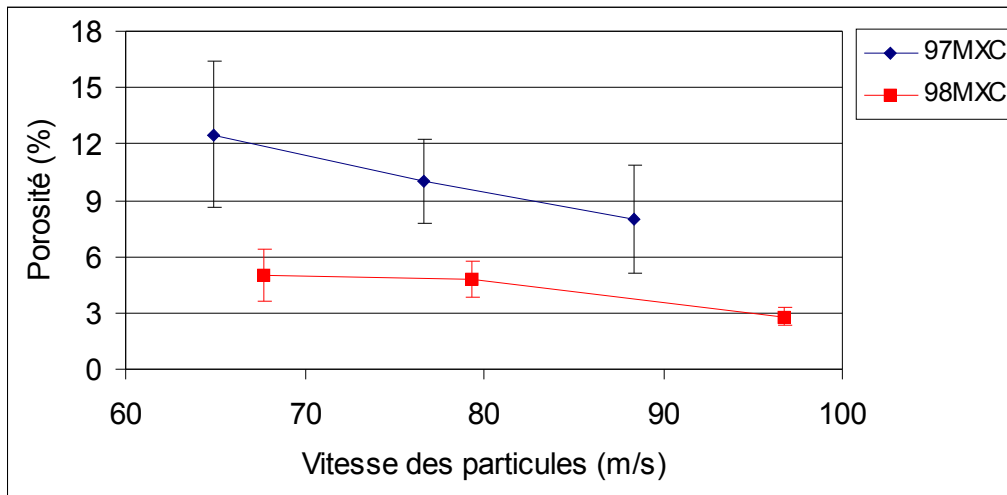
De plus, à cause de la plus grande difficulté de fusion des composants de la poudre contenue dans le fil fourré 97MXC comme le carbure de tungstène, le carbure de titane et le carbure de silicium, la déformation et l'étalement des gouttelettes sur le substrat peuvent être limitées.

A partir des résultats sur la porosité, on peut dire que: plus l'état de fusion des particules est élevé, plus le dépôt sera dense de par la capacité des particules à s'étaler et à combler les interstices sur lesquels elles impactent. Lorsque l'ensemble des particules est fondu, le taux de porosité n'excède pas 6% quelles que soient les conditions de projection (les résultats sont rassemblés en annexe 3).



**Figure 5.12 : Micrographie MEB des dépôts réalisés à partir des fils fourrés 97MXC (a), 98MXC (b) (Øbuse =7,7mm ; Pa=0,41MPa ; Pg= 0,41MPa; D=100mm)**

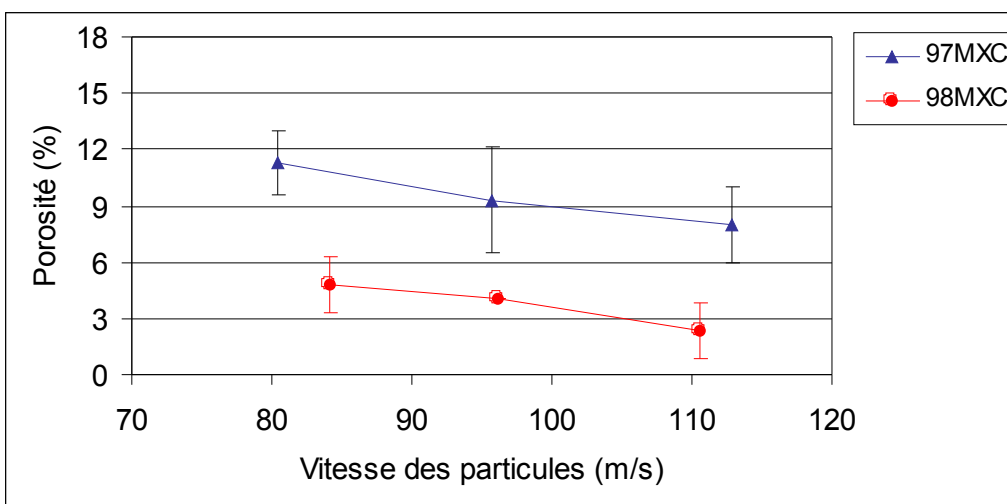
La figure 5.13 montre l'influence de la vitesse des particules, accélérées uniquement par le gaz d'atomisation, sur la porosité des dépôts obtenus avec les fils fourrés 97MXC et 98MXC.



**Figure 5.13 : Influence de la vitesse des particules accélérées uniquement par le gaz d'atomisation sur la porosité des dépôts de fils fourrés 97MXC et 98MXC ( $\text{\O}buse=7,7\text{mm}$ ;  $D=100\text{mm}$ ;  $P_a=0,31, 0,41$  et  $0,55\text{MPa}$ ;  $P_g=0$ )**

En général, pour tous les dépôts, lorsque la vitesse des particules à l'impact augmente, la porosité diminue. Cela s'explique essentiellement par la diminution de la taille des particules et par une amélioration de leur déformation et de leur étalement lorsque celles-ci impactent à vitesse plus élevée sur le substrat.

La figure 5.14 montre l'influence de la vitesse des particules, accélérées par le gaz d'atomisation et le gaz de gainage sur la porosité des dépôts réalisés à partir des fils fourrés 97MXC et 98MXC. L'explication de la variation de la porosité avec la vitesse moyenne d'impact des particules est identique à celle donnée précédemment.





**Figure 5.14 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et le gaz de gainage sur la porosité des dépôts de fils fourrés 97MXC et 98MXC ( $P_a=0,41\text{MPa}$ ;  $P_g=0,27, 0,31$  et  $0,41\text{MPa}$ ;  $\varnothing_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ;  $D=100\text{mm}$ )**

### 5.4.3 Teneur en oxydes des dépôts

Nous avons étudié l'influence de la vitesse des particules à l'impact sur la teneur en oxydes des dépôts réalisés avec les fils 97MXC et 98MXC. Les résultats sont rassemblés en annexe 3. Ils montrent que l'augmentation de la pression du gaz d'atomisation conduit à une diminution de la taille des particules et à une augmentation de leur vitesse. Pour les petites particules, leur plus grande surface spécifique entraîne une augmentation de leur teneur en oxydes ainsi que de celle des dépôts. Par contre, pour les plus grosses particules, l'augmentation de la vitesse, se traduit par une diminution de leur temps de séjour dans le jet et la diminution de la teneur en oxyde.

En résumé, l'ensemble des résultats (*cf. tableau 5.2 et annexe 3*) montre que l'influence de la vitesse des particules est plus importante que celle de leur la taille sur la teneur en oxydes du dépôt. Celle plus élevée du dépôt de fil fourré 97MXC (par exemple 17% pour les conditions de tir suivantes :  $P_a=0,55\text{MPa}$ ,  $P_g=0$  et  $\varnothing_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ) par rapport au dépôt de fil fourré 98MXC (10,5% pour les mêmes conditions de tir), peut s'expliquer par la présence d'éléments plus réactifs à l'oxydation comme le titane et le tungstène dans le fil 97MXC.

Ces résultats, montrent, également que pour le 97MXC la teneur en oxydes peut être diminuée en augmentant la pression du gaz de gainage. Ceci peut s'expliquer par la diminution de la turbulence du jet et l'augmentation de la vitesse des particules, donc la réduction de leur temps de séjour. Ainsi, pour le dépôt de 97MXC réalisé avec les conditions de tir ( $P_a=P_g=0,41\text{MPa}$ ) et ( $P_a=0,55\text{MPa}$  et  $P_g=0$ ), la teneur en oxyde de 17% diminue à 12% lorsque on utilise simultanément un gaz d'atomisation et un gaz de gainage.

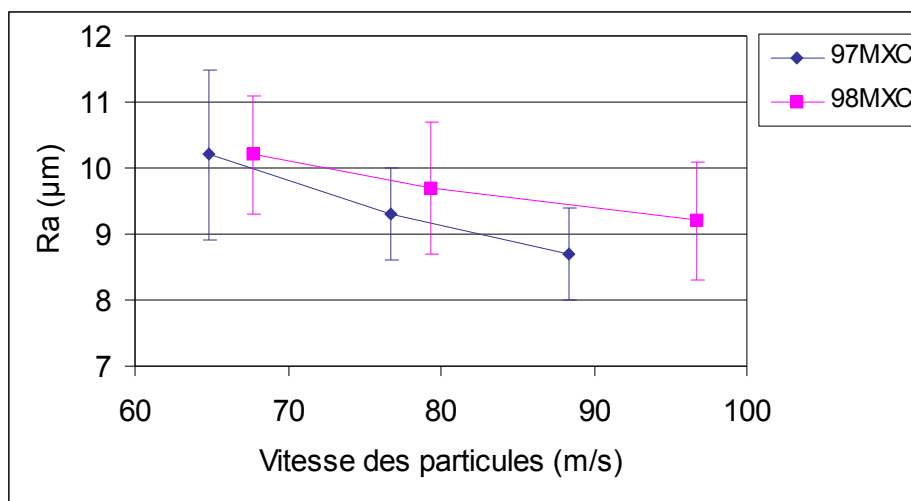
## 5.5 Propriétés mécanique des dépôts

### 5.5.1 Rugosité

La figure 5.15 montre l'influence de la vitesse des particules sur la rugosité ( $R_a$ ) des dépôts de 97MXC et 98MXC. Il faut noter que la rugosité ( $R_a$ ) du substrat avant dépôt est de l'ordre de  $5,5\mu\text{m}$ , l'épaisseur des dépôts de 210 à  $270\mu\text{m}$  et celle des différentes passes qui constituent le dépôt de l'ordre de 20 à  $30\mu\text{m}$ . L'augmentation de la vitesse des particules par

accroissement de la pression du gaz d'atomisation entraîne une diminution de la rugosité du dépôt grâce à l'amélioration de l'étalement des particules sur le substrat.

Les valeurs inférieures de la rugosité de surface du dépôt de 97MXC peuvent s'expliquer par l'énergie cinétique plus importante des particules à l'impact par rapport à celles atomisées à partir du fil 98MXC (par exemple l'énergie cinétique des particules obtenues dans les conditions de tir A7850 et A7844 et provenant du fil 97MXC sont de l'ordre de 0,721 et de 0,735J alors que celle des particules obtenues dans les conditions de tir A8850 et A8844 et provenant du fil 98MXC sont de l'ordre de 0,508 et 0,242J respectivement).

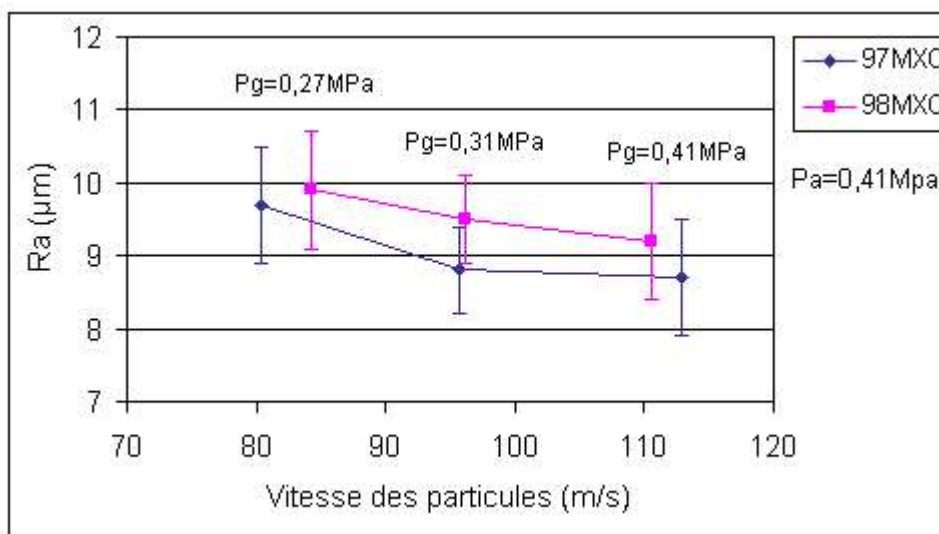


**Figure 5.15 : Influence de la vitesse des particules accélérées uniquement par le gaz d'atomisation sur la rugosité des dépôts réalisés avec les fils 97MXC et 98MXC ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ;  $D=100\text{mm}$ ;  $P_a=0,31, 0,41$  et  $0,55\text{MPa}$ ;  $P_g=0$ )**

L'utilisation combinée du gaz d'atomisation et du gaz de gainage conduit aussi à une diminution de la rugosité des dépôts par rapport à celle des dépôts réalisés avec le gaz d'atomisation seul. Les résultats présentés dans la figure 5.16 montrent que :

- le gaz de gainage avec la pression la plus faible (0,27MPa) a une influence minimale sur la rugosité des dépôts,
- l'augmentation de la pression du gaz de gainage de 0,27MPa à 0,31MPa conduit à une diminution de la rugosité des dépôts (*cf. tableau 5.3*),
- ensuite, l'augmentation de la pression du gaz de gainage de 0,31MPa à 0,41MPa, conduit à une diminution plus faible de la rugosité des dépôts.

Ce dernier point peut s'expliquer par une diminution de la température des particules plus énergiquement refroidies, qui conduit à la limitation de l'étalement des gouttelettes sur le substrat (cf. tableau 5.3).



**Figure 5.16 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et le gaz de gainage sur la rugosité des dépôts réalisés avec les fils 97MXC et 98MXC (Pa=0,41MPa; Pg=0,27, 0,31 et 0,41MPa; Øbuse=7,7mm; D=100mm)**

**Tableau 5.3 : Paramètres de tir, caractéristiques des particules en vol et rugosité des dépôts pour les fils fourrés 97MXC et 98MXC**

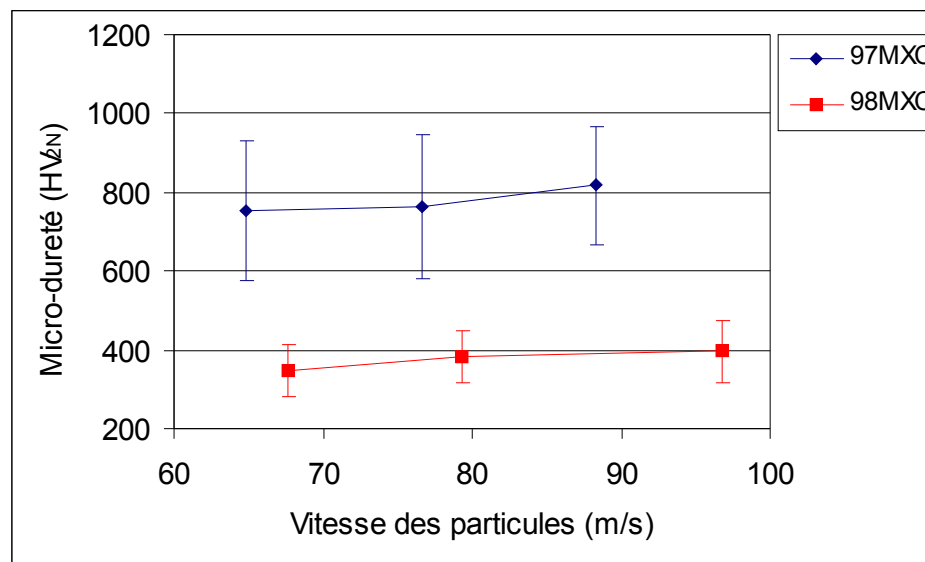
Réf. de tir <sup>16</sup>	Pa (MPa)	Pg (MPa)	V <sub>moyenne</sub> des particules (m/s)	T <sub>moyenne</sub> des particules (°C)	Ra (µm)
A7840	0,41	0	88	2204	9,3±0,7
A7842,	0,41	0,27	80	2205	9,7±1,3
A7843	0,41	0,31	96	2196	8,8±1,2
A7844	0,41	0,41	113	2166	8,7±0,9
A8840	0,41	0	89	2203	9,7±1,0
A8842	0,41	0,27	84	2200	9,9±0,8
A8843	0,41	0,31	96	2190	9,5±0,6
A8844	0,41	0,41	111	2180	9,2±0,8

<sup>16</sup> La méthodologie de référencement des tirs est présentée en annexe 1.

## 5.5.2 Micro-dureté

La figure 5.17 montre l'influence de la vitesse des particules sur la micro-dureté des dépôts des fils fourrés 97MXC et 98MXC lorsque les particules sont accélérées uniquement par le gaz d'atomisation. A partir de ces courbes, nous pouvons dire que :

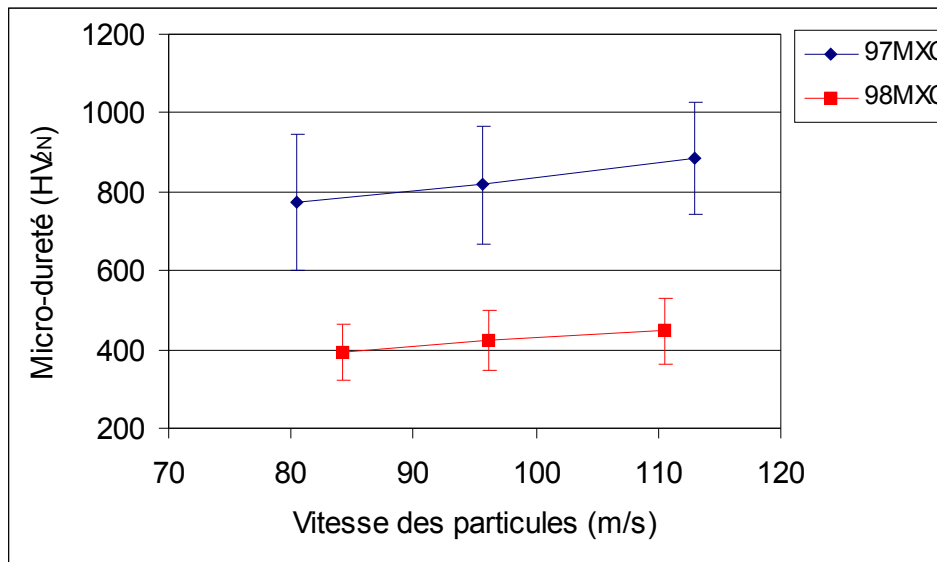
- l'augmentation de la vitesse des particules conduit à l'augmentation de la micro-dureté des dépôts de 97MXC et 98MXC ;
- pour les mêmes conditions de tir et malgré la vitesse plus élevée des particules de 98MXC, la micro-dureté des dépôts réalisés avec ces particules est inférieure à celle des dépôts réalisés avec le fil de 97MXC (2 fois plus petite). Ces derniers présentent, en effet, une teneur en oxyde plus élevée et des phases et des inclusions plus dures comme des particules de carbures, la ferborite ( $\text{FeWO}_4$ ), l'oxyde de nickel-manganèse ( $\text{NiMn}_2\text{O}_4$ ) et l'oxyde de fer-titane ( $\text{Fe}_{2,5}\text{Ti}_{0,5}\text{O}_4$ ) (cf. figure 5.6),



**Figure 5.17 : Influence de la vitesse des particules accélérées uniquement par le gaz d'atomisation sur la micro-dureté des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ;  $D=100\text{mm}$ ;  $P_a=0,31, 0,41$  et  $0,55\text{MPa}$ ;  $P_g=0$ )**

- l'écart type sur les mesures de dureté des dépôts de 97MXC est plus grand que celui sur les mesures de dureté des dépôts de 98MXC (par exemple avec les conditions  $P_a=0,31\text{MPa}$  et  $P_g=0$ , la valeur moyenne et l'écart type sont de  $754\pm 179\text{HV}_{2N}$  et de  $346\pm 65\text{HV}_{2N}$  respectivement pour les dépôts de 97MXC et de 98MXC). Ceci peut s'expliquer par la plus grande hétérogénéité des dépôts réalisés avec le fil fourré 97MXC qui contient des inclusions de particules de carbures.

Lorsque les particules sont accélérées par le gaz d'atomisation et le gaz de gainage, l'augmentation de leur vitesse se traduit par un accroissement de la micro-dureté des dépôts des fils fourrés 97MXC et 98MXC, comme le montre la figure 5.18. Les remarques énoncées précédemment s'appliquent aussi lorsqu'on utilise un gaz de gainage.



**Figure 5.18 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et le gaz de gainage sur la micro-dureté des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $P_a=0,41\text{MPa}$ ;  $P_g=0,27, 0,31$  et  $0,41\text{MPa}$ ;  $\varnothing_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ;  $D=100\text{mm}$ )**

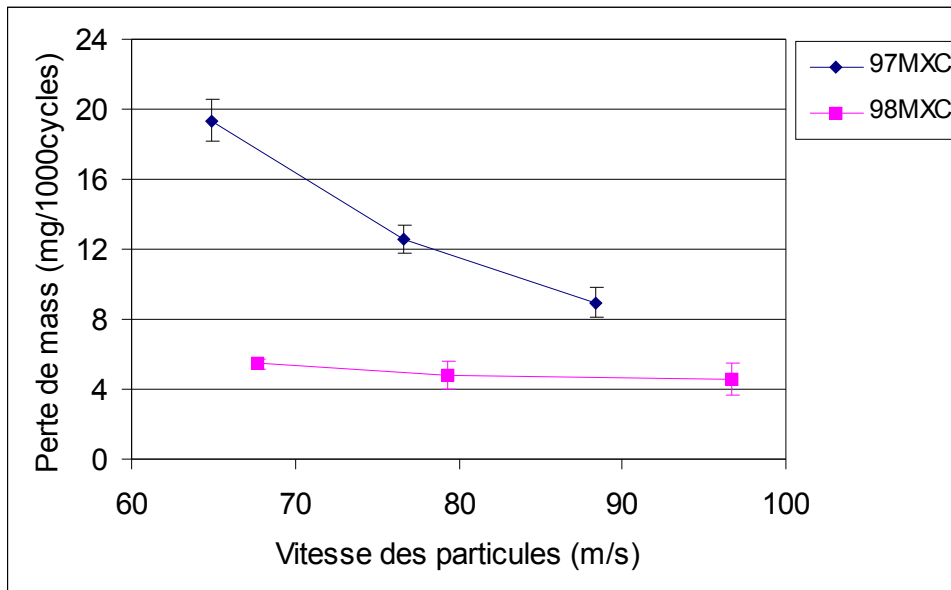
## 5.5.2 Résistance de l'abrasion

Nous avons étudié la résistance à l'abrasion des dépôts réalisés avec les fils fourrés 97MXC et 98MXC à l'aide d'un abrasimètre linéaire, en mesurant la perte de masse et la perte d'épaisseur des dépôts par 1000 cycles (pour une condition d'essai donnée : Meule=H22, Charge=8,5N, Vitesse=60rms, Nombre total de cycles=3000 à sec). Ces tests ont été réalisés, d'une part, sur des dépôts bruts de projection, d'autre part, sur des dépôts polis.

### 5.5.2.1 Perte de masse pour des dépôts bruts de projection

La figure 5.19 montre l'influence de la vitesse des particules à l'impact sur la perte de masse des dépôts 97MXC et 98MXC après les tests d'usure. L'augmentation de la vitesse des particules est dans ce cas obtenue par une augmentation de la pression du gaz d'atomisation sans gaz de gainage. Les courbes de cette figure montrent que :

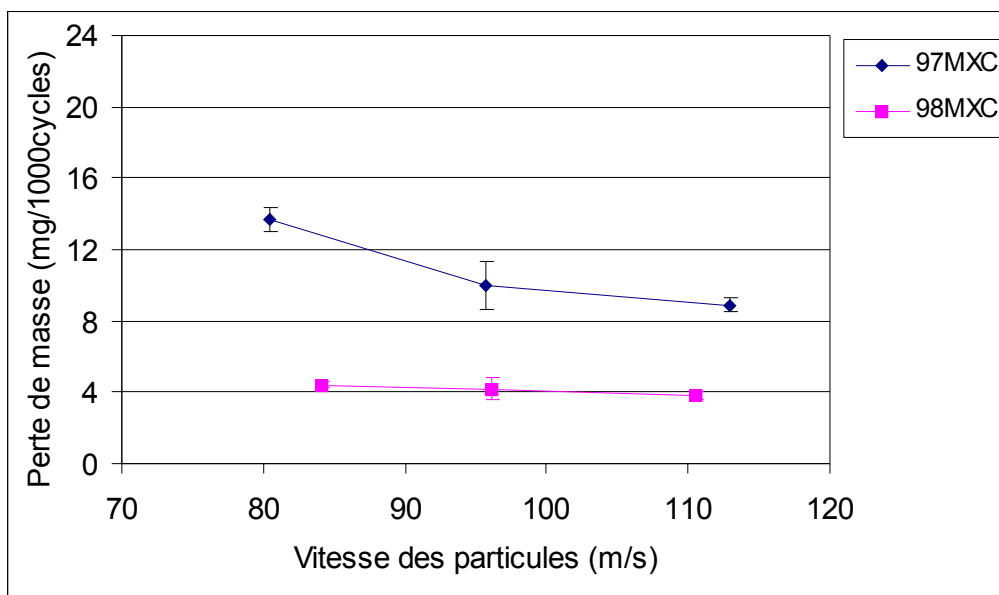
1-la perte de masse des dépôts de 98MXC lors des tests d'abrasion est nettement plus faible que celle des dépôts de 97MXC en particulier à faible vitesse d'impact des particules. Cela peut s'expliquer par la plus grande homogénéité de la microstructure des dépôts de 98MXC ;



**Figure 5.19 : Influence de la vitesse des particules accélérées uniquement par le gaz d'atomisation sur la perte de masse des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $\text{\O}buse=7,7\text{mm}$ ;  $D=100\text{mm}$ ;  $P_a=0,31, 0,41$  et  $0,55\text{MPa}$ ;  $P_g=0$ )**

2-l'augmentation de la vitesse à l'impact des particules conduit à une diminution de la perte de masse des dépôts de 97MXC et 98MXC. Cette diminution est plus marquée pour les dépôts de 97MXC.

Les mêmes remarques peuvent être formulées lorsqu'un gaz de gainage est utilisé en plus du gaz d'atomisation primaire (cf. figure 5.20).

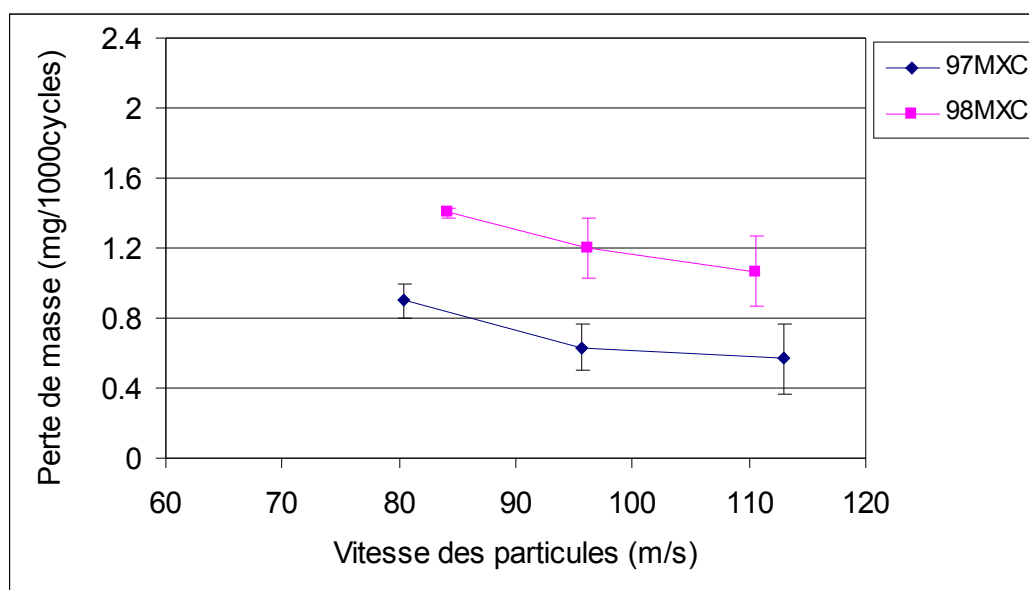


**Figure 5.20 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et par le gaz de gainage sur la perte de masse des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $P_a=0,41\text{MPa}$ ;  $P_g=0,27, 0,31$  et  $0,41\text{MPa}$ ;  $\text{Øbuse}=7,7\text{mm}$ ;  $D=100\text{mm}$ )**

### 5.5.2.2 Perte de masse pour des dépôt polis

La figure 5.21 montre l'influence de la vitesse des particules sur la perte de masse des dépôts 97MXC et 98MXC qui ont été polis afin d'obtenir une surface avec un  $R_a$  de l'ordre de  $0,3\mu\text{m}$ , l'augmentation de la vitesse des particules étant obtenue par une augmentation de la pression du gaz d'atomisation. Les 2 courbes de cette figure montrent que :

- comme pour les essais précédents, l'augmentation de la vitesse des particules conduit à une diminution de la perte de masse des dépôts de 97MXC et de 98MXC. Pour tous les dépôts, cette influence est moins notable que celle mesurée sur dépôt rugueux,
- au contraire des résultats précédents (*cf. courbes 5.20*), la perte de masse des dépôts de 97MXC est plus faible que celle des dépôts de 98MXC. En effet pour une surface lisse, la dureté joue un rôle essentiel sur la tenue à l'usure par abrasion et les dépôts de 97MXC ont une dureté de l'ordre de  $800\pm 162\text{HV}_{2N}$  alors que celle des dépôts de 98MXC sont de l'ordre de  $395\pm 74\text{HV}_{2N}$ ;
- au contraire des courbes précédentes, l'écart-type des valeurs pour tous les dépôts est plus grand ce qui peut s'expliquer par une influence de la porosité des dépôts sur la qualité du « lissé » de la surface. En effet, les surfaces après polissage ont un  $R_a$  variant entre  $0,1$  et  $0,5\mu\text{m}$ .

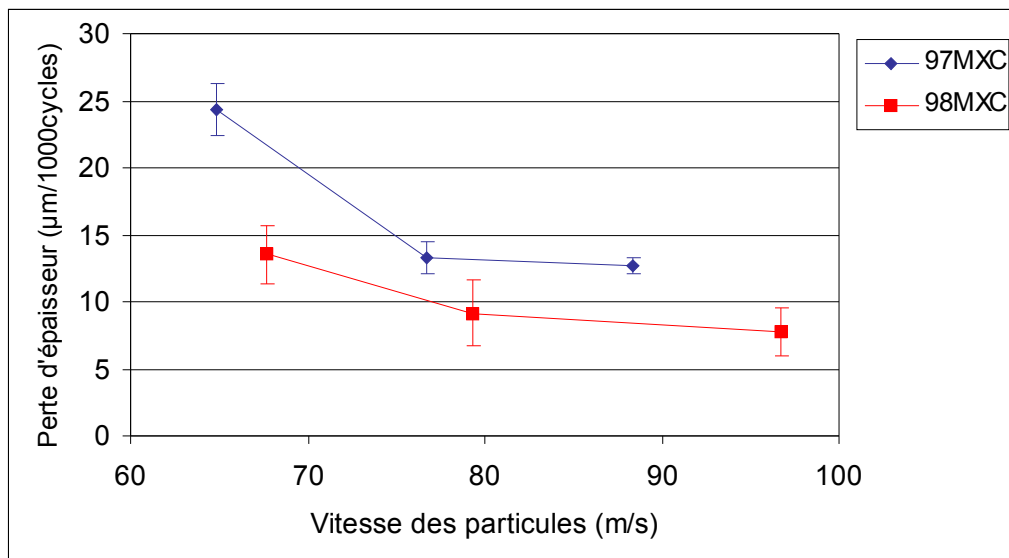


**Figure 5.21 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et par le gaz de gainage sur la perte de masse des dépôts lisses ( $R_a=0,3\mu\text{m}$ ) de 97MXC et 98MXC ( $P_a=0,41\text{MPa}$ ;  $P_g=0,27, 0,31$  et  $0,41\text{MPa}$ ;  $\varnothing_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ;  $D=100\text{mm}$ )**

### 5.5.2.2 Perte d'épaisseur pour des dépôts bruts de projection

L'influence de la vitesse des particules, obtenue en augmentant la pression du gaz d'atomisation, sur la perte d'épaisseur des dépôts des fils fourrés 97MXC et 98MXC est similaire à celle mesurée sur la perte de masse de ces dépôts. A partir des courbes de la figure 5.22, on peut noter que :

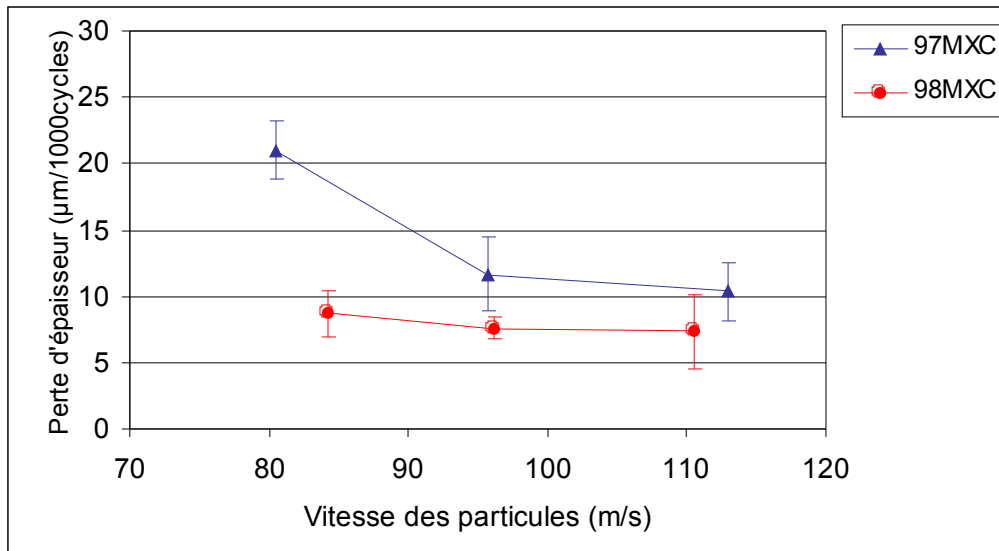
- la pente de courbe de la perte d'épaisseur des dépôts de 98MXC est plus élevée que celle de la perte de masse de ces dépôts ;
- l'influence de la vitesse des particules pour une pression plus forte du gaz d'atomisation (à partir de  $P_a=0,41\text{MPa}$ ) sur la perte d'épaisseur des dépôts de 97MXC est plus faible.



**Figure 5.22 : Influence de la vitesse des particules accélérées uniquement par le gaz d'atomisation sur la perte d'épaisseur des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $\varnothing_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ;  $D=100\text{mm}$ ;  $P_a=0,31, 0,41$  et  $0,55\text{MPa}$ ;  $P_g=0$ )**

La figure 5.23 montre l'influence de l'augmentation de la vitesse des particules par accroissement de la pression du gaz de gainage sur la perte d'épaisseur des dépôts de 97MXC et 98MXC.





**Figure 5.23 : Influence de la vitesse des particules accélérées par le gaz d'atomisation et le gaz de gainage sur la perte d'épaisseur des dépôts de 97MXC et 98MXC ( $P_a=0,41\text{MPa}$ ;  $P_g=0,27, 0,31$  et  $0,41\text{MPa}$ ;  $\text{Ø}_{\text{buse}}=7,7\text{mm}$ ;  $D=100\text{mm}$ )**

Les résultats obtenus sur la perte d'épaisseur des dépôts de 97MXC et 98MXC sont très proches de ceux obtenus sur la perte de masse de ces dépôts et les courbes présentent des évolutions et des pentes de même allure.

## 5.6 Conclusion

Nous avons, dans un premier temps, étudié la distribution en taille des poudres contenues dans les fils fourrés 97MXC et 98MXC et la distribution en taille des particules atomisées à partir de ces fils et collectées dans l'eau pour les mêmes conditions de projection. Cette étude a montré que :

- la taille moyenne des particules de la poudre originale du fil 98MXC est supérieure à celle des particules de la poudre du fil fourré 97MXC ( $60\mu\text{m}$  pour le 97MXC contre  $110\mu\text{m}$  pour le 98MXC) pour des paramètres opératoires indiqués ;
- la taille moyenne des particules collectées dans l'eau et provenant du fil 98MXC est inférieure à celle des particules provenant du fil fourré 97MXC ( $23\mu\text{m}$  pour le 98MXC contre  $31\mu\text{m}$  pour le 97MXC) dans des conditions indiquées de tir.

On peut noter que la poudre du fil 97MXC est renforcée en particules de céramiques (WC et TiC) qui se retrouvent, pour une grande part, comme inclusions dans le dépôt. Ces particules réfractaires sont enrobées d'une gangue métallique pendant le processus de fusion et d'atomisation des fils, ce qui explique que les particules issues du fil 97MXC aient une taille moyenne supérieure à celles issues du fil 98MXC.

Dans un deuxième temps, nous avons réalisé des dépôts à partir des fils 97MXC et 98MXC en sélectionnant des conditions de tir à partir des mesures sur les caractéristiques des particules en vol. L'observation de la microstructure de ces dépôts et l'étude de leurs propriétés a montré que :

- les dépôts réalisés avec le fil 98MXC sont plus homogènes que ceux réalisés avec le fil 97MXC qui contient des particules réfractaires de renfort,
- les teneurs en oxydes des dépôts obtenus avec ces 2 fils sont similaires (12-13 %),
- les dépôts réalisés avec le fil 97MXC sont plus poreux que ceux réalisés avec le fil 98MXC (8% de porosité contre 2,5% de porosité) et cette différence peut s'expliquer par la présence des particules de céramiques dans le dépôt mais aussi par la taille plus élevée des gouttelettes qui impactent sur le substrat (31 $\mu$ m contre 23 $\mu$ m en moyenne pour le 98MXC),
- les dépôts de 97MXC sont beaucoup plus durs que ceux de 98MXC de l'ordre de 800 $\pm$ 162HV<sub>2N</sub> pour le 97MXC et 395 $\pm$ 74HV<sub>2N</sub> pour le 98MXC, toujours du fait de la présence des particules de céramiques,
- lors des tests de résistance à l'abrasion à sec, les dépôts bruts de projection de 97MXC présentent une perte de masse par essai (3000 cycles) et une perte d'épaisseur supérieures à ceux des dépôts bruts de 98MXC (environ 12 mg/1000cycles et 13  $\mu$ m/1000cycles pour le 97MXC contre 5 mg/1000cycles et 9,0 $\mu$ m/1000cycles pour le 98MXC). Par contre la tendance s'inverse sur les dépôts polis et, comme attendu, du fait de sa dureté plus élevée, le dépôt 97MXC présente une meilleure résistance à l'usure par abrasion : 0,75 mg/1000cycles contre 1,2 mg/1000cycles pour le 98MXC.

# Conclusion

Les procédés de projection thermique font maintenant partie de la panoplie des techniques de traitements de surface préconisées par les bureaux d'études. Deux grands domaines d'application de ces procédés sont le frottement et l'usure. Pour ce dernier, le volume d'application le plus important concerne la protection contre l'usure par abrasion. Ce type d'usure se traduit par un déplacement de matière sur la surface en contact avec des particules abrasives ou des protubérances dures de l'autre surface en vis à vis. Il peut être fortement limité en protégeant la surface de la pièce avec un revêtement dur avec une forte adhérence au substrat et une bonne cohésion. Pour un dépôt réalisé par projection thermique qui présente une microstructure lamellaire, cette cohésion exige une très bonne qualité de contact entre les lamelles et une "certaine" homogénéité. Cette dernière impose la réalisation de dépôts peu poreux et pour les dépôts métalliques, contenant peu d'oxydes. En effet si la présence d'oxydes dans le dépôt se traduit généralement par une élévation de sa dureté, elle entraîne aussi sa fragilisation car les lamelles oxydées sont généralement peu ou mal liées avec les autres lamelles.

L'objectif de ce travail de thèse était d'optimiser les conditions opératoires utilisées pour la réalisation de dépôts durs résistants à l'usure par abrasion. Ces dépôts ont été obtenus à l'aide d'un système de projection arc-fil. Le travail a été mené en 2 phases. La première avait pour objectif une meilleure compréhension de l'influence des paramètres de tir sur les caractéristiques (taille, vitesse, température) des gouttelettes en vol et sur les propriétés des dépôts (dureté, densité, porosité et teneur en oxydes). Elle a porté sur des dépôts d'acier inoxydable 316L. La seconde phase a été menée sur deux types de matériaux disponibles sous forme de fils fourrés, c'est à dire qu'ils sont constitués d'une gaine métallique remplie de poudre d'alliages métalliques ou d'alliages métalliques enrichis en particules dures (carbures). Ce type de fil permet la projection par arc-fil d'alliages non tréfilables ou de cermets. Les matériaux de l'étude sont le 97MXC, alliage à base fer qui contient 26% de carbure de tungstène, 6% de carbure de titane et 14% de chrome, et le 98MXC également un alliage à base fer avec 26% de chrome, 1,7% de carbone et 3% de nickel. L'objectif de cette seconde phase était de déterminer les conditions opératoires permettant de réaliser des dépôts présentant la meilleure résistance à l'usure par abrasion.

Pour ces 2 étapes, la même approche expérimentale a été suivie. Elle a consisté à collecter les particules dans un récipient rempli d'eau ou d'argon, mesurer leur vitesse et température moyenne à la position du substrat et enfin réaliser et caractériser des dépôts avec des conditions opératoires sélectionnées à partir de l'étude des gouttelettes en vol.

Les principaux résultats sont les suivants.

### **Etude sur les particules en vol**

Cette étude menée avec un système d'imagerie basé sur l'utilisation d'une caméra CCD a montré que pour les 3 matériaux étudiés la température des gouttelettes était très peu sensible à la variation des conditions de projection. Cette observation peut s'expliquer par le fait que dans le procédé utilisé, les gouttelettes sont formées à partir de l'extrémité fondue des fils. Les gouttelettes qui ont une température supérieure de 400 à 600 °C à la température de fusion du fer qui est l'élément majoritaire des 3 fils, peuvent subir une évaporation relativement importante. Les vapeurs issues des gouttes peuvent perturber la mesure de température à partir de leur rayonnement thermique. La mesure de la vitesse des particules en vol, couplée à l'analyse de la distribution granulométrique des particules collectées dans de l'eau ou de l'argon, montre que la vitesse atteinte par les particules est d'autant plus élevée que leur taille est faible. Pour diminuer leur taille, il faut augmenter la pression du gaz d'atomisation et utiliser un gaz d'atomisation secondaire à pression élevée. L'utilisation d'une buse de petit diamètre aide également à l'obtention de particules à plus grandes vitesses.

Pour la gamme de conditions opératoires utilisées (qui correspondent à la gamme de variation la plus large avec le dispositif de projection utilisé), les vitesses des particules sont comprises entre 75 et 125 m/s et la distribution en taille des particules, en général bi-modale, s'étend de quelques  $\mu\text{m}$  à plus de 100  $\mu\text{m}$  avec une valeur moyenne autour de 20-35  $\mu\text{m}$ . Cependant, elle tend à devenir mono-modale avec des débits de gaz d'atomisation primaire et secondaire élevés (0, 41MPa ou plus).

Enfin, l'observation des particules (surface et coupe) atteste du bon état de fusion des particules métalliques. Par contre les particules de carbures de renfort dans le fil 97MXC ne sont pas fondues mais se retrouvent entourées d'un gangue métallique. Elles se retrouveront donc sous forme d'inclusions dans le dépôt.

### **Fil d'acier inoxydable 316 L**

Les dépôts réalisés avec le fil d'acier 316 L (16,8% de chrome et 10,2% de nickel) présentent une morphologie homogène. Ils sont constitués d'une matrice métallique avec des phases oxydes (oxyde de chrome, de fer et de nickel ( $\text{FeCr}_2\text{O}_3$  et  $(\text{Ni}, \text{Fe}) \text{Fe}_2\text{O}_4$ )) qui améliorent sa dureté. En effet, elle est de l'ordre de  $300\text{-}350 \text{HV}_{3\text{N}} \pm 30 \text{HV}_{3\text{N}}$  alors que celle de l'acier 316L massif est de l'ordre de  $230 \text{HV}_{3\text{N}}$ .

Les dépôts présentant la dureté la plus élevée ( $347 \pm 30 \text{HV}_{3\text{N}}$ ), la porosité la plus faible (5%) avec une teneur en oxyde acceptable (13%) ont été obtenus en utilisant une buse de petit diamètre (7mm) et des gaz d'atomisation primaire et secondaire avec la pression la plus élevée disponible avec le dispositif de projection utilisé ( $P_a = P_g = 0,41 \text{MPa}$ ). Ces dépôts ont également une excellente adhérence au substrat ( $60 \pm 8 \text{MPa}$ ). Remarquons que les dépôts obtenus sans atomisation secondaire sont plus poreux et présentent une teneur en oxyde plus élevée. Par exemple, avec une pression d'atomisation primaire de  $0,55 \text{MPa}$ , la porosité est de 7%, la teneur en oxyde de 17%. La dureté et l'adhérence sont respectivement de  $303 \pm 29 \text{HV}_{3\text{N}}$  et  $59 \pm 9 \text{MPa}$ . Cette comparaison montre bien le rôle du gaz d'atomisation secondaire qui d'une part contribue à la formation de gouttelettes de plus petite taille et d'autre part aide à limiter l'entraînement de l'air ambiant.

### **Fils fourrés 97MXC et 98MXC**

La comparaison des dépôts réalisés avec les fils fourrés 97MXC et 98MXC montre que les premiers ont une dureté (de l'ordre de  $800 \text{HV}_{2\text{N}}$ ) très supérieure aux seconds (de l'ordre de  $398 \text{HV}_{2\text{N}}$ ), ce qui s'explique par les particules de carbure ( $\text{TiC}$ ,  $\text{WC}$ ) présentes dans la poudre contenue dans le fil original et qui se retrouvent non fondues sous forme d'inclusions dans le dépôt. Leur présence explique aussi la plus grande hétérogénéité du dépôt et la porosité plus élevée (8% contre 2,5% pour le 98MXC). Leur teneur en oxyde est par contre identique : 12-13%.

Ces particules affectent aussi la tenue à l'usure par abrasion des dépôts de 97MXC. Ainsi, les dépôts bruts de projection présentent une perte de masse par essai (3000 cycles) et une perte d'épaisseur supérieures à ceux des dépôts bruts de 98MXC (environ  $12 \text{mg}/1000 \text{cycles}$  et  $13 \mu\text{m}/1000 \text{cycles}$  pour le 97MXC contre  $5 \text{mg}/1000 \text{cycles}$  et  $9,0 \mu\text{m}/1000 \text{cycles}$  pour le 98MXC). Par contre, la tendance s'inverse sur les dépôts polis qui présentent alors, du fait de leur dureté plus élevée, une meilleure résistance à l'usure par abrasion :  $0,75 \text{mg}/1000 \text{cycles}$  contre  $1,2 \text{mg}/1000 \text{cycles}$  pour le 98MXC.

Nous sommes conscients que ce travail est une première approche car il n'existe encore que peu de publications sur les fils fourrés et les fils disponibles sur le marché sont peu diversifiés.

Les résultats obtenus, en particulier avec le 97MXC, sont prometteurs et pourraient certainement être améliorés en utilisant des particules dures plus petites pour assurer une dispersion plus homogène dans le dépôt. Naturellement, ceci implique aussi probablement que la taille de ces particules dures ne soit pas trop petite pour limiter leur décomposition et/ou leur dilution. Il serait également intéressant de comparer la résistance à l'usure des dépôts obtenus d'une part, avec un gaz d'atomisation neutre et d'autre part avec de l'air. Les tuyères d'atomisation devraient également faire l'objet d'études plus détaillées afin de limiter les turbulences engendrées par des débits d'atomisation élevés, certes atténués par l'utilisation d'un gaz de gainage. Ceci nécessiterait une étude plus fine, par exemple à l'ordre de codes de calcul d'écoulement. Enfin, l'amorphisation partielle des dépôts, qui est une propriété indiquée par le fabricant des fils fourrés utilisés, n'a pu être vérifiée au travers des spectres X obtenus. Ceci ne veut pas dire que des phases amorphes n'existent pas dans de tels dépôts de composition très complexe et il serait souhaitable de développer une étude spécifique de ce problème.

# Bibliographie

- [1] **L. Pawlowski**, The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings, John Wiley & Sons, Ltd., England, 1995, pp198-199
- [2] **R.W. Smith, R. Novak**, Advances and Application in US Thermal Spray Technology and Materials, Powder Metallurgy International, 3 (1991), pp147-165
- [3] **A. Prôner**, Revêtements par projection thermique, Techniques de l'Ingénieur, Vol. (MD3), M1645, pp11-12
- [4] **E.D. Kubel**, Thermal Spray Technology: from Art to Science, Advance Materials and Processes, Vol. 132(No. 6), 1987, pp69-75
- [5] **E. Pfender**, Fundamental Studies Associated with the Plasma Spray Process, Thermal Spray, Advances in Coatings Technology, (Ed.) C.C Berndt, (Pb.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1992), pp1-10
- [6] **P. Fauchais, A. Vardelle, B. Dussoubs**, Quo Vadis Thermal Spraying ?, Thermal Spray Technology, Vol.10 (No.1), 2001, pp44-66.
- [7] **Site Internet** Air Products and Chemical, Inc: [www.thrmal spray basics airproducts.com](http://www.thrmal spray basics airproducts.com)
- [8] **K. Korpiola, P. Vuoristo**, Effect of HVOF Gas Velocity and Fuel to Oxygen Ratio on the Wear Properties of Tugsten Carbide Coating: Practical Solutions for Engineering Problems, (Ed.) C.C. Berndt, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1996), pp177-184
- [9] **B.R. Marple, B. Arsenault, J. Voyer**, Performance of WC-Based, HVOF-Processed Coating in Sliding Wear: A United Forum for Scientific and Technology Advances, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1997), pp73-81
- [10] **J. Lic, J. Lih.**, Effect of WC-Co Addition on the Adhesion of HVOF Ni-Based Coating: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp723-728
- [11] **S. Bouaricha, J.G. Legoux**, Controlling the Degradation Phenomena During HVOF Spraying of WC-10Co-4Cr Cermet: Tagungsband Conference Proceeding, (Ed.) E. Lugscheider, P.A. Kammer, (Pub.) DVS Deutsher Verband fur Schweißen, Germany, (1999), pp295-299
- [12] **B. Arsenault, J.G. Legoux, H. Hawthorne**, HVOF Process Optimization for the Erosion Resistance of WC-12Co and WC-10Co-4Cr Coatings: New Surfaces for a New

Millennium, (Ed.) C.C Berndt, K.A. Khor, E. Lugscheider, ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2001), pp1051-1060

[13] **M. Leylavergne**, Rechargement par plasma d'arc transféré de substrats d'alliages (base fer et base nickel) recouverts de films métalliques déposés par coulage en bande, Thèse de l'Université de Limoges, 1999

[14] **P. Fauchais, A. Grimaud, A. Vardelle, M. Vardelle**, La projection plasma : revue, in Ann. Phys. Fr., Vol.14, 1989, pp261-310

[15] **R.W. Smith**, Reactive Plasma Spray Forming for Advanced Materials Synthesis, Powder Metallurgy International, Vol. 25 (No.1), 1992, pp9-16

[16] **Thermal Spraying**: Practice, Theory and Application, Committee on Thermal Spraying, American Welding Society, Miami, USA, 1985, pp3-12

[17] **H.D. Steffens, Z. Babiak, M. Wewel**, Recent Developments in Arc Spraying, IEEE Transactions on Plasma Science, vol.18 (No.6), 1989, pp974-979

[18] **M.L. Thorpe**, Thermal Spray Applications, Advanced Materials and Processes, Vol. 10, 1988, pp69-75

[19] **Site Internet** de Gordon England: [www.gordonengland.co.uk](http://www.gordonengland.co.uk)

[20] **TAFI Incorporated**, Model Arc jet 9000, Arc Spray System, Concord, N.H (USA), 1995

[21] **X. Wang, D. Zhuang, E. Pfender, J. Heberlein, W. Gerberich**, Effect of Atomizing Gas Pressure on Coating Properties in Wire Arc Spraying: Thermal Spray Industrial Application, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1994), pp587-592

[22] **S. Dallaire, H. Levert**, Synthesis and Deposition of TiB<sub>2</sub>-Containing Materials by Arc Spraying, Surface and Coatings Technology, 1992, pp241-248

[23] **K.H. Busse**, Arc Spraying of Cored Wires, Spraytec GmbH, Germany, 1989, pp36\_1-36\_10

[24] **E.R. Sampson**, Cored Wire Application Using Electric Arc Spray Coating: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp133-137

[25] **H. Drzniek, H.D. Steffens**, Cored Tube Wires Arc and Flame Spraying, Proceedings of 10th ITSC, 1983 pp33-34



- [26] **H. Drznik Z. Babiak, H.D. Steffens**, Metallurgical Aspects of Spraying Using Cored Wires Containing Ferrochrome or Chromium Carbide Powders, Proceedings of 12th ITSC, London, England, June 1989, pp257-270
- [27] **Y. Borisov, N. Vorzhyk**, Composite Flux Cored Wires for Thermal Spraying: Thermal Spray Science & Technology, (Ed.) C.C. Berndt and S. Sampath, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1995), pp1115-1118
- [28] **Jinlin Wen, Songjing Wen**, Aerodynamic Stabilization of Arc in two Wires Arc Spraying: Thermal Spray Science & Technology, (Ed.) C.C. Berndt and S. Sampath, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1995), pp431-434
- [29] **B. Xu, S. Ma, J. Wang, J. Tan**, A Study on the Arc Spraying of 7Cr13 Cored Wire and Tribological Properties of the Composite Coating: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C.C. Berndt, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp207-210
- [30] **S. Dallaire, H. Levert**, Phenomenology of Rective Cored Wire Arc Spraying: International Advances in Coating Technology, (Ed.) C.C. Berndt, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1992), pp207-212
- [31] **H.D. Steffens, K. Nassenstein**, Influence of the Spray Velocity on Arc-Sprayed Coating Structures, Thermal Spray Technology, Vol. 8 (No.3), 1999, pp454-460
- [32] **D.R. Marantz**, State of the Arc Spray Technology: International Advances in Coating Technology, (Ed.) C.C. Berndt, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1992), pp113-118
- [33] **T. Vais, E. Rajamaki**, Effect of the Nozzle Design and Atomization Gas on the Properties of the Electric Arc Sprayed Ni18Cr6Al2Mn-Coating: Tagungsband Conference Proceeding, (Ed.) E. Lugscheider, P.A. Kammer, (Pub.) DVS Deutscher Verband fur Schweiben, Germany, (1999), pp550-552
- [34] **H.D. Steffens**, Metallurgical Changes in the Arc Spraying of Steel, British Welding Journal, Octobre 1966, pp597-605.
- [35] **M. Kelkar, N. Hussay, J. Schein, J. Heberlein**, Optical Diagnostics and Modelling of Gas and Droplet Flow in Wire Arc Spraying: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp329- 334
- [36] **T. Watanabe, X. Wang, J. Heberlein, E. Pfender, W. Hewing**, Voltage and Current Fluctuations in Wire Arc Spraying as Indications for Coating Properties, Practical Solutions for Engineering Problems, ASM International, 1996, pp577-583

- [37] **D. Sacriste, N. Goubot**, An Evaluation of the Electric Arc Spray and (HPPS) Processes for the Manufacturing of High Power Plasma Spraying MCrAlY Coatings, *Thermal Spray Technology*, Vol.10 (No.2), 2001, pp352-358
- [38] **H.D. Steffens**, Metallurgical Action During Spraying of Steel Materials in Atmosphere and Under Shrouded Gas, Thesis, Hannover, Germany, 1967
- [39] **K.H. Busse**, The Behavior of Spray Particles During Atmospheric Arc Spraying, PhD Dissertation, Dortmund, Germany, 1989
- [40] **David R. Marant, Daniel R. Marantz**, State of the Arc Spray Technology: Thermal Spray Research and Applications, (Ed.) T.F. Bernecki, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1990), pp113-118
- [41] **L.J. Grant**, How Recent Advances in Arc Spray Broaden the Range of Application, TAFE Incorporated, USA, 1990, pp111\_1-17
- [42] **S. Kuroda**, Properties and Characterization of Thermal Sprayed Coating- a Review of Recent Research Process: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp539-550
- [43] **D. Zhangxiong, R. Knight**, Factors Influencing the Surface Roughness of TBC Bond Coats: Tagungsband Conference Proceeding, (Ed.) E. Lugscheider, P.A. Kammer, (Pub.) DVS Deutscher Verband für Schweißen, Germany, (1999), pp825-829
- [44] **G. Jandin, M.P. Planche**, Relationship Between in Flight Particle Characteristics and Coating Microstructure for the twin Arc Spray Process: Tagungsband Conference Proceeding, (Ed.) E. Lugscheider, P.A. Kammer, (Pub.) DVS Deutscher Verband für Schweißen, Germany, (1999), pp954-959
- [45] **S. Ma, Y. Zhu, C. Yang**, Properties of Cored Wire Arc Sprayed Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Composite Coating: Surface Engineering via Applied Research, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2000), pp679-683
- [46] **P.S. Fussel, H. O. K. Kirchner**, Controlled Microstructure of Arc-Sprayed Metal Shell, *Thermal Spray Technology*, Vol.3(2), 1994, pp148-161
- [47] **L.E. Weiss, D. G. Thuel**, Arc-Sprayed Steel-Faced Tooling, *Thermal Spray Technology*, Vol.3(3), 1994, pp275-281
- [48] **J.J. Kaiser, R.A. Miller**, Inert Gas Improves Arc-Sprayed Coatings, *Advanced Materials and Processes*, December 1989, pp37-40.
- [49] **Z. Zurecki, D. Gary, D. Bowe**, Electric Arc Deposition of Carbon Steel Coating with Improved Mechanical Properties, *Thermal Spray Technology*, Vol. 6 (No.4), 1997, pp417-421

- [50] **TAFA Incorporated**, Technical Data Sheet, Concord, N.H. (USA), 1992
- [51] **M. Amin, N. ORourke**, Effects of Active and Inert Gas Atomization on Coating Quality in Arc Spraying – A Review, pp238-257.
- [52] **X. Wang, J. Heberlein, E. Pfender, W. Gerberich**, Effect of Nozzle Configuration Gas Pressure and Gas Type on Coating Properties in Wire Arc Spray, Thermal Spray Technology, Vol. 8 (No.4), 1999, pp565-575
- [53] **J. Wilden, A. Wank**, Wires for Arc and High Velocity Flame Spraying Wire Design, Materials and Coating Properties: Surface Engineering via Applied Research, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2000), pp609-617
- [54] **X. Wang, J. Heberlein, E. Pfender, W. Gerberich**, Effect of Shrouded CO<sub>2</sub> Atomization on Coating Properties in Wire Arc Spraying: Thermal Spray Science & Technology, (Ed.) C.C. Berndt and S. Sampath, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1995), pp31-37
- [55] **X. Wang, D. Zhuang**, Effect of Atomising Gas Pressure on Coating Properties in Wire Arc Spraying: Thermal Spray Science & Technology, (Ed.) C.C. Berndt and S. Sampath, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1995), pp587-592
- [56] **X. Wang, J. Heberlein, E. Pfender, W. Gerberich**, Effect of Gas Velocity and Particle Velocity on Coating Adhesion in Wire Arc Spraying: Practical Solutions for Engineering Problems, (Ed.) C.C. Berndt, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1996), pp807-811.
- [57] **R.H. Unger, V.E. Belashchenko, W.R. Kratochvil, J.P. Dunkerley, V. Sedov, E.A. Smith**, A new Arc Spray system to spray High density, low oxide Coatings: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp1489-1493
- [58] **F. Rogers**, Benefits and Technology Developed to Arc Spray 3/16 inch Diameter Wires Used for Corrosion Protection of Steel: Surface Engineering via Applied Research, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2000), pp691-698
- [59] **J. H. Clare, D.E. Crawmer**, Thermal Spray Coatings in Metallic Coating Processes, in Metal Handbook, 9<sup>th</sup> Ed., Vol. 5, Surface Cleaning Finishing and Coating, (pub.) ASM, International, OH USA, 1982, pp361
- [60] **M. 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, thèse de l'Université de limoges, 1994

- [61] **N. A. Hussary, J. Heberlein**, Investigation of arc Behavior and Particle Formation in the Wire Arc Spray Process Using High Speed Photography: Surface Engineering via Applied Research, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2000), pp737-742
- [62] **A.A. Syed, P. Denoirjean, A. Denoirjean, J.C. Labbe, P. Fauchais**, Influence of Substrate surface Oxidation Stage on the Morphology and Flattening of Splats, Proceedings of the 7<sup>th</sup> European Conference of Thermal Plasma Processes, July 2002, Strasbourg, France, Begel house.
- [63] **A.P. Newbery, P.S. Grant**, Droplet Splashing During Arc Spraying of Steel and the Effect on Deposit Microstructure, Thermal Spray Technology, Vol. 9 (No.2), 2000, pp250-258
- [64] **A.A. Syed, P. Denoirjean, A. Denoirjean, B. Hannyer, J.C. Labbe, P. Fauchais**, Oxidation at Different Stages in Stainless Steel Coatings Developed by Air Plasma Spraying on Plain Carbon Steel, Proceedings of the 7<sup>th</sup> European Conference of Thermal Spray, July 2002, Strasbourg, France, Begel House.
- [65] **G. Espié, P. Fauchais**, Study of the in-Flight Oxidation of Iron Particles during the APS-Effect of Dissolved Oxygen on the Wetting onto Ceramic Substrates, Advanced Materials and Processes, Ed. 99, 1999, pp423-429
- [66] **K. Volenik, F. Hanousek, P. Chrask, J. Ilavsky, K. Neufuss**, In-Flight Oxidation of High-alloy Steels During Plasma Spraying, Materials Science and Engineering, A. 272, 1999, pp199-206
- [67] **Gilles Espié**, Oxydation de particules de fer dans un plasma d'arc Ar-H<sub>2</sub>, influence sur les propriétés du dépôt, Thèse de doctorat, Procédés Céramiques et Traitements de Surface, Université de Limoges, 2000, pp8-11 et pp80-84
- [68] **H. Zhang, G. Espié**, Oxidation and Evaporation of Iron Droplet in a Plasma Jet, ISPC 14, Prague, Ed. Hr bovsky, Vol. 5, August 1999, pp2775-2784
- [69] **M.F. Smith, R.C. Dykhuizen**, Oxidation in HVOF-Sprayed Steel, Thermal Spray: a United Forum for Scientific and Technological Advances, (Ed.) C.C Berndt, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1997), pp885-893.
- [70] **A. Vardelle, P. Fauchais, N.J. Themelis**, Oxidation of Metal Droplets in Plasma Sprays: Thermal Spray Science & Technology, (Ed.) C. Coddet and S. Sampath, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1995), pp175-180.
- [71] **A. Harir**, Contribution à la faisabilité de dépôts composites métal-lubrifiant solide élaborés par plasma d'arc, Thèse de l'Université de Limoges, 2002

- [72] **C. Moreau, M. Lamontagne**, Influence of Substrate Preparation on the Flattening and Cooling of Plasma-Sprayed Particles, *Surface and Coating Technology*, Vol.4 (No.1), 1995, pp25-33
- [73] **S. Fantassi, M. Vardelle, P. Fauchais, C. Moreau**, Influence of the Velocity of Plasma-Sprayed Particles on Splat Formation, *Thermal Spray Technology*, Vol. 4 (No.1), 1995, pp59-66
- [74] **H. Llewellyn, P.S. Grant, A.P. Newbery, R.M. Jordan**, Development of an Electric Arc Sprayed Self Lubricating Coating: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp263-268
- [75] **L. Bianchi**, Projection par plasma d'arc et plasma inductif de dépôts céramiques : mécanismes de formation de la première couche et relation avec les propriétés mécaniques des dépôts, Thèse de l'Université de Limoges, 1995
- [76] **S. Sampath, H. Herman**, Rapid Solidification and Microstructure Development During Plasma Spray Deposition, *Thermal Spray Technology*, Vol. 5 (No.), 1996, pp445-456
- [77] **Y.L. Zhu, H.L. Liao, C. Coddet, B.S. Xu**, Characterization Via Image Analysis of Cross-Over Trajectories and Inhomogeneity in Twin Wire Arc Spraying, *Surface and Coatings Technology*, 162, 2003, pp301-308
- [78] **J. Lic, J.L. Li, W.B. Wang**, The Effect of Substrate Preheating and Surface Organic Covering on Splat Formation: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp.473-480
- [79] **L. Bianchi, F. Blein, P. Lucchese, M. Vardelle, A. Vardelle, P. Fauchais**, Effect of Particle Velocity and Substrate Temperature on Alumina and Zirconia Splat Formation: Thermal Spray Industrial Applications, Pub. ASM, International, Oh, USA, 1994, pp569-574
- [80] **G. Montavon, S. Sampath, C.C. Berndt, H. Herman, C. Coddet**, Effect of Vacuum Plasma Spray Processing Parameters on Splat morphology, *Thermal Spray Technology*, Vol. 4 (No.1), 1995, pp67-74
- [81] **C.J. Li, J.L. Li, W.B. Wang, A. Ohmori, K. Tani**, Effect of Particle-Substrate Materials Combinations on Morphology of Plasma Spray Splats, Pub. ASM, International, Oh, USA, 1998, pp481-487
- [82] **M. Vardelle, A. Vardelle, A.C. Leger, P. Fauchais, D. Gobin**, Influence of Particle Parameters at Impact on Splat Formation and Solidification in Plasma Spraying Process, *Thermal Spray Technology*, Vol. 4 (No.1), 1995, pp50-58

- [83] **Y. Tanaka, M. Fukumoto**, Investigation of Dominating Factors on Flattening Behavior of Plasma Sprayed Ceramic Particles, *Surface and Coatings Technology*, 120-121, 1999, pp124-130
- [84] **G. Jandin, H. Liao, Z.Q. Feng, C. Coddet**, Correlations Between Operating Condition, Microstructure and Mechanical Properties of Twin Wire Arc Sprayed Steel Coating, *Materials Science Engineering*, A00 , 2002, pp1-8
- [85] **A.M. Ahmed, R.H. Rangel, V.V. Sobolev, J.M. Guilemany**, In-Flight Oxidation of Composite Powder Particles During, Thermal Spraying, *Heat and Mass Transfer*, 44, 2001, pp4667-4677
- [86] **H.L. de Villiers Lovelock**, Power/ Processing/ Structure Relationships in WC-CO Thermal Spray Coatings: a Review of the Published Literature, *Thermal Spray Technology*, Vol. 7 (No.3), 1998, pp357-373
- [87] **C.K. Lin, C.C. Bendt**, Measurement and Analysis of Adhesion Strength for Thermally Sprayed Coating, *Thermal Spray Technology*, Vol. 3 (No.1), 1994, pp75-104
- [88] **J. Comy**, Treatment and Analysis of Adhesive Bonding, *Thermal Spray Technology*, Vol. 10 (No.3), 1990, pp161-165
- [89] **P Charles Howes**, Processing, Preparation, Coating and Applications, *Welding*, 73, 1991, pp47-51
- [90] **S. Amada, H. Yamada**, Introduction of Fractal Dimension to Adhesive Strength Evaluation of Plasma Sprayed Coating, *Surface and Coating of Technology*, 78, 1993, pp50-55
- [91] **P. Fauchais, M. Vardelle, A. Vardelle, L. Bianchi, A.C. Leger**, Parameters Controlling the Generation and Properties of Plasma Sprayed Zirconia Coating, *Plasma Chem. Plasma Proc.*, Vol. 16 (No.1), 1996, pp99-126
- [92] **C. Ding, J. Li, L. Zhang, X. Yu**, Wear Evaluation of Plasma Sprayed Oxide and Carbide Coatings: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp275-278
- [93] **C.J. Li, G. Yang, A. Ohmori**, Improvement of the Properties of Thermally Sprayed Ceramic Coating by the Infiltration of the Adhesives: Advancing the Science and Applying the Technology, (Ed.) B.R. Marple, C. Moreau, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2003), pp1311-1316

- [94] **M.P. Planche, R. Bolot, C. Coddet**, In-Flight Characteristics of Plasma Sprayed Alumina Particles: Measurements, Modeling, and Comparison, *Thermal Spray Technology*, Vol. 12 (No.1), 2003, pp101-111
- [95] **S. Tobe**, A Review on Protection From Corrosion, Oxidation and Hot Corrosion by Thermal Spray Coatings: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp3-11
- [96] **R.C. Tucker**, An Overview of Alternative Coatings for Wear and Corrosion Resistance: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp103-107
- [97] **J. Ilavky, J. Pisacka, P. Chraska, N. Margandant, S. Siegmann, W. Wagner, P. Fiala, G. Barbezat**, Microstructure-Wear and Corrosion Relationships for Thermally Sprayed Metallic Deposits: Surface Engineering via Applied Research, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2000), pp449-454
- [98] **T. Tajiri, Z. Zeng**, Microstructure and Corrosion Behavior of Arc Sprayed Stainless Steel Coating: Surface Engineering via Applied Research, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2000), pp697-703
- [99] **M.R. Dorfman, J.A. Debarro**, *Thermal Spray Science & Technology*, (Ed.) C. Coddet and S. Sampath, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1995), pp567-572
- [100] **T. Suzuki, K. Ishikawa, Y. Kitamura**, *Thermal Spray Science & Technology*, (Ed.) C.C. Berndt and S. Sampath, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1995), pp1033-1038
- [101] **B. Normand, H. Liao, Landemarre, C. Coddet, J. Pagetti**, Corrosion Resistance of Thermal Spray Inconel 690 Coatings: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp69-73
- [102] **S. Simard, B. Arsenault**, Influence of Thermal Spray Process on the Corrosion Behavior of High-Density 316 Stainless Steel Coatings in Simulated Marine Environment: Advancing the Science and Applying the Technology, (Ed.) B.R. Marple, C. Moreau, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2003), pp323-327
- [103] **P. Dumon**, Revêtements par soudage et projection thermique tome1 usure – produit et procédés, Institut de Soudage, 1991, chapitres 1-8
- [104] **B. Arsenault, J.G. Legoux, H. Hawthorne**, Slurry Erosion of Arc-Sprayed Metal and Composite Coating: a United Forum for Scientific and Technological Advances, (Ed.) C.C Berndt, (Pub.) ASM International, , Materials Park, Ohio, USA, (1997), pp107-112

- [105] **B.Q. Wang, G.Q. Geng, A.V. Levy, E.R. Buchanan**: International Advances in Coating Technology, (Ed.) C.C. Berndt, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1992), pp735-742
- [106] **J.G. Legoux, B. Arsenault, J.P. Immarigeon, V.R. Parameswaran, H. Hawthorne**, Slurry and Dry Erosion of Arc Sprayed Metal and composite Coating: Tagungsband Conference Proceeding, (Ed.) E. Lugscheider, P.A. Kammer, (Pub.) DVS Deutscher Verband für Schweißen, Germany, (1999), pp422-427
- [107] **B. Arsenault, P. Gu, J.G. Legoux, B. Harvey, J. Fournier**: Practical Solutions for Engineering Problems, (Ed.) C.C. Berndt, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1996), pp193-201
- [108] **R. Winkler, F. Bultmann, S. Hatman, H. Burkard**, 316L – an Alternative to NiCr Bondcoats for Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Coatings on Anilox Rolls: Advancing the Science and Applying the Technology, (Ed.) B.R. Marple, C. Moreau, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2003), pp149-152
- [109] **L. Zhao, E. Lugscheider**, Influence of the Spraying Process on the Properties of 316 Stainless Steel Coatings, Surface and Coatings of Technology, 162, 2002, pp6-10
- [110] **K. Volenik, J. Leitner, F. Hanousek, J. Dubski, B. Kolman**, Oxides in Plasma Sprayed Chromium Steel, Thermal Spray Technology, Vol. 6 (No.3), 1997, pp327-334
- [111] **L.N. Moskowitz**: International Advances in Coating Technology, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1992), pp611-618
- [112] **J.P. Huchin**, The Place of Thermal Spraying in the Industry Today and the Prospects for the Future, Thermal Spray: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp925-931
- [113] **C.R. Lima, F. Camargo**, Study and Characterization of High-Velocity Oxyfuel Thermal Sprayed Wear Coatings: Tagungsband Conference Proceeding, (Ed.) E. Lugscheider, P.A. Kammer, (Pub.) DVS Deutscher Verband für Schweißen, Germany, (2002), pp654-657
- [114] **J.A. Browning**, Viewing the Future of high-Velocity Oxyfuel and High-Velocity Air Fuel Thermal Spraying, Thermal Spray Technology, Vol. 8 (No.3), 1999, pp351-356
- [115] **C.R.C. Lima, F. Camargo**, Evaluation of HVOF Coatings for Wear Applications: Advancing the Science and Applying the Technology, (Ed.) B.R. Marple, C. Moreau, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2003), pp763-767



- [116] **L. Jacobs, M. Hyland, M. Bonte**, Wear Behavior of HVOF and HVOF Sprayed WC-Cermet Coatings: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp169-174
- [117] **S. Zimmermann, H. Keller, G. Schwier**, New Carbide Based Materials for HVOF Spraying: Advancing the Science and Applying the Technology, (Ed.) B.R. Marple, C. Moreau, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2003), pp227-232
- [118] **V. Pokhmurskil, M. Student, V. Dovhunyk, I. Sydork, H. Pokhmurska**, Wear Resistance Arc-Sprayed Coating from Powder Wire: Tagungsband Conference Proceeding, (Ed.) E. Lugscheider, P.A. Kammer, (Pub.) DVS Deutscher Verband für Schweißen, Germany, (2002), pp559-562
- [119] **S. Dallaire, H. Levert**, Influence of Ceramic and Additives on the Abrasion Resistance of Arc Sprayed Stainless Steel-TiB<sub>2</sub> Coating: Practical Solutions for Engineering Problems, (Ed.) C.C. Berndt, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1996), pp79-87
- [120] **A.L. Borisova, I.V. Mitz, A. Kleyman**, Arc spray Coating of Ferro-alloy Base Flux-Cored Wires: Surface Engineering via Applied Research, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2000), pp705-708
- [121] **M. Shining, L.Changing, Y. Chunhai, L.xin**, Study on Tribological Properties of Non-skid Coating Made by Arc Spraying: Tagungsband Conference Proceeding, (Ed.) E. Lugscheider, P.A. Kammer, (Pub.) DVS Deutscher Verband für Schweißen, Germany, (2002), pp843-846
- [122] **X. Binshi, M. Shning, T. Baohonh, L. Xiubing**, Erosion Behaviour of WC<sub>p</sub>-Fe<sub>3</sub>Al Composite Coating Produced by High Velocity Arc Spray at Elevated Temperatures: Tagungsband Conference Proceeding, (Ed.) E. Lugscheider, P.A. Kammer, (Pub.) DVS Deutscher Verband für Schweißen, Germany, (2002), pp139-143
- [123] **H.D. Steffens, J. Welden, K. Nassenstein**, Properties of Sonarc Sprayed Coating: Thermal Spray Science & Technology, (Ed.) C.C. Berndt and S. Sampath, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1995), pp689-693
- [124] **S. Dallaire**, Hard Arc Sprayed Coating with Enhanced Erosion and Abrasion Wear Resistance: New Surfaces for a New Millennium, (Ed.) C.C Berndt, K.A. Khor, E. Lugscheider, ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2001), pp575-582
- [125] **J. Chang, W. Yu-Yue**, Effect of Particle State on the Adhesive Strength of HVOF Sprayed Metallic Coating, Thermal Spray Technology, Vol. 11 (No.4), 2002, pp523-529

- [126] **J.W. Luster, G.R. Heath, P.A. Kammer**, Formation and Characterization of Corrosion-Resistance Amorphous Coating by Thermal Spraying, *Material and Manufacturing Processes*, Vol. 11 (No.5), 1996, pp1-12
- [127] **Jean Bigot**, Alliages métalliques amorphes, *Techniques de l'Ingénieur*, M50, pp1-20
- [128] **A.H. Dent, A.J Horlock, D.G.McCartney, S.J. Harris**, The Corrosion Behavior and Microstructure of High-Velocity Oxy-fuel Sprayed Nickel-Based Amorphous/Nanocrystalline Coatings, *Thermal Spray Technology*, Vol. 8 (No.3), 1999, pp399-403
- [129] **G.R. Heath, J.W. Luster**, Influence of Spray Parameters on the Amorphous Content of Thermally-Sprayed Coatings, *Research & Technology Center, Lausanne, Switzerland*, p1-15
- [130] **K. Hashimoto, K. Osada, T. Masumoto, S. Shimodaira**, Characteristics of Passivity of Extremely Corrosion-Resistant Amorphous Iron Alloys, *Corrosion Society*, Vol. 16, 1976, pp71-76
- [131] **N.E. Fenineche, M. Cherigui, A. Kellou, H. Aourag, C. Coddet**, Structure and Magnetic Properties of Iron-Based Alloys Obtained by APS Thermal Spraying: Advancing the Science and Applying the Technology, (Ed.) B.R. Marple, C. Moreau, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2003), pp1409-1412
- [132] **M. Naka, K. Hashimoto, T. Masumoto**, Effect of Heat Treatment on Corrosion Behavior of Amorphous Fe-Cr-P-C and Fe-Ni-Cr-P-B Alloys in 1 N HCL, *Corrosion Society*, Vol. 36, 1980, pp679-686
- [133] **H. Habazaki, A. Kawashima, K. Asami, K. Hashimoto**, The Corrosion Behavior of Amorphous Fe-Cr-Mo-P-C and Fe-Cr-W-P-B Alloys in 6 M HCL Solution, *Corrosion Society*, Vol. 33, 1992, pp225-236
- [134] **K. Kishitake, H. Era, F. Otsbo**, Characterization of Plasma Sprayed Fe-10Cr-10Mo-C,B) Amorphous Coatings, *Thermal Spray Technology*, Vol. 5 (No.4), 1995, pp145-153
- [135] **K. Kishitake, H. Era, F. Otsbo**, Characterization of Plasma Sprayed Fe-17Cr-38Mo-4C Amorphous Coatings Crystallizing at Extremely High Temperature, *Thermal Spray Technology*, Vol. 5 (No.4), 1995, pp283-288
- [136] **K. Kishitake, H. Era, F. Otsbo**, Thermal-Sprayed Fe-10Cr-13P-7C Amorphous Coatings Posseding Excellent Corrosion Resistance, *Thermal Spray Technology*, Vol. 5 (No.4), 1996, pp476-482
- [137] **Site Internet** Oseir Ltd: [www.oseir.com](http://www.oseir.com)
- [138] **P. Vuoristo**, Optimization and Monitoring of Spray Parameters by a CCD Camera Based Imaging Thermal Spray Monitor: New Surfaces for a New Millennium, (Ed.) C.C

Berndt, K.A. Khor, E. Lugscheider, ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2001), pp678-685

[139] **J. Larjo, E. Hamalainen, N. Kriikka**, In-Flight Particle Imaging in Thermal Spraying With Diode Laser Illumination: Advancing the Science and Applying the Technology, (Ed.) B.R. Marple, C. Moreau, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2003), pp1113-1116

[140] **P.S. Mohanty, R. Allor, P. Lechowicz, R. Parker, and J. Craig**, Particle Temperature and Velocity Characterization in Spray Tooling Process by Thermal Imaging Technique: Advancing the Science and Applying the Technology, (Ed.) B.R. Marple, C. Moreau, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2003), pp1183-1190

[141] **E. Hamalainen, N. Kriikka**, On-line Optical Diagnostics of a Rotating Internal Diameter Plasma Spray Gun Used for Coating of Cylinder Bores in Automotive Industry, Site internet d'Oseir Ltd : [www.oseir.com](http://www.oseir.com)

[142] **J. Vattulainen, E. Hamalainen, R. Hernberg, P. Vuoristo and T. Mantyla**, Novel Method for In-Flight Particle Temperature and Velocity Measurements in Plasma Spraying Using a Single CCD Camera, Site internet d'Oseir Ltd : : [www.oseir.com](http://www.oseir.com)

[143] **E. Hamalainen, N. Kriikka, G. Barbezat**, On-line Optical Diagnostics of a Rotating Internal Diameter Plasma Spray Gun Used for Coating of Cylinder Bores in Automotive Industry: Advancing the Science and Applying the Technology, (Ed.) B.R. Marple, C. Moreau, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2003), pp1249-1253

[144] **C. Souchier**, Application of Image Analysis in Biology, in Histology, Ultrastructure and Molecular Cytology of Plant-Microorganism Interactions, Kluwer ac Publisher, 1996, pp1-20

[145] **C. Souchier**, Analyse d'images, Techniques de l'Ingénieur, Vol (P1), P 855, pp1-15

[146] **Site internet** de Cimarron Computer Engineering, Inc. [www.ccei-nm.com](http://www.ccei-nm.com)

[147] **T. Koschling, R. Lallament**, Analysis of Porosity and Cracks in Cross Section of Plasma Sprayed Oxide Coatings: New Surfaces for a New Millennium, (Ed.) C.C Berndt, K.A. Khor, E. Lugscheider, ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2001), pp627-632

[148] **A. Kulkarni, S. Sampath, A. Goland, H. Herman, D. Dowd**, Computed Microtomography Studies to Characterize Microstructure-Property Correlations in Thermal Sprayed Alumina Deposits, Scripta Mater, 43, 2000, pp471-476

[149] **M. Planche, A. Lakat, H. Liao, C. Coddet**, Investigations on wire arc spray process by analysis of the frequency and amplitude of the arc characteristics and correlation with the

coating properties, Thermal Spray Advances in Technology and Application, (Ed.) V. Schwibben and V. Verfahren, (Pub.), Dusseldorf, Germany, (2004), pp431-434

[150] **B. Arsenault, J.P. Immariageon, V.R. Parameswaran, H. Hawthorne, J.G. Legoux**, Slurry and Dry Erosion of High Velocity Oxy-Fuel Thermal Sprayed Coating: Meeting the Challenges of the 21<sup>st</sup> Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), pp231-236

[151] **M.P. Planche, A. Lakat, H. Liao, C. Coddet**, Comparison of of In-Flight Particle Characteristics and Coating Properties While Spraying NiCrBSi Powder With Different Spraying Processes : Advances in Technology and Application, (CD-ROM.) V. Schwelssen, V. Verfahren, (Pub.) DVS-Verlag GmbH, Dusseldorf, Germany, (2004), Section IV: Characterization Methods for Coating Properties, pp21-25

[152] **A. Pourmousa, A. Abedini, J. Mostaghimi, S. Chandra**, Particle Diagnostics in Wire-Arc Spraying System: Advances in Technology and Application, (CD-ROM.) V. Schwelssen, V. Verfahren, (Pub.) DVS Verlag GmbH, Dusseldorf, Germany, (2004), Section I: Process Diagnostics, pp10-15

[153] **A. Abedini, A. Pourmousa, S. Chandra, J. Mostaghimi**, Splat Formation in Wire Arc Spraying: Advances in Technology and Application, (CD-ROM.) V. Schwelssen, V. Verfahren, (Pub.) DVS-Verlag GmbH, Dusseldorf, Germany, (2004), Section V: Innovative Equipment and Process Technology, pp1-6

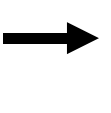
[154] **Wang Ruijian, Zhang Tianjin, Xu Lin, Huang Xiaou**, Low Porosity and Fine Coatings Produced by a New Type Nozzle of High Velocity Arc Spray Gun: Advances in Thechnology and Application, (CD-ROM.) V. Schwelssen, V. Verfahren, (Pub.) DVS-Verlag GmbH, Dusseldorf, Germany, (2004), Section III: Innovative Equipment and Process Technology, pp1-4

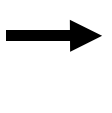
# Annexes

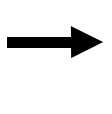
## Annexe 1 : Référence de tir

$AN_1N_2N_3N_4$  (par exemple : A7844)

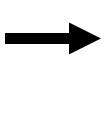
**A** : Type de projection (Arc-fil)

$N_1$  : Type de fil ( $N_1=7 ; 8 ;$   -7 pour fil 97MXC  
-8 pour fil 98MXC 16)  
-16 pour fil 316L

$N_2$  : Diamètre de buse ( $N_2=6,4 ; 7 ;$   -6 pour  $\text{Øbuse}=6,4\text{mm}$   
-7 pour  $\text{Øbuse}=7,0\text{mm}$  8)  
-8 pour  $\text{Øbuse}=7,7\text{mm}$

$N_3$  : Pression du gaz d'atomisation ( $N_3=3 ; 4 ;$   -3 pour  $P_a=0,31\text{MPa}$  -4  
pour  $P_a=0,41\text{MPa}$  -5  
pour  $P_a=0,55\text{MPa}$

5)

$N_4$  : Pression du gaz de gainage ( $N_4=2 ; 3 ;$   -2 pour  $P_g=0,27\text{MPa}$   
-3 pour  $P_g=0,31\text{MPa}$  4)  
-4 pour  $P_g=0,41\text{MPa}$

## Annexe 2 : Résultats des caractéristiques de particules en vol par le SprayWatch

Fil fourré 97MXC				
Réf. de tir	Température moyenne (°C)	Vitesse moyenne (m/s)	Ecart-type de température.	Ecart-type de Vitesse.
A7730	2207,18	74,93	4,53	1,64

A7740	2204,35	87,56	7,06	2,97
A7750	2185,18	109,14	5,03	0,92
A7722	2212,27	80,78	5,48	1,05
A7733	1987,15	107,29	23,21	1,94
A7742	2209,24	95,66	4,02	0,94
A7744	2015,65	116,60	18,86	3,51
A7830	2223,74	64,87	10,01	0,94
A7840	2192,78	76,69	3,92	0,77
A7850	2206,45	88,34	2,32	1,26
A7822	2213,38	74,26	9,15	1,16
A7842	2204,61	80,43	7,31	0,89
A7843	2196,24	95,68	4,04	0,95
A7844	2165,71	112,92	4,95	1,86
A7740-court P	2188,53	84,04	4,57	0,95
A7750-court P	2181,50	100,24	5,75	1,15
A7733-court P	2197,33	93,26	3,69	0,89
A7744-court P	2180,41	121,77	4,62	1,13
A7840-court P	2166,59	72,53	6,36	1,56
A7850-court P	2179,98	86,76	5,13	0,89
A7844-court P	2195,99	100,45	6,15	1,82
<b>Fil fourré 98MXC</b>				
A8730	2198,81	78,90	2,40	3,09
A8740	2203,44	89,01	5,22	1,32
A8750	2186,68	102,72	4,47	1,84
A8722	2197,18	80,92	3,81	1,35
A8733	2184,24	106,45	2,90	0,99
	<b>Température</b>	<b>Vitesse</b>	<b>Ecart-type de</b>	<b>Ecart-type de</b>
<b>Réf. de tir</b>	<b>moyenne (°C)</b>	<b>moyenne (m/s)</b>	<b>température.</b>	<b>Vitesse.</b>
A8742	2200,58	92,77	4,66	0,61
A8744	2179,50	122,19	2,73	0,78
A8840	2199,43	79,28	12,04	1,08
A8850	2193,31	96,71	4,36	1,36
A8822	2206,97	78,15	4,40	2,06
A8842	2198,86	84,17	3,44	2,13
A8843	2189,03	96,15	4,89	1,27
A8844	2184,65	110,57	2,78	1,80
A8850-court P	2181,26	86,47	4,10	4,15
A8844-court P	2165,23	95,01	5,94	1,38
<b>Fil 316L inox</b>				
A16730	2166,00	72,64	4,17	0,90
A16740	2161,02	87,53	3,30	2,28
A16750	2172,02	109,06	5,29	2,40
A16742	2168,24	86,67	3,73	0,97
A16743	2155,70	105,10	5,10	1,32
A16744	2167,70	113,73	2,83	1,90
A16850	2063,75	97,68	39,10	3,95

A16842	2166,31	80,08	3,22	0,91
A16843	2166,08	94,33	6,73	1,88
A16844	2153,06	110,86	4,26	1,18

Annexe 3 : Résultats de la porosité et de la teneur en oxyde des dépôts des fils fourrés 97MXC et 98MXC par l'analyse d'image

#### Dépôts 97MXC

Echantillon	Porosité	Porosité+teneur en oxyde	Teneur en oxyde
A7830-1	8,0	20,0	12,0
A7830-2	14,0	25,0	11,0
A7830-3	11,0	20,0	9,0
A7830-4	17,0	25,0	8,0
<b>Moyenne</b>	<b>12,5</b>	<b>22,5</b>	<b>10,0</b>
A7840-1	10,0	21,0	11,0
A7840-2	9,0	21,0	12,0
A7840-3	13,0	28,0	15,0
A7840-4	8,0	21,0	13,0
<b>Moyenne</b>	<b>10,0</b>	<b>22,8</b>	<b>12,8</b>
A7850-1	4,0	17,0	13,0
A7850-2	11,0	28,0	17,0
A7850-3	9,0	21,0	12,0
A7850-4	8,0	25,0	17,0
<b>Moyenne</b>	<b>8,0</b>	<b>22,8</b>	<b>14,8</b>
A7842-1	11,0	26,0	15,0
A7842-2	12,0	23,0	11,0
A7842-3	13,0	27,0	14,0
A7842-4	9,0	21,0	12,0

<b>Moyenne</b>	<b>11,3</b>	<b>24,3</b>	<b>13,0</b>
A7843-1	11,0	26,0	15,0
A7843-2	8,0	24,0	16,0
A7843-3	6,0	18,0	12,0
A7843-4	12,0	28,0	16,0
<b>Moyenne</b>	<b>9,3</b>	<b>24,0</b>	<b>14,8</b>
<b>Echantillon</b>	<b>Porosité</b>	<b>Porosité+teneur en oxyde</b>	<b>Teneur en oxyde</b>
A7844-1	5,0	18,0	13,0
A7844-4	9,0	24,0	15,0
A7844-2	9,0	19,0	10,0
A7844-3	9,0	21,0	12,0
<b>Moyenne</b>	<b>8,0</b>	<b>20,5</b>	<b>12,5</b>

### Dépôts 98MXC

<b>Echantillon</b>	<b>Porosité</b>	<b>Porosité+teneur en oxyde</b>	<b>Teneur en oxyde</b>
A8830-1	7,0	14,0	7,0
A8830-2	5,0	12,0	7,0
A8830-3	4,0	11,0	7,0
A8830-4	4,0	11,0	7,0
<b>Moyenne</b>	<b>5,0</b>	<b>12,0</b>	<b>7,0</b>
A8840-1	5,0	15,0	10,0
A8840-2	6,0	14,0	8,0
A8840-3	4,0	12,0	8,0
A8840-4	4,0	14,0	10,0
<b>Moyenne</b>	<b>4,8</b>	<b>13,8</b>	<b>9,0</b>
A8850-1	3,0	16,0	13,0
A8850-2	3,0	15,0	12,0
A8850-3	3,0	14,0	11,0
A8850-4	2,0	15,0	13,0
<b>Moyenne</b>	<b>2,8</b>	<b>15,0</b>	<b>12,3</b>
A8842-1	4	15	11
A8842-2	4	13	9
A8842-3	4	12	8
A8842-4	7	21	14
<b>Echantillon</b>	<b>Porosité</b>	<b>Porosité+teneur en oxyde</b>	<b>Teneur en oxyde</b>
<b>Moyenne</b>	<b>4,8</b>	<b>15,3</b>	<b>10,5</b>
A8843-1	4	15	11
A8843-2	4	13	9



A8843-3	4	12	8
A8843-4	4	10	6
<b>Moyenne</b>	<b>4,0</b>	<b>12,5</b>	<b>8,5</b>
A8844-1	2	15	13
A8844-4	2	13	11
A8844-2	1	11	10
A8844-3	4	17	13
<b>Moyenne</b>	<b>2,3</b>	<b>14,0</b>	<b>11,8</b>