

Université Mohamed Khider – Biskra
Faculté des Sciences et de la technologie
Département : de génie mécanique
Ref :.....



جامعة محمد خيضر بسكرة
كلية العلوم و التكنولوجيا
قسم: الهندسة الميكانيكية
المرجع:.....

Thèse présentée en vue de l'obtention
Du diplôme de
Doctorat en sciences en : Génie mécanique

Spécialité (Option) : Construction mécanique

**Rechargement des pièces usées par molybdène.
Influence et optimisation des paramètres de
rechargement par molybdène**

Présentée par :
Aissa Benmokhtar

Soutenue publiquement le 03 Décembre 2020

Devant le jury composé de :

Pr. Barkat Djamel
Pr. Boumerzoug Zakaria
Pr. Allaoui Omar
Pr. Chekroud Said

Professeur
Professeur
Professeur
Professeur

Président
Rapporteur
Examineur
Examineur

Université de Biskra
Université de Biskra
Université de Laghouat
ENP de Constantine

Remerciements

*M*erci à Dieu le tout puissant de m'avoir aidé à accomplir ce modeste travail.

*M*es remerciements très particuliers que j'adresse à mon directeur de thèse, Monsieur Boumerzoug Zakaria, Professeur à l'université de Biskra, pour m'avoir accordé sa confiance pour mener à bien cette étude et pour m'avoir épaulé tout au long de ces années de préparation.

*J*e remercie le président de jury M^{er} Barkat Djamel Professeur à l'université de Biskra qui a accepté de présider le jury de soutenance.

*J*e remercie M^{er} Allaoui Omar Professeur à l'université de Laghouat, M^{er} Chekroud Said Professeur à l'ENP de Constantine, qui ont accepté d'examiner ce modeste travail de recherche et d'avoir accepté la participation au jury.

*J*e remercie M^{ers} les responsables des laboratoires : (CDTA-Alger), (CRAPC-Alger), (Univ.Laghouat), (Univ.Sétif) pour leurs aides techniques et leurs disponibilités.

*J*e tiens également à remercier vivement ma famille, mes enfants et ma femme pour leur soutien tout au long de ma thèse pour que je réussisse.

*E*nfin je remercie tous ceux qui ont contribué de près ou de loin à la réalisation de ce travail, aux professeurs qui ont contribué à ma formation.

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail :

À ma source éternelle de bénédiction, de motivation ma mère que Dieu la préserve dans son vaste paradis.

À mon maitre de passion, de patience et de persévérance mon père que Dieu le préserve dans son vaste paradis

À mes sœurs et frères

À ma femme Khadîdja qui est toujours à mes cotés et qui m'a longuement soutenu

À mes enfants : Hind, Mouna, Wafa, Yasmine et Khaled que Dieu les garde et les protège

À la mémoire de mes grands pères et de mes grandes mères

À ma tante et à la mémoire de mes Oncles

À tous mes professeurs qui ont contribué à ma formation

À tous mes amis et collègues...

Liste des figures

Chapitre I

Figure 1 : Principe de la projection thermique

Figure 2 : Principe du plasma d'arc

Figure 3 : Formation d'un dépôt par projection plasma

Figure 4: Schéma de principe du fonctionnement d'un canon à détonation

Figure 5 : Installation d'équipements de projection par canon à détonation

Figure 6 : Schéma de principe d'une torche à plasma

Figure 7 : Principe de fonctionnement d'une torche plasma HVOF

Figure 8 : Torche plasma HVOF « haute pression »

Figure 9 : Torche plasma HVOF « moyenne pression »

Figure 10: Schéma de principe d'un poste de projection à froid

Figure 11: Mécanisme d'écrasement des particules.

Figure 12: Caractéristiques des différents procédés de projection thermique

Figure 13: Energies libres de surface

Figure 14: a) Principe du test de flexion 4 points. b) Courbe de charge caractéristique.

Figure 15: Représentation schématique des différentes tensions s'exerçant sur une goutte de liquide en équilibre sur un solide.

Figure 16: Schéma de principe d'une mesure de tension superficielle par la méthode tensiométrique

Figure 17: Influence des coefficients de dilatation thermique sur les contraintes résiduelles.

Figure 18: Représentation schématique d'un tribosystème

Figure 19: Solide sur un support horizontal

Figure 20: Contact entre deux surfaces rugueuses

Figure 21: Phénomènes élémentaires de l'usure adhésive

Figure 22: Phénomènes élémentaires de l'usure abrasive

Figure 23: Mécanisme de l'érosion d'une surface par des particules solides contenues dans un fluide en mouvement

Figure 24: Usure par fissuration (matériaux ductiles)

Figure 25 : Usure par fissuration (matériaux fragiles)

Liste des figures

Chapitre II

Figure 1 : Principe de base d'une projection thermique

Figure 2 : Principe de projection flamme en fil

Figure 3 : Pistolet pour projection : a/ céramiques. b/ matériaux auto fusibles

Figure 4 : Température d'utilisation et vitesse des particules des différents procédés de projection thermique

Figure 5: Structure typique d'un revêtement obtenu par projection flamme fil

Figure 6: Poste de projection thermique à la flamme en fil

Figure 7 : Poste de sablage (MEI)

Figure 8 : Ancrage mécanique d'une particule fondue

Chapitre III

Figure 1 : Structure du Molybdène

Figure 2 : Représentation schématique du procédé de projection à la flamme / fil ou /poudre

Figure 3 : Microscope électronique à balayage (Tescan Easy Probe, EDX Bruker)

Figure 4 : Image typique des pores résultant de l'application de cette méthode sur certaines microstructures sélectionnées.

Figure 5 : Composition d'un MEB

Figure 6 : Coupe de *plans réticulaires* passant par les centres des atomes, espacés d'une distance d

Figure 7 : Maille cristalline (a, b, c, α , β , γ)

Figure 8 : Diffractomètre D8 Advance/ Bruker

Figure 9 : Microduromètre Vickers

Figure 10 : Principe de l'essai Vickers

Figure 11 : Machine d'essai de traction Zwick Roell Z100 utilisée en flexion 4 points

Figure 12 : Configuration appliquée lors du test de flexion à quatre points.

Figure 13 : Schéma d'un spécimen soumis à une flexion 4 points

Liste des figures

Figure 14 : Courbe de charge caractéristique d'une flexion 4 points

Figure 15: Géométrie des éprouvettes

Figure 16 : Maillage des éprouvettes et des contacts internes et externes

Figure 17 : Configuration pion-disque

Figure 18 : Schéma de principe d'un tribomètre

Figure 19 : Démarche de modélisation sur ANSYS Workbench

Figure 20 : Création de la géométrie

Figure 21 : Etapes de modélisation sur ANSYS Workbench : a) Résolution ; b) maillage

Figure 22 : Conditions aux limites appliquées sur le couple disque-pion en contact sec glissant

Chapitre IV

Figure 1 : Microstructure du métal de base

Figure 2 : Coupe transversale d'un revêtement/substrat

Figure 3 : Coupe transversale des échantillons : taille des pores a) revêt. 4.0×10^5 Pa,
b) revêt. 4.6×10^5 Pa, c) revêt. 5.0×10^5 Pa.

Figure 4 : Coupe transversale d'un échantillon : filets minces

Figure 5 : Microstructure des coupes transversales de l'acier revêtu après utilisation des différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Figure 6 : Microstructure des coupes transversales de l'acier revêtu après utilisation des différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ;

Figure 7 : Images typiques des pores résultants de l'application de l'image J, après utilisation des différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Figure 8 : Distribution des pores selon la taille : a) revêt. 4.0×10^5 Pa, b) revêt. 4.6×10^5 Pa,
c) revêt. 5.0×10^5 Pa.

Figure 9 : Analyse EDS au niveau revêtement des échantillons revêtus avec les différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Figure 10 : Analyse EDS au niveau interface des échantillons revêtus avec les différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Liste des figures

Figure 11 : Diffractogrammes des échantillons revêtus par les différentes pressions d'oxygène :

a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Figure 12 : Profil de dureté Hv des échantillons revêtus par projection thermique à la flamme, après utilisation des différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Figure 13 : Vues macrographiques des différents échantillons de l'acier revêtu par projection à la flamme avec les différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Figure 14 : Courbe de charge caractéristique d'une flexion 4 points

Figure 15 : Courbes de charge des 3 échantillons soumis à l'essai de flexion quatre points :

a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Figure 16 : Evolution de la force du plateau en fonction de la pression d'oxygène

Figure 17 : Initiation de rupture à l'interface

Figure 18 : Courbes de flexion 4 points numérique et expérimentale : éprouvette (a)

Figure 19 : Courbes de flexion 4 points numérique et expérimentale : éprouvette (b)

Figure 20 : Courbes de flexion 4 points numérique et expérimentale : éprouvette (c)

Figure 21 : Coefficient de frottement.(a) en fonction de la charge (b) en fonction de la vitesse.

Figure 22 : Mécanisme d'usure des trois éprouvettes

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau 1: Caractéristique des revêtements obtenus par différents procédés

Tableau 2: Frottement et usure des pièces frottantes à sec

Chapitre II

Tableau 1 : Caractéristiques des différents procédés de projection thermique.

Tableau 2 : Conditions de projection du molybdène

Tableau 3 : Paramètres de projection du sable.

Tableau 4 : Paramètres de projection du molybdène utilisant la flamme fil

Tableau 5: Différentes familles de matériaux utilisées en projection thermique et leurs caractéristiques

Tableau 6 : Matériaux sous différentes formes

Tableau 7: Caractéristique des revêtements obtenus par flamme fil

Chapitre III

Tableau 1 : Composition chimique (% en poids) du métal de base (42CrMo4).

Tableau 2 : Conditions de projection thermique à la flamme.

Tableau 3 : Eprouvettes préparées pour les essais de flexion 4 points

Tableau 4 : Caractéristiques du matériau de friction (pion)

Chapitre IV

Tableau 1 : Porosité et taille des pores dans le revêtement

Tableau 2 : Composition chimique (Wt.%) à l'interface des revêtements projetés par la projection thermique à la flamme: a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Tableau 3 : Force plateau et flèche des 3 échantillons

Tableau 4 : Energie d'adhérence enregistrée entre le revêtement et le substrat après utilisation des différentes pressions d'oxygène: a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Tableau 5 : Valeurs des plateaux de force des différentes épreuves

Table des matières

Sommaire

page

	Remerciements	
	Dédicaces	
	Liste des figures	
	Liste des tableaux	
Chapitre I :	La projection thermique	
	Introduction	1
I.1	Historique de la projection thermique	5
I.2	Les différentes méthodes de projection thermique	7
1.2.1	La projection à arc électrique	7
1.2.1.1	Principe du plasma d'arc	7
1.2.1.2	L'énergie du plasma	8
1.2.1.3	Caractéristiques du système de projection	9
1.2.1.4	Utilisation, avantages et applications	10
1.2.2	La projection à détonation	11
1.2.2.1	Le canon à détonation « D-GUN »	11
1.2.2.2	Le canon à détonation « FARE-GUN »	14
1.2.3	La projection plasma	14
1.2.3.1	Le principe de projection	14
1.2.3.2	Les différents procédés de projection plasma	15
1.2.3.3	Propriétés mécaniques des revêtements obtenus par plasma	16
1.2.4	La projection thermique par le procédé H.V.O.F	16
1.2.4.1	Origine et principe du système	16
1.2.4.2	Principe et fonctionnement	17
1.2.4.3	Les différents types d' HVOF	18
1.2.5	La projection à froid- cold spray	20
	Principe de fonctionnement	20
	Caractéristiques principales	20
I.3	Mécanisme d'écrasement	21
I.3.1	Comportement des lamelles lors de l'impact	23
I.3.2	L'oxydation des surfaces	25
I.4	Analyse comparative des procédés de projection thermique	25
I.5	Les mécanismes d'adhérence	27
I.5.1	Adhésion et adhérence	27
I.5.2	Adhérence mécanique	27
I.5.3	Adhérence physico-chimique	28
I.5.4	Les essais d'adhérence	31
	Essais mécaniques utilisés pour la mesure de l'énergie d'adhérence	31
	Le test de flexion 4 points	31
I.6	Le mouillage	33
I.6.1	Définition de la mouillabilité	33
I.6.2	Détermination de la mouillabilité	35
I.6.3	Mesure statique : méthode de la goutte posée	35
I.6.4	Mesure dynamique : méthode tensiométrique	36
	Mesure dynamique : méthode de la balance méniscographie	36
I.7	Les contraintes résiduelles	37
I.7.1	Les contraintes d'origine métallurgiques	37
I.7.2	Les contraintes d'origine thermiques	38
I.7.3	Les méthodes de mesure	40
I.7.4	Les techniques de mesure	40

I.8	Eléments de tribologie	41
I.8.1	Introduction	41
I.8.2	Définition	41
I.8.3	Système tribologique	42
I.8.4	Le circuit tribologique	43
I.8.5	Les paramètres fonctionnels	43
I.8.6	Le frottement	44
	Définitions et notations	44
	Lois empiriques du frottement	45
	Types de frottement	47
I.8.7	L'usure	47
	Introduction	47
	Définitions	47
	Mécanismes de l'usure	48
	Evaluation de l'usure	52
I.8.8	Relation entre frottement et usure	53
	Références bibliographiques	54

Chapitre II : **La projection thermique à la flamme fil Dépôt du molybdène sur l'acier 42CrMo4**

II	La projection thermique à la flamme	58
II.1	La projection thermique à la flamme /fil	59
II.1.1	Le pistolet à fil	60
II.1.2	Principe	60
II.1.3	Fonctionnement	61
II.1.4	Applications	63
II.1.5	Les dépôts	65
II.1.6	Utilisations	66
II.2	L'installation de projection thermique à la flamme / fil	66
II.2.1	Paramètres de préparation du substrat	66
II.2.2	Paramètres de projection du fil	67
II.3	La préparation de surface	68
II.3.1	Dégraissage	68
II.3.2	Sablage	69
II.4	Influence des caractéristiques du procédé des matériaux	71
II.5	Matériaux projetés	74
II.5.1	Différentes formes des matériaux	74
II.5.2	Matériau de revêtement	75
II.5.3	Propriétés recherchées	75
II.5.4	Matériau de base	78
	Références bibliographiques	83

Chapitre III : **Les techniques de caractérisation –Méthodes expérimentales**

III.1	Le matériau de revêtement	85
III.2	L'acier 42CrMo4 -substrat	85
III.3	L'image J.	88
III.4	La microscopie électronique à balayage MEB	89
III.5	La microanalyse-EDAX	90
III.6	La diffraction des rayons X-DRX	91
III.7	La microdureté Vickers	94
III.8	La flexion 4 points-tests d'adhérence	96
III.9	Modélisation numérique de la flexion 4 points	100
III.10	Coefficient de frottement et usure- Méthode expérimentale	104
III.11	Modélisation du problème pion disque par ANSYS Workbench	107

Chapitre IV :

Résultats et interprétations

IV.1	Caractérisation par la microscopie électronique à balayage MEB	112
	Résultats et discussions	112
IV.2	Caractérisation de la porosité par l'image J	114
	Résultats et discussions	118
IV.3	Caractérisation par l'EDAX	121
	Résultats et discussions	121
IV.4	Caractérisation par la diffraction des rayons X DRX	125
	Résultats et discussions	125
IV.5	Caractérisation de la microdureté	126
	Résultats et discussions	126
IV.6	Caractérisation de l'adhérence par la flexion 4 points	126
	Résultats et discussions	127
IV.7	Caractérisation par la méthode numérique de la flexion 4 points	131
	Résultats et discussions	118
IV.8	Caractérisation numérique du coefficient de frottement et de l'usure	138
	Résultats et discussions	138
	Conclusion et perspectives	141
	Références bibliographiques	143
	Résumé	146

Introduction générale

Introduction

La conception de surfaces possédant des propriétés particulières présente un enjeu important dans de nombreux domaines. La réalisation de revêtements permet de conférer des propriétés surfaciques adaptés aux différents types d'utilisation des matériaux traités. Il est ainsi possible de concevoir des barrières thermiques, des surfaces limitant les frottements ou résistant à la corrosion, ce qui permet d'allonger la durée de vie des pièces tout en améliorant leurs performances.

La technique de traitement et de revêtement des surfaces est une technique très intéressante pour réaliser de tels revêtements. Grâce à une source énergétique possédant des propriétés thermiques et cinétiques (torche à plasma, flamme,...), un jet de gouttelettes de matière en fusion est projeté sur la surface à traiter. Ces particules, si elles possèdent une vitesse et une température adéquates, des paramètres optimaux, ces particules viennent impacter le substrat et s'écrasent sur celui-ci.

Cette technique, relativement simple dans son principe, fait cependant intervenir de nombreux paramètres (plus d'une cinquantaine) dans l'élaboration **optimale** d'un revêtement. La vitesse des particules, la température, les débits d'oxygène, d'acétylène et le débit de l'air porteur jouent, bien évidemment un rôle important dans la conception d'un dépôt mais la morphologie et l'état de la surface ciblés sont également primordiaux. Une surface mal préparée, polluée par différents éléments (poussières, molécules adsorbées à la surface,...), engendrera des éclaboussures à l'impact des particules. Des bulles de gaz sont en effet créées par la vaporisation de ces contaminants de surface qui possèdent généralement une température de vaporisation inférieure à la température de fusion des particules projetées. C'est pourquoi il est souvent nécessaire de préparer au préalable les surfaces. La préparation de ces surfaces à projeter est essentielle pour permettre une bonne adhérence des dépôts sur le substrat.

Les travaux de cette thèse ont pour objectifs d'étudier les **effets de l'oxygène**, de l'acétylène et de l'air porteur des particules (comme perspective) sur la qualité du revêtement à savoir les conditions de projection du matériau adéquates et les

Introduction générale

paramètres pertinents qui assurent une bonne microstructure, des propriétés mécaniques de hautes qualités et également une bonne adhérence.

Le premier chapitre proposera une étude bibliographique et une présentation des différents procédés de revêtement des surfaces mis en œuvre actuellement dans le domaine industriel et les mécanismes à l'origine des phénomènes d'adhérence.

Le deuxième chapitre présentera les différents dispositifs expérimentaux réalisés et utilisés lors de ces travaux, à savoir la projection thermique par flamme fil utilisant le molybdène. Une étude des effets des différents paramètres utilisés au cours de cette étude tant d'un point de vue morphologique que thermique sera menée et permettra de sélectionner les paramètres pertinents de traitement afin **d'optimiser** le procédé d'élaboration de revêtement.

Le troisième chapitre abordera toutes les techniques de caractérisation et les méthodes expérimentales et numériques utilisées dans cette étude et également la caractérisation de l'adhérence, du comportement tribologique des dépôts projetés sur des surfaces traitées seront enfin proposés.

Le quatrième chapitre rassemble tous les résultats expérimentaux et numériques obtenus, leurs discussions et leurs interprétations.

Et enfin une conclusion générale clôturera cette thèse en faisant ressortir les principaux résultats de cette étude suivie de perspectives d'avenir.

chapitre I

La Projection Thermique

Chapitre 1 : La projection thermique

I.1- Historique de la projection thermique

La projection thermique est un procédé qui permet l'élaboration de revêtement. Son principe repose sur plusieurs éléments fondamentaux :

- la fusion de la matière à projeter à travers une flamme [1].
- l'accélération de celle-ci afin d'assurer un bon étalement et par conséquent une bonne adhésion des particules au substrat.

Il existe plusieurs procédés de projection, ils permettent, des propriétés de revêtement adaptées à la réalisation d'un dépôt de qualité et assurer des caractéristiques du revêtement souhaités. Ces procédés thermiques utilisent des vitesses et des températures adaptées aux particules projetées (figure 1)[2].

Si l'on considère, par exemple, la projection plasma (page 14), les températures qui règnent au sein du plasma formé par les gaz fortement ionisés sont voisines de 10 000 °C [3]. Les particules séjournant dans ce milieu peuvent atteindre des températures allant jusqu'à 3 000°C [4]. Il est ainsi possible de faire fondre la plupart des matériaux et donc de projeter notamment des matériaux réfractaires [5].

Pour des matériaux sensibles à la température, qui s'oxydent facilement, ou qui subissent des changements de structure cristalline, de grands écarts de température peuvent être générés au moment de l'impact des particules, et de telles températures sont très néfastes. Les températures élevées du procédé de dépôt peuvent changer les propriétés du matériau à projeter et nuire à la tenue et aux caractéristiques du revêtement final.

C'est pourquoi d'autres procédés ont été développés pour limiter les effets thermiques et élargir ainsi la plage d'utilisation et d'élaboration de revêtements par projection thermique. Le procédé HVOF (High Velocity Oxygen Fuel), par exemple est un procédé de projection à la flamme à haute vitesse, qui permet de dispenser des températures aux particules moins élevées que dans le cas de la projection plasma (3000 °C dans le cas du plasma contre 2 000 °C dans le cas de l'HVOF) mais avec des vitesses plus importantes (environ 250 m/s dans le cas de

Chapitre I : La projection thermique

la projection plasma contre 600 à 800 m/s dans le cas de l'HVOF. La poudre est ainsi fondue et fortement accélérée ce qui permet de réaliser des revêtements denses et durs [6] possédant une bonne adhérence avec le substrat. Les températures relativement basses du procédé permettent de diminuer les problèmes d'oxydation ou de décarburation que l'on peut observer lors de la projection de certains matériaux (poudres métalliques, carbures).

Un procédé de projection à froid [7], appelé "Cold Spray", permet également de faire face aux problèmes thermiques liés à la fusion du matériau à projeter. Il est caractérisé par l'absence de source thermique. Ce principe du Cold Spray consiste à accélérer dans une buse un gaz et à des vitesses supersoniques (1000 m/s) le matériau à déposer introduit dans la partie haute pression de la buse (20-30 bars) et est projeté à l'état non fondu vers le substrat.

Ce procédé présente de nombreux avantages grâce à ces conditions particulières de projection, et enregistre un développement important ces dernières années [8].

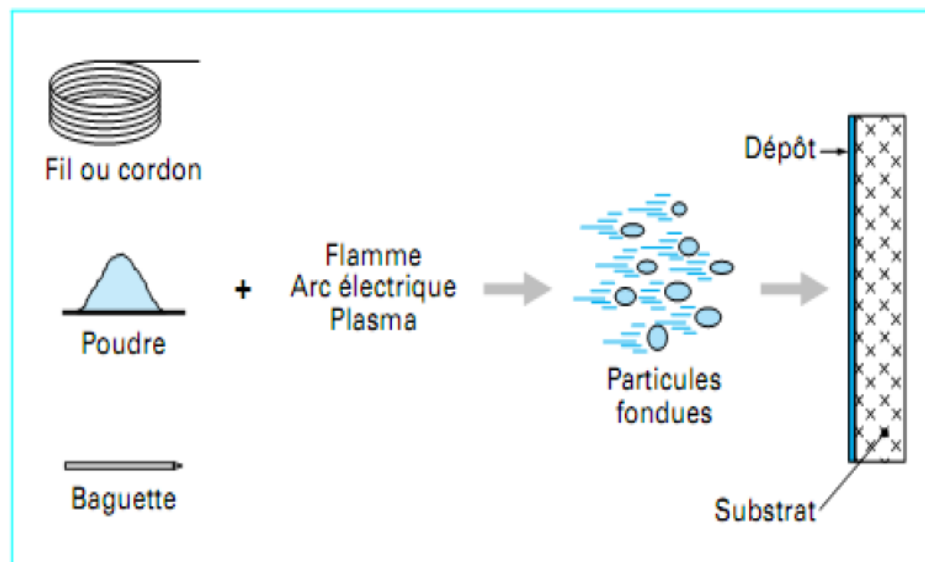


Figure 1 : Principe de la projection thermique [1]

1.2- Les différentes méthodes de projection thermique

On peut recenser plusieurs méthodes de projection thermiques :

- La projection à l'arc électrique
- La projection à détonation
- La projection plasma
- La projection H.V.O.F
- La projection à froid < cold spray >
- La projection à la flamme fil (que nous verrons dans le chapitre suivant)
- La projection à la flamme poudre (que nous verrons dans le chapitre suivant)

1.2.1- la projection à l'arc électrique

1.2.1.1- Principe du plasma d'arc

Le plasma d'arc (figure 2) est une atmosphère fortement dissociée et ionisée, conductrice d'un courant d'électricité. Il remplace les termes flamme plasma ou jet de plasma. L'application du plasma d'arc n'est pas nouvelle [9] elle a largement été exploitée en soudage haute température, comme la flamme des torches à hydrogène atomique qui en est très riche. L'énergie du plasma n'a de valeur que si elle est canalisée, et c'est l'allemand H. Gerdein qui en développa le concept dans les années 20.

Le plasma d'arc utilise une source de chaleur appelée le plasma thermique créé par l'ionisation partielle d'un gaz plasmagène. Le gaz, qui se trouve à l'état plasma, produit alors de hautes températures. La particularité de ce système de projection, est la très forte constriction imposée à l'arc, qui permet d'atteindre dans le plasma des températures très élevées, de l'ordre de 10000 à 15000 °C. Ces températures peuvent fondre alors tous les matériaux y compris les plus réfractaires.

Le flux gazeux à la sortie de la tuyère, en tenant compte de son expansion permet d'atteindre des vitesses d'éjection très élevées [10], puisqu'elles peuvent dépasser la vitesse du son. Elles sont comprises entre 800 et 1200 m/s suivant la

densité du plasma et la nature des gaz. Cet état permet d'obtenir une bonne fusion et un bon étalement des particules à l'impact du substrat [11,12].

1.2.1.2-L' énergie du plasma

L' énergie fournie et la température atteinte au cours du plasma d'arc dépendent :

- de la puissance électrique fournie à la source,
- du débit masse,
- de la nature du gaz plasmagène,
- de la géométrie de la torche. (diamètre interne, forme de l'anode, mode d'injection du gaz).

L' énergie contenue dans le gaz se libère différemment avec l'augmentation de la chaleur, suivant que celui-ci est diatomique ou monoatomique. En cas où on désire beaucoup d' énergie avec une température moyenne, on choisira l'Azote ou l'Hydrogène (gaz diatomiques), par contre si l'on désire une haute température, on choisira l'Argon ou l'Hélium (gaz monoatomiques).

Le plasma d'arc peut utiliser l'eau comme milieu plasmatique, car dissociée dans l'arc, elle donne un plasma riche en hydrogène [13], donnant des puissances très supérieures aux plasmas de gaz.

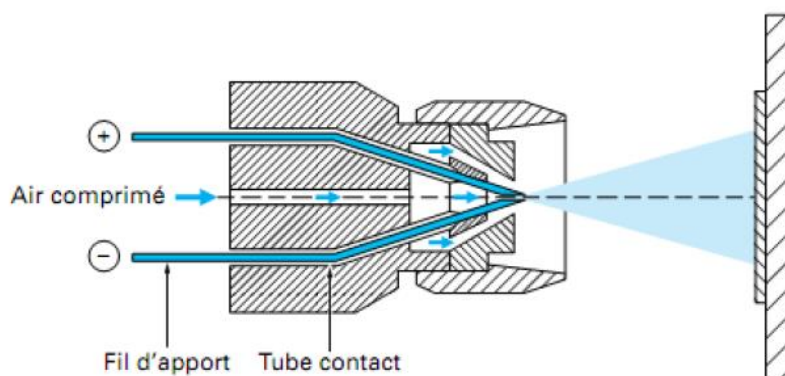


Figure 2 : Principe du plasma d'arc [1]

1.2.1.3- Caractéristiques du système de projection

Fonctionnement

Le plasma d'arc utilise une torche plasma qui est un appareil dans lequel on force un gaz à passer à travers un arc électrique créé par une décharge haute fréquence, et établi entre une anode et une cathode, ces derniers sont refroidies par une circulation d'eau. L'anode cylindrique est évidée au centre pour recevoir la cathode et servir de tuyère d'éjection à la colonne plasma. Le gaz injecté autour de la cathode, traverse l'arc électrique ou il est ionisé [14] et est ensuite propulsé par la tuyère cathodique sous l'état de plasma.

La projection plasma utilise deux techniques différentes :

1. La projection par arc soufflé

Elle est utilisée dans la métallisation courante, c'est un plasma à arc interne. Le jet de plasma ne conduit pas le courant électrique à l'extérieur de la tuyère et la projection se réalise dans l'air ambiant (ASP: Air Plasma Spraying) ou sous vide partiel (VPS: Vacuum Plasma Spraying).

2. La projection par arc transféré

La projection s'effectue à basse pression, un balayage préalable à l'aide d'un gaz neutre élimine toute trace d'oxygène. Le plasma utilisé est à arc externe, le jet de plasma est entièrement parcouru par le courant électrique. La pièce à traiter, qui sert d'anode extérieure referme le circuit alors que la tuyère est portée à un potentiel intermédiaire.

Mode d'alimentation

Le procédé à plasma d'arc utilise des produits d'apport en poudres. Le produit est véhiculé par un gaz porteur auxiliaire, généralement de l'Argon en raison de sa masse molaire. Il est ensuite injecté dans le jet de plasma par une buse spéciale.

Le matériau fondu est éjecté par la colonne de plasma à grande vitesse des gaz. La distance de projection est comprise entre 10 et 80 mm, elle doit être constante, ce qui impose souvent une automatisation du système.

1.2.1.4- Utilisation, avantages et applications

Utilisation

La technique de plasma d'arc permet de projeter une grande gamme de matériaux: métaux et alliages, cermets, céramiques et dans certaines conditions, des polymères compte tenu des températures atteintes dans les jets de plasma. Cependant, une différence de 300 °C entre la température de fusion et la température de décomposition ou d'évaporation du matériau est nécessaire pour éviter qu'il ne se sublime [15]. L'utilisation du plasma sous vide partiel ou en atmosphère contrôlée, permet de maîtriser certains de ces problèmes. La figure 3 montre l'allure générale de la structure. Le dépôt est formé par des couches successives de lamelles écrasées qui viennent s'accrocher au substrat [16,17] par différents mécanismes.

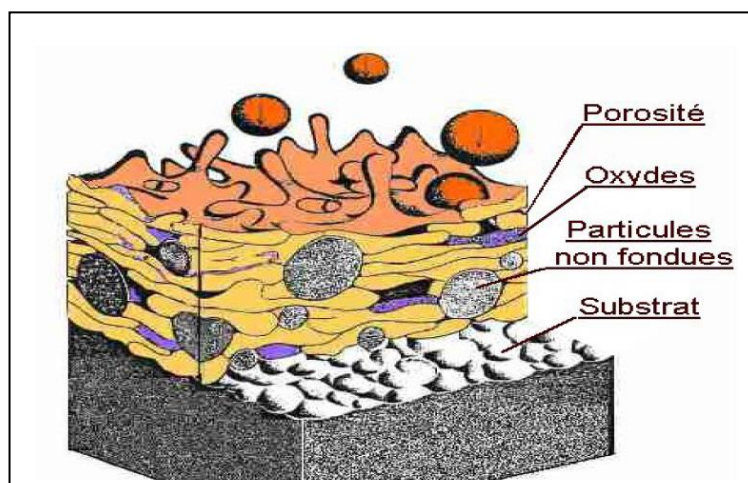


Figure 3 : Formation d'un dépôt par projection plasma

Avantages et applications

La projection par plasma d'arc a l'avantage et la possibilité de pouvoir projeter des matériaux très réfractaires et d'obtenir des dépôts très durs comme la céramique, destinée à la protection contre l'usure, la corrosion et à la protection thermique.

Les secteurs d'applications sont variés. La projection plasma d'arc est utilisée dans les domaines suivants:

- l'aéronautique (civile ou militaire),
- l'aérospatiale, de l'énergie (pile à combustible, pétrochimie),
- les mines,
- l'impression,
- la pâte à papier,
- l'industrie du verre,
- l'automobile,
- le secteur médical,
- la protection des chocs thermiques comme les barrières diélectriques.

1.2.2- La projection à détonation

1.2.2.1- Le canon à détonation "D-GUN"

Origine et principe

La projection à détonation fut inventée au début des années 50 par Gfeller et Baiker, elle est connue sous l'appellation de "D-Gun". Le procédé D-Gun fonctionne selon le principe de la "détonation", alors que la projection par flamme et le procédé HVOF utilisent le principe de la "déflagration".

Fonctionnement

Au cours de cette technique le matériau d'apport sous forme de poudre est introduit, dans un tube de 25 mm de diamètre et 1 mètre de long, fermé à une extrémité en même temps que le mélange gazeux de combustion (figure 4). Ce mélange est constitué d'Oxygène et d'Acétylène en quantités égales, il détone grâce à une étincelle créée par un dispositif d'allumage. Les gaz brûlés sont ensuite balayés par de l'Azote [18,19] et les gaz explosifs frais sont réinjectés à la fréquence de 4 à 10 allumages par seconde.

Des électrovannes commandent l'arrivée des gaz dont les temps et durées d'ouverture sont prédéterminés. La poudre fondue est éjectée à très grandes vitesses 900 – 1300 m/s [20]. L'onde de choc se propage dans le tube avec une surpression de l'ordre de 2 MPa et une température au dessus de 4000 °C. Le régime de projection de ce système est discontinu.

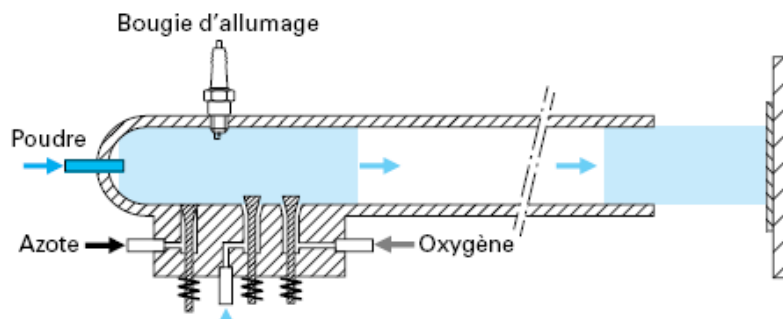


Figure 4: Schéma de principe du fonctionnement d'un canon à détonation [1]

Installation et caractéristiques

Le dispositif du canon à détonation (figure 5) est installé dans un local protégé contre les explosions et isolé phoniquement, compte tenu des détonations et du niveau sonore élevé qui peut atteindre 150 dB. Le fonctionnement se fait de manière entièrement automatique avec des commandes de mise en route, réglages et arrêt.

situées à l'extérieur du local.

Le substrat est placé à environ 75 mm de la bouche du canon. Les particules impactent le substrat dans un état plastique à une vitesse comprise entre 600 et 900 m/s. Les dépôts obtenus ont une très grande compacité (la porosité n'exécède pas 0,5 à 1%) avec une oxydation très faible (moins de 0,1% en poids) et une très bonne adhérence [21]. La surface revêtue à chaque tir est circulaire avec un diamètre d'environ 20 mm et une faible épaisseur comprise entre 0,02 et 0,1 mm. La répétition du cycle produit des dépôts plus épais. Pour un revêtement étendu, la pièce doit se déplacer devant le canon.

Applications

La projection à détonation permet d'obtenir des dépôts très denses, avec une adhérence élevée (souvent supérieure à 80 MPa) et une faible rugosité ($R_a = \sim 3 \mu$). 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 nécessitant une qualité de dépôt optimale. Les matériaux les plus fréquemment utilisés sont les carbures de chrome (avec ou sans addition de cobalt), les carbures de tungstène (avec ou sans nickel), les oxydes de chrome ou d'aluminium et les cermets ou les céramiques.



Figure 5 : Installation d'équipements de projection par canon à détonation [27]

1.2.2.2- Le canon à détonation "FARE-GUN

Principe

Cette technique de projection diffère du D-Gun décrit ci-dessus, par son mode d'alimentation de la poudre et la nature des gaz utilisés. Dans le Fare-Gun, le dispositif est alimenté par une poudre sous forme d'un ruban à capsules dans lesquelles la quantité de poudre est dosée pour une explosion. Les risques de pollution des mélanges ou pertes de poudre sont ainsi diminués.

Dans le Fare-Gun les gaz employés pour le mélange détonant sont le propylène et l'air alors que l'azote est utilisé pour percer les capsules et introduire la poudre dans la chambre d'explosion. Le cycle d'amorçage est de 1 à 5 par seconde. Les dépôts sont très denses et très adhérents sans porosité ouverte.

Ce procédé contrairement au D-gun, ne nécessite pas un cadre particulier et peut être utilisé dans un environnement identique à celui d'un plasma d'arc.

Cet appareil entièrement automatique peut projeter des matériaux identiques au D-Gun, ainsi que les alliages métalliques tels que Nickel-chrome-aluminium ou Nickel-aluminium.

1.2.3- La projection plasma

Le plasma est un milieu ionisé, constitué d'un mélange d'ions, d'électrons et d'espèces neutres excités ou non [22]. Plus de 99% de la matière de l'univers existe à l'état de plasma.

1.2.3.1- Le principe de projection plasma

La projection plasma utilise une torche constituée de deux électrodes : Une anode cylindrique formant une buse reçoit une cathode conique. Un gaz inerte (habituellement de l'argon associé avec de l'hydrogène ou de l'hélium) [23] circule entre les deux électrodes, ionisé. Il forme un plasma plus énergétique. Le matériau à projeter est introduit dans le jet de plasma ainsi créé. Pour éviter l'échauffement des

électrodes et leur destruction un refroidissement à l'eau sous pression est assuré. Le schéma d'une torche plasma est représenté dans la figure 6.

La température du jet de plasma généré est très élevée et elle est nettement supérieure à celle des autres procédés de projection thermique ce qui permet une large variété de matériaux. Elle peut aller jusqu'à 12000 °C [24] et la seule condition imposée est qu'il doit exister un écart d'au moins 300 °C entre la température de fusion et celle d'évaporation du matériau. Ces températures élevées favorisent la formation d'oxydes avec le matériau projeté.

Les vitesses sont importantes et elles sont de l'ordre de quelques centaines de mètre par seconde. Les particules dans un état de fusion très avancé percutent le substrat, s'écrasent à l'impact et elles se refroidissent très rapidement, puis elles s'empilent les unes sur les autres en réalisant progressivement un dépôt de plusieurs dizaines de micron d'épaisseur.

La structure et les propriétés du revêtement reposent sur plusieurs paramètres [25]. Quelques paramètres comme l'intensité du courant et les débits des gaz sont contrôlables, tandis que d'autres comme la tension des électrodes, l'efficacité du refroidissement et l'usure des électrodes ne peuvent pas être contrôlés.

1.2.3.2- Les différents procédés de projection plasma

Il existe un grand nombre de techniques de projection thermique plasma. On recense globalement les procédés présentés ci-dessous :

- **A.P.S** : Atmospheric plasma spraying (projection atmosphérique).
- **V.P.S** : Vacuum plasma spraying (projection sous vide).
- **R.P.S** : Reactive plasma spraying (sous atmosphère réactive).
- **I.P.S** : Inert plasma spraying (sous atmosphère contrôlée).
- **H.P.P.S** : High pressure plasma spraying (légère augmentation de la pression).

1.2.3.3- Propriétés mécaniques des revêtements obtenus par projection plasma

Les caractéristiques mécaniques des revêtements obtenus par projection thermique plasma dépendent :

- du procédé utilisé
- de la résistance à la traction, comprise entre 30 et 70 Mpa,
- du taux de porosité compris entre 1 et 10%.

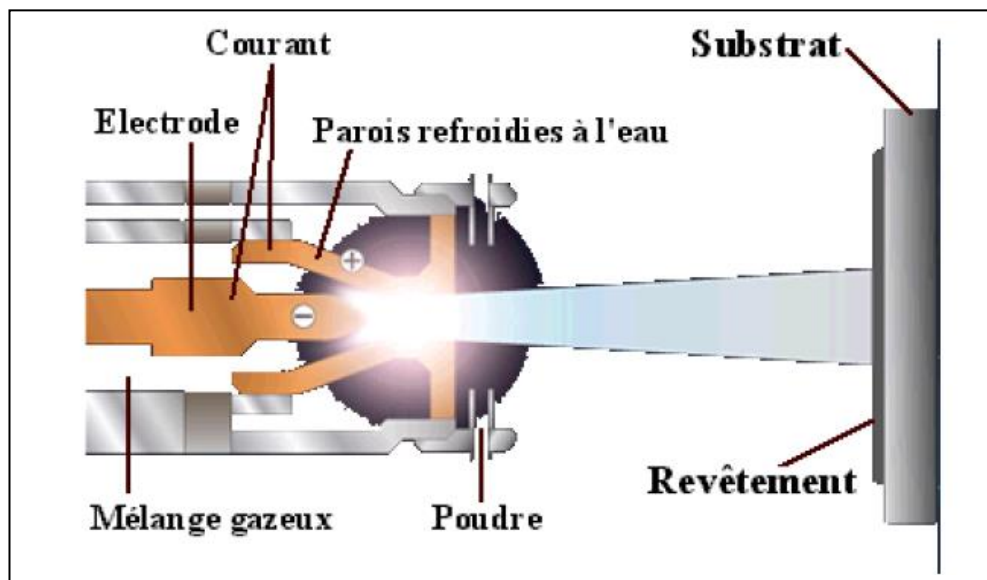


Figure.6 : Schéma de principe d'une torche à plasma [26]

1.2.4- La projection thermique par procédé H.V.O.F

1.2.4.1- Origine et principe du système

Dans les années 80, Browning et Witfield, développaient un nouveau procédé de projection thermique [27] pour les poudres en utilisant la technologie des moteurs de fusées. Cette technique à flamme, dite "supersonique" (comme le canon à détonation), utilise le principe de la "déflagration" et elle est désignée sous le nom de High Velocity Oxy/Fuel (H.V.O.F).

1.2.4.2- Principe et fonctionnement

Cette technique utilise comme combustible une combinaison de l'Oxygène (comburant) avec divers gaz (carburants), comme l'Hydrogène, le Propylène, le Propane, le Méthane, ou le Kérosène (figure 7).

La flamme se produit dans une chambre suivant une réaction de combustion à haute pression (0,5 à 0,7 MPa en moyenne). Il en résulte une flamme caractérisée par une température comprise entre 2500 et 3200 °C et des écoulements gazeux très énergétiques et extrêmement rapides (plusieurs fois la vitesse du son) [28]. Les poudres à pulvériser sont injectées, par un gaz porteur neutre, axialement dans les gaz chauds en extension où elles sont fondues à des températures trop élevées comprises entre 1500 et 2500 °C pouvant induire des défauts microstructuraux dans les revêtements [29]. Elles sont alors accélérées au travers d'une tuyère "convergente-divergente" et propulsées à des vitesses comprises entre 300 et 600 m/s. Le pistolet de projection est refroidi par un circuit d'eau concentrique à la chambre de combustion et la tuyère d'éjection.

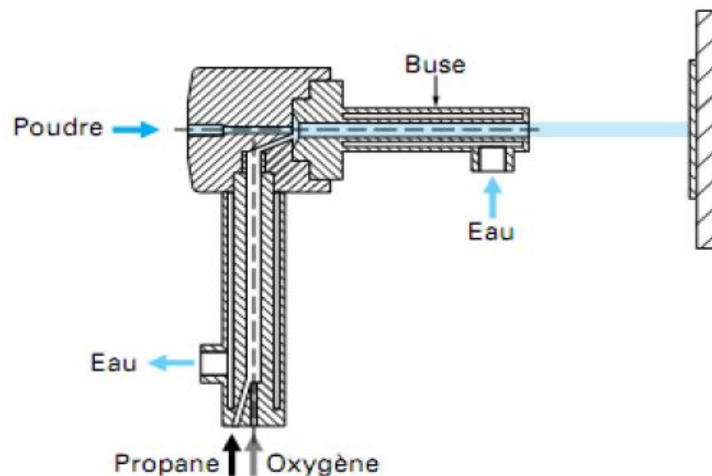


Figure 7: Principe de fonctionnement d'une torche HVOF [1]

1.2.4.3- Les différents types d' H.V.O.F

Caractéristiques

Les procédés H.V.O.F se répartissent en deux grandes familles [30] :

- des procédés travaillant en moyenne pression et fonctionnant avec un mélange oxygène/carburant gazeux (propane, propylène, ...). Ces appareils opèrent à des pressions de combustion comprises entre 2 et 4 MPa (figure 9).
- les procédés qualifiés de "haute pression", fonctionnant avec un mélange oxygène/carburant liquide (kérosène, white spirit, ...). Ces appareils développent des pressions de combustion de l'ordre de 8 MPa (figure 8).

Cette augmentation de la pression de combustion provoque une légère augmentation de la température des particules mais surtout une forte élévation de la vitesse d'impact d'environ 2000 m/s [31]. Il en résulte des revêtements beaucoup plus denses [32]. Un procédé comparable nommé H.V.A.F, utilise quant à lui un mélange de combustion kérosène/air-comprimé, d'un coût d'exploitation très faible.



Figure 8 : Torche plasma HVOF «haute pression »[26]

Choix du type

La qualité du revêtement à obtenir repose sur un choix judicieux en tenant compte du fait que l'utilisation d'un liquide comme carburant à la place d'un gaz réduit le coût d'exploitation et les risques de danger liés à l'utilisation des gaz à haute

pression. Sachant que plus la vitesse de projection est grande, plus le revêtement sera dense avec une meilleure cohésion des particules entre elles.

Les dépôts obtenus sont caractérisés par une faible porosité ($< 2\%$), une bonne adhérence (70 à 100 MPa) et une faible rugosité de surface [33].



Figure 9: Torche plasma HVOF « moyenne pression » [26]

Applications

Ce procédé est principalement utilisé pour projeter des métaux (Inox, Chrome, Molybdène, Inconel,), des alliages de métaux, des alliages auto-fusibles, des carbures et des cermets (WC-Co, TiC-Ni) ou des céramiques (figure 9). Les applications sont les protections anticorrosion et anti-usure, avec la possibilité de réaliser des dépôts de fortes épaisseurs (en plusieurs passes) dont la densité obtenue est plus proche de la densité théorique du matériau d'apport [34].

I.2.5. La projection à froid-cold spray

La projection à froid est un procédé de revêtements par la projection à haute vitesse comprise entre 200 et 1200 m/s d'un matériau métallique ou non métallique sur un substrat. Ce jet de petites particules (1-100 μm) est accéléré par un jet supersonique de gaz comprimé. Ce procédé est fondé sur le choix de la combinaison de la température, de la vitesse et de la taille des particules. Ce procédé permet une

projection à une température la plus basse possible. Dans ce procédé de projection les particules sous forme de poudre sont accélérées à une température toujours inférieure au point de fusion du matériau. Le revêtement se forme donc à partir de particules à l'état solide. En conséquence les effets de la haute température, des gaz et des autres problèmes de la projection thermique sont éliminés ou réduits au minimum. L'élimination des effets de la haute température sur le dépôt et le substrat permet des avantages significatifs. Ces avantages font de la projection à froid un procédé prometteur pour de nombreuses applications industrielles [35,36].

I.2.5.1. Caractéristiques principales de la projection à froid.

Le procédé de projection thermique est une technique qui utilise l'énergie électrique, chimique ou mécanique pour produire un jet gazeux à haute vitesse et à haute température. Le matériau de revêtement généralement sous forme de poudre est introduit dans le jet de gaz (figure 10). Dans les procédés tels que la projection plasma et à flamme, les particules sont fondues et les gouttes liquides impactent la surface du substrat. L'aplatissement du liquide et sa solidification conduisent à la formation de particules qui s'imbriquent les unes aux autres formant le revêtement. Des procédés tels que le HVOF et la projection à détonation chauffent les particules à proximité de leur température de fusion mais ne les font pas fondre entièrement. Ces procédés peuvent accélérer les particules à un niveau plus élevé que la projection plasma et la projection à flamme. Le procédé de projection à froid vise à obtenir des vitesses de particules élevées tout en maintenant une faible température. En augmentant la vitesse des particules à des valeurs supersoniques et en diminuant la température à la température ambiante, ce procédé conduit à la formation d'une morphologie lamellaire par la déformation plastique des particules.

La projection à froid est un procédé à basse température c.à.d. que les particules de poudre ne seront pas chauffées excessivement et resteront proche de la température ambiante. Ainsi la projection à froid est appropriée pour la fabrication des matériaux sensibles à l'oxygène et à la température élevée tels que : Al, Cu, Mg,

Ti, et les polymères. Dans le procédé de projection à froid un gaz inerte est souvent utilisé pour propulser les particules qui protègent efficacement les dépôts.

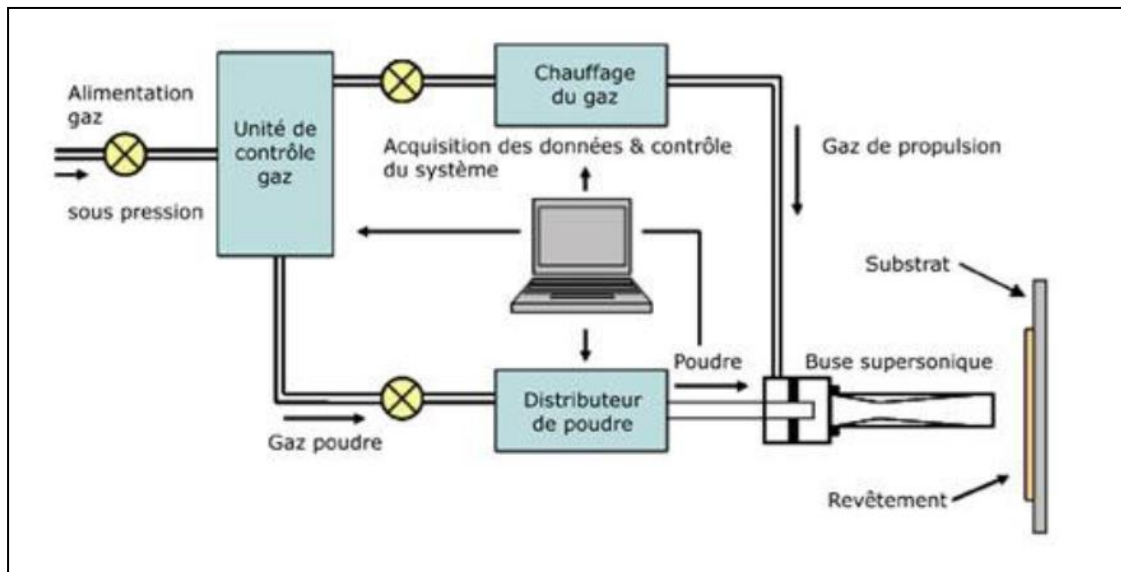


Figure 10: Schéma de principe d'un poste de projection à froid [65]

I.3. - Le mécanisme d'écrasement des particules

D'après la littérature [37], les propriétés d'usage d'un revêtement/substrat dépendent des caractéristiques intrinsèques des zones qui le constituent et notamment de l'interface couche-substrat. En effet, cette interface est souvent ressentie comme un point faible dans cette chaîne. Elle conditionne la tenue mécanique du système. Or la fonctionnalité recherchée dans un tel revêtement ne peut être assurée que si, sous une sollicitation mécanique externe, le revêtement reste adhérent au substrat qu'il doit recouvrir et protéger. L'adhérence dépend de l'ensemble des phénomènes et des mécanismes qui maintiennent liés les composants macroscopiques et régissent la résistance à la rupture d'une interface [38].

La formation du dépôt présente deux étapes caractéristiques de la projection thermique à la flamme:

- l'écrasement de chaque gouttelette.

- La formation d'une couche de matériau résultant de la cinématique liée au processus (mouvement relatif torche/pièce).

Ce mécanisme d'écrasement est un mécanisme complexe dépendant d'une part des caractéristiques des particules elles mêmes (vitesse, composition chimique, température, degré de fusion) et d'autre part de celles du substrat (nature, rugosité température) [39].

Deux types de structures existent après impact [40,41] (Figure 11):

- une structure fragmentée constituée d'un disque central de faible diamètre et de ramifications dirigées vers l'extérieur et reliées ou non à celui-ci.
- Une structure en forme de disque constituée à partir d'un écoulement continu et stable du liquide allant du point d'impact de la particule vers la périphérie.

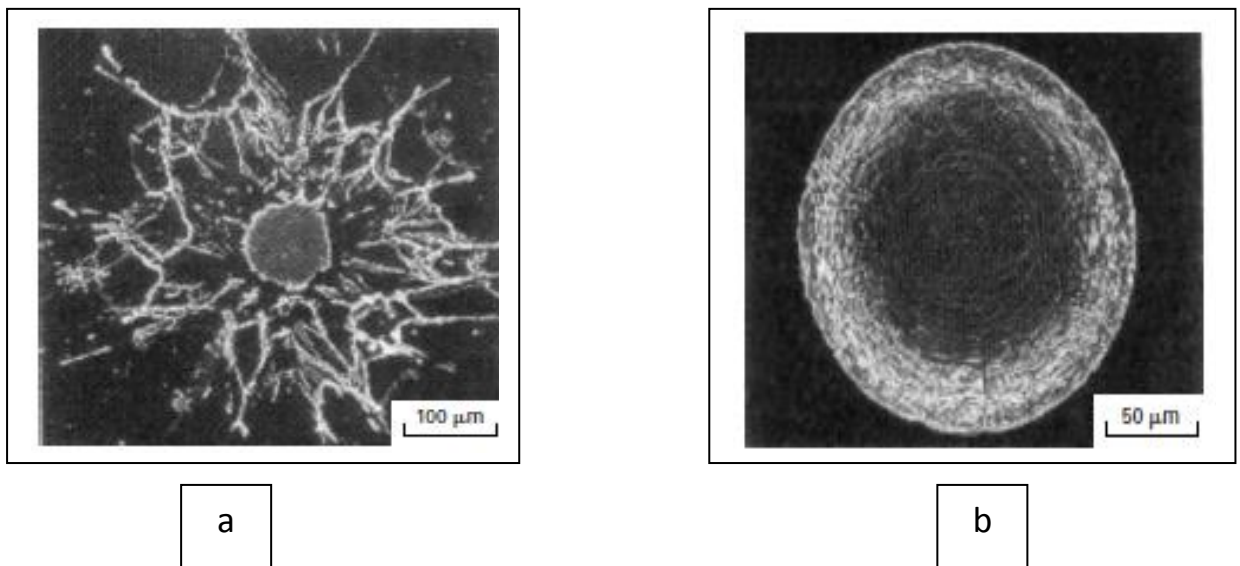


Figure 11 : Mécanisme d'écrasement des particules.

a/ structure fragmentée. b/ structure en forme de disque

I.3.1 - Comportement des lamelles lors de l'impact

Un dépôt réalisé par projection résulte d'un empilement successif de lamelles individuelles qui constituent l'élément fondamental du revêtement. Un grand nombre de travaux ont permis d'établir des corrélations entre les paramètres de projection et les propriétés de la lamelle durant toutes les étapes de sa formation :

- ✓ Le comportement après les premières nanosecondes de projection après l'impact d'une goutte liquide perpendiculairement à un substrat a été caractérisé par un nombre de Sommerfeld K fonction de deux nombres adimensionnels : le nombre de Weber (We) et le nombre de Reynolds (Re). La quantité de matière éjectée qui reste extrêmement faible avec des gouttelettes de moins de $0.1 \mu\text{m}$ de diamètre augmente avec la valeur de K . Avec une goutte d'alumine fondue les valeurs de K ne sont pas aussi bien définies. D'une manière générale les éclaboussures se produisent pour $K > 30$.
- ✓ L'étalement des gouttes liquides après impact sur un substrat lisse ou rugueux avec en général un début de solidification avant que l'étalement ne s'achève, dépend de deux types de paramètres :
 - ceux qui sont liés à la particule projetée : sa taille, sa température, son état de fusion et d'oxydation, ses propriétés physiques, sa vitesse à l'impact ;
 - et ceux liés au substrat ou aux lamelles déjà déposées et solidifiées. Ces paramètres sont principalement : la mouillabilité qui dépend de la rugosité de la surface du substrat. La **mouillabilité** augmente du fait de l'oxydation et l'obliquité Sk passe d'une valeur négative à une valeur positive. Elles interviennent également la composition chimique de la surface et sa structure cristalline par rapport à la structure formée lors de la nucléation du liquide en étalement. La **couche d'oxyde** qui se forme à la surface des substrats métalliques et dont l'épaisseur dépend de la nature du substrat, de la température et le temps de préchauffage. Cette couche d'oxyde peut améliorer la mouillabilité du substrat d'acier si elle est de l'ordre de quelques nanomètres avec un Sk positif. La **présence des condensats et des adsorbats** à la surface du substrat qui se désorbent par le préchauffage du substrat à une température supérieure à leur température de vaporisation (en général de l'ordre de $200 \text{ }^\circ\text{C}$).

✓ Lors de l'étalement des lamelles des éclaboussures surviennent parallèlement à la surface du substrat porté à une température inférieure à la température dite de transition morphologique T_t du substrat étudié qui joue un rôle clé sur la morphologie de la lamelle. La présence des éclaboussures est liée à la désorption des adsorbats et des condensats de la surface du substrat, à la formation d'une couche solide avant que l'étalement ne s'achève notamment à la périphérie de la lamelle et à la présence des obstacles à la surface des substrats, obstacles qui empêchent le fluide de s'étaler.

✓ La solidification est liée au transfert de chaleur entre la lamelle et le substrat, ce transfert dépend de la qualité du contact lamelle-substrat traduite par une surface du substrat effectivement couverte par le liquide. Un très bon contact thermique conduit à une vitesse de refroidissement élevée de l'ordre de 10^8 K/s, synonyme d'une solidification rapide. Dans ces conditions, une surfusion du liquide conduit à une nucléation hétérogène à la surface du substrat responsable d'une croissance colonnaire. Le déclenchement de la nucléation dépend d'une barrière d'énergie libre fonction entre autres de l'angle de contact que forme le germe avec le substrat, des propriétés du matériau étudié et du degré de surfusion. Il est donc nécessaire d'étudier l'influence des différents paramètres mis en jeu lors de la formation d'une lamelle et identifier ceux les plus influents sur les processus de nucléation et de solidification de la lamelle afin d'établir des corrélations entre ces paramètres et la microstructure de la lamelle.

I.3.2 - Oxydation de la surface

L'élévation de température du substrat peut causer aussi une accélération des cinétiques d'oxydation des matériaux (pour les métaux en particulier). Ainsi l'action d'un préchauffage, peut induire à une formation d'une couche d'oxyde à la surface du substrat pouvant présenter une augmentation de la mouillabilité. Cette amélioration des propriétés surfaciques pourrait être à l'origine de la forme plus circulaire des particules projetées dans ces conditions.

Y. Tanaka et M. Fukumoto ont montré que sur des surfaces préchauffées à 400 °C les particules présentaient moins d'éclaboussures. L'augmentation de la température des surfaces augmente alors la mouillabilité de surface caractérisée par un meilleur étalement des particules et donc une meilleure adhérence des particules sur le substrat. De façon plus générale, la mouillabilité des surfaces à revêtir joue un rôle important vis-à-vis de l'adhérence [42 - 44].

I.4 - Analyse comparative des procédés de projection thermique

La figure 12 représente et illustre les échelles de transfert d'énergie thermique et cinétique caractérisant les différents procédés de projection thermique. On peut constater que la technique de projection plasma VPS est considérée comme un procédé qui permet d'atteindre des vitesses de particules de l'ordre de 600 m/s et la température du plasma peut atteindre 20000 °C. La vitesse des particules influence directement sur les caractéristiques des dépôts telles que la densité et l'adhérence. Les températures maximales atteintes au cours de la projection plasma nécessitent l'utilisation de certains matériaux, donc une combinaison de ces deux caractéristiques démontre l'intérêt de l'utilisation de la technique LPPS.

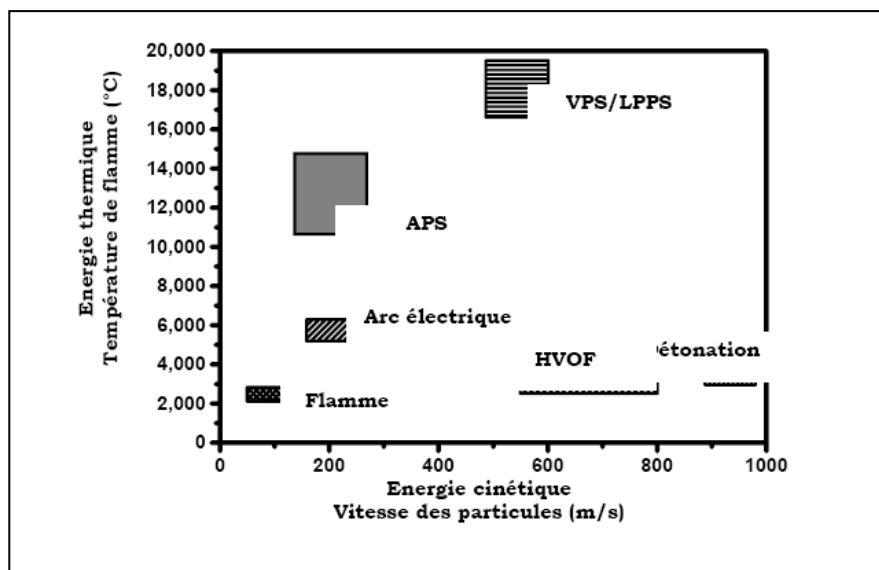


Figure 12 : Caractéristiques des différents procédés de projection thermique [27]

Chapitre I : La projection thermique

D'autre part d'autres caractéristiques importantes doivent être prises en considération pour comparer l'ensemble des procédés de projection thermique.

Le tableau 1 présente pour chacun des procédés de projection les différentes caractéristiques des revêtements telles que : la puissance moyenne de la source, le débit de poudre projeté, l'adhérence arbitraire, la cohésion arbitraire, le taux d'oxydes pour les revêtements métalliques, le rendement et le coût arbitraire selon une échelle arbitraire.

Tableau 1: Caractéristique des revêtements obtenus par différents procédés

Paramètres / procédés	Puissance (kW)	Débit kg/h	Adhérence arbitraire 1 à 10	Cohésion arbitraire 1 à 6	Taux d'oxydes %	Rendement %	Coût arbitraire 1 à 10
Flamme (poudre)	10-15	3-7	3	2	6-12	50	3
Flamme (fil)	10-20	5-15	4	3	4-8	70	3
HVOF	100-150	3-6	8	5	0.5-2	70	5
D-Gun	100-150	1-2	8	5	0.1-0.5	90	10
Arc électrique	5-10	5-30	6	4	1-5	80	1
APS	10-80	3-5	6	4	1-5	60	5
VPS-LPPS	30-100	3-8	9	6	0.1	75	10
IPS	30-80	3-5	8	5	<0.1	60	8

I.5 - Les mécanismes d'adhérence

L'adhérence des dépôts sur les substrats est assurée par des liaisons interatomiques chimiques ou physiques et également par des liaisons à l'échelle microscopique. Suivant la nature des matériaux mis en contact, différentes interactions sont alors susceptibles d'exister [45].

I.5.1 - Adhésion et adhérence Notion d'adhésion

Toutes les substances qui existent sont constituées d'un assemblage de molécules, d'atomes ou d'ions, ils sont liés entre eux par des forces de liaisons suivant le cas (de types Van der Waals, hydrogène, ioniques, covalentes, ou métalliques) [46].

Sur la surface libre demeurent des liaisons vacantes. C'est le cas par exemple des métaux où les atomes de la surface extérieure n'ont pas le nombre d'atomes voisins qu'ils auraient à l'intérieur du matériau. Du point de vue énergétique on peut associer à ces liaisons vacantes une énergie libre de surface γ dont la valeur diffère suivant le matériau de 1000 à 3000 mJ/m² pour les métaux et de 100 à 500 mJ/m² pour les cristaux ioniques. Cette énergie est inférieure à 100 mJ/m² pour les polymères [47].

I.5.2 - Adhérence mécanique

La rugosité de surface des substrats est un paramètre important pour garantir l'adhérence des dépôts [48]. Les aspérités favorisent aux particules fondues de pénétrer dans le substrat et de créer ainsi une cohésion et un accrochage plus conséquent des deux matériaux.

Les variations de topographie des surfaces permettent de disposer d'une aire de contact plus significative entre le dépôt et le substrat. Les aspects physico-chimiques d'adhérence présentent, dans ces conditions, une probabilité plus importante de se produire. Un phénomène de contraction est observé lors du refroidissement des particules étalées sur le substrat. Et il est coûteux à la particule de posséder des atomes en surface, la forme des gouttes est donc conditionnée par ce principe. Le système tend toujours à organiser sa structure de façon à présenter une surface libre minimale. Lors de l'écrasement d'une goutte de liquide sur une surface solide, on peut distinguer deux phases :

- Une première phase où la goutte s'étale afin de dissiper l'énergie cinétique accumulée avant l'impact.
- et une deuxième phase durant laquelle la goutte se rétracte pour minimiser son énergie au sein de son nouvel environnement (défini par la surface solide sur laquelle la goutte repose et l'atmosphère ambiante). Sous l'effet de la contraction, les particules enserrant alors les aspérités mais sont contrariées par la rugosité de surface qui produit un accrochage. Des efforts sont exercés sur l'interface sous l'effet de l'impact des particules et des fissures sont générées au niveau des défauts de contact et ces fissures se propagent le long de la ligne présentant une résistance moindre. Un relief accidenté au niveau de l'interface peut limiter la propagation de ces fissures ce qui peut éviter le décollement du dépôt. L'ancrage mécanique est donc un mécanisme important dans l'adhérence des dépôts. C'est pour cette raison que les substrats doivent généralement subir un sablage avant l'élaboration de revêtement par projection thermique. Il est aussi possible d'obtenir des adhérences significatives sans avoir recours à une modification morphologique de la surface à revêtir grâce aux processus d'adhérence physico-chimiques.

1.5.3 - Adhérence physico-chimique

L'adhérence entre deux métaux consiste en la délocalisation et la mise en commun des électrons entourant les noyaux des atomes à proximité [49].

Les électrons de la périphérie se déplacent sur des orbitales communes et subissent une nouvelle distribution en formant un nuage électronique autour des ions métalliques. Ce type de liaison est appelé liaison covalente. Il existe également des liaisons ioniques formées par des paires d'atomes possédant une grande différence d'électronégativité généralement entre un métal et un non métal. Les liaisons qui font intervenir des oxydes sont considérées plus complexes et sont intermédiaires entre la liaison covalente et la liaison ionique. Des groupes d'atomes liés par des

Chapitre I : La projection thermique

liaisons ioniques ou covalentes peuvent être attirés les uns par les autres par des forces dites de Van der Waals de faible énergie mais de longue portée.

Une migration peut également se produire à l'interface des deux matériaux. Les éléments chimiques constitutifs des matériaux se déplacent sous l'action de différents potentiels : potentiels chimiques ou thermiques. Dans le cas de l'élaboration de revêtements, lors de l'impact des particules, des phénomènes thermiques sont mis en jeu et à l'interface une évolution de la température des matériaux se produit. Sous l'effet de l'agitation thermique, un déplacement des espèces chimiques peut donc avoir lieu. Ce phénomène, appelé diffusion, tend à équilibrer les concentrations des espèces chimiques. L'interface constitue dès lors une zone de transition entre les matériaux dans laquelle un changement de composition et de structure se crée. Cette migration des espèces augmente l'adhérence entre les matériaux en contact.

En projection thermique, ces processus d'adhérences physico-chimiques se produisent de façons spontanées lors de l'écrasement et de l'étalement des particules sur la surface à revêtir. Cependant, ces mécanismes peuvent être provoqués et stimulés par des traitements appliqués aux surfaces avant l'élaboration des dépôts. Par exemple, l'élévation de la température du substrat permet d'améliorer l'étalement des particules et donc l'adhérence du revêtement final.

Par conséquent, il est possible de proposer une définition de l'énergie d'adhésion à l'aide d'un exemple très simple, si l'on considère deux corps A et B initialement distincts et possédant respectivement les énergies libres de surface γ_A et γ_B , le rapprochement de A et B par la surface S correspond à une diminution de l'énergie libre du système (figure 13). Cette énergie libre devient :

Formule :

$$\gamma_{AB} = \gamma_A + \gamma_B - W$$

où W représente le travail, par unité de surface, nécessaire pour séparer réversiblement les deux corps A et B. W est par définition l'énergie d'adhésion.

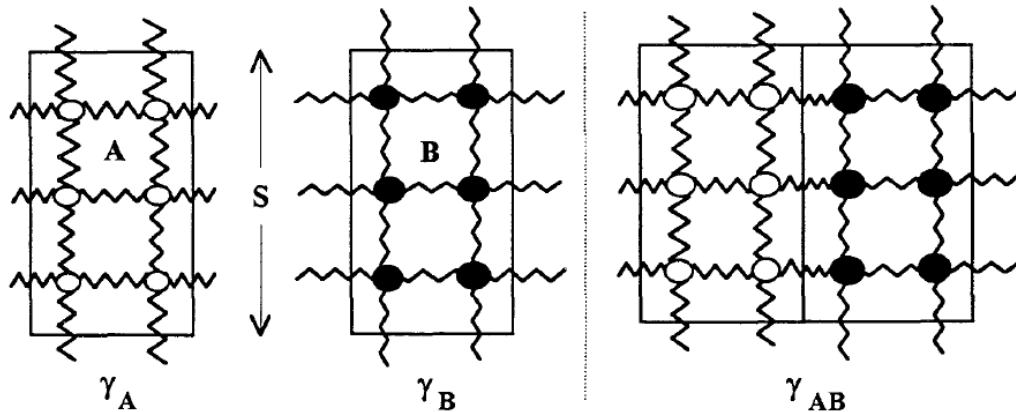


Figure 13 : Energies libres de surface

Les corps qui peuvent être en contact sont distincts et mettent en jeu des propriétés physiques différentes. Par conséquent de nombreuses théories adaptées à ces différentes situations ont été et sont encore développées.

1.5.4 - Les essais d'adhérence :

Il a été défini deux essais mécaniques dans le but de mesurer l'énergie d'adhérence à l'interface revêtement /substrat. Ces essais sont le test de flexion 4 points et le test de clivage au coin.

L'objet de ce chapitre est de présenter ces différents essais mécaniques. La conception des échantillons développés spécialement pour ces essais et les résultats expérimentaux obtenus sont également inclus.

1.5.4.1 - Essais mécaniques utilisés pour la mesure de l'énergie d'adhérence

Un essai mécanique a été retenu dans le but d'étudier l'énergie d'adhérence des interfaces étudiées. Le test de flexion 4 points permet de mesurer une énergie

d'adhérence basée sur la propagation stable d'une fissure notamment dans le cas de collage [50]. L'objet de cette partie est de présenter le principe et la mise en équation de ces différents essais.

1.5.4.2 - Le test de flexion 4 points

Principe de l'essai

Le test de flexion 4 points consiste à mesurer l'énergie d'adhérence entre deux matériaux en créant une fissure par effet de flexion [51]. L'échantillon est constitué d'un substrat et d'un revêtement qui comporte une entaille au milieu de l'échantillon. Le specimen est mis en flexion grâce au déplacement de deux appuis mobiles répartis de chaque côté de l'entaille, l'éprouvette reposant sur deux appuis qui eux restent fixes. La figure 14.a schématise l'éprouvette obtenue et donne ses dimensions. Au cours de l'essai une fissure se propage à l'interface à partir de l'entaille.

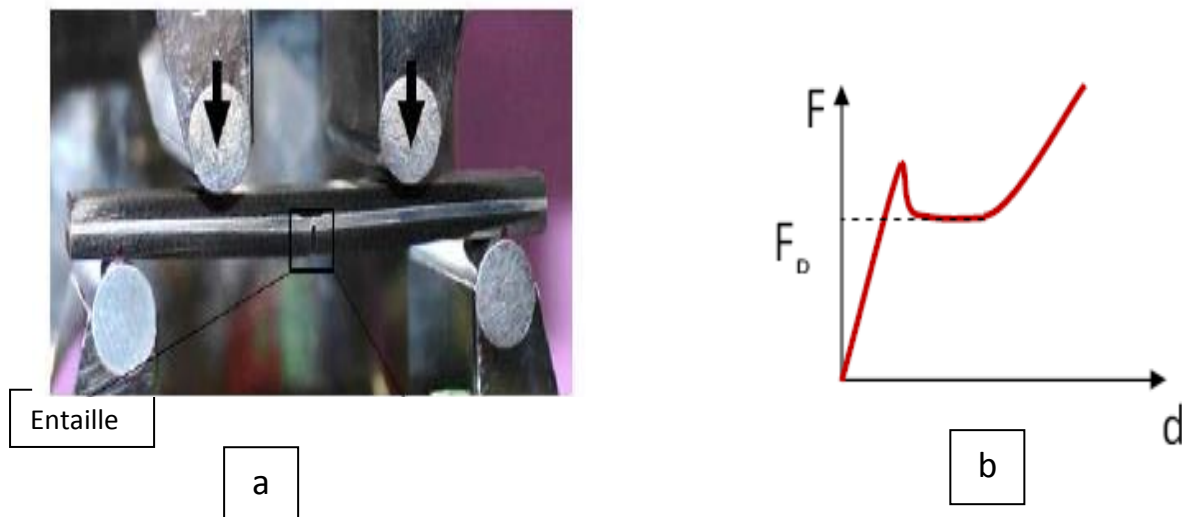


Figure 14 : a) Principe du test de flexion 4 points ; b) Courbe de charge caractéristique.

La figure 14.b illustre une courbe de charge caractéristique qui donne l'évolution de la force en fonction du déplacement des appuis. La première étape de la courbe correspond au chargement de l'échantillon en énergie élastique. La force augmente jusqu'à atteindre un pic qui correspond à l'amorçage de la fissure. On observe ensuite une relaxation de la force. Celle-ci diminue jusqu'à une valeur

plateau correspondant à la propagation stable de la fissure à l'interface. Cet état stationnaire dure le temps que la fissure parvienne aux appuis intérieurs. Ensuite la fissure ne progresse plus. L'augmentation de la force sur la courbe correspond alors à la flexion du substrat. L'énergie d'adhérence de l'interface peut être déterminée à partir de la valeur plateau de la force F_p qui correspond au régime stationnaire de propagation de la fissure.

Mise en équation : modèles analytiques

On distingue principalement deux modèles analytiques qui ont été élaborés dans le but de déterminer l'énergie d'adhérence d'une interface continue à partir de cet essai mécanique, dans le cas de déformations élastiques. Le modèle de Charalambides établi en 1989 s'intéresse à la propagation d'une fissure entre deux substrats [52,53].

- Interface entre deux substrats :

Dans la configuration où la fissure étudiée se propage à l'interface entre deux substrats et induit des déformations purement élastiques. Charalambides et al ont identifié la relation entre le taux de restitution d'énergie G et les différents paramètres de l'essai.

$$G = \frac{3F_p^2 l^2}{2\bar{E}_2 H^3 b^2} \left[\frac{1}{\left(\frac{h_2}{H}\right)^3} - \frac{\eta}{\left(\frac{h_1}{H}\right)^3 + \eta \left(\frac{h_2}{H}\right)^3 + \frac{3\eta h_1 h_2}{H^2 \left(\frac{h_1}{H} + \eta \frac{h_2}{H}\right)}} \right]$$

Avec : $H = h_1 + h_2$ et $\eta = \frac{E_s (1 - \nu_c^2)}{E_c (1 - \nu_s^2)}$

Où F_p est la valeur de la force au plateau, l est la distance entre les appuis extérieurs et intérieurs, b la largeur de l'échantillon, h , E , et ν renvoient à l'épaisseur, le module de Young et le coefficient de Poisson du substrat et du revêtement suivant la nomenclature donnée en figure 12 page 97.

I.6 - Le mouillage

I.6.1 - Définition

La tension superficielle concerne toutes les interfaces : liquide-gaz, solide-gaz et solide-liquide. L'interface solide-liquide est celle qui est la plus importante sur le plan pratique car elle concerne beaucoup d'applications métallurgiques [54,55]. Quand une goutte de liquide est déposée sur la surface d'un solide, elle va s'étaler et adopter une configuration d'équilibre. Le système est représenté traditionnellement par le schéma en coupe sur la figure 15. L'angle de contact θ résulte de l'équilibre de tensions des trois interfaces solide-liquide γ_{SL} , liquide-vapeur γ_{LV} et solide-vapeur γ_{SV} . Ces grandeurs sont liées entre elles par la relation de Young :

$$\gamma_{LV} \cdot \cos \theta = \gamma_{SV} - \gamma_{SL}$$

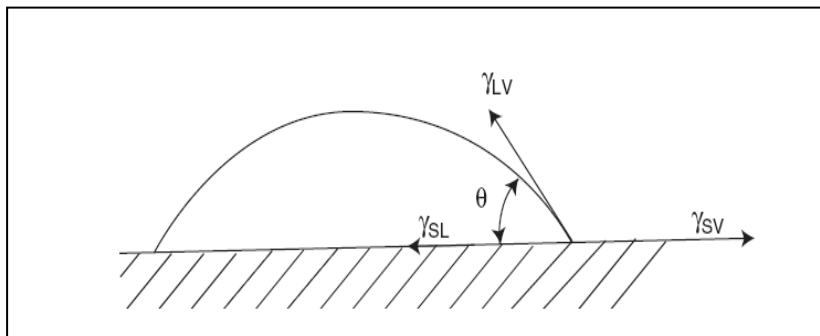


Figure 15 : Représentation schématique des différentes tensions s'exerçant sur une goutte de liquide en équilibre sur un solide.

Quatre cas doivent être considérés :

- $\theta = 0$: c'est le cas du mouillage parfait et le liquide s'étale spontanément.
- $0 < \theta < 90^\circ$: le mouillage est bon (cas général des métaux)

- $90^\circ < \theta < 180^\circ$: le mouillage est mauvais (exemple $\theta = 110^\circ$ avec PTFE)
- $\theta = 180^\circ$ il n'y a pas de mouillage du tout.

L'angle de contact θ traduit l'énergie fournie lors de l'étalement de la goutte. Pour une unité d'aire de surface, le travail nécessaire pour séparer de façon réversible le solide du liquide s'écrit :

$$W_{sl} = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} + \gamma_{LV}.$$

En combinant cette relation avec celle de Young on obtient celle de Dupré :

$$\cos \theta = \frac{W_s}{\gamma_{LV}} - 1$$

Cette relation montre que le mouillage résulte de la compétition entre deux types de forces : celles qui régissent la cohésion du liquide sont traduites par sa tension superficielle γ_{LV} et celles d'attraction des atomes du liquide par la solide, exprimées par l'énergie d'adhésion solide-liquide W_{sl} .

L'aptitude au mouillage d'un solide peut être fortement influencé par un certain nombre de paramètres, notamment les caractéristiques topographiques de la surface : la rugosité, morphologie des couches superficielles, présence de porosités ou de microfissures. L'amélioration des caractéristiques de mouillage par ces structures superficielles peut aller jusqu'à de véritables imprégnations par les liquides en liaison avec les phénomènes de capillarité.

I.6.2 - Détermination de la mouillabilité

La détermination de la mouillabilité consiste à mesurer l'angle de contact θ . Il existe deux types de méthodes : statique et dynamique.

1- Mesure statique : méthode de la goutte posée

L'expérience consiste à mesurer directement l'angle de contact θ d'une goutte de liquide déposée à la surface du métal, par une méthode de visée optique. Les mesures doivent être répétées en raison de la dispersion due par exemple à la rugosité et à des hétérogénéités, soit de structure, soit de composition chimique. Cette méthode utilisée industriellement, permet d'avoir des informations pratiques quant à la propreté de la surface. Elle permet aussi, en élaboration de caractériser le comportement des matériaux réfractaires au contact des métaux liquides et de prévoir les risques de réactivité entre le solide et le liquide.

2- Mesure dynamique : méthode tensiométrique

Cette méthode consiste à immerger un solide dans un liquide, puis à l'émerger et à mesurer la force F exercée sur le bras d'une balance pendant la phase d'émergence (figure 16). Cette force s'exprime par la relation : $F = \gamma_{LV} \cdot L \cdot \cos\theta$, avec $L =$ périmètre de l'échantillon, $\gamma_{LV} =$ tension de surface du liquide dans l'air.

Comme la vitesse relative solide-liquide est très faible (< 1 mm/min), il est possible de considérer que le système est à l'équilibre. La force mesurée doit être diminuée du poids apparent p de l'échantillon dans l'air. Elle vaut alors : $\gamma_{LV} \cdot L \cdot \cos\theta - \rho \cdot g \cdot S \cdot L$, avec (ρ : masse spécifique du solide, g : l'accélération de la pesanteur, S : aire de contact).

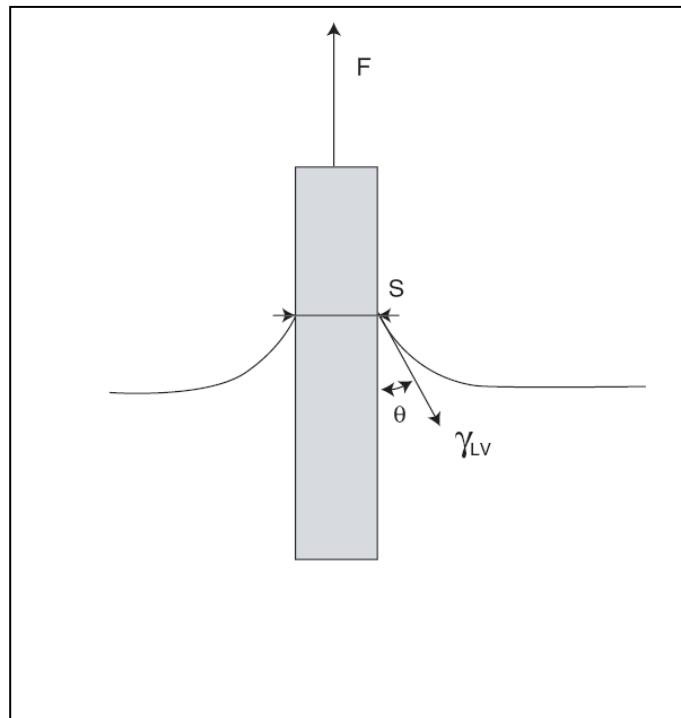


Figure 16 : Schéma de principe d'une mesure de tension superficielle par la méthode tensiométrique

I.7- Les contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont des contraintes qui persistent dans un matériau après qu'une sollicitation mécanique ait été exercée ou qu'un traitement thermique ait été réalisé. Ce sont les phénomènes thermiques, mécaniques et physico-chimiques mis en jeu durant le trajet des particules et pendant la formation du revêtement qui conduisent à l'établissement d'un état de contraintes résiduelles microscopiques et macroscopiques [56].

Globalement, les contraintes résiduelles ont trois origines :

I.7.1- Les contraintes à l'échelle microscopique

Elles proviennent de la contraction de chacune des gouttelettes projetées au cours du refroidissement rapide jusqu'à la température ambiante. En effet lorsque

la particule fondue parvient au contact d'un matériau solide (matériau de base ou particules précédemment projetées et refroidies), elle n'a plus tous ses degrés de liberté pour se solidifier. Lors de son refroidissement, sa contraction est entravée et des tensions internes apparaissent.

I.7.2- Les contraintes d'origine métallurgique

Lors de la projection, certaines parties du matériau peuvent subir des transformations métallurgiques dont on sait qu'elles s'accompagnent généralement de variations de volume. C'est le cas de certains aciers qui, projetés thermiquement, subissent la transformation martensitique au refroidissement. Celle-ci s'accompagne d'une importante variation de volume et peut conduire à un état de contraintes de compression dans le revêtement.

I.7.3- Les contraintes thermiques

Dans le cas de recouvrement où l'élévation de la température du substrat est importante (par exemple, la projection thermique plasma), le revêtement et le substrat refroidissent simultanément. Dans une hypothèse de continuité des déformations, les contraintes résiduelles d'origine thermique sont dues à la différence des coefficients de dilatation du matériau projeté et du matériau de base (figure 17). Si le coefficient de dilatation thermique du revêtement est supérieur à celui du substrat, le revêtement suit la contraction du substrat lors du refroidissement. Freiné dans sa propre contraction, il se trouve dans un état de contraintes de traction. L'équilibre mécanique des contraintes impose alors un état de contraintes résiduelles de compression dans le substrat. Ces contraintes sont plus élevées au voisinage de l'interface, comme le montre le schéma suivant.

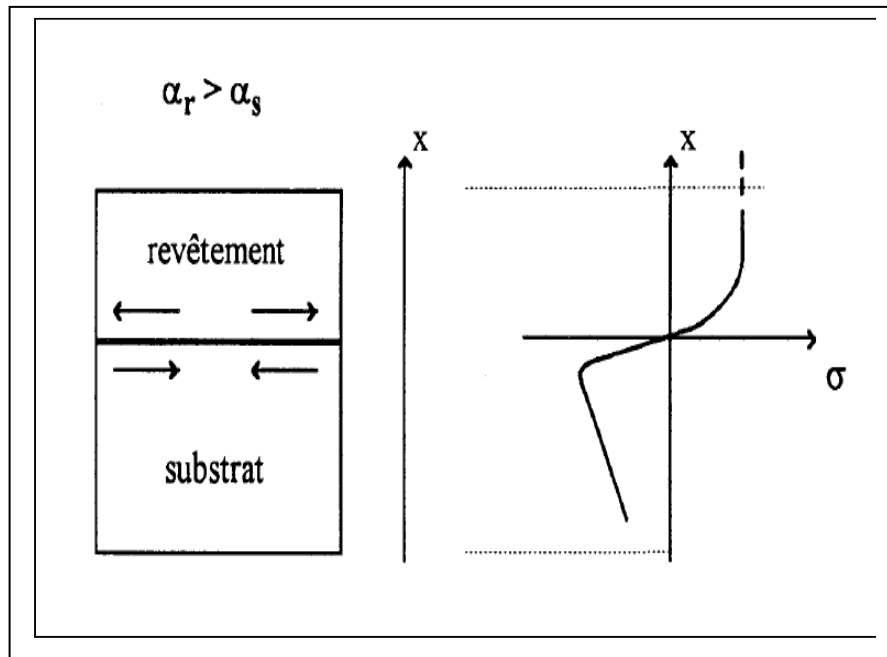


Figure 17 : Influence des coefficients de dilatation thermique sur les contraintes résiduelles.

Si le coefficient de dilatation thermique du revêtement est inférieur à celui du substrat le phénomène inverse se produit et des contraintes résiduelles sont de compression dans le revêtement et de traction dans le substrat.

Dans le cas de la projection thermique hypersonique, l'élévation de la température du substrat est peu importante du fait de la taille réduite du faisceau d'impact et de la température de la flamme relativement faible. Les contraintes résiduelles proviennent alors essentiellement du refroidissement du seul matériau projeté. Celui-ci ne pouvant se contracter librement, il s'établit un champ de contraintes de traction dans le revêtement et de compression dans le substrat, indépendamment du rapport des coefficients de dilatation thermique.

Les contraintes résiduelles résultent le plus souvent d'une combinaison de ces trois types de contraintes. Elles dépendent fortement des matériaux et des techniques de projection employés.

Les effets des contraintes résiduelles sur la tenue en service des pièces revêtues peuvent être, suivant le cas bénéfiques ou néfastes. Elles s'ajoutent aux contraintes appliquées et peuvent entraîner des déformations inacceptables pouvant conduire à la rupture. En milieu corrosif, la présence de contraintes superficielles de tension peut entraîner l'apparition et la propagation rapide d'une fissure jusqu'à la rupture prématurée. Un traitement thermique de relaxation peut ainsi s'avérer nécessaire si les contraintes résiduelles sont de même signe que les contraintes appliquées. Des contraintes résiduelles de compression, obtenues par sablage ou grenailage, sont parfois volontairement créées afin d'éviter le phénomène de corrosion sous tension. Si les contraintes résiduelles sont de signe opposé à celui des contraintes appliquées, une partie de l'effort compense le champ des contraintes résiduelles. Par exemple, les contraintes résiduelles de compression jouent un rôle favorable sur la résistance mécanique des pièces soumises à des sollicitations de fatigue en stoppant ou en retardant la propagation des fissures. Il importe donc de connaître la nature et l'ordre de grandeur des contraintes résiduelles afin de prévoir leur influence sur le comportement des pièces en service.

Comme nous le verrons dans la partie expérimentale de ce mémoire, les contraintes résiduelles influencent fortement l'adhérence des revêtements projetés thermiquement.

I.7.4- Méthodes de mesure

I.7.4.1- Les différentes techniques

Il existe différentes techniques de mesure, destructives ou non, des contraintes résiduelles induites dans le dépôt. Certaines permettent de mesurer la contrainte résiduelle totale et d'autres de déterminer les composantes de contraintes de trempe et thermique séparément [57]. Voici une liste non exhaustive de ces différentes techniques :

- Méthode du trou incrémental : c'est une méthode destructive permettant de déterminer la répartition en profondeur des contraintes résiduelles. Elle est basée sur la relaxation des contraintes suite à un perçage qui conduit à des déformations mesurées par une rosette de jauges en surface.
- Diffraction des rayons X : c'est une technique non destructive. Les déformations des couches superficielles, plus spécifiquement du réseau atomique, induisent des modifications des paramètres cristallographiques mesurés. Elle est applicable uniquement sur des matériaux ayant une microstructure cristalline. Elle permet de mesurer une contrainte locale en surface (de 10 à 50 μm), mais aussi d'établir un profil en profondeur des contraintes résiduelles par enlèvement des couches successives.
- Méthode de la flèche : c'est une méthode non destructive basée sur le suivi de la courbure de la pièce revêtue au cours de la projection ou à posteriori, conduisant alors à la détermination des contraintes résiduelles globales. L'étude de la courbure pendant la projection (construction du revêtement) et le refroidissement permet de calculer séparément la composante due aux contraintes de trempe et aux contraintes thermiques.

I.8- Eléments de tribologie

I.8.1- Introduction

Au début du vingtième siècle, la tribologie s'appuyait sur l'étude des volumes avec une domination des concepts de la mécanique permettant d'établir des lois de comportement. Au milieu du vingtième siècle, la tribologie s'est tournée vers l'étude des surfaces grâce aux concepts de la physique des surfaces. Depuis une vingtaine d'années la recherche en tribologie porte sur l'étude de la dynamique des interfaces avec la prise de conscience du rôle fondamental des éléments interfaciaux dans un contact [58].

Les phénomènes de frottement ne sont pas décrits par des propriétés intrinsèques des matériaux ce qui rend leur prédiction particulièrement délicate. En

outre le frottement et l'usure sont des phénomènes indépendants. Il est en effet possible de concevoir des systèmes à usure faible et frottement élevé (frein) ou à usure forte et frottement faible (usinage). Enfin l'introduction de la notion de contact à trois corps, qui s'articule autour des concepts de triplet tribologique, de circuit tribologique et de mécanisme d'accommodation de vitesse, a permis une meilleure compréhension des mécanismes de frottement et d'usure.

I.8.2- Définition

La tribologie est la science qui étudie l'ensemble des phénomènes qui ont lieu lorsque des corps sont mis en mouvement relatif. Elle présente trois aspects distincts : le frottement qui est la résistance à un déplacement imposé, l'usure suite à la dégradation des surfaces qui se traduit par une perte de matière et la lubrification qui consiste à interposer un fluide entre les deux corps en contact. C'est une science pluridisciplinaire faisant intervenir des notions de mécanique, de physico-chimie et de science des matériaux en général.

Le mot tribologie construit à partir des racines grecques *tribein* (frotter) et *logos* (parole, étude ou science), a été proposé en 1968 par G.Salomon pour désigner la science qui étudie l'ensemble des phénomènes qui ont lieu lorsque deux corps en contact sont animés de mouvements relatifs. La tribologie est ainsi une branche de la mécanique qui concerne le frottement, l'usure et la lubrification des surfaces de contact entre deux solides.

I.8.3 - Système tribologique

La tribologie des interfaces concerne le milieu interfacial entre les deux corps en contact. On définit ainsi un contact tribologique ou tribosystème comme étant composé de trois éléments principaux (figure 18) : deux solides A et B en contact (premier corps) et le milieu interfacial I désigné sous le terme de troisième corps sépare partiellement ou totalement les deux matériaux en contact et possède des propriétés différentes de celles des premiers corps. L'origine de ce milieu

interfacial peut être externe (lubrifiant solide ou liquide) ou interne par formation in situ (détachement de particules des premiers corps). Ce tribosystème se trouve dans un environnement E qui constitue l'ambiance de fonctionnement du contact. Des interactions entre cet environnement et le contact peuvent ainsi avoir lieu en fonction de sa composition, sa température et de sa pollution éventuelle [59].

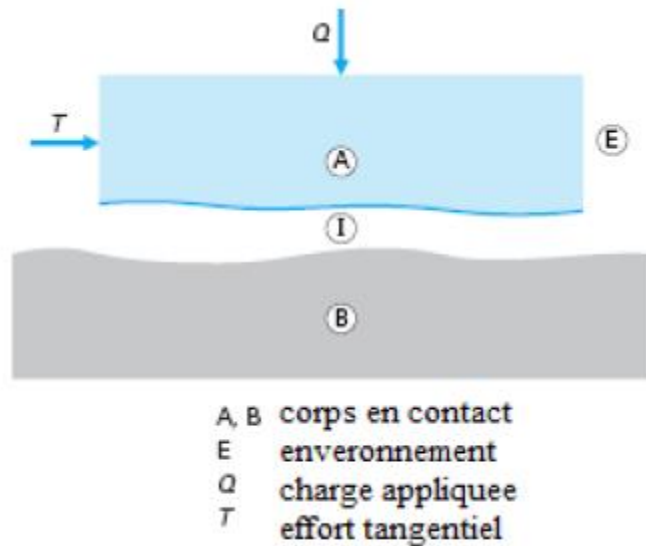


Figure 18 : représentation schématique d'un tribosystème [60]

I.8.4- Le circuit tribologique

Au cours du frottement, les particules du troisième corps sont constamment en mouvement et sont soumis à des gradients de vitesse. Cette circulation de matière à l'intérieur et à l'extérieur du contact est définie sous le terme de circuit tribologique, concept proposé par Y. Berthier pour compléter celui des mécanismes d'accommodation des vitesses et comprendre la relation entre le troisième corps et l'usure dans un contact donné. Il s'agit d'une représentation en deux dimensions des débits de troisième corps dans un contact élémentaire [60].

Suivant les mécanismes de dégradation de surface, des particules peuvent se détacher des premiers corps du fait de leur dégradation. Il s'agit d'une source

interne qui conduit à la formation d'un troisième corps naturel dans le contact (débit source interne). L'introduction d'un troisième corps artificiel (lubrifiant solide ou liquide) correspond à une source externe (débit source externe). Ces particules de troisième corps peuvent rester piégées dans le contact ou bien être évacuées hors du contact. On parlera alors de débit interne et externe. Le débit interne représente la circulation du troisième corps dans le contact. Le débit externe est le débit de troisième corps qui s'échappe du contact. Il se divise en deux composantes : un débit de recirculation lorsque les particules sont réintroduites dans le contact et un débit d'usure lorsque les particules sont définitivement perdues pour le contact et ne participent plus à l'accommodation de vitesse.

I.8.5- Paramètres fonctionnels

Les situations tribologiques sont caractérisées par plusieurs paramètres afin d'identifier et d'extraire les variables opérationnelles telles que :

- Le mode de contact
- La charge de contact
- La vitesse de contact
- Les états de surface
- L'environnement
- Les matériaux

I.8.1- Le frottement

I.8.1.1- Définitions et notations

Le frottement peut être défini comme la résistance au mouvement qui existe lorsqu'un objet solide est déplacé tangentiellement par rapport à la surface d'un autre qu'il touche ou lorsque l'on essaie de provoquer un autre déplacement [61].

Pour présenter les différents phénomènes de frottements ainsi que leurs différents modèles, on s'intéresse à un modèle de masse m sur un plan horizontal. Il

est soumis à son propre poids suivant l'axe (Oy) et subit une force U suivant l'axe (Ox), comme sur la figure 19, le mouvement est considéré comme rectiligne.

Quel que soit le matériau d'un solide, sa surface n'est pas parfaitement lisse, elle est rugueuse, comportant des irrégularités dues à l'usinage de la pièce ou même à sa nature. Lorsque 2 pièces mécaniques en contact se déplacent l'une par rapport à l'autre, ces aspérités se déforment et s'entrechoquent, dissipant ainsi de l'énergie. Cette énergie est représentée de façon macroscopique par les frottements. Suivant les matériaux utilisés, il y aura soit plus de déformations élastiques soit plus de chocs pouvant aller jusqu'à arracher de la matière.

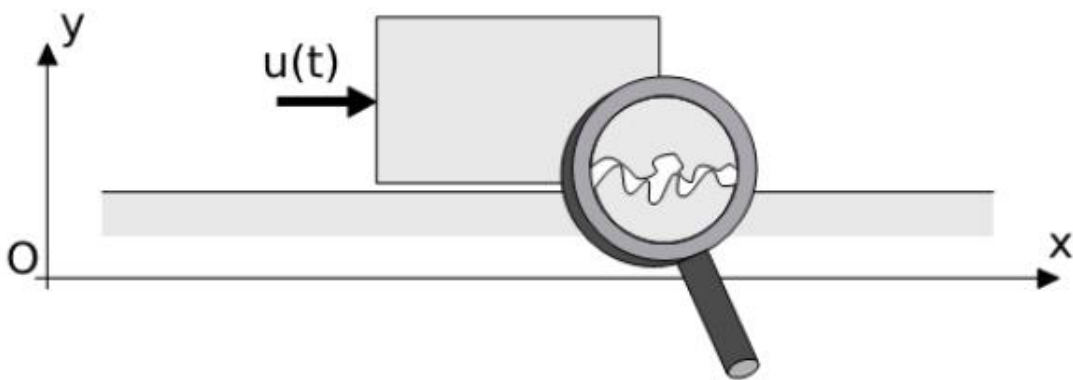


Figure 19 : Solide sur un support horizontal

Les normes ne définissent pas le frottement mais la force de frottement qui est la force résistante tangentielle à l'interface entre deux corps lorsque, sous l'action d'une force extérieure, un corps se déplace ou tend à se déplacer relativement par rapport à l'autre.

I.8.1.2- Lois empiriques du frottement

Les premiers travaux que l'on connaît sur le frottement sont ceux de Léonard de Vinci au début du 16^{ème} siècle. Mais il faut attendre 200 ans pour que ces travaux aient un statut académique. En effet Amontons en 1699, puis Coulomb en 1780, ont

Chapitre I : La projection thermique

é é les premiers à formuler les lois du frottement solide que nous connaissons actuellement. Les lois d'Amontons se résument en deux postulats :

- La force de frottement F_t est proportionnelle à la charge normale appliquée F_n .
- La force de frottement F_t est indépendante de la surface apparente de contact.

La première loi d'Amontons montre qu'il n'y aura pas de glissement entre deux solides en contact, tant que la force tangentielle F_t , nécessaire pour déplacer le solide, est inférieure à une force minimale F_s . Lorsque la force tangentielle atteint cette valeur seuil, le solide glisse.

$$F_s = \mu_s \cdot F_n$$

μ_s est appelé coefficient de frottement statique.

Une fois le solide mis en mouvement, une force F_d est nécessaire pour maintenir le glissement à vitesse constante. L'expérience montre que cette force est également proportionnelle à la charge normale appliquée.

$$F_d = \mu_d \cdot F_n$$

μ_d définit le coefficient de frottement dynamique, il est généralement plus petit que μ_s .

$$\mu_d \leq \mu_s$$

Selon la deuxième loi, l'aire apparente de contact n'influe pas sur la force de frottement F_t . En reprenant les expériences de Léonard de Vinci, Amontons a constaté empiriquement que quelque soit la surface glissante d'un bloc, son frottement est uniquement proportionnel à son poids.

Ce résultat très contre intuitif a défié l'imagination des scientifiques plusieurs siècles avant que Bowden et Tabor dans les années 50, proposent une explication

tenant compte de l'effet de la rugosité des surfaces en contact (figure 20), paramètres non considérés dans la théorie d'Amontons-coulomb.

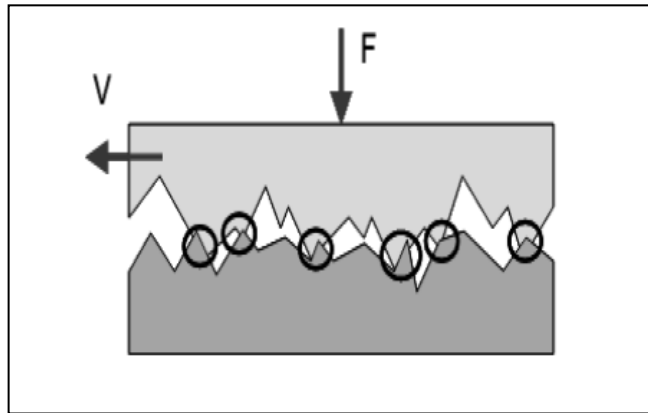


Figure 20 : Contact entre deux surfaces rugueuses

I.8.1.3 - Types de frottement

Il existe trois types de frottement :

1- Le frottement sec

Le frottement sec désigne l'ensemble des phénomènes qui naissent dans la zone de contact entre deux corps en l'absence de lubrification et qui s'opposent au glissement de ces corps, s'il y a glissement relatif entre les deux corps en contact, on parle du frottement dynamique, sinon le frottement est dit statique.

2- Le frottement hydrodynamique

Les surfaces en mouvement relatif ne sont pas en contact par leurs aspérités parce qu'elles sont séparées par un film épais de lubrifiant. Le coefficient de frottement est faible et ce type de frottement est indiqué pour l'utilisation à haute vitesse ou lorsque la force normale est élevée.

3- Le frottement onctueux

C'est un frottement de niveau intermédiaire entre le frottement sec et hydrodynamique : le film du liquide absorbé en surface ou formé par réaction chimique est de faible épaisseur. Le degré d'adhérence de ce film avec la surface

détermine son efficacité. Ce régime offre un coefficient de frottement plus faible que le régime sec.

I.8.2 - L'usure

I.8.2.1 - Introduction

La définition de l'usure est un problème difficile et un sujet à discussion. Elle est souvent définie par la perte de matière ou de fonction d'un mécanisme suite à une détérioration due au frottement. Il n'existe pas d'unité standard de l'usure : l'unité la plus souvent utilisée est le taux d'usure généralement exprimé par la masse perdue rapportée à la distance parcourue ou à la surface de contact. Ce taux d'usure peut être inadapté dans plusieurs cas à cause de la diversité des mécanismes, des sollicitations et des mécanismes de dégradation [62].

I.8.2.2 - Définitions

L'usure est la perte progressive de matériau due à l'interaction de surfaces en mouvement relatif (l'une par rapport à l'autre) .

L'usure correspond à l'ensemble de phénomènes conduisant à des pertes de masse ou à des évolutions géométriques significatives du contact pouvant s'accompagner d'effets secondaires liés au jeu dans le mécanisme en mouvement, à la perte de cote, à l'émission de débris et à l'endommagement de surfaces.

L'usure est généralement combattue à cause de ses effets négatifs, mais elle présente aussi des aspects favorables. L'affutage d'un outil , la finition d'une surface par rectification , l'écriture de la craie sur le tableau ou du crayon sur le papier sont des exemples d'usure abrasives utiles.

I.8.2.3 - Mécanisme d'usure

1- L'usure adhésive

L'usure adhésive se caractérise par un transfert de débris d'un des deux antagonistes vers l'autre soit par un mécanisme d'origine purement mécanique, soit

suite à une réaction physico-chimique (figure 21). Pour le transfert mécanique, plusieurs hypothèses ont été développées. Les micro-aspérités présentes dans le contact peuvent conduire à la diminution des zones en contact et générer aux jonctions des énergies très élevées qui peuvent favoriser les réactions physico-chimiques [63] (micro soudage des aspérités en contact).

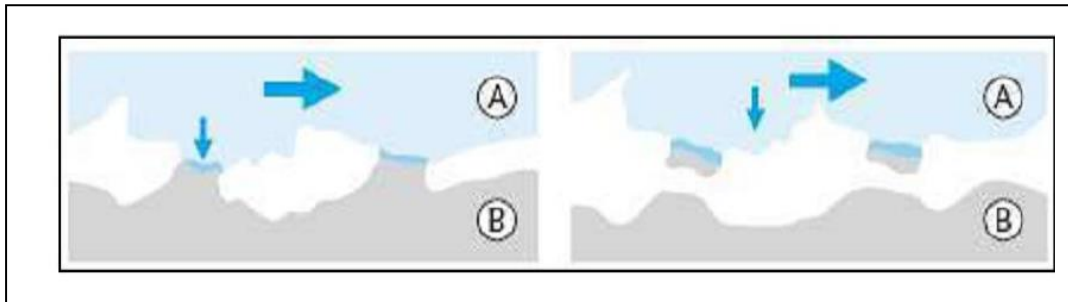


Figure 21 : Phénomènes élémentaires de l'usure adhésive [60]

2- L'usure abrasive

Elle se caractérise par la présence dans le contact d'un état de surface rugueux ou par pénétration dans le matériau le plus tendre de particules dures provenant des débris d'usure de contact ou lié à la pollution du milieu. Ce mécanisme de dégradation qui fait intervenir dans les premiers instants uniquement les corps antagonistes, devient rapidement une usure à trois corps (figure 22). Cette forme d'usure se manifeste par des polissages, des griffures, des micro-labourages, des arrachements de particules. Le micro-labourage (ou micro-usinage) se manifeste par des rayures à la surface du matériau le plus tendre sans arrachement de matière mais provoquant sur les bords du sillon une déformation plastique. Le plus souvent pour lutter contre l'usure abrasive, on cherche à durcir les matériaux (au moins leur surface).

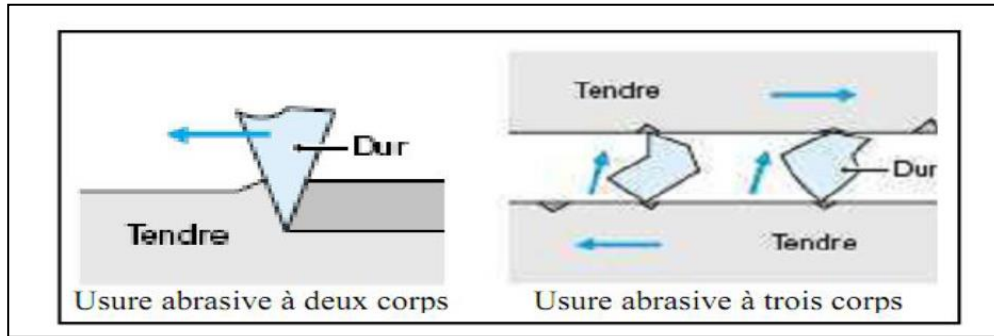


Figure 22 : Phénomènes élémentaires de l'usure abrasive [60]

3- L'usure érosive

L'usure érosive se définit comme la perte de matière provoquée par l'action des particules contenues dans un fluide en mouvement, qui viennent heurter une surface solide. Comme dans le cas de l'usure abrasive plusieurs paramètres influencent ce mode d'usure.

- La taille, le nombre, la morphologie et la vitesse des particules.
- L'angle d'impact qui définit le faciès des endommagements observés (figure 23)

Un faible angle d'incidence favorise l'effet de coupe alors qu'une incidence normale entraîne plus de déformation. L'intensité des endommagements dépend de plus du comportement des matériaux (figure 23). Les résultats montrent que l'érosion est maximale pour de faibles angles d'attaque dans le cas des matériaux à caractère ductile et qu'au contraire, elle est maximale sous incidence normale avec des matériaux fragiles.

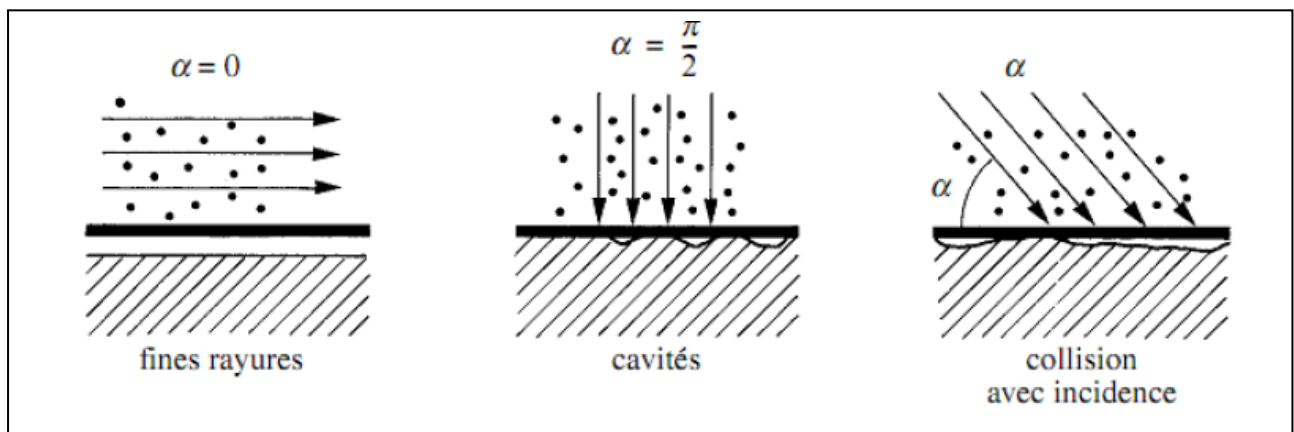


Figure 23 : Mécanisme de l'érosion d'une surface par des particules solides contenues dans un fluide en mouvement

4 - L'usure par fatigue

Les contraintes mécaniques générées par le frottement peuvent entraîner la création et la propagation de fissures. Dans le cas des matériaux ductiles tels que les matériaux métalliques il est question d'usure par fatigue superficielle ou par délamination. La rupture par fissuration a lieu en sous couche, parallèle à la surface de frottement, dans les zones où les contraintes de cisaillement sont maximales. A terme, des écailles dues à la propagation des fissures apparaissent dans les zones de frottement (figure 24).

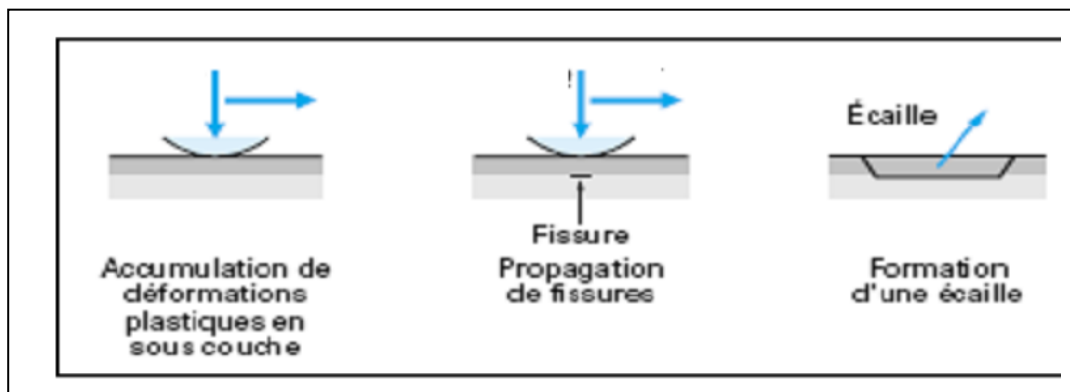


Figure 24 : usure par fissuration (matériaux ductiles) [60]

Pour les matériaux à comportement fragile les céramiques, les fissures se créent dans les zones où les contraintes en tension sont les plus importantes. Elles sont associées à un déplacement local du seuil de rupture du matériau. Elles se situent à l'arrière du contact et se propagent perpendiculairement à la surface (figure 25). Il s'agit d'une usure par fracturation.

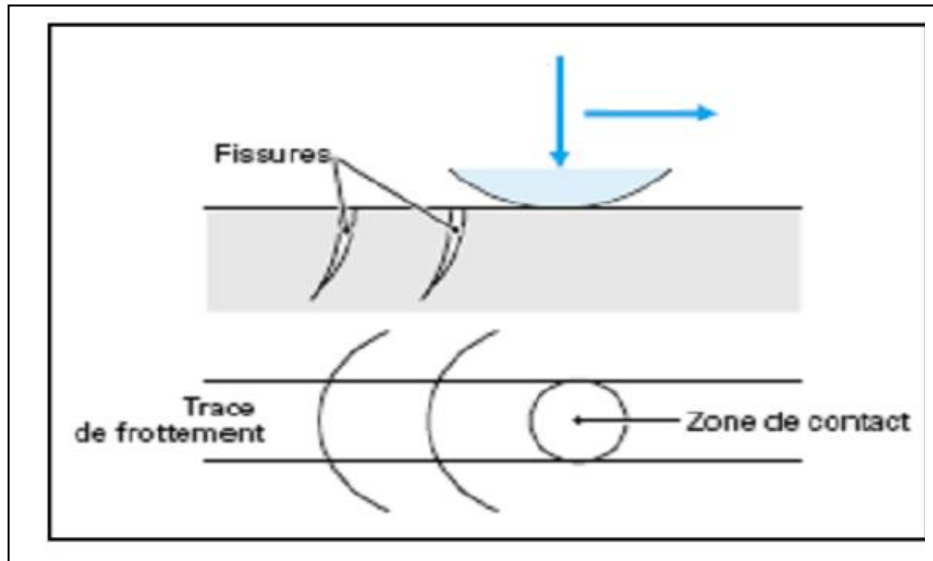


Figure 25 : Usure par fissuration (matériaux fragiles) [61]

5 - L'usure par réactions tribochimiques

Cette forme d'usure apparaît lorsque le frottement a lieu dans un environnement réactif pour les matériaux en présence d'atmosphère ou de lubrifiant. Dans ce cas, l'usure est régie par la réactivité chimique des premiers ou troisième corps avec l'environnement. Cette réactivité peut être également créée ou activée par l'énergie dissipée en frottement dans l'interface. Il y a d'abord création de débris d'usure provenant des premiers corps, initiée par un des mécanismes décrits précédemment (adhésion, abrasion, fatigue...). Ensuite l'oxydation de ces débris peut conduire à la formation d'un film d'oxydes de faible épaisseur, adhérent au substrat, qui joue un rôle protecteur contre l'usure adhésive.

I.8.2.4- Evaluation de l'usure

En 1953, Archard établit expérimentalement une relation permettant d'estimer pour un contact pion-disque le volume de matériau usé v dans le cas d'un contact glissant à vitesse constante et pour des matériaux de dureté différente [64]:

$$V = K \frac{F_n}{P_m} \cdot d$$

En fonction d'un coefficient d'usure k sans dimension, de la force normale appliquée F_n , de la dureté ou de la contrainte d'écoulement P_m , du matériau le plus mou et de la distance de glissement d , la loi d'Archard s'exprime également sous la forme :

$$V = K \cdot F_n \cdot d$$

Avec K : vitesse d'usure ($\text{mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$)
 V : le volume de matière perdu (m^3)
 F_n : la charge appliquée (N)
 d : la longueur de glissement (m)

I.8.3- Relation entre frottement et usure

L'usure et le frottement étant deux manifestations des interactions mécaniques entre deux corps. Il est naturel de chercher s'il existe des relations naturelles, ne serait-ce que pour alléger le problème de la mesure d'usure, beaucoup plus lourde et délicate que celle du frottement. Le tableau 2 relatif au frottement à sec entre divers matériaux montre qu'il n'existe pas de relation universelle entre deux grandeurs : un frottement plus élevé peut s'accompagner d'une croissance ou d'une diminution de la vitesse d'usure. On y voit en outre le très large domaine de variation de la vitesse d'usure (5 ordre de grandeur) alors que le frottement varie seulement d'un facteur 3. Par ailleurs, la vitesse d'usure k n'est pas inversement proportionnelle à la dureté du matériau H_v comme le prévoient les modèles mécaniques simples d'usure pour lesquels le volume d'usure est proportionnel à l'aire réelle de contact $A_r = p/H_v$. En conséquence le facteur d'usure $k' = (V \cdot H_v) / P \cdot L$ n'est pas constant.

Chapitre I : La projection thermique

Tableau 2: Frottement et usure des pièces frottantes à sec [1]

- Frottement et usure de pièces frottant à sec dans un contact entre cylindres croisés sous une force normale $P = 4 \text{ N}$ et une vitesse de glissement $\Delta v = 1,8 \text{ m/s}$ [1]				
Matériaux (usure et dureté HV du matériau de droite)		μ	$k = V/(PL) \text{ nPa}^{-1}*$	$k^* = V HV/(LP) = kHV$
Acier doux	Acier doux	0,62	$4 \cdot 10^{-2}$	$2,3 \cdot 10^{-3}$
Acier à outil durci	Laiton 60/40	0,24	$6 \cdot 10^{-4}$	$2 \cdot 10^{-4}$
	PTFE	0,18	$5 \cdot 10^{-5}$	$8 \cdot 10^{-6}$
	Stellite	0,6	$8 \cdot 10^{-6}$	$1,8 \cdot 10^{-5}$
	Inox ferritique	0,53	$6,75 \cdot 10^{-6}$	$5 \cdot 10^{-6}$
	Polyéthylène	0,65	$7,5 \cdot 10^{-7}$	$4 \cdot 10^{-8}$
WC-Co	WC-Co	0,35	$5 \cdot 10^{-8}$	$3 \cdot 10^{-7}$

(* ou $\text{mm}^3 \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{N}^{-1}$)

Chapitre I : La projection thermique

Références bibliographiques :

- [1] A. Proner. «Revêtement par projection thermique ».Techniques de l'ingénieur M 1645, 1999.
- [2] J.A Picas, M. Punset, M.T Baile, E.Martin, et Form A. «effect of oxygen fuel ratio on the in-flight particle parameters and properties of HVOF WC-CoCr coating » surface and coatings technology vol. 205,364-368, 2011.
- [3] P. Fauchais,A.Vardelle, M.Vardelle. «Les paramètres contrôlant la qualité des dépôts plasma de céramique et de cermets obtenus par projection plasma à la pression atmosphérique », les couches minces, 232, 1986.
- [4] P. Fauchais, A. Grimaud, A. Vardelle, M.Vardelle. «la projection plasma », Revue ann.Phy. Fr., 14, pp 230-261,1989.
- [5] Mc Pherson, «Review of microstructure and properties of plasma sprayed ceramic coating » surface and coating technology, 39, 1989.
- [6] C.jiu, Li, Y. Guan-Jun et A.Ozge. «thermal spray coating for Aeronautical and Aerospace Applications » Aerospace Materials Handbook. 281-358, 2012.
- [7] P.Fauchais, A.Vardelle, B.Dussoubs. «Quo vadis thermal spraying » Thermal spray technology, vol. 10, 2001.
- [8] L. Rogerio, B.R.Marple. «Process temperature/velocity-hardness-wear relationships for high-velocity oxyfuel sprayed nano structured and conventional cermet coating » journal of thermal spray technology, vol 14, 2005.
- [9] R.Bolot,D.Sokolov, D.Klein, C.Coddet. «Nozzle developments for thermal spraying at very low pressure »Journal of thermal spray technology, vol. 15, 827-833, 2006.
- [10] I.R.Kriba. «Etude numérique de l'écrasement des particules fondues sur des substrats métalliques. Application au procédé de projection thermique » ,thèse de Doctorat en physique des matériaux, 2010.
- [11] V.Kudinov,P.Pekshev, B.Belaschenko, O.Solonenko, V.Siulin. «Obtention des revêtements par plasma »401, 1990.
- [12] V.Vlasov, G.Zalugin, A.Kusov. «Sublimation des particules de carbone dans le jet du plasma généré par générateur du plasma à haute fréquence » Journal de physique technique, vol .77, 2007.
- [13] M.F.Benettouil. «Modélisation rapide du traitement de poudre en projection plasma d'arc »Université de Limoges. Thèse 2008.
- [14] C.Barre. «Etude de la relation microstructure propriétés des revêtements réfractaires mis en forme par projection plasma. Application à la protection des composites » Thèse de doctorat, université Pierre et Marie Curie, Sorbonne,2015.

Chapitre I : La projection thermique

- [15] P. Fauchais, «Understanding plasma spraying », J.Phys.D:Appl.Phys.,Vol.37,n °9,pp.86-108,1989.
- [16] F.Dandan. «Diagnostic et adaptation des trajectoires robotiques en projection thermique »Ph.D., Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 142, 2010.
- [17] C.Moeau, J.F. Bisson, R.S. Lima, B.R. Marple. «Diagnostic for advanced materials processing by plasma spraying » 2005.
- [18] M. Ducos. «La projection à chaud »Revue galvano Organo, traitement de surface. 545, 1984.
- [19] R.Bensimon, J.Reby. «Protection par dépôt au pistolet » Manuel de traitement de surface .CETIM, 1989.
- [20] K.Korpiola,P.Vuoristo . ASM international,Materials Park, Ohio, USA, 1996.
- [21] D.Sokolov. E.S.O Chwa, D.Klein, R.Bolot, C.Coddet, P.Nardin. «Coatings obtained by low pressure plasma spraying», 450-453, thermal spray 2005: thermal spray connect: explore its surfacing potential! Basel, Switzerland mai 2005.
- [22] S.sampath, H.Herman, «Rapid Solidification and Microstructure Development During Plasma Spray Deposition »Thermal spray technology, vol.5,1996,pp.445-456.
- [23] Sulzer-plasma-technik, «revêtement par projection plasma supersonic » Document SNECMA, Revue Technologie et formation n °74 ; 1998.
- [24] P.Fauchais et al.«Diagnostics of thermal spraying plasma jets » Journal of thermal spray technology, 117-128, 1989.
- [25] J.Cizek, K.A.Khor, Z.Prochazka.«Influence of spraying conditions on thermal and velocity properties of plasma sprayed hydroxyapatite »Materials Science and Engineering, 340-344, 2007.
- [26] Sultzer Metco Spray World: «All about thermal spray technology », CD Rom, 1998.
- [27] A.Roux.«Contribution à l'étude des transferts d'énergie plasma/particules dans le cas du plasma induction et du plasma à arc soufflé » Thèse Université de Compiègne/SENVENANS, 1991.
- [28] M.Perennou. «Adhérence, fissuration et propriétés mécaniques des revêtements » Thèse ENSAM Paris, 1991.
- [29] J.R.Davis. «Handbook of thermal spray technology ». Materials Park, Ohio, ASM International, 338, 2004.
- [30] Ph. Demarecaux, «Adhérence et propriétés tribologiques de revêtements obtenus par projection thermique hypersonique : Applicabilité des revêtements de carbures de chrome aux disques de frein »Thèse de doctorat, Université de sciences et de technologies de Lille, 1995.

Chapitre I : La projection thermique

- [31] L.Pawlowski. «The science and engineering of thermal spray coatings» Ed. Wiley Chichester, UK, 1995.
- [32] Kennametal, stellite.HVOF equipment <<http://www.stellite.com>'2006>>. Site consult é en juin 2014.
- [33] L.pawlowski. «The science and engineering of thermal spray coatings» 2nded: Chichester John Wiley and sons, 656, 2008.
- [34] Z.Salhi, D.Klein, P.Gougeon, C.Coddet. «Development of coating by thermal plasma spraying under very low pressure», vol.77, 145-150, 2005.
- [35] A.Papyrin. «Cold spray technology» Advanced materials and processes, 1599, Wilson applied science and technology abstracts plus text, 49-51, 2001.
- [36] T.Schmidt, F.Garner, H.Assadi, and H.Kreye. «Development of a generalized parameter window for cold spray deposition» actamaterialia, 54, 3,729-742, 2006.
- [37] A.Dauscher, V.Feregotto, P.Cordier, A.Thomy. «Laser induced periodic surface structure on ion» App.Surf.Sci. Vol. 96, 1996.
- [38] A.Lamraoui. «Traitement de surface par texturation laser: une alternative propre de pr éparation de surface pour la projection thermique» Th èse de doctorat, universit é de technologie de Belfort Montb éiard, France d é. ,2011.
- [39] L.Lavisse, D.Grevey, C.Langlade, B.Vannes. «The early stage of the laser induced oxidation of titanium substrate » App.Surf.Sci.Vol.186, 2002.
- [40] C.Richard, G.B éanger, C.Coddet. «M éthodologie et outils de caract érisation des surfaces, interfaces et interphases : application aux rev êtements » Ecole th ématique du CNRS, 37-87,1998.
- [41] C.Richard. «Etude des caract éristiques m écaniques de rev êtements projet és par proc éés thermique » Th èse de l'UTC, Compi ègne, 1992.
- [42] M.Vardelle, S.Bansard, P.Fauchais, C.Bossoutrou, F.Brailard. «Journ ée scientifique barri ère thermique» ONERA, 2002.
- [43] G.Espl é, P.Fauchais. «Effect of dissolved oxygen on the wetting on to ceramic substrate » Advances Materials and process, Ed.99,423-429,1999.
- [44] G.Espl é «Oxydation des particules de fer dans un plasma d'arc, influence sur les propri ét és du d ép ôt» Th èse de doctorat, universit é de Limoges, 80-84, 2000.
- [45] B.Wielage, H.Pokhmurska, M.Student, V.Gvozdeckii, T.Stupnyckyj, V.Pokhmurskii. Surf. Coat. Technol., 27-35, 2013.
- [46] J.L.Lebrun, M.Zaouali, M. Houhou. «Mesure de l'adh érence des rev êtements projet és par plasma et canon à d étonation » Rapport ENSAM, Paris 1990.

- [47] M.C.Mate. «Tribology on the small scale » A bottom up approach to friction, lubrication and wear. Oxford universitypress, Oxford, 2008.
- [48] R.Gras. «Tribologie-principes et solutions industrielles » Mécanique et matériaux. Dunod Paris, 2008.
- [49] P.Y. Théry, M. Poulain, M. Dupeux, M. Braccini. Surf. Coat. Technol. 2007.
- [50] P. W. Atkins, M. Monnet, J. Paula. «Chimie physique » De Boeck université 2004
- [51] J.Cognard, « Science et technologie du collage » PPUR presses polytechniques, 2000.
- [52] S.Benayoun, J.J.Hantzpergue. «Les tests d'adhérence appliqués aux revêtements minces ». Matériaux et techniques, vol.92, 23-31, 2004.
- [53] M.A.Bradai, M.Braccini, A. Ati, N.Boumar, A.Benabbas. Surf.Coat.Technol. 4538-4543, 2008.
- [54] Cetim. Guide du collage.2006.14
- [55] F.Dabosi. «Propriétés et réactivités des surfaces, traitement de surface et protection contre la corrosion » Editeurs scientifiques, les éditions de physique 13-31, 198
- [56] G.Beranger, J.C.Charbonnier. « La notion de surface », le livre de l'acier, chapitre 20, librairie Lavoisier, 506-531, 1994.
- [57] J.Barralis, L.Castex, G.Maeder. « Précontraintes et traitements superficiels : définition et origine des contraintes résiduelles » Technique de l'ingénieur, Ti-M1180, 1999.
- [58] T.Hobbiebrunken, M.Hojo, et al., «Evaluation of interfacial strength in CF/epoxies using FEM and in situ experiments » Composites part A: applied science and manufacturing,2248-2256, 2006.
- [59] Q.J.Wang, Y.W.Chung. «Encyclopedia of tribology » Springer, 2013.
- [60] G.W.Stachowiak. «Wear-materials, mechanisms and practice». Tribology in practice series. Wiley, Hoboken, NJ, USA, 2005.
- [61] R.Gras. « Tribologie- principe et solutions industrielles ». Mécanique et matériaux. Dunod, Paris, 2008.
- [62] M.Banjac, S.Venel, A.Otovic. «Friction and wear process », thermodynamic approach. Tribology in industry, 341-347, 2014.
- [63] A.Cornet, J.P.Deville. « Physique et ingénierie des surfaces ». Monographie de matériologie. EDP science, les Ulis, France, 1998.
- [64] M.Nosonovsky. «Entropy in tribology: in the search for applications »Entropy, 1345-1390, 2010.

Chapitre I : La projection thermique

- [65] A.Papyrin. «Cold spray technology» Advanced Materials Processes, 159, 9, Wilson Applied Science and technology Abstract. 49-51, 2001.

chapitre II

Projection Thermique à la Flamme Fil

Chapitre II : La projection thermique à la flamme fil

Introduction :

La technique de projection thermique semble être bien adaptée à l'élaboration des revêtements et elle est industriellement répandue dans de nombreux secteurs pour des applications diverses, telles que les paliers, les cylindres de blocs, les vilebrequins, les aubes de turbines... La MEI de M'sila recense deux techniques de projection thermique à la flamme en plus de la projection plasma :

- La projection thermique à la flamme en fil
- La projection thermique à la flamme en poudre

Dans ce chapitre on présentera les différents dispositifs expérimentaux réalisés et utilisés lors de ces travaux, à savoir la projection thermique à flamme fil utilisant comme matériau de revêtement le molybdène.

II.1. La projection thermique à la flamme

La projection thermique à la flamme est une technique de revêtement des surfaces qui fait partie d'une large gamme de procédés de traitement et d'élaboration des revêtements de surfaces dont le principe repose sur la fusion de la matière à projeter, l'accélération de celle-ci afin d'assurer un bon étalement et une bonne adhésion des particules avec le substrat [1]. Il existe différents procédés de projection qui permettent, en fonction de la nature et des caractéristiques du couple matériau à projeter/substrat mais aussi des propriétés du revêtement souhaité d'atteindre des vitesses et des températures adaptées à la réalisation d'un dépôt de qualité. Il est ainsi possible de faire fondre la plupart des matériaux [2,3] et donc de projeter notamment des matériaux réfractaires. Pour des matériaux sensibles à la température, qui peuvent être néfastes et qui s'oxydent facilement (tel que le cuivre par exemple), ou susceptibles de subir des changements de structure cristalline, compte tenu des forts écarts de température générés au moment de l'impact des

particules d'autres techniques de projection ont été développées et sont applicables dans l'industrie. En effet, les températures élevées du procédé de dépôt peuvent changer les propriétés du matériau à projeter et dégrader la tenue et les caractéristiques du revêtement final.

C'est pourquoi d'autres procédés ont aussi été développés pour limiter les effets thermiques et élargir ainsi le potentiel d'élaboration des revêtements par projection. Il s'agit de la projection à froid appelée « cold spray »

II.1.1- Projection thermique à la flamme / fil

1- Le pistolet à la flamme fil

C'est un procédé très ancien comme technique de projection qui est considérée parmi les procédés dits propre. Que Schoop a consacré le plus de temps depuis 1912, en l'améliorant sans cesse, pour l'amener à un niveau d'industrialisation dès 1914. Cette technique utilise un dispositif de projection appelé « pistolet ». Ce procédé est très répandu et 25% du marché mondial de la projection utilise cette technique.

2- Principe

Le principe de fonctionnement de ce procédé consiste à introduire un matériau sous forme de fil, cordon ou baguette, au centre d'une flamme oxy-combustible produite par un chalumeau et à le projeter sur le substrat (figure 1). La flamme est uniquement utilisée pour fondre le matériau d'apport. La projection des gouttelettes sur le support est assurée par un jet d'air comprimé qui atomise et propulse le matériau fondu [4].



Figure 1 : Principe de base d'une projection thermique [5]

2- Fonctionnement

Le pistolet de projection est composé d'un chalumeau oxy-gaz de forme cylindrique, il est alimenté par les gaz de combustion (oxygène et acétylène), auxquels s'ajoute un vecteur d'air comprimé qui sert à l'atomisation de l'extrémité fondue du fil et à la projection des gouttelettes fondues sur le substrat (figure 2).

Le pistolet se compose de deux parties distinctes:

1. La partie chalumeau :

Elle utilise des gaz de combustion soit l'oxygène + un gaz combustible (généralement acétylène ou propane). Elle se compose d'un mélangeur, d'une buse à gaz annulaire et d'une buse à air.

2. La partie entraînement :

Le fil est entraîné de différente façon, il peut être animé soit par un système à turbine, soit par un moteur à air comprimé soit par un moteur électrique. Ces différents types d'entraînement communiquent un mouvement de rotation à deux molettes enserrant le fil et le poussant au travers de la buse à gaz du chalumeau. Suivant le diamètre du fil, le serrage des molettes peut être obtenu par un système à ressort ou par une pression d'air. Dans un tel dispositif, la vitesse d'avance du fil doit pouvoir être réglée en fonction de son diamètre, de sa nature (température de fusion) et de la puissance de chauffe de la flamme.

Dans le cas d'entraînement par turbine à air comprimé, il est nécessaire de passer par un réducteur de vitesse de manière à communiquer aux molettes un mouvement suffisamment lent. La vitesse d'avance du fil varie entre 0,5 et 12 m/mn. Pour réaliser des rechargements massifs, généralement effectués avec des gros fils rigides qui nécessitent de gros efforts d'entraînement, on utilise des moteurs électriques capables de tirer des fils jusqu'à 5 mm de diamètre. Ces moteurs sont généralement dissociés du pistolet et reliés à ce dernier par un flexible.

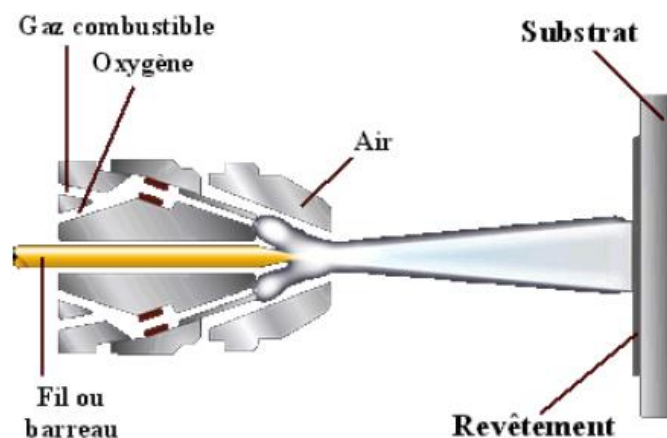


Figure 2 : Principe de projection à la flamme - fil [8]

3- Les applications

Les températures de la flamme peuvent atteindre des valeurs de l'ordre de 3000 °C et la température à l'extrémité du fil peut atteindre 95% de la température de la flamme [6]. Ce qui permet de projeter éventuellement des céramiques (figure 3). La vitesse des particules est plus élevée que pour la flamme poudre en raison du vecteur d'air comprimé puisqu'elle atteint 150 m/s. La distance entre la buse et le substrat est comprise entre 100 et 200 mm.

Ce procédé permet d'obtenir des dépôts de 1 à 25 kg/h, avec un pistolet portatif (suivant la nature et le diamètre du fil) mais peut aussi déposer jusqu'à 40 kg/h avec un pistolet fixe en rechargement massif.



Figure 3 : Pistolet pour projection : a) céramiques. b) matériaux auto-fusibles [9]

Les procédés de projection thermique peuvent être classés en 2 catégories :

1. Les procédés utilisant comme source de chaleur un chalumeau oxy-acétylénique: tels que le procédé flamme-poudre (FP), le procédé flamme-fil (FF), le procédé HVOF (HV) et le procédé par canon à détonation (CD) ;
2. Les procédés dont la source de chaleur est un arc électrique : procédé à l'arc électrique (AE) et le procédé plasma (PS).

Chapitre II: Projection Thermique à la Flamme Fil

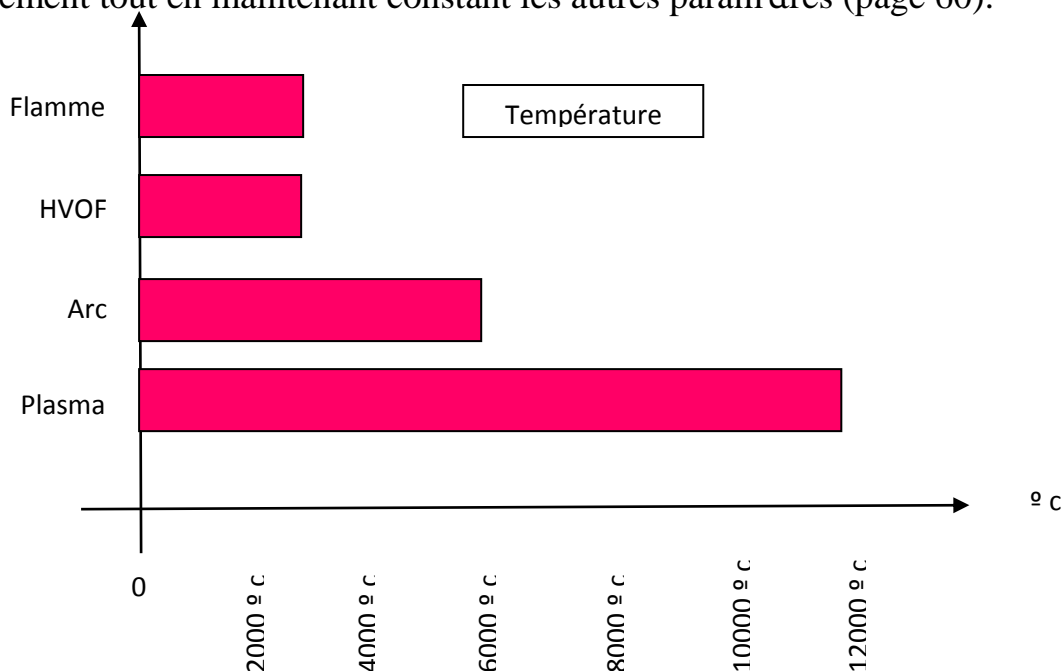
Le tableau 1 synthétise les différentes caractéristiques de la projection thermique [7]

Tableau 1 : Caractéristiques des différents procédés de projection

caractéristiques	Projection flamme-fil	Projection flamme-poudre	Projection HVOF	Projection par canon à détonation	Projection arc électrique	Projection plasma
Source de chaleur	Flamme oxy-acétylénique	Flamme oxy-acétylénique	Flamme oxy-acétylénique	Flamme oxy-acétylénique	Arc électrique	plasma
Température de la flamme(°C)	3000	3 000	3 000	3 000	6000	12000
Transport des particules	Air comprimé	Gaz flamme	Gaz flamme	Gaz flamme	Air comprimé	Gaz plasma
Vitesse des particules(m/s)	150	40	700	950	250	200
Forme du matériau d'apport	Fil/cordon	poudre	poudre	poudre	fil	poudre
Rendement moyen(%)	70	50	70	70	80	70
Epaisseur en mm	0.1 à 1.5	0.1 à 1.5	0.05 à 1	0.05 à 1	0.2 à 3	0.05 à 1.5
Exemple de matériaux d'apport	-métaux -Céramiques - Carbures dans matrice métallique	-métaux -Céramiques - Carbures dans matrice métallique	-métaux - carbures	-métaux -céramiques	-métaux	-métaux -céramiques - carbures

La figure 4 montre les différentes plages d'utilisation des procédés de projection thermique en ce qui concerne la température et la vitesse des particules.

Pour notre étude on s'est limité à la variation du paramètre pression d'oxygène seulement tout en maintenant constant les autres paramètres (page 60).



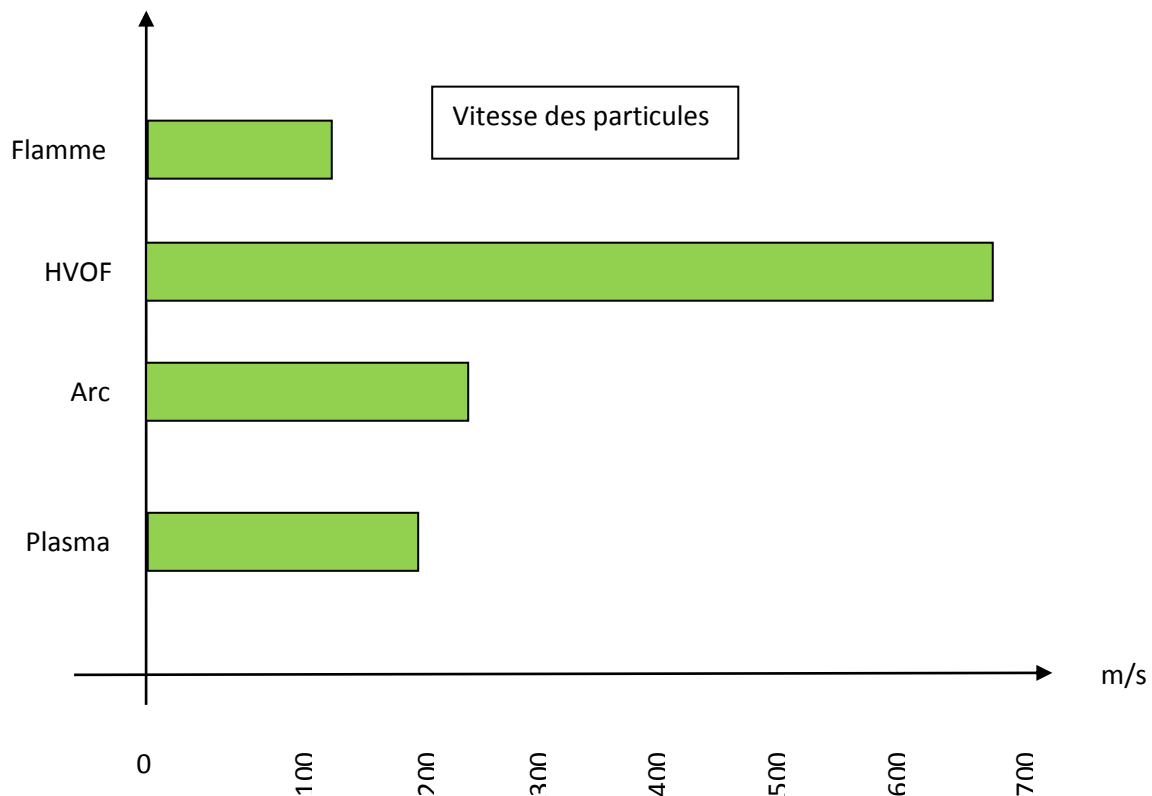


Figure 4 : Température d'utilisation et vitesse des particules des différents procédés de projection thermique [8]

4- Les dépôts

Tous les matériaux peuvent être projetés avec ces procédés, qu'ils soient tréfilables (sous forme de fil) ou non (sous forme de baguette), ou en poudre (sous forme de cordon). Ces différents conditionnements permettent des dépôts et des revêtements de toutes sortes avec la possibilité d'utiliser un pistolet à flamme-fil pour projeter des alliages auto fusibles. L'accrochage du dépôt sur le substrat se fait de façon mécanique et ou physico-chimique. Après une projection d'alliages auto fusibles, il est possible de refondre le dépôt afin de le lier métallurgiquement à son support. La figure 5 présente la structure typique d'un revêtement obtenu par projection thermique avec les principaux défauts que l'on peut rencontrer (porosités, oxydes, particules non fondues...).

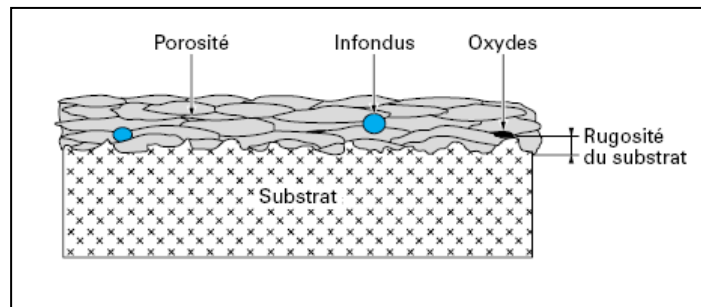


Figure 5 : Structure typique d'un revêtement obtenu par projection flamme fil [9]

5- Les utilisations

Ce procédé est assez répandu dans toutes les industries. Il permet de résoudre des problèmes d'abrasion, de corrosion, d'usure, d'isolation thermique ou électrique. Il est aussi bien employé pour traiter des pièces neuves que des pièces usées. C'est le procédé le plus utilisé en anticorrosion pour la projection de Zinc, de Zinc-Aluminium ou d'Aluminium, du molybdène....

6- L'installation de projection thermique à la flamme fil

L'installation de projection thermique à la flamme fil SULZER-METCO du complexe MEI M'Sila est partiellement automatisée (figure 6). Elle comprend les éléments principaux suivants:

- Une source de chaleur : une flamme oxy-acétylénique
- Un pistolet de projection dans laquelle sont réalisées les opérations de fusion du matériau projeté et d'acquisition d'énergie cinétique par les particules;
- Un dispositif de régulation et de contrôle de l'énergie calorifique (simples débitmètres pour une installation de base);
- Un dispositif d'alimentation en produit d'apport (la partie entrainement du fil)



Figure 6: Poste de projection thermique à la flamme en fil (MEI)

7- Paramètres de projection

Nous avons utilisé des conditions de projection différentes pour l'ensemble des dépôts :

Les paramètres de projection du fil de molybdène sont cités dans le tableau 2. Le seul paramètre qui est varié est la pression de l'oxygène. Les autres sont restés inchangés à savoir la pression théorique de l'acétylène, la pression d'air et la distance de projection.

Tableau 2 : Conditions de projection du molybdène

Echantillon	Pression d'oxygène	Pression d'acétylène	Pression d'air	Distance de projection
Echantillon (a)	4.0×10^5 Pa	2.8×10^5 Pa	3.4×10^5 Pa	150 mm
Echantillon (b)	4.62×10^5 Pa	2.8×10^5 Pa	3.4×10^5 Pa	150 mm
Echantillon (c)	5.0×10^5 Pa	2.8×10^5 Pa	3.4×10^5 Pa	150 mm

II.2- Préparation de la surface

Avant l'élaboration d'un revêtement, on est tenu à se pencher sur l'état de surface des substrats qui est un paramètre important ayant un impact significatif sur l'étalement des particules projetées. Des procédés de préparation de surface sont alors indispensables pour garantir une bonne adhérence entre le substrat et le dépôt. Des techniques de nettoyage et de modifications de surfaces, telles que le dégraissage chimique ou le sablage, sont généralement employés afin de générer un état de surface favorable à une bonne qualité interfaciale dépôt/substrat. Ces procédés permettent d'obtenir de bonnes valeurs d'adhérence d'une part, d'autre part ils présentent des inconvénients et peuvent notamment engendrer une fragilisation du matériau traité soit par attaque chimique (dégraissage), soit par détérioration mécanique (sablage). Il peut arriver également que les préparations de surface engendrent des défauts d'interface à partir desquelles des fissures peuvent apparaître et aboutir au décollement du dépôt.

La nature de cette préparation de surfaces dépend de l'objectif à atteindre. Il existe à cet effet plusieurs traitements de préparation mécaniques, chimiques ou électrolytiques permettant d'y parvenir [10].

II.2.1-Dégraissage

Le dégraissage est une étape préparatoire indispensable à une opération de traitement thermique ou de traitement de surface. Le procédé consiste à enlever les traces de graisse d'un autre élément [11].

Pour éliminer les graisses, il est possible de:

- les dissoudre en utilisant un solvant
- les transformer en savons solubles dans l'eau, en utilisant des produits comme de la soude, de la potasse ou des silicates de sodium
- les décoller et les empêcher de se redéposer, en utilisant des tensioactifs et ainsi former une émulsion

II.2.2- Sablage

Le sablage consiste à d'écaper une surface en projetant, à grande vitesse et sous haute pression, un abrasif à travers une buse (figure 7). Le sablage permet de d'écaper parfaitement, rénover, d'oxyder et préparer les surfaces pour des revêtements ultérieurs [12].

S'il y a une étape que l'on peut qualifier de très importante dans le processus de projection thermique, c'est bien la préparation du substrat. Tout comme tous les autres procédés de déposition ou de revêtements de surface comme le soudage, l'électro-plating, l'émaillage ou la peinture, une préparation non satisfaisante peut être pénalisante pour l'adhésion du revêtement sur son substrat.

A titre d'exemple dans le cas d'un substrat en aluminium ou l'un de ses alliages qui ont la particularité d'être recouverts d'une couche infime d'oxyde (Al_2O_3) très stable, cette dernière doit être détruite pour favoriser un bon accrochage du revêtement sur son substrat. Deux voies sont possibles, un traitement mécanique (sablage par exemple) ou un traitement physico-chimique, le revêtement devant être réalisé dans la continuité.

Pour tous les substrats, nous avons utilisés les mêmes paramètres de sablage, le tableau 3 présente la nature du sable utilisé à savoir:

Tableau 3 : Paramètres de projection du sable.

Nature de Matériau abrasif	Granulométrie (mm)	Pression de Sablage	Temps de sablage (mn/m)	Distance de sablage (mm)	Angle d'incidence de jet	Temps entre sablage et projection
Corindon	1.2	7 bars	600	10	30°	3 à 5 min



Figure7 : Poste de sablage (MEI)

Tableau 4 : Paramètres de projection du molybdène utilisant la flamme fil

Paramètres de la projection flamme-fil	
Métal d'apport Mo (%)	99.9
Diamètre du fil (mm)	3.175
Pression oxygène (Pa)	$4.0 \cdot 10^5 / 4.62 \cdot 10^5 / 5.0 \cdot 10^5$
Pression acétylène (Pa)	$2.8 \cdot 10^5$
Pression air (Pa)	$3.4 \cdot 10^5$
Distance buse-substrat (mm)	150

II.3- Influence des caractéristiques du procédé et des matériaux

Les différents mécanismes d'adhérence dépendent des caractéristiques des procédés et des techniques de projection, à savoir la vitesse de projection et la température des particules, mais ils dépendent également des paramètres intrinsèques aux matériaux tels que leur nature ou leurs dimensions (tableau 4).

Le paramètre le plus important parmi ceux cités ci-dessus est la vitesse des particules. Elles doivent survoler le parcours pistolet-substrat avec une vitesse suffisante, appelé vitesse critique, pour leur permettre de créer des liaisons avec le substrat, assurer un bon étalement et une bonne adhérence du revêtement final. La vitesse critique que doivent atteindre les particules dépend à son tour de la nature du matériau à projeter. Elle doit également ne pas dépasser une certaine valeur sous peine de voir non pas les particules adhérer au substrat mais l'éroder. En conséquence, si la force d'impact est trop importante, les forces de liaisons créées par les différents mécanismes physico-chimiques de fusion et de compactage ne seront pas suffisantes pour contrebalancer l'onde de choc générée par l'impact. La vitesse des particules est déterminée selon la forme de la buse du pistolet mais également par la pression, la température et la nature du gaz injecté. De façon évidente, plus l'écart de pression entre l'entrée et la sortie de la buse est important, plus la vitesse est grande (régime supersonique). Le même principe est applicable pour la température, plus le gaz est chaud, plus il est accéléré efficacement. La nature du gaz a aussi un effet sur la vitesse atteinte par les particules [13].

Les caractéristiques morphologiques des particules influent également sur les interactions, non seulement en cours du vol des particules mais également lors de l'impact. Pendant le vol l'entraînement des particules par le gaz varie suivant la forme des matériaux précurseurs. On a noté que pour des conditions identiques de projection, les particules sphériques qui sont donc aérodynamiques présentaient une vitesse plus faible que celles de particules à la morphologie plus complexe [14]. La taille de la matière projetée influe aussi sur les paramètres de projection qu'il faut

prendre en considération. Pour les particules de petite taille, la diffusion thermique lors de la déformation plastique est tellement rapide, du fait des gradients de température importants, que les instabilités de cisaillement ne peuvent pas se développer. Le taux de refroidissement du système est trop important ce qui inhibe les phénomènes susceptibles de favoriser l'adhérence des petites particules sur le substrat. C'est pour cette raison, les particules de petite taille doivent survoler avec une vitesse plus importante pour initier ces phénomènes et ainsi adhérer au substrat. La vitesse critique dépend donc de la taille des particules. Cet effet lié à la dimension des projectiles est surtout une caractéristique observable pour des matériaux possédant une conductivité thermique importante (pour le cuivre ou l'argent par exemple).

Il a été notamment observé que la déformabilité du matériau jouait un rôle important au niveau de l'adhérence. Les matériaux qui possèdent une grande zone plastique peuvent être projetés par Cold Spray relativement facilement car ils permettent d'obtenir une adhérence suffisante du dépôt sur le substrat.

Un autre paramètre qui influe sur la qualité de dépôt : la température de fusion du matériau des particules projetées [15] qui est un paramètre permettant d'assurer une bonne adhérence. Ainsi les matériaux possédant une température de fusion basse tels que le zinc, le bronze qui sont plus facile à projeter car, lors de l'impact, ils ont plus facilement tendance à fondre et ainsi créer des liaisons fortes avec le substrat. Cependant, du fait du temps d'interaction extrêmement court des phénomènes de déformations (de l'ordre de la centaine de microseconde pour le cisaillement adiabatique), les phénomènes de diffusion sont très limités.

D'autres propriétés mécaniques et morphologiques du substrat peuvent influencer l'ancrage des particules projetées. Des études antérieures sont menées sur cette relation entre le substrat et l'adhérence et qui ont montré que la dureté du substrat peut également participer pour garantir la bonne adhérence [16].

Les substrats qui possèdent une faible dureté (≤ 300 Hv) semblent plus adaptés à la projection Cold spray car ils imposent moins de contraintes aux particules lors de

l'impact ce qui limite les rebonds et favorise la création de liaison par déformation conjointe des particules et du substrat.

- De nombreux travaux ont été réalisés pour trouver la meilleure préparation relative au meilleur accrochage des revêtements sur leur substrat. Ce type de préparation correctement menée donne une très bonne adhérence et a l'avantage d'être réalisée directement dans la continuité de l'opération d'usinage de la pièce. Il s'agit de :
- La préparation par usinage : elle consiste à réaliser une forme de filetages sur la surface à traiter. La préparation avec une sous-couche d'accrochage. Dans la plupart des cas l'adhésion est mécanique (figure 8). Cependant avec certains matériaux comme le Nickel-Aluminium Ni5Al, l'Aluminium-bronze, l'accrochage avec la plupart des métaux est métallurgique, il est normalement supérieur à la cohésion du dépôt lui-même (des tests de traction conduisent à la décohésion dans le revêtement et non à l'interface dépôt-substrat). De part ces propriétés exceptionnelles, ces matériaux peuvent servir d'accrochage entre le revêtement final et le substrat.

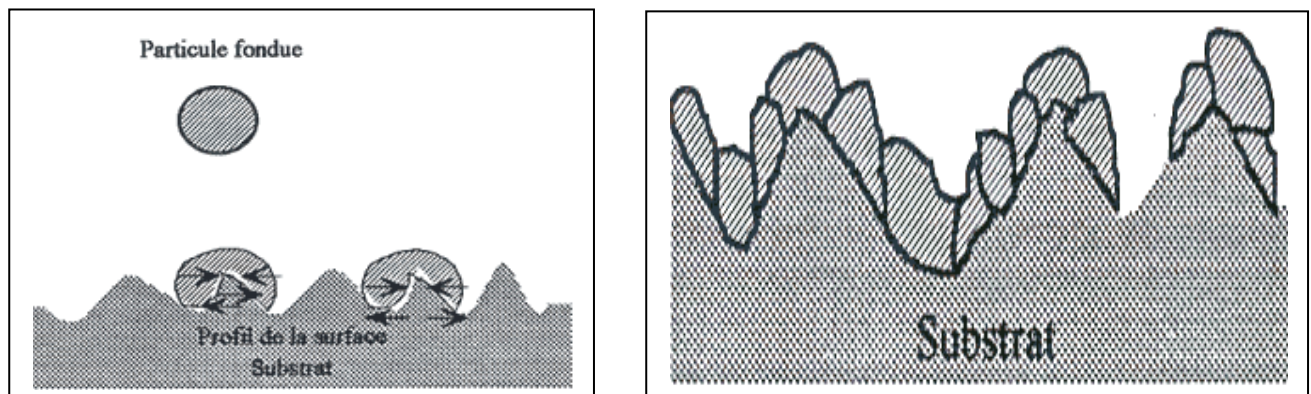


Figure 8 : Ancrage mécanique d'une particule fondue

II.4- Matériaux projetés

Auparavant les premiers matériaux projetés étaient des métaux ou des alliages métalliques. Avec l'évolution de la projection thermique et l'augmentation des températures, il est maintenant possible de projeter tous les matériaux (tableau 5) :

Chapitre II: Projection Thermique à la Flamme Fil

des carbures ou des céramiques. En principe, il est possible de projeter tous les matériaux à condition que leur température de fusion soit séparée de leur température de décomposition ou de vaporisation de 300 °C minimum [17].

Tableau 5: Différentes familles de matériaux utilisés en projection thermique et leurs caractéristiques [18]

	Matériaux	P. Flamme Fil
Adhérence (MPa)	Métaux ferreux	14
	Métaux non ferreux	21
	Oxydes	
	Carbures	
Densité (%) par rapport au Matériau massif	Métaux ferreux	90
	Métaux non ferreux	90
	Oxydes	
	Carbures	
Épaisseur maximale (mm)	Métaux ferreux	1.25 - 2.5
	Métaux non ferreux	1.25 - 5
	Oxydes	
	Carbures	
Épaisseur minimale (mm)		0.05

Le matériau d'apport est caractérisé par sa composition chimique, sa forme (poudre, fil, cordon, baguette, etc.), sa dimension (granulométrie des poudres, diamètre des fils) et son mode d'élaboration. La grande diversité des matériaux projetés permet une utilisation de la projection thermique dans de nombreux domaines d'application. Au couple « propriété recherchée et application finale du matériau support » correspond un matériau spécifique.

II.5- Le matériau de revêtement

La structure électronique du molybdène est la suivante : $(K)^2(L)^8(M)^{18}(N)^{11}(O)^1$ soit 42 électrons répartis dans les différentes couches.

Dans le tableau périodique, il est situé sur la **cinquième période** et dans la **sixième colonne** : il appartient à la famille des **métaux de transition**.

Le Molybdène a une électronégativité égale à 2,16 (à noter que l'élément le plus électronégatif est le Fluor avec une électronégativité égale à 3,98).

Il est présent dans la nature sous forme de minerai : la Molybdénite qui constitue la principale source de Molybdène. Sa principale application est son utilisation comme lubrifiant mécanique.

II.6- Propriétés recherchées

Le molybdène (Mo) est un matériau largement utilisé dans l'industrie de la pulvérisation thermique en raison de ses propriétés prometteuses en matière d'usure et de résistance au frottement. Par conséquent, un revêtement de molybdène est fabriqué dans lequel une plus grande dureté et un faible coefficient de frottement sont nécessaires pour compenser les mécanismes d'usure. Le molybdène est utilisé dans de nombreuses applications industrielles, à savoir : paliers, joints d'étanchéité et arbres, en tant que revêtement pour prévenir les dommages et la dégradation de la surface. Les revêtements de molybdène présentent une faible friction, une excellente résistance au glissement et à l'usure par rapport à l'acier trempé non revêtu. Les revêtements par projection thermique de molybdène et de ses alliages sont utilisés dans de nombreuses pièces automobiles en raison de leurs excellentes propriétés tribologiques.

Dans le passé le molybdène était déposé par la méthode de pulvérisation à la flamme en utilisant du fil ou de la poudre de Mo. La pulvérisation à la flamme est

une méthode de dépôt de revêtement largement utilisée dans la vaste catégorie de la projection thermique, dans laquelle le fil de molybdène est fondu à travers une flamme à haute température et l'air comprimé décompose le fil en fusion en plusieurs petits plots creux, ce qui entraîne la formation du revêtement. La pulvérisation de plasma est souvent utilisée pour déposer des revêtements de molybdène. Toutefois, certaines études récentes montrent que les revêtements de molybdène pulvérisés au plasma et autres techniques sont relativement doux, car leur microdureté se situe dans la plage de 300 - 500 HV, avec une porosité supérieure à 5% et une faible résistance à l'usure.

II.7- Différentes formes des matériaux

Les matériaux (tableau 6) se présentent dans le marché mondial sous différentes formes en fonction de leurs propriétés et du type de projection thermique adopté :

- La plupart des matériaux métalliques, sous condition qu'ils soient tréfilables, peuvent se présenter sous forme de fil. Ils seront commercialisés en bobines ou en couronne. C'est la forme la plus utilisée car mise en œuvre dans les procédés flamme et arc électrique ;
- Les céramiques non tréfilables se présentent sous forme de baguette de longueur 24 pouces ;
- Lorsque le matériau est non tréfilable, il peut se présenter sous forme de cordon souple: il est contenu dans une gaine organique qui sera éliminée à la fusion ;
- Le fil fourré consiste à garnir un feuillard métallique de poudre métallique selon 3 modes de fabrication : par étirage, plissage ou sertissage. La fabrication peut être complétée par un ébavurage et un traitement de bleuissage au four. Sous forme de bobine uniquement, il n'est utilisé que pour le procédé à l'arc électrique ;
- La poudre permet d'utiliser une plus grande diversité de matériaux et de composition. En fonction de la nature des matériaux, le procédé d'obtention de poudre est différent :

Chapitre II: Projection Thermique à la Flamme Fil

- L'atomisation permet, à partir de métal fondu, d'obtenir des poudres de métal pur ou d'alliage ;
- L'agglomération permet d'obtenir des poudres de carbures, de céramiques ou de composites, après mélange d'un liant et du (des)matériau(x) suivi d'une étape d'atomisation et de séchage ;
- Le frittage permet d'obtenir des carbures et des céramiques ;
- La fusion suivie d'un broyage permet d'obtenir des poudres de carbures.

Le choix du matériau se fait également en fonction du procédé de projection thermique mis en œuvre (Tableau 5) et en fonction du domaine d'utilisation (Tableau 6)

Tableau 6 : Matériaux sous différentes formes

Présentation	Matériaux
Fil métallique	argent, aciers au carbone, acier inoxydable, acier au manganèse, acier au molybdène, aluminium, bronze-aluminium, bronze-étain, cadmium, cuivre, étain, fer, laiton, molybdène , nickel, nickel-chrome, plomb, zinc, zinc-aluminium
Cordon souple	alumine, alumine-titane, cobalt-nickel-chrome-tungstène, fer-chrome-bore, fer-chrome-carbone, fer-nickel-chrome, nickel-aluminium-molybdène , nickel-chrome-aluminium, nickel-chrome-aluminium-molybdène , nickel-chrome-aluminium-yttrium, nickel-chrome-bore, nickel-chrome-fer, oxyde de chrome, oxyde de titane, zircone
Poudre métallique et réfractaire	acier inoxydable, aluminium, aluminure de nickel, alumine calcinée, alumine électro fondue, alumine-titane, borure de titane, bronze, chrome, cobalt, cuivre, fluorure de calcium, hydrure de zirconium, molybdène , nickel, titane, tungstène, carbure de chrome, carbure de niobium, carbure de titane, carbure de tungstène, carbure de zirconium, magnésie, nickel alumine, oxyde de chrome, oxyde de nickel, oxyde de titane, zircon, zircone

Tableau7: Caractéristique des revêtements obtenus par flamme fil

Procédé	Puissance (Kw)	Débit (Kg/h)	Adhésion (1 à10)	Cohésion (1 à6)	Taux d'oxydes	Rendement %
Flamme Fil	10 - 20	5 - 15	4	3	4-8	70

II.8- Le matériau de base

L'acier 42CrMo4 a été revêtu par le de molybdène utilisant la projection thermique à la flamme fil. Avant la projection, le substrat est dégraissé et sablé avec du carbure de silicium pour améliorer la morphologie de surface, ce qui augmenterait l'adhésion mécanique au revêtement. Des films de molybdène (d'une épaisseur de 2 mm) ont été déposés sur de l'acier 42CrMo4 en appliquant des conditions industrielles de projection à la flamme thermique en utilisant une pression d'air comme gaz vecteur (tableau 7). La pression d'oxygène est le paramètre principal de cette recherche.

II.9- Rénovation des vilebrequins

La MEI dispose des équipements et un parc machine lui permettant de traiter la maintenance des équipements industriels, la maintenance des groupes électrogènes, le soudage des métaux ferreux, le rechargement à la flamme fil, à la flamme poudre, les revêtements plasma, la rectification des pièces et d'organes mécaniques, , et des pièces moteurs de grand format .

Le vilebrequin est obtenu :

- par **forgeage** d'un acier faiblement allié(42CrMo4)
- puis par **tournage**

Il reçoit un traitement thermique lui donnant plus de résistance. Il est fait généralement d'une seule pièce. Il doit être parfaitement équilibré



Figure 9 : Vilebrequin avant la recharge des paliers

Rechargement et rectification de vilebrequin

Le vilebrequin est la pièce maîtresse du moteur, c'est lui avec les bielles qui transforment les mouvements rectilignes des pistons en un mouvement rotatif exploitable pour la propulsion du véhicule. La puissance déterminée en partie par le volume du moteur doit donc être rendue utilisable avec le minimum de pertes d'énergie possibles.

Contrôles métrologiques

Il y'a plusieurs contrôles à effectuer sur un vilebrequin pour s'assurer de son bon état. Tout commence par un lavage et un nettoyage minutieux avec du gazole ou un produit approprié afin de pouvoir faire un premier contrôle visuel. Ensuite on procède à un contrôle métrologique c'est-à-dire la prise de mesure des portées (bielles et paliers) pour vérifier la cote et déterminer le besoin de la recharge.

Nous effectuons également un contrôle de flèche afin de vérifier le bon alignement des portées de paliers. Enfin il est souvent nécessaire d'effectuer une radio (magnétoscopie) pour détecter les fissures surtout lorsque le vilebrequin a subi un échauffement suite à un manque de lubrification.

Le contrôle des cotes s'effectue avec :

- un palmer
- un comparateur à cadran
- et 2 "V" posés sur un marbre

de la façon suivante :

- posez les 2 V sur le marbre ; installez le vilebrequin pour que les paliers avant et arrière reposent sur les V
- placez le comparateur sur le marbre au contact du deuxième palier et faites tourner le vilebrequin pour vous assurer sa rectitude
- contrôlez ainsi successivement tous les paliers ; mesurez ensuite, avec le palmer, le diamètre des manetons et des paliers.
- comparez avec les cotes indiquées par le constructeur.

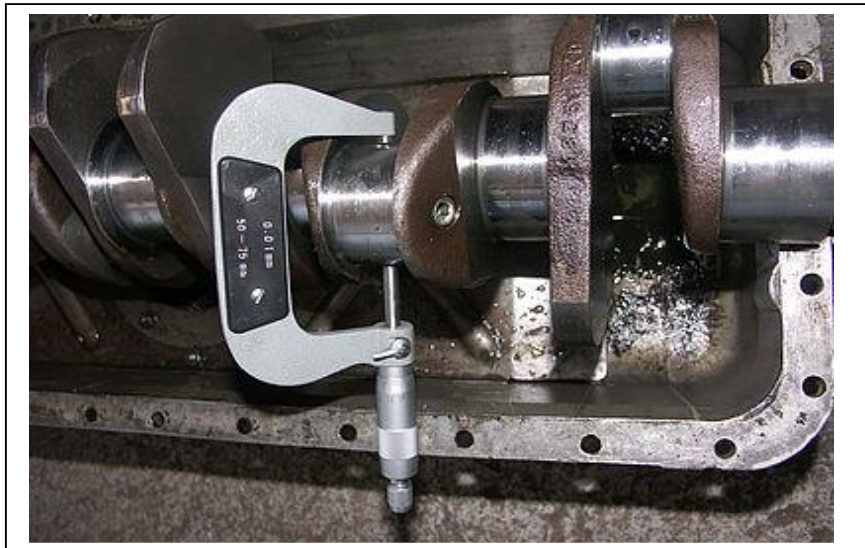


Figure 10 : Contrôle des paliers d'un vilebrequin

Recharge d'une portée

Sur les vilebrequins il est possible de faire recharger une portée ou plus afin de revenir à une cote initiale qui est la cote d'origine. Il existe 2 techniques d'apport de métal :

- ✓ la métallisation ou le revêtement à la flamme fil /poudre
- ✓ le dépôt électrolytique de chrome.

La métallisation (rechargement)

La MEI dispose du matériel nécessaire à la métallisation des pièces. La principale opération réalisée est la recharge de portées. La métallisation permet de retrouver la cote d'origine.

C'est une opération qui s'effectue par projection thermique dans une flamme à environ 3000 °C. Cette opération peut être effectuée à la MEI, elle peut être mise en œuvre principalement pour recharger un diamètre très usé ou endommagé.



Figure 11 : Opération de recharge d'une portée à la MEI M'sila

Rectification

Sur les vilebrequins après une recharge, il est nécessaire de faire une rectification de surface du vilebrequin afin de redonner l'état de surface recommandée à toutes les portées. On réalise aussi cette opération lorsqu'on modifie des manetons de bielles régulés pour les passer en coussinets minces.

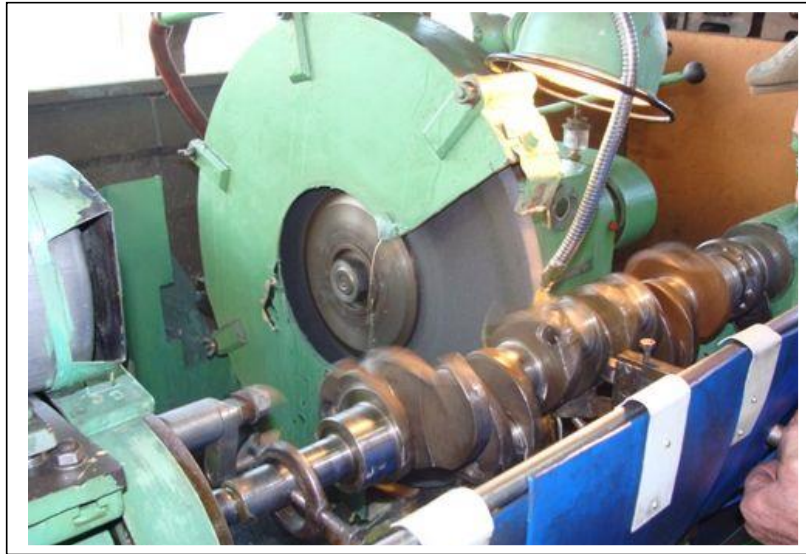


Figure 12: Rectification d'un vilebrequin dans les ateliers de la MEI M'sila

Références bibliographiques :

- [1] G.B éanger, H.Mazille. «Approche scientifique des surfaces et leurs traitements » Technique de l'ingénieur M1424-4
- [2] M.U.Schoop. «Improvements in or connected with the coating of surface with metal, applicable also for soldering or uniting metals and other materials »U.K, vol. 10, 2001.
- [3] R.W.Smith, R.Novak. «Advances and applications in U.S. thermal spray technology »Technology and materials, powder metallurgy international, vol.23, 1991.
- [4]] C.W.Smith. «The basic principles of spraying » Science and technology of surface coating.262-270, 1974.
- [5] R.H.Unger. «Comparison of thermal spray bond coats »Thermal spray: advances in coating technology.. Proceedings of the national thermal spray conference.14-17, 1987.
- [6] D.Sokolov. «Contribution au développement de la projection thermique à très faible pression » 2011.
- [7] S.Audisio, M.Caillet, A.Galerie, H.Mazille. «Rev êtement et traitement de surface, fonctionnalit és, durabilit é proc éés »489-496,1999.
- [8] SultzerMetco Spray World: «all about thermal spray technology »CD Rom, 1998.
- [9] A.Proner. «Rev êtement par projection thermique » .Techniques de l'ingénieur M 1645, 1999.
- [10] J.R.Davis. Ed. Handbook of thermal spray technology, ASM International, Materials Park , Ohio, USA, 2004.
- [11] M.Loch, G.Barbezat. «Characteristics and potential application of thermally sprayed thin film coating » Thermal spray. Ed. Berndt C.C, ASM International. Materials Park OH, USA, 2000.
- [12] C.Coddet, G.Barbezat, P.Fauchais, G.Montavon. «Projection thermique et rev êtement épais, proc éés, qualit é environnement »Ecole Th ématique du CNRS, presse polytechnique .467-477,1998.
- [13] S.Audisio, M.Caillet, A.Galerie, H.Mazille. «Rev êtement et traitement de surface » Presse polytechnique Lausanne, 1998.
- [14] L.Li, B.Kharas, H.Zhang, S.Sampath. Mater.Sci.Eng., 35-42,2007.
- [15] Y.Gao, X.Xu, Z.Yan, G.Xin.Surf.Coat.Technol., 198-193, 2002.
- [16] S.Deshpande, S.Sampath, H.Zhang.Surf.Coat.Technol., 5395-5406,2006.
- [17] J.Cognard, « Science et technologie du collage » PPUR presses polytechniques, 2000.
- [18] J. M. Dorlot, J. P. Bailon. «Des mat ériaux » Editeur Presses Internationales Polytechnique, 2000.

chapitre III

Méthodes Expérimentales et Techniques de Caractérisation

Chapitre III : Méthodes expérimentales et techniques de caractérisation

III.1. Le matériau de revêtement

Le **Molybdène** est un élément chimique métallique solide, de symbole atomique Mo, de numéro atomique $Z = 42$ et de masse molaire $M = 95.94$ g/mol. C'est un métal classé parmi les métaux de transition (figure 1).

42	95.94
Mo Molybdène	
Métaux de transition	
[Kr] 4d ⁵ 5s ¹	

Figure 1 : Propriétés atomiques du Molybdène

III.2. Le matériau de base : le substrat

Le substrat est en acier 42CrMo4, sa composition chimique est donnée dans le tableau 1, il correspond à l'acier hypoeutectoïde composé d'une grande quantité de perlite. Un acier hypoeutectoïde est un acier dont la teneur en carbone est inférieure à 0.8%. Il est constitué de ferrite (α) et de perlite ($\alpha + \text{Fe}_3\text{C}$). La perlite se présente sous forme de lamelles aux joints de grains de la ferrite.

De faibles additions de chrome et de molybdène sont ajoutées à l'acier, elles réduisent le pourcentage de la ferrite et augmentent la teneur en perlite. L'affinité du carbone au chrome et au molybdène favorise la formation de la cémentite.

Cet acier est un acier faiblement allié et aucun des éléments d'addition ajoutés ne dépasse 5% en masse, la désignation normalisée de ce type d'acier est la suivante :

42 Cr Mo 4

42: 0,42 % de C

Cr, Mo éléments d'addition en ordre décroissant

4: 4 = 1% de Cr

Table 1. Composition chimique (% en poids) du métal de base (42CrMo4).

C	Cr	Mo	Mn	Si	P	S
0.42	0.90	0.4	0.15	0.40	0.035	0.035

L'acier 42CrMo4 a été revêtu de molybdène par projection thermique à la flamme (figure 2). Avant la projection, le substrat est dégraissé et sablé avec du carbure de silicium pour améliorer la morphologie de surface, ce qui augmenterait l'adhésion mécanique du revêtement. Des films de molybdène (d'une épaisseur de 2 mm) ont été déposés sur de l'acier 42CrMo4 en appliquant des conditions industrielles de projection à la flamme thermique (tableau 2) utilisant une pression d'air comme gaz vecteur. La pression d'oxygène est le paramètre principal de cette recherche.

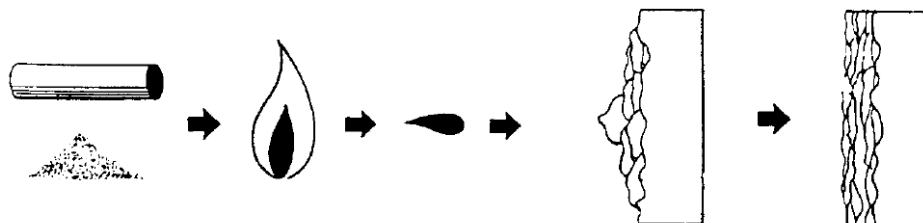


Figure 2. . Représentation schématique du procédé de projection à la flamme / fil ou /poudre

Table 2. Conditions de projection thermique à la flamme.

Paramètre	Valeurs
pression d'Oxygène	4×10^5 Pa, 4.62×10^5 Pa and 5.0×10^5 Pa
Pression d'acétylène	2.8×10^5 Pa
Pression d'air	3.4×10^5 Pa
Distance de projection	150 mm
Angle de projection	90°

III.3. Techniques d'analyses:

Avant d'accéder à toute analyse structurale, observations morphologiques ou essais mécaniques, les échantillons doivent subir une préparation métallographique.

III.3.1. Préparation métallographique :

Pour obtenir une surface polie prête pour toute caractérisation, il faut suivre les étapes suivantes :

1. tronçonnage
2. enrobage
3. pré polissage avec du papier abrasif à base de carbure de silicium de différentes granulométrie allant du N°120 au N°5000.
4. Polissage de finition qui se réalise avec une pate diamantée sur un drap en velours.

III.3.2. Caractérisation de la microstructure

La microstructure et les analyses chimiques quantitatives des échantillons ont été effectuées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (Tescan Easy Probes avec EDX Bruker) (figure 3) équipé d'un spectroscope à dispersion d'énergie (EDS).

L'évaluation quantitative de la porosité à l'intérieur du revêtement a été réalisée à l'aide d'un logiciel d'analyse d'image gratuit (ImageJ, <https://www.up-4.net/1230.qjj8zxfb>) (figure 4).



Figure 3 : Microscope électronique à balayage (Tescan Easy Probes avec EDX Bruker)

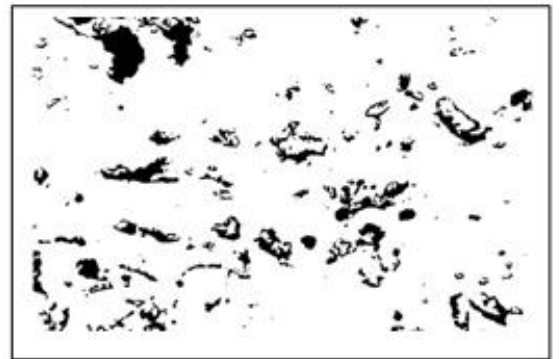
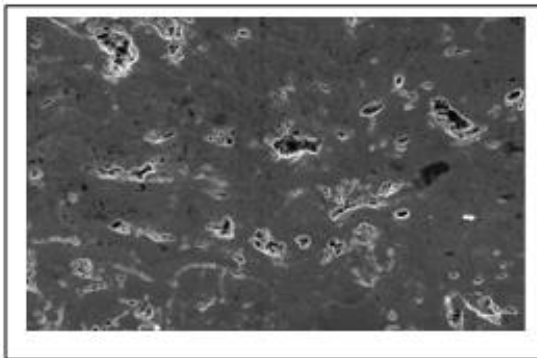


Figure 4 : Image typique des pores résultant de l'application de cette méthode sur certaines microstructures sélectionnées.

a/ Le microscope électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB) (ou SEM Scanning Electron Microscope) est un appareil, pouvant fournir rapidement des informations sur la

morphologie et la composition chimique d'un objet solide. Son utilisation est courante en biologie, chimie, métallurgie, médecine, géologie... Les premiers appareils ont été mis au point dans les années 40 mais les premiers appareils commerciaux ont été disponibles vers le milieu des années 60.

Le microscope électronique à balayage est couplé à un système de microanalyse (EDX).

Un MEB utilise un faisceau d'électron à la place des photons utilisés dans un microscope optique. Ceci permet de résoudre les deux inconvénients de la source lumineuse. La longueur d'onde du faisceau électronique est 100000 fois plus faible que celle de la lumière, et d'autre part l'ouverture de ce faisceau est très faible. Il en résulte que les appareils modernes permettent des grossissements jusqu'à 100 000 fois sur la plupart des matériaux solides tout en conservant une profondeur de champ compatible avec l'observation de surfaces tourmentées.

Fonctionnement d'un MEB

Principe du microscope

Un microscope électronique à balayage se compose de (figure 5):

- Une colonne optique électronique montée sur la chambre échantillon
- Un circuit de pompage pour l'obtention d'un vide secondaire
- Des détecteurs permettant de capter les différents signaux émis par l'échantillon
- Un écran vidéo pour l'observation des images
- Une électronique pour gérer l'ensemble des fonctions

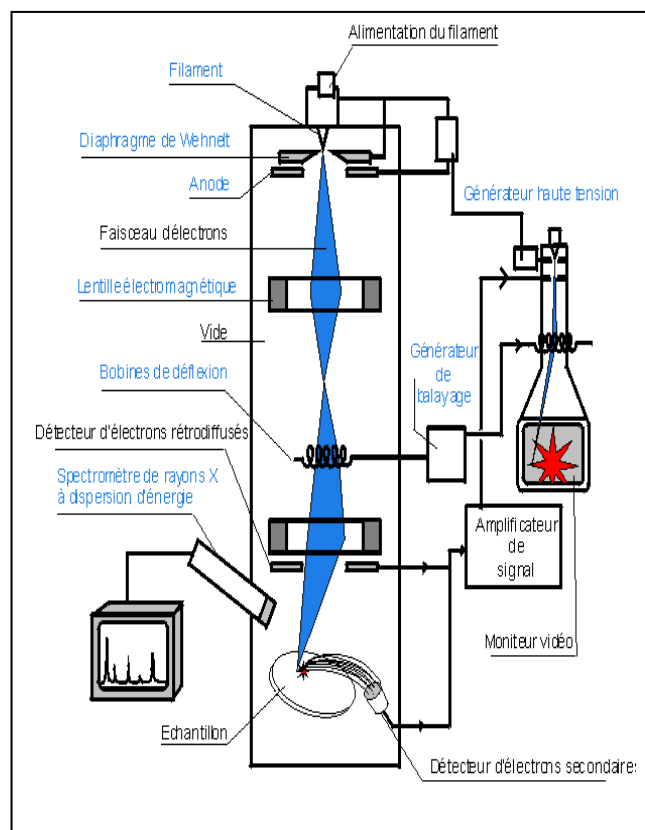


Figure 5 : Composition d'un MEB

Il s'établit alors une correspondance entre la quantité de signal produite par un point de l'échantillon et la brillance de l'élément de l'image vidéo correspondant à ce point.

Caractérisation de la composition chimique des surfaces

Microanalyse couplée au microscope électronique à balayage (MEB/EDX)

La spectrométrie à dispersion d'énergie (EDX) couplée au MEB permet la détermination de la composition chimique de la surface examinée (charges ou éléments minéraux/métalliques présents dans les polymères, ainsi que leur gradient). Elle consiste à analyser les rayons X générés par un échantillon placé sous le faisceau d'électrons du microscope électronique à balayage (MEB). Le rayonnement émis lors de l'interaction entre les rayons x et les matières de

l'échantillon est retranscrits sous forme de spectre, où apparaissent des pics d'intensité variable, caractéristiques des éléments métalliques ou minéraux en présence.

III.3.3. Caractérisation par les analyses DRX

La production des rayons X se fait généralement suivant le même procédé que celui utilisé en imagerie médicale (figure 8). Des électrons arrachés à un filament de tungstène chauffé électriquement sont accélérés sous l'effet d'un champ électrique intense (tension de 50 kV) pour bombarder une anode (ou anticathode) faite de matériaux différents selon les applications visées. Les rayons X sont émis par l'anode selon deux mécanismes.

Les deux métaux couramment utilisés pour l'anode sont le cuivre, qui produit des rayons X de longueur d'onde $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ et le molybdène, $\lambda = 0,709 \text{ \AA}$. Pour avoir une diffraction optimale, il faut utiliser un rayonnement de longueur d'onde du même ordre de grandeur que la taille du réseau, ici l'espace interatomique. C'est pourquoi les sources à base de molybdène sont adaptées à la résolution de structure sur monocristal de petites molécules. On utilise le cuivre dans le cas des macromolécules (comme une protéine) et pour les analyses de poudres car il permet une meilleure séparation des taches de diffraction. Une autre source de rayonnement X est le synchrotron. En effet toute particule chargée en mouvement émet un rayonnement électromagnétique continu (le rayonnement synchrotron) couvrant une large gamme de fréquence de l'ultraviolet lointain au rayon X. L'intensité du rayonnement synchrotron dépasse largement celle des autres sources. L'usage d'un tel instrument est réservé aux cas les plus difficiles, pour mettre en évidence des détails très fins ou pour caractériser des cristaux aux dimensions très faibles (de l'ordre de la dizaine de micromètre).

La loi de Bragg

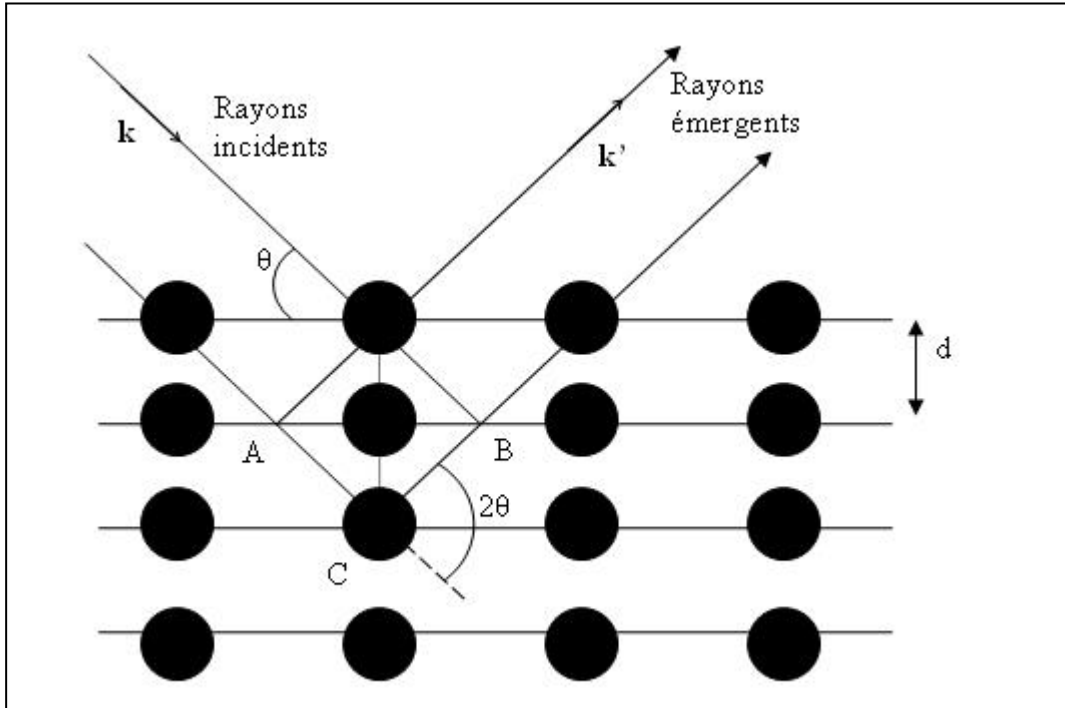


Figure 6 : Coupe de *plans réticulaires* passant par les centres des atomes, espacés d'une distance d

Un cristal peut être vu comme la répétition périodique tridimensionnelle d'éléments (atomes ou molécules), appelés nœuds, repérés par des disques noirs sur la figure 6. Le schéma représente une coupe de *plans réticulaires* passant par les centres de ces éléments, espacés d'une distance d . L'angle θ (angle de Bragg) détermine l'incidence d'un faisceau parallèle de rayons X sur ces plans réticulaires. Notez que θ est le complémentaire de l'angle d'incidence usuel en optique. La différence de chemin optique entre les deux rayons lumineux particuliers représentés vaut $AC + CB = 2d \sin\theta$. Ils interfèrent de manière constructive lorsque la différence de marche est égale à un nombre entier p de longueur d'onde. C'est la loi de Bragg :

$$2d \sin \theta = p\lambda$$

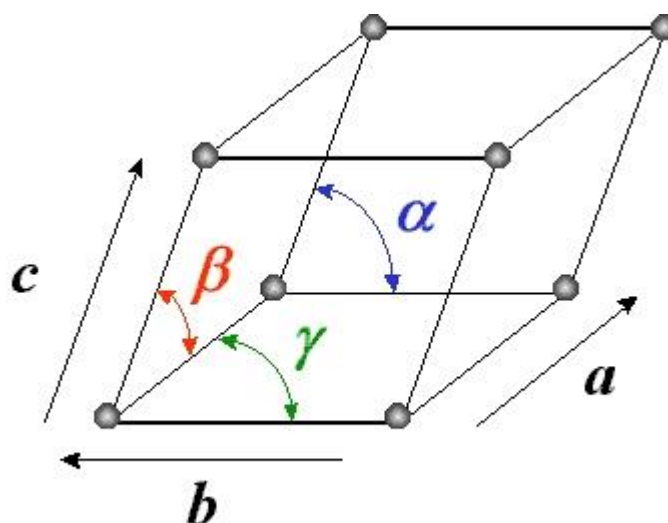


Figure7 : Maille cristalline ($a, b, c, \alpha, \beta, \gamma$)

C'est ce qu'expriment les conditions de diffraction de Laue :

$$\begin{aligned}\vec{K} \cdot \vec{a} &= h \\ \vec{K} \cdot \vec{b} &= k \\ \vec{K} \cdot \vec{c} &= l\end{aligned}$$

Expérimentalement, la position des pics de diffraction observés nous permet de déterminer les vecteurs du réseau réciproque et donc de décrire la maille cristalline (figure 7).

Identification de phases

C'est l'application la plus courante de la diffraction des rayons X sur poudre. Une fois le diagramme obtenu, on compare les positions et les intensités des pics observés avec ceux de la base de données PDF (Powder Diffraction File) de l'ICDD (International Centre for Diffraction Data) qui contient plus de 600.000 diagrammes de référence. On peut ainsi rapidement vérifier un résultat de synthèse (bonne phase cristalline, présence d'impuretés,...) ou confirmer que l'on a obtenu un nouveau composé.



Figure 8 : Diffractomètre D8 Advance/ Bruker

III.3.4. Caractérisation de la microdureté

Toutes les mesures de microdureté dans les phases des aciers étudiés dans ce travail sont effectuées avec un microduromètre Mitutoyo (figure 9), en appliquant une charge 50 g pendant 15 s.



Figure 9 : Microduromètre Vickers

La dureté d'un matériau est la résistance qu'il oppose à la pénétration d'un autre corps plus dur. Ces corps durs appelés pénétrateurs ont des formes de pointe différentes telles que la pyramide à base carrée pour la microdureté Vickers ou une bille pour la microdureté Brinell ou Meyer. Le principe de mesure de dureté est basé sur le principe d'une pression en d'autres termes : l'application d'une force F (charge) sur une surface plane S d'un échantillon. Il est nécessaire d'avoir une épaisseur suffisante, au moins huit fois la profondeur h , afin que la pénétration ne déforme le matériau. La dureté est définie comme étant :

$$H = F/S$$

Le pénétrateur du microduromètre Vickers est une pyramide à base carrée d'angle au sommet égal à 136° , la forme de l'empreinte est donc de forme carrée. Nous mesurons les deux diagonales d_1 et d_2 qui seront utilisées dans le calcul de la dureté (figure 10).

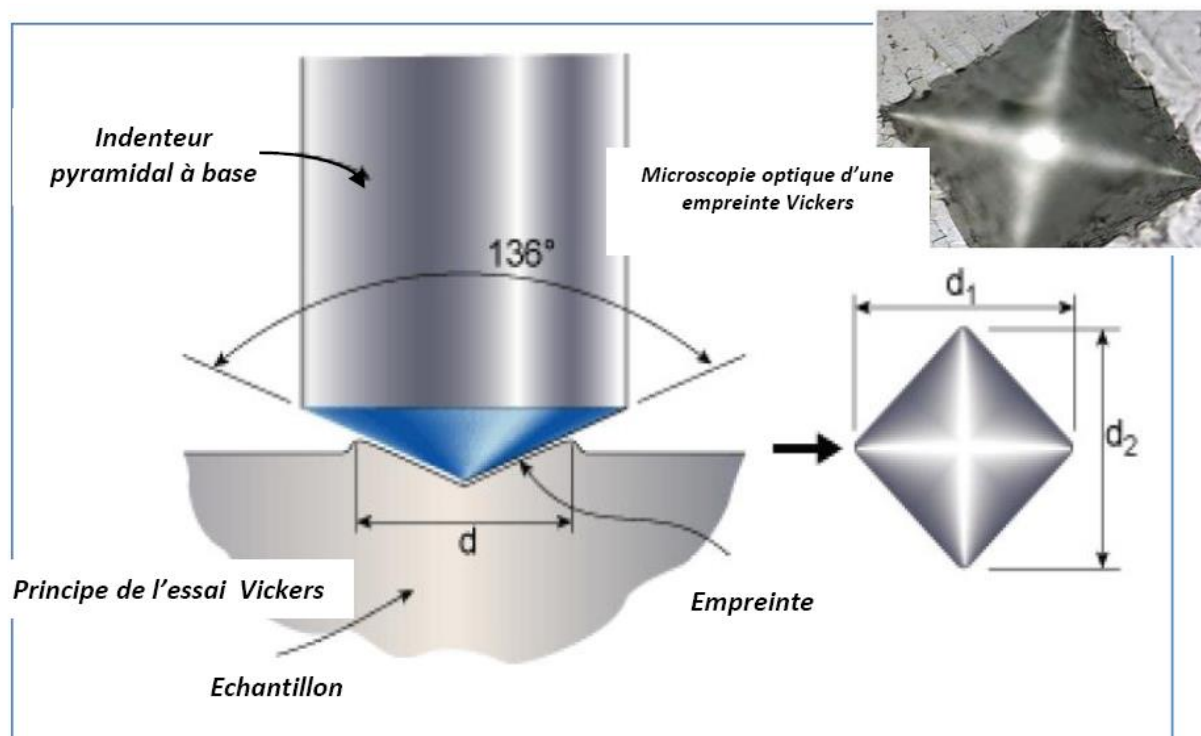


Figure 10 : Principe de l'essai Vickers

La dureté Vickers Hv est donnée par la relation suivante :

$$Hv = 1.189.P / d^2 \quad [N]$$

III.3.5. Caractérisation de l'adhérence

Un test de flexion à quatre points a été utilisé pour caractériser l'adhérence du revêtement au substrat, utilisant la machine d'essai de traction ZwickRoell Z100 (figure 11). Une vitesse de déplacement de 0,5 mm / min est imposée sur les supports internes. La figure 12 présente la configuration appliquée lors d'un test de flexion à quatre points.



Figure 11: Machine d'essai de traction Zwick Roell Z100
utilisée en flexion 4 points

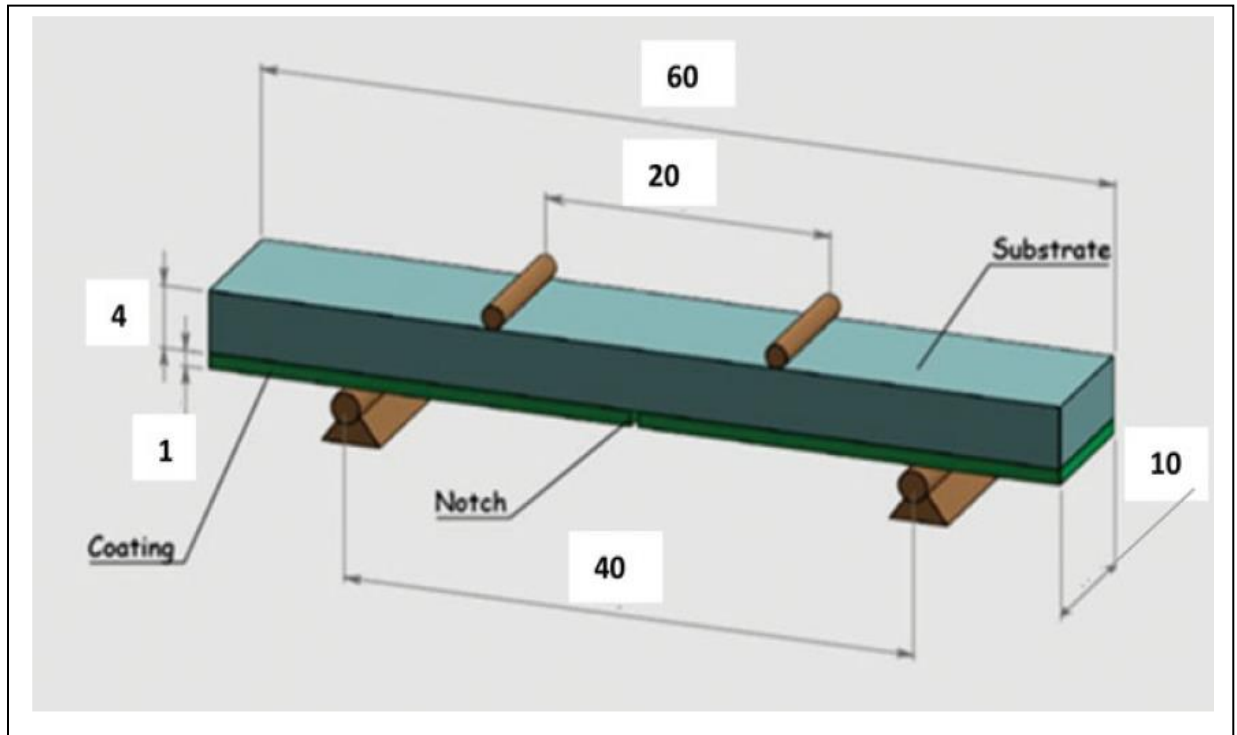


Figure 12 : Configuration appliquée lors du test de flexion à quatre points.

Mesure de l'adhérence.

L'adhérence du revêtement au substrat est assurée en utilisant les essais de la flexion 4 points [8,9]. Précédemment aux essais, une entaille est réalisée dans le revêtement (figure 12,13). Cette entaille usinée dans le revêtement est centrée au milieu des éprouvettes pour assurer la symétrie du système. Au cours des essais les échantillons subissent une flexion conduisant à l'apparition (initiation) d'une fissure au niveau de l'entaille, sa croissance se propage le long de l'interface revêtement/substrat. Pendant cette progression de la fissure, la charge demeure constante (figure 14). La déformation du substrat est élastique, le taux de rejets d'énergie de cette charge au niveau du palier est calculé en utilisant l'expression analytique d'Euler-Bernoulli (1).

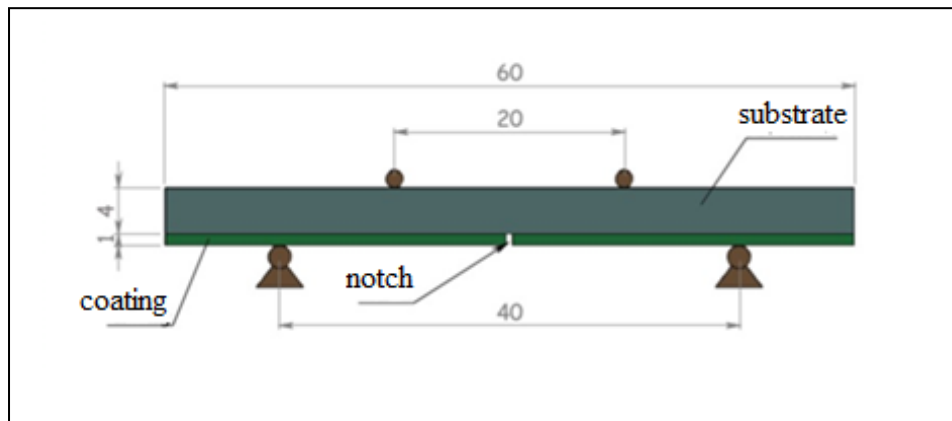


Figure 13 : Schéma d'un spécimen soumis à une flexion 4 points

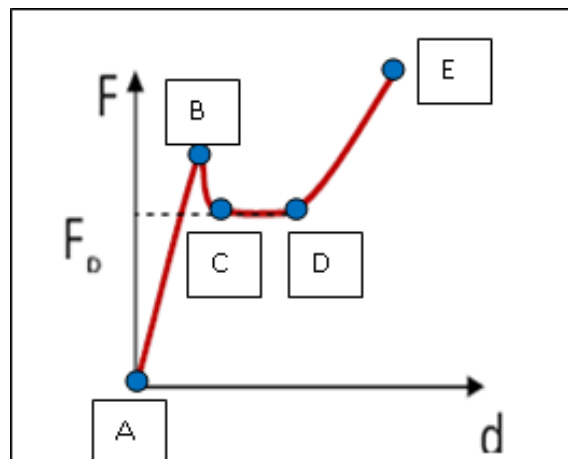


Figure 14 : Courbe de charge caractéristique d'une flexion 4 points

La figure 14 illustre une courbe de charge caractéristique d'une flexion 4 points qui donne l'évolution de la force en fonction du déplacement des appuis.

- ✓ La première étape AB est l'étape de la courbe correspond au chargement de l'échantillon en énergie élastique. La force augmente jusqu'à atteindre un pic qui correspond à l'amorçage de la fissure.
- ✓ On observe ensuite la deuxième étape BC qui correspond à une relaxation de la force. Celle-ci diminue jusqu'à une valeur plateau F_p correspondant à la propagation stable de la fissure à l'interface.
- ✓ Cet état stationnaire qui correspond à l'étape CD va durer le temps que la fissure parvienne aux appuis intérieurs.

- ✓ Ensuite on observe l'étape DE où la fissure ne progresse plus. L'augmentation de la force sur la courbe correspond alors à la flexion du substrat.

L'énergie d'adhérence de l'interface peut être déterminée à partir de la valeur plateau de la force F_p qui correspond au régime stationnaire de propagation de la fissure.

$$G_c = \frac{3F_p^2 L^2 (1-\nu_s^2)}{2E_s h^3 b^2} \left[\frac{1}{\left(\frac{h_s}{h}\right)^3} - \frac{\eta}{\left(\frac{h_c}{h}\right)^3 + \eta \left(\frac{h_s}{h}\right)^3} + \frac{3\eta h_c h_s}{h^2 \left(\frac{h_c}{h} + \eta \frac{h_s}{h}\right)} \right]$$

Où :

G_c : l'énergie d'adhérence en J/m²

F_p : la valeur de la charge du plateau en N.

L : la distance entre les appuis extérieurs et intérieurs d'un seul coté en mm.

ν_s : le coefficient de poisson.

E_s : le module de Young du substrat en N.mm⁻².

h_s : hauteur du substrat en mm.

h_c : hauteur du revêtement en mm.

h : la hauteur totale en mm. ($h=h_s+h_c$)

b : la largeur du spécimen en mm.

η : un paramètre non dimensionnel, avec :

$$\eta = \frac{E_s(1-\nu_c^2)}{E_c(1-\nu_s^2)}$$

Le montage de la flexion 4 points utilisé est un montage guidé, dont les entraxes sont réglables. Les entraxes intérieurs et extérieurs des appuis sont respectivement fixés à $l = 20$ mm et $L = 40$ mm. Les deux appuis supérieurs se déplacent à une vitesse constante. Les éprouvettes sont parallélépipédiques de dimension $60 \times 10 \times 5$ mm³ (figure 12,13).

III-3-6. Modélisation numérique de la flexion quatre points

De multiples méthodes numériques employant les éléments finis sont développées afin de rendre compte des mécanismes de fissuration au sein d'une structure. Une présentation succincte de ces différentes approches sera réalisée en prenant soin de distinguer les approches globales et les approches locales. L'accent sera mis sur les modèles de zones cohésives qui constituent la méthode numérique qui semble la plus appropriée.

Les approches globales sont basées sur la mécanique de la rupture dans les milieux continus. Ils s'appuient généralement sur des paramètres énergétiques, tels que le taux de restitution de l'énergie afin de prédire la propagation de fissure. Parmi les plus fréquemment rencontrées : la méthode des éléments finis et le XFEM (Extend Finit Element Method).

La méthode des éléments finis est basée sur le calcul de la variation d'énergie élastique, restituée et définie en pointe de fissure, lors de l'avancée infinitésimale de fissure. Cette méthode demande un maillage fin en pointe de fissure, afin de décrire convenablement le champ de contraintes et de déformation. Un maillage raffiné en pointe de fissure dit en « toile d'araignée » suffit.

L'avantage de cette méthode est qu'elle permet une prédiction correcte du trajet de fissuration, sans avoir recours à des méthodes de remaillage ou à un maillage très fin.

La méthode globale est généralement simple d'application, elle permet de modéliser la phase de propagation de la fissure sur la base de critères énergétiques. Plusieurs auteurs ont proposé un modèle cohésif adoucissant en combinaison avec les éléments finis. Pour analyser la propagation de fissure dans les matériaux, ils introduisent les concepts d'énergie de rupture G , définie comme la valeur maximale de la contrainte en pointe de fissure pour laquelle la fissure s'amorce. Cette loi cohésive est approximée par une loi pour l'étude des polymères et des métaux.

Plus récemment, les modèles cohésifs ont été employés pour l'étude du délaminage des revêtements sur leurs substrats. Les techniques les plus souvent rencontrées sont :

- la modélisation dynamique qui permet de résoudre les problèmes posés et qui consiste à transformer le surplus d'énergie stocké en énergie cinétique.
- la régularisation visqueuse qui consiste à dissiper une partie de l'énergie élastique stockée en énergie visqueuse afin d'assurer l'unicité de la solution.

La principale problématique de l'emploi du modèle de zones cohésives est la détermination des paramètres de la loi cohésive. Il s'avère que les paramètres clés des modèles de zones cohésives sont la contrainte critique et le taux de restitution de l'énergie. Il existe des méthodologies couplant expérimentation et modélisation afin de calibrer un ou plusieurs paramètres de la loi cohésive. Les paramètres sont généralement calibrés numériquement pour rendre compte du comportement expérimental de l'interface.

Par ailleurs, le mécanisme principal à l'origine de l'adhésion des revêtements est l'ancrage mécanique qui nécessite d'être accompagné d'une bonne mouillabilité, donc une attention particulière sur l'état des interfaces des matériaux sera apportée.

Les essais d'adhérence les plus couramment utilisés dans la littérature sont exposés au chapitre 2. Les domaines d'application, la nature des revêtements et substrats, les épaisseurs caractéristiques et les adaptations éventuelles de ces essais sont spécifiés afin de permettre le choix le plus approprié à l'étude des revêtements. Trois éprouvettes entaillées et constituées de revêtements projetés par flamme fil, sur des substrats en acier 42 CrMo4 sont retenues pour l'étude de l'adhérence.

Tableau 3 : Epreuves préparées pour les essais de flexion 4 points

Epreuve (a) revêtue avec une pression d'oxygène de :	$4.0 \times 10^5 \text{ Pa}$
Epreuve (b) revêtue avec une pression d'oxygène de :	$4.62 \times 10^5 \text{ Pa}$
Epreuve (c) revêtue avec une pression d'oxygène de :	$5.0 \times 10^5 \text{ Pa}$

Les éprouvettes sont décrites d'un point de vue macroscopique (géométrique) comme suite :

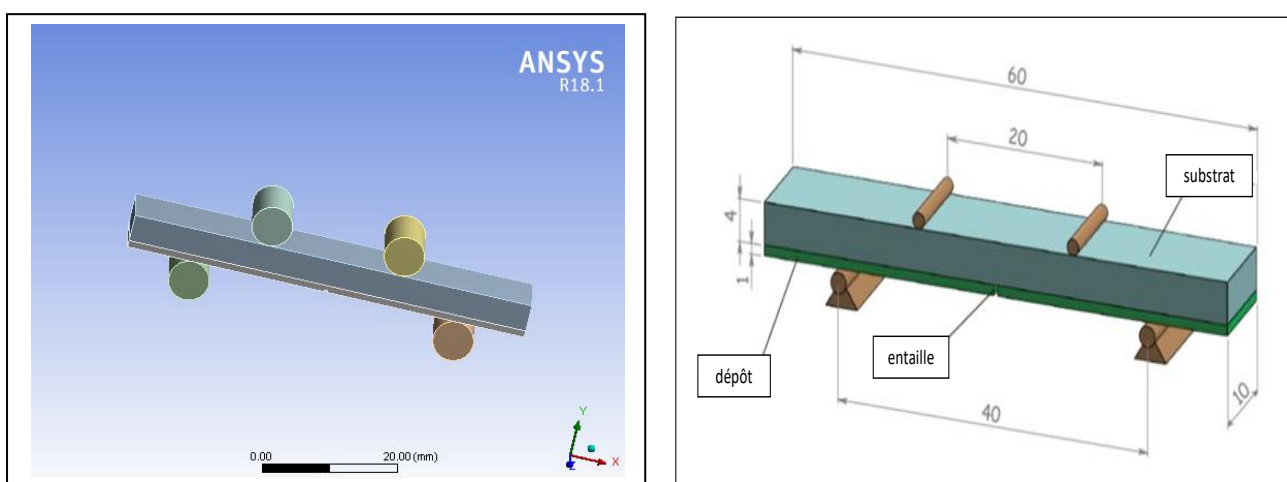


Figure 15: Géométrie des éprouvettes

Comportement des dépôts d'épaisseur 1 mm

Des essais de flexion 4 points ont été réalisés sur des éprouvettes revêtues en molybdène d'épaisseur de 1 mm et de largeur $b = 10$ mm, la vitesse de déplacement de la traverse machine est imposée à 0.5 mm/min. Les courbes de flexion en fonction de la déformation mettent en évidence un comportement non linéaire du matériau et l'évolution de la contrainte jusqu'à la rupture fragile.

Dans le cas de la flexion 4 points, avec montage guidé un déplacement vertical est imposé au niveau des points de référence des appuis internes, les autres degrés de liberté étant bloqués. Les appuis externes se voient attribuer une condition d'encastrement. Compte tenu des symétries de l'essai de flexion 4 points avec propagation symétrique de fissure inter faciale, une demie éprouvette seulement est modélisée.

Gestion des contacts

La modélisation de certains essais d'adhérence nécessite la mise en place des contacts entre les montages expérimentaux et les éprouvettes. Dans le cas de la flexion 4 points, les appuis externes et internes sont modélisés par des cylindres supposés infiniment rigides. Le contact tangentiel est supposé sans effet de friction et le contact normal à la surface de l'éprouvette est supposé « hard contact ». La surface considérée comme la surface maîtresse est toujours celle impliquant le solide rigide et la surface esclave sera celle de l'éprouvette déformable.

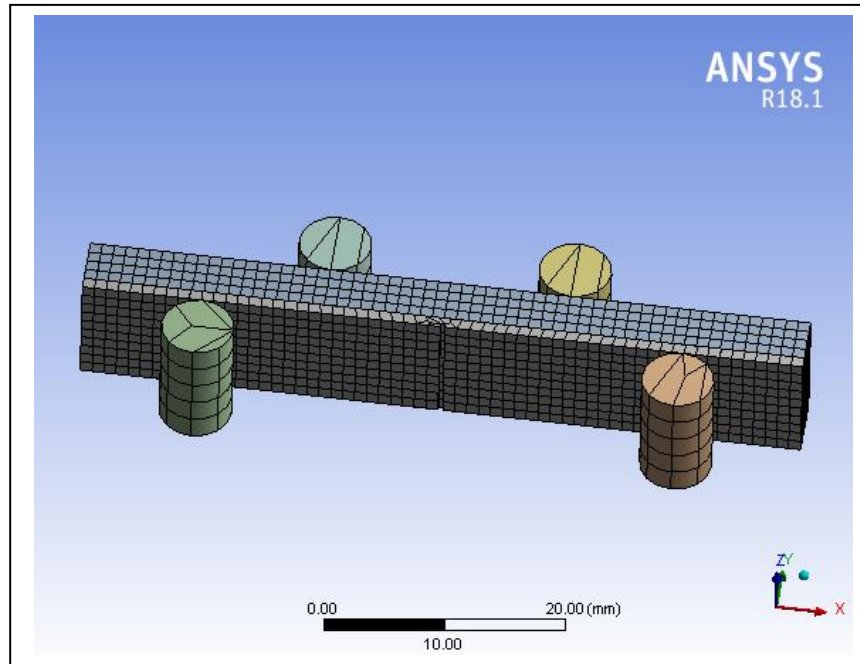


Figure 16 : Maillage des éprouvettes et des contacts internes et externes

Procédure expérimentale de tribologie

Le tribomètre utilisé pour les essais a été réalisé au laboratoire de génie mécanique de l'université de Bebb Ezzouar, en configuration pion –disque ses caractéristiques sont les suivantes :

- Vitesse de glissement : 0.1 à 1.5 m/s.
- Charge normale : 10 à 1000 N.

Les paramètres retenus pour les essais sont une vitesse de 0.1 m/s et une charge normale de 55 N correspondant à l'application industrielle recherchée. L'ensemble des essais a été effectué sans lubrification dans l'air du laboratoire pour une durée nominale d'essai comprise entre 50 min et 2 h selon l'étude.

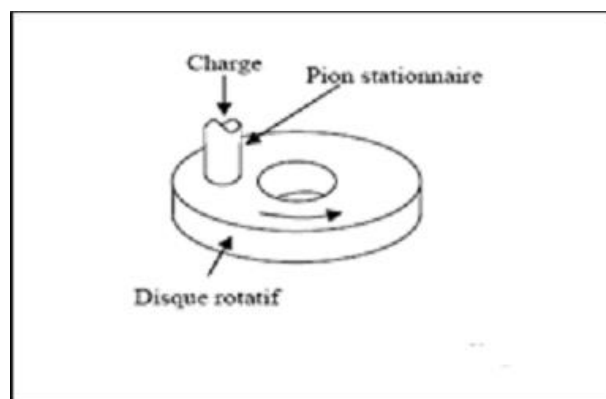


Figure 17 : Configuration pion-disque

La machine s'agence autour de deux mandrins coaxiaux verticaux supportant les échantillons. Chaque mandrin est prolongé par un arbre, guidé dans une broche. Les paliers de la broche inférieure assurent une liaison pivot entre l'arbre et le bâti, ceux de la broche supérieure assurent une liaison pivot glissant qui permet la transmission de la charge normale. Le maintien des échantillons est effectué par deux tirants coaxiaux aux broches, débouchant aux extrémités des arbres. Les dépôts sont réalisés sur des disques en alumine, dont l'arrêt en rotation est obtenu par deux méplats. Le pion à face frottante est en molybdène chargé sur un acier 42CrMo4. Les formes de la tête du tirant et du pion permettent l'arrêt de ce dernier en translation et en rotation.

Trois paramètres peuvent être enregistrés en continu :

1. Le coefficient de frottement

Il est déduit de l'effort normal N et de l'effort tangentiel T . Le couple de frottement est mesuré par l'intermédiaire de deux capteurs de flexion disposés par rapport à l'axe de la machine. L'effort tangentiel transmis à l'échantillon est calculé en tenant compte du rayon moyen de la piste de frottement. F et F' sont les forces reçues par les capteurs de flexion : a est le bras du levier correspondant à F et F' ; b est le rayon moyen de frottement et T est l'effort tangentiel (figure 16).

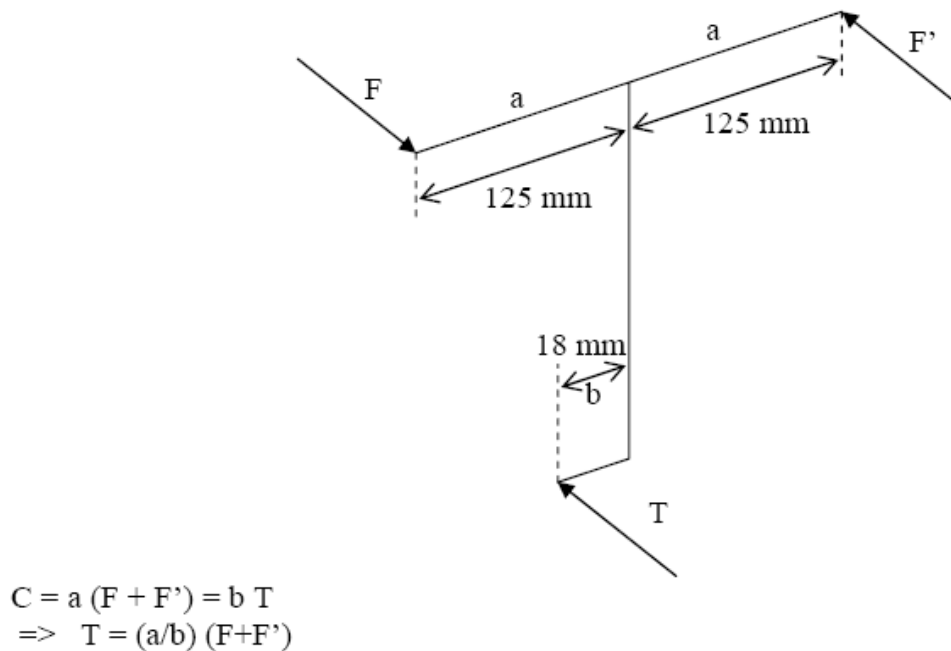


Figure 18 : Schéma de principe d'un tribomètre

L'effort normal N est enregistré par un capteur de force à jauges d'extensomètre de type peson intercalé entre le poids et le levier. D'où finalement : $f = T/N$

2. Le déplacement vertical des échantillons

L'enregistrement du déplacement vertical des échantillons est assuré par un capteur inductif de déplacement positionné entre l'arbre supérieur et le bâti.

3. La température de la surface de contact

Outre la mesure de la température destinée à la régulation du four, un thermocouple soudé sur le côté du pion permet de suivre l'évolution de la température à proximité de la surface de contact.

L'ensemble des capteurs est connecté à une platine d'amplification de mesure multivoies. Pour chacune des voies, il est possible de calibrer les capteurs et de filtrer numériquement le signal. Après traitement, le signal est dirigé vers un

ordinateur où un logiciel d'acquisition dédié permet l'enregistrement du déplacement et de la température ainsi que le calcul du coefficient de frottement. Les calculs prenant en compte les constantes géométriques de la machine sont faits au niveau du logiciel.

Modélisation du problème de contact pion-disque par ANSYS Workbench 13

Le code d'éléments finis ANSYS Workbench est un environnement de calcul et de simulation autorisant l'accès à toutes les techniques de calcul par éléments finis, parmi ses points forts, le renforcement des capacités de simulation multi-physique. C'est un logiciel qui contient une multitude de calcul, fluide, structure, géométrie et maillage par éléments finis.

Ce code est utilisé dans cette étude pour modéliser le contact sec glissant entre les antagonistes, les pions en matériaux de friction le molybdène au nombre de trois éprouvettes et le disque en alumine Al_2O_3 .

Ce code possède des algorithmes de gestion du contact avec frottement basés sur la méthode de multiplicateurs de Lagrange, ou la méthode de pénalisation. La méthode de multiplicateurs de Lagrange est une série itérative des mises à jour de la méthode de pénalité pour trouver les multiplicateurs de Lagrange. Par rapport à la méthode de pénalité, le procédé de multiplicateurs de Lagrange conduit généralement à un meilleur conditionnement et il est moins sensible à l'amplitude du coefficient de raideur de contact.

Les caractéristiques physiques et thermiques des matériaux du disque et des pions utilisés dans cette étude sont citées dans le second chapitre de cette thèse. Afin de mieux appréhender le comportement tribologique, on a utilisé dans cette étude numérique les coefficients de frottement mesurés. La méthode des multiplicateurs de Lagrange a été utilisée pour évaluer le contact sec frottant entre le disque et le pion.

Étapes de modélisation sur ANSYS Workbench

Pour commencer l'étude, on a crée la géométrie qui représente le disque et le pion sur le modulateur de génération de la géométrie sur ANSYS Workbench. Puis on a procédé au maillage de l'ensemble. Le code de calcul ANSYS Workbench effectue un maillage automatique (par défaut). Si on aurait besoin de le raffiner, on doit intervenir dans le changement des paramètres choisis par défaut. Après génération de maillage on introduit les conditions aux limites appliquées sur le couple pion-disque, puis on procède au calcul. Les figures 19,20 et 21 montrent les étapes essentielles pour la modélisation sur ANSYS Workbench.

Vue les difficultés d'évaluation expérimentale des caractéristiques mécaniques et physiques des matériaux de friction, on était contraint d'utiliser les caractéristiques existantes dans la littérature. Le tableau 4 récapitule les caractéristiques mécaniques et physiques appliquées dans cette étude.

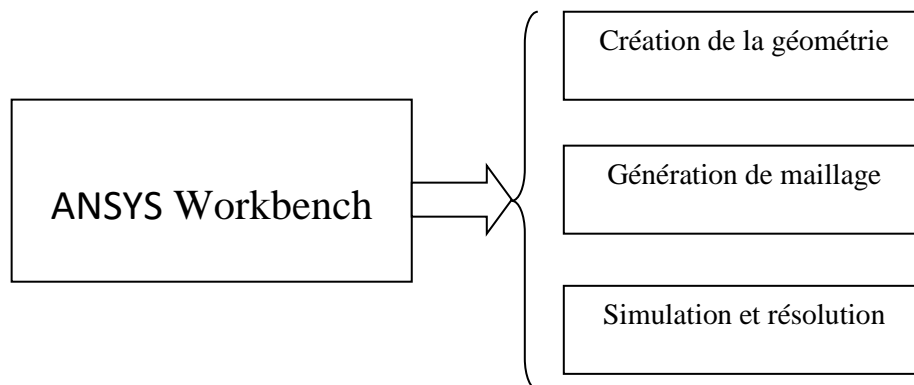


Figure 19 : Démarches de la modélisation sur ANSYS Workbench

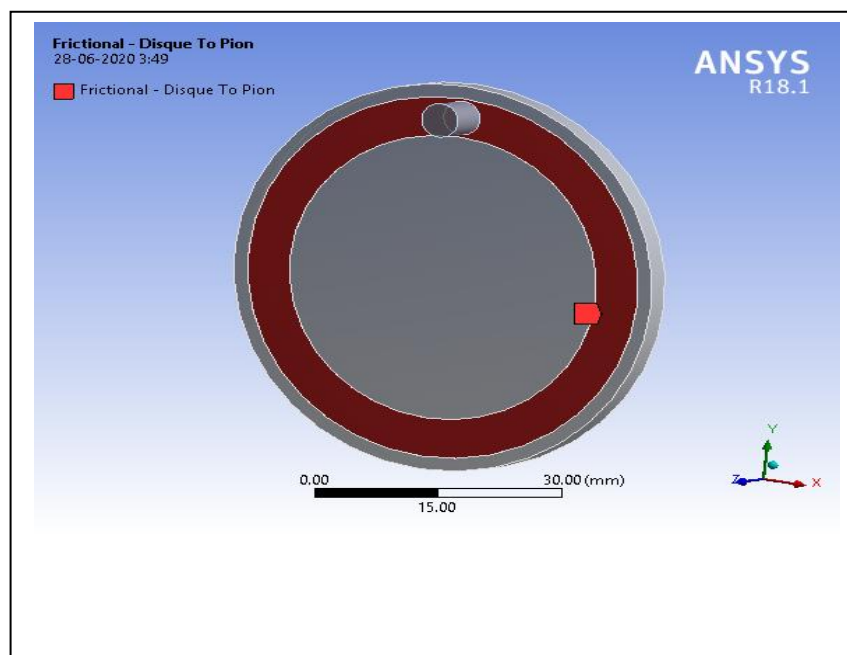


Figure 20: Création de la géométrie

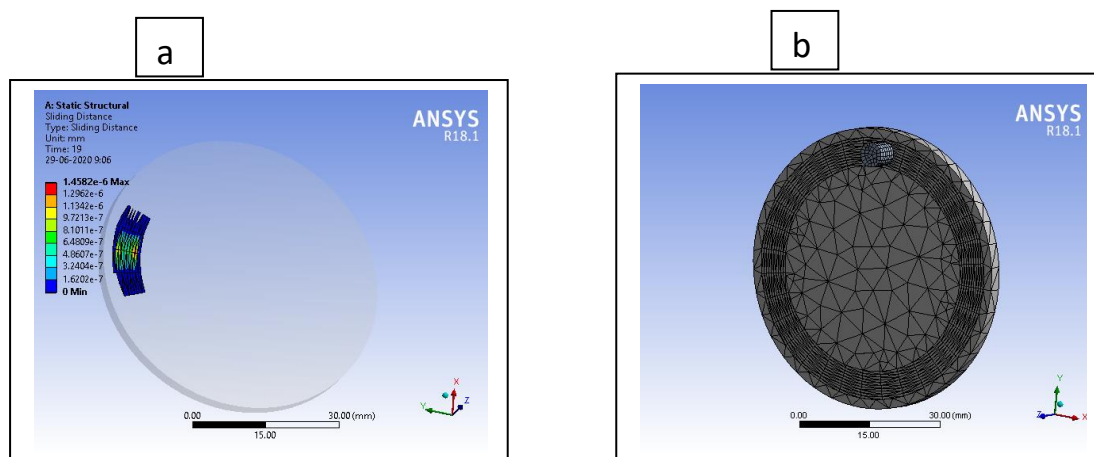


Figure 21: Etapes de modélisation sur ANSYS Workbench :

(a) résolution ; b) maillage

Tableau 4 : Caractéristiques du matériau de friction (pion)

Caractéristiques	Matériau de friction (pion)
Masse volumique	10.22 g/cm ³ (20)
Module d'élasticité	320 GPa (20)
Conductivité thermique	142 w/m.k (20)
Capacité thermique	0.25 j/g.k (20)
Dilatation thermique	5.1×10^{-6} k ⁻¹ (0.100)

La figure 22 montre les conditions aux limites appliquées dans l'étude numérique du contact sec glissant : la force appliquée sur la surface supérieure du pion, la rotation du disque et la surface inférieure du disque étant considérée comme support sans frottement.

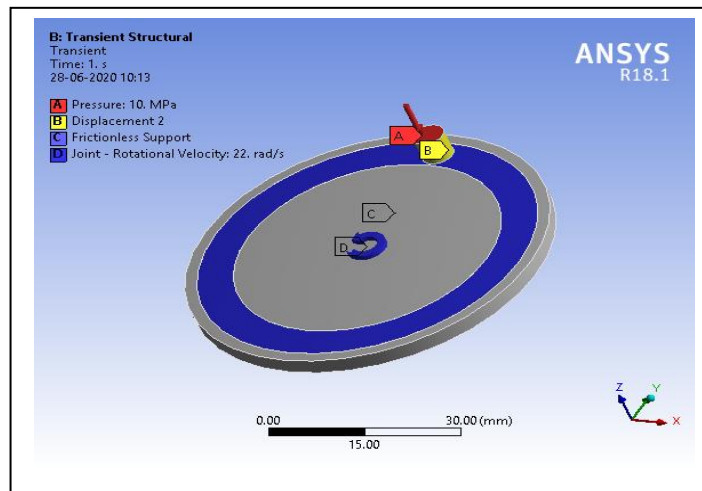


Figure 22: Conditions aux limites appliquées sur le couple disque-pion en contact sec glissant

chapitre IV

Résultats et interprétations

Chapitre IV : Résultats et interprétations

Introduction :

Les revêtements de molybdène pulvérisé à la flamme sont très durs et présentent un bon comportement tribologique. Ils sont largement utilisés dans l'industrie automobile, le papier ou l'industrie pétrolière, car ils améliorent la dureté, la résistance à l'usure, la résistance à la corrosion et la résistance aux températures élevées.

Dans ce chapitre l'étude s'intéresse à l'effet de la pression d'oxygène sur la microstructure et aux propriétés mécaniques du revêtement de Mo déposé sur l'acier 42CrMo4 par la technique de projection à la flamme fil. Les résultats obtenus des différentes caractérisations seront discutés et exploités pour extraire les informations suffisantes qui nous permettent d'expliquer les modifications structurales et mécaniques observées et enregistrées.

4.1. Observation de la microstructure

La microstructure du métal de base (substrat) est présentée à la figure 1, elle correspond à l'acier hypoeutectoïde ferrito-perlitique composé d'une grande quantité de perlite.

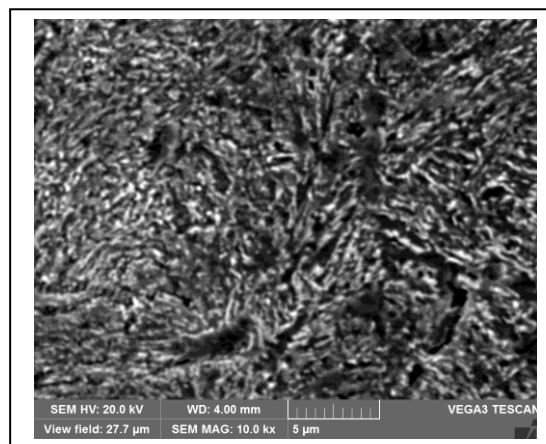


Figure 1 : Microstructure du métal de base

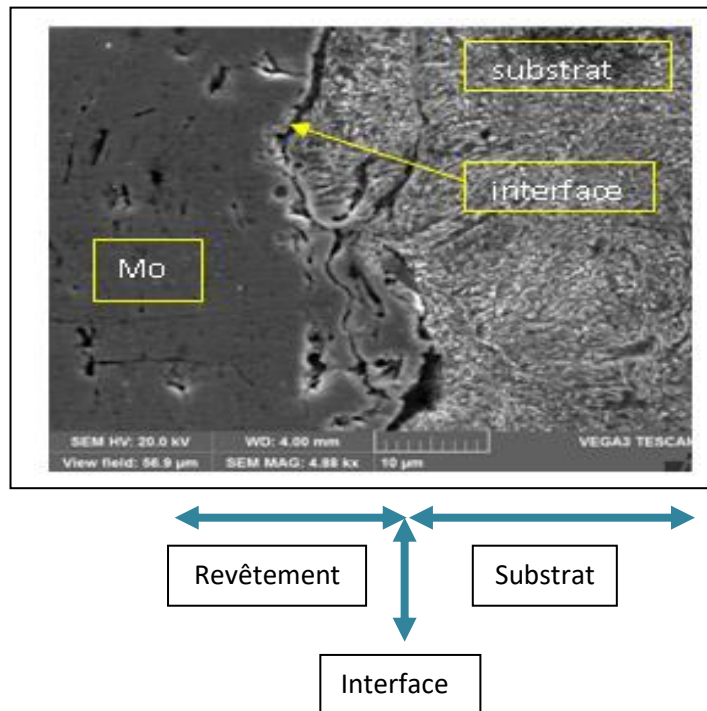


Figure 2: Coupe transversale d'un revêtement/substrat

On observe 3 zones distinctes dans la coupe transversale de l'échantillon revêtu en molybdène. Ces zones sont (figure 2) :

- le substrat en acier
- le revêtement en molybdène
- la zone de liaison : interface (zone intermédiaire)

Au cœur **du substrat** la microstructure est ferrito-perlitique avec des lamelles de ferrite et de cémentite. Au niveau de la zone qui est plus proche de l'interface on remarque une légère perte de la forme lamellaire. Cette transformation morphologique est due à l'effet de la chaleur élevée lors de la projection thermique par flamme fil. Le substrat est en acier faiblement allié (42CrMo4) caractérisé par une dureté de 225 Hv.

La **zone de revêtement** est composée essentiellement de molybdène qui est à structure lamellaire caractéristique d'un revêtement par projection thermique par flamme fil. Le dépôt est composé d'une certaine quantité de porosité de type ouvert

et fermé. Ce dépôt adhère au substrat par l'intermédiaire d'une **zone de liaison** qui est l'interface. L'épaisseur de cette zone est variable.

Après avoir analysé les zones de contact entre le substrat et les revêtements à l'aide du MEB (figure 2), on peut constater que les revêtements présentent une bonne adhésion et que l'interface est bien définie, bien que les coefficients de diffusion de l'acier et du molybdène soient différents. D'après la coupe transversale, on peut noter que les revêtements et le substrat s'interpénètrent dans la zone rugueuse. La pureté particulière de contact de surface favorise la génération de microsoudures entre les revêtements et le substrat, ce qui améliore à son tour l'adhérence.

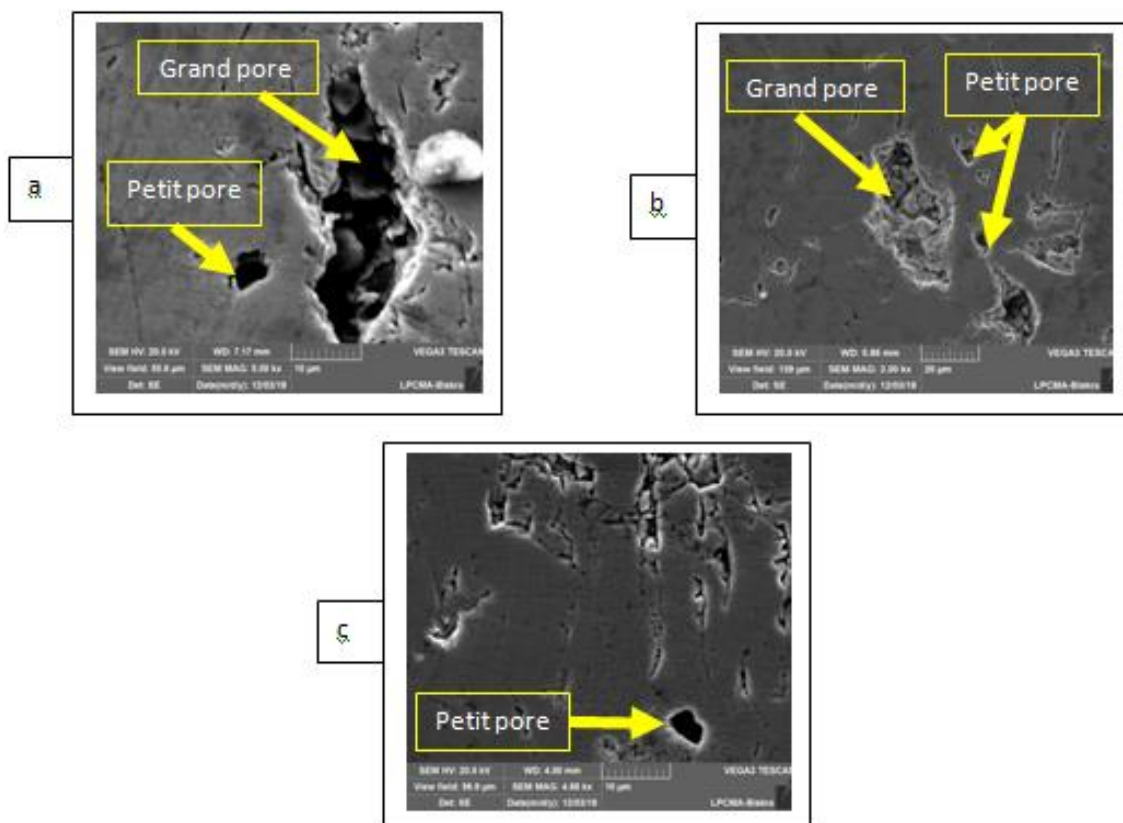


Figure 3 : Coupe transversale des échantillons : taille des pores

(a) revêt. 4.0×10^5 Pa ; (b) revêt. 4.6×10^5 Pa ; (c) revêt. 5.0×10^5 Pa.

La figure 3 présente une zone typique à partir d'une coupe transversale de revêtement et du substrat, certains pores sont visibles sous forme de zones très sombres, mais les revêtements ont généralement une structure plus ou moins dense. Les grands pores situés entre les gouttelettes aplaties proviennent principalement de la porosité due au gaz, tandis que la porosité due au retrait après solidification produit les petits pores.

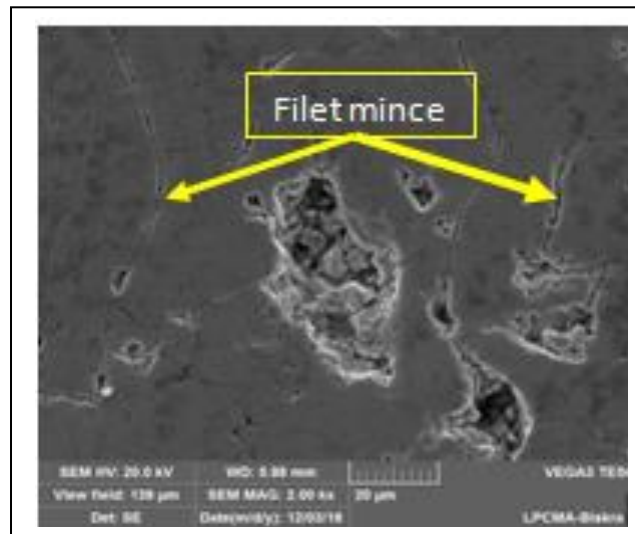


Figure 4: Coupe transversale d'un échantillon : filets minces

Des filets minces à contraste gris (figure 4) ont été observés aux limites des inters plats, ils correspondent à des phases d'oxydes telles que : Cr_2O_5 , Cr_8O_{21} , MoO_3 , et Fe_2O_3 . Les résultats sont confirmés par les analyses DRX (figure 11 page 125).

La figure 5 présente les microstructures des coupes transversales de l'acier revêtu après utilisation de différentes pressions d'oxygène. Tout d'abord, ces micrographies révèlent une interface parfaite entre le revêtement et le substrat. De plus, quelques pores sont observés dans ces échantillons revêtus. En général, la porosité est liée à la procédure de projection thermique, à la température et à la vitesse moyenne atteinte par les particules lorsqu'elles entrent en contact avec le substrat froid (Fig.5a, 5b, 5c).

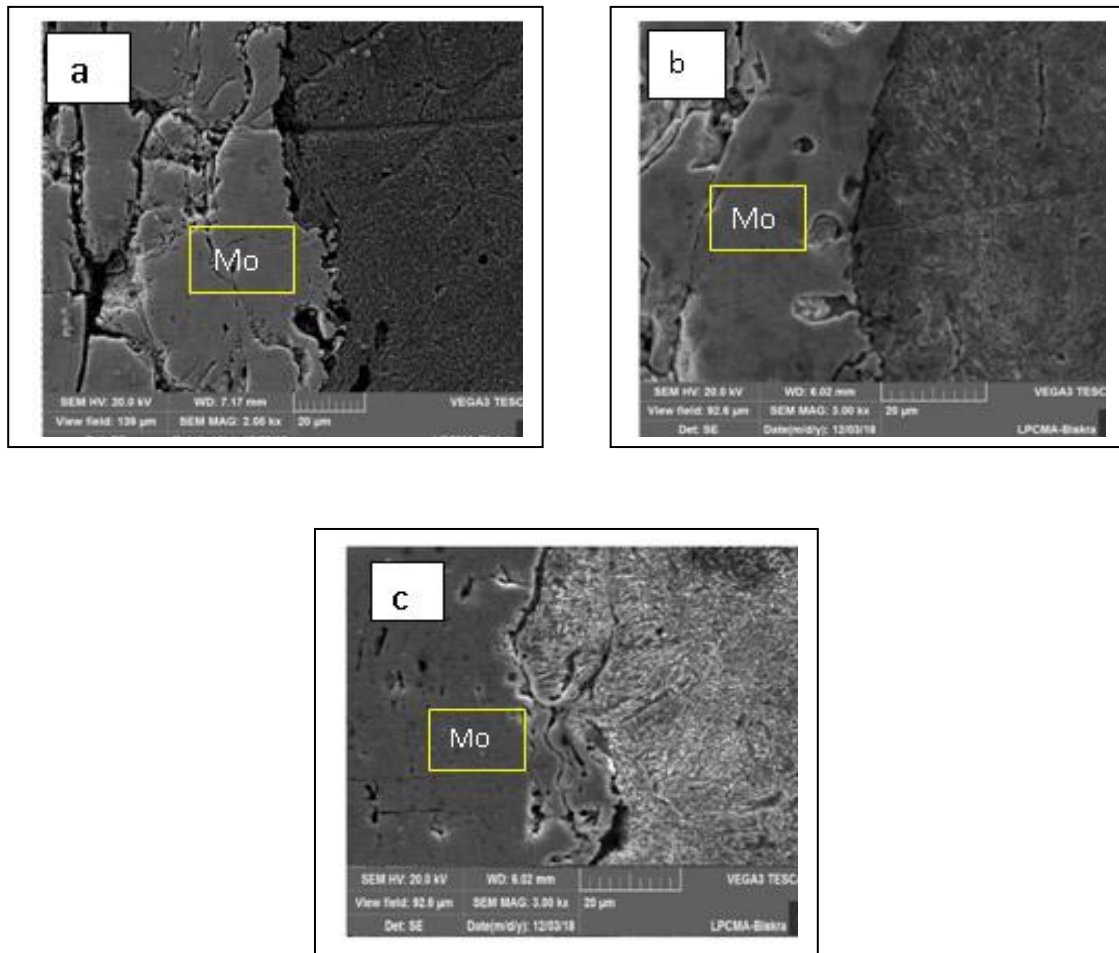


Figure 5 : Microstructure des coupes transversales de l'acier revêtu après utilisation des différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Pour tous les échantillons revêtus, les observations de l'interface entre le substrat et la couche de liaison de molybdène (figure 5) montrent une bonne adhésion du Mo avec le substrat, le revêtement et le substrat s'interpénètrent dans la zone de surface rugueuse. Cependant, certains pores sont observés à l'intérieur du revêtement de Mo (Fig.5a) et d'autres à l'interface entre le revêtement et le substrat (Fig.5b). De plus, certaines particules partiellement fondues sont observées à l'intérieur de certains grands pores (Fig. 6b) et forment un revêtement presque exempt de porosité lorsqu'elles atteignent le substrat à grande vitesse [1].

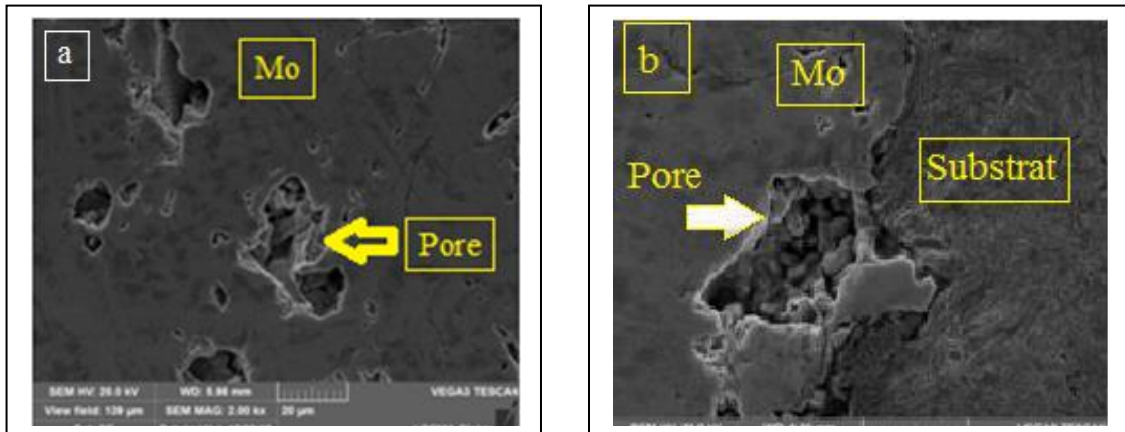


Figure 6 : Microstructure des coupes transversales de l'acier revêtu après utilisation de différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ;

La distribution de la porosité dans les revêtements peut être estimée par traitement d'image à l'aide du logiciel d'image j. La figure 7 montre une image typique des pores résultant de l'application de cette méthode sur certaines microstructures sélectionnées. L'effet de l'oxygène sur la quantité de porosité dans les revêtements a été quantifié (tableau 3). La porosité totale des revêtements est comprise entre 1,32% et 9,42%, et le niveau de porosité diminue avec l'augmentation de la pression d'oxygène. Par exemple, le revêtement obtenu avec la pression d'oxygène de $5,0 \times 10^5$ Pa a enregistré la plus faible porosité avec un taux de 1,32%. Ces résultats sont en accord avec les travaux de Zhang et al. [2] et Satish et al. [3] ; c'est-à-dire que l'augmentation de la pression d'oxygène génère un meilleur revêtement plus dense et une faible porosité.

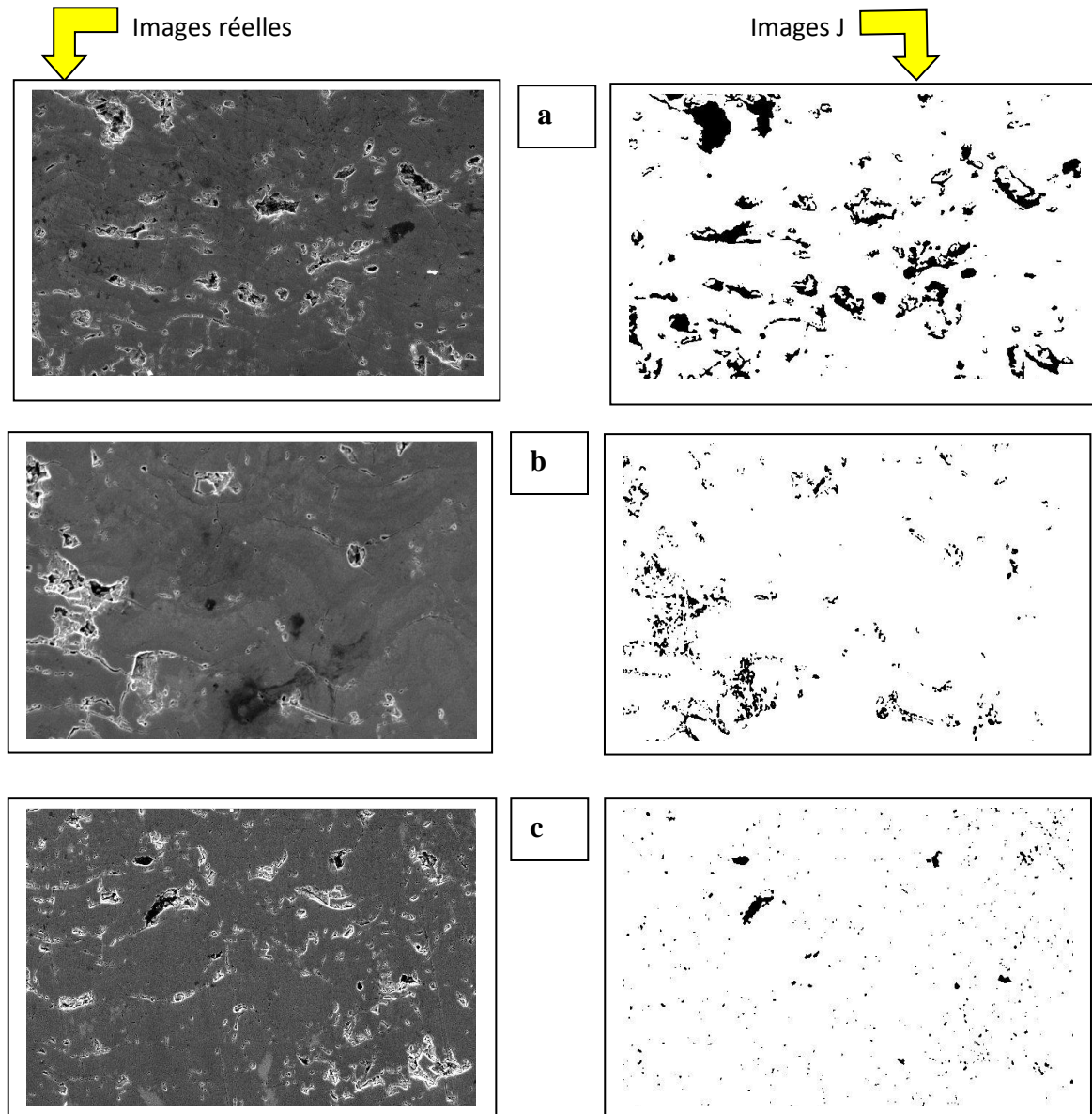


Figure 7 : Images typiques des pores résultants de l'application de l'image J, après utilisation des différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Table 1. Porosité et taille des pores dans le revêtement

Pression d'oxygène appliquée	Porosité totale	Taille des pores max (μm^2)	Taille des pores min (μm^2)	Taille moyenne des pores (μm^2)	Nombre de pores
4×10^5 Pa	9.42 %	811.673	0.295	26.174	276
4.62×10^5 Pa	3.54 %	172.475	0.295	5.788	452
5.0×10^5 Pa	1.32 %	147.61	0.295	1.735	554

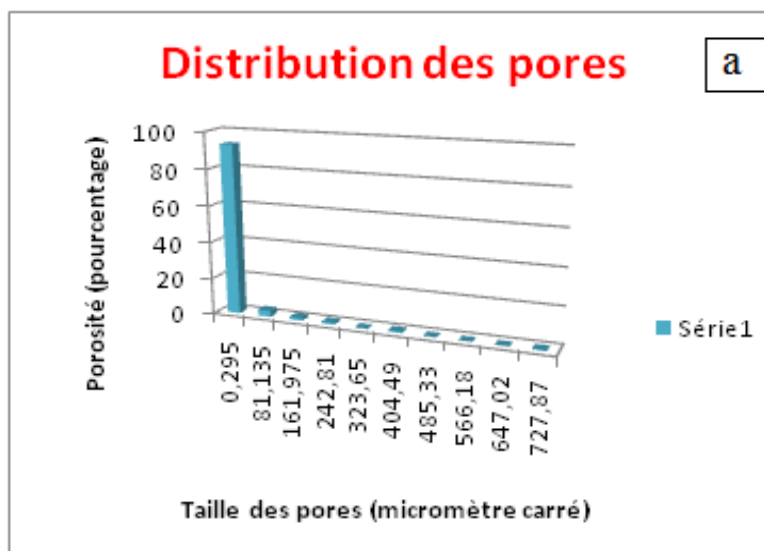
Chapitre IV : Résultats et discussions

Les résultats des mesures quantitatives des pores par analyse d'image sont illustrés au tableau 1. Il est montré que la taille maximale des pores diminue au fur et à mesure que la pression d'oxygène augmente. L'échantillon (c) projeté avec la plus grande pression d'O₂ enregistre la taille moyenne des pores la plus petite avec 1.735 μm².

La microstructure du revêtement échantillon (c) réalisé avec la projection thermique illustrée au tableau 3 semble avoir une faible porosité, cela ressort clairement du fait que les vitesses des particules enregistrées au cours du processus sont très élevées.

L'allure générale de distribution des grandeurs des pores au niveau des revêtements est semblable (figure 8) et en analysant ces distributions on peut souligner certaines remarques :

- ✓ présence d'un pourcentage important de pores de petite taille (aire < à 0.827 μm²) où la forme des pores est sphérique. Le revêtement (c) avec 5.0 × 10⁵ Pa compte le pourcentage le plus élevé avec 65.69 % de pores de petites tailles.
- ✓ présence de porosité de forme irrégulière mais avec un faible pourcentage.
- ✓ le pourcentage de porosité cumulative (taille > 1.093 μm²) de 34.32 % pour le revêtement 5.0 × 10⁵ Pa justifie la présence des micropores qui peut évidemment améliorer les propriétés mécaniques.



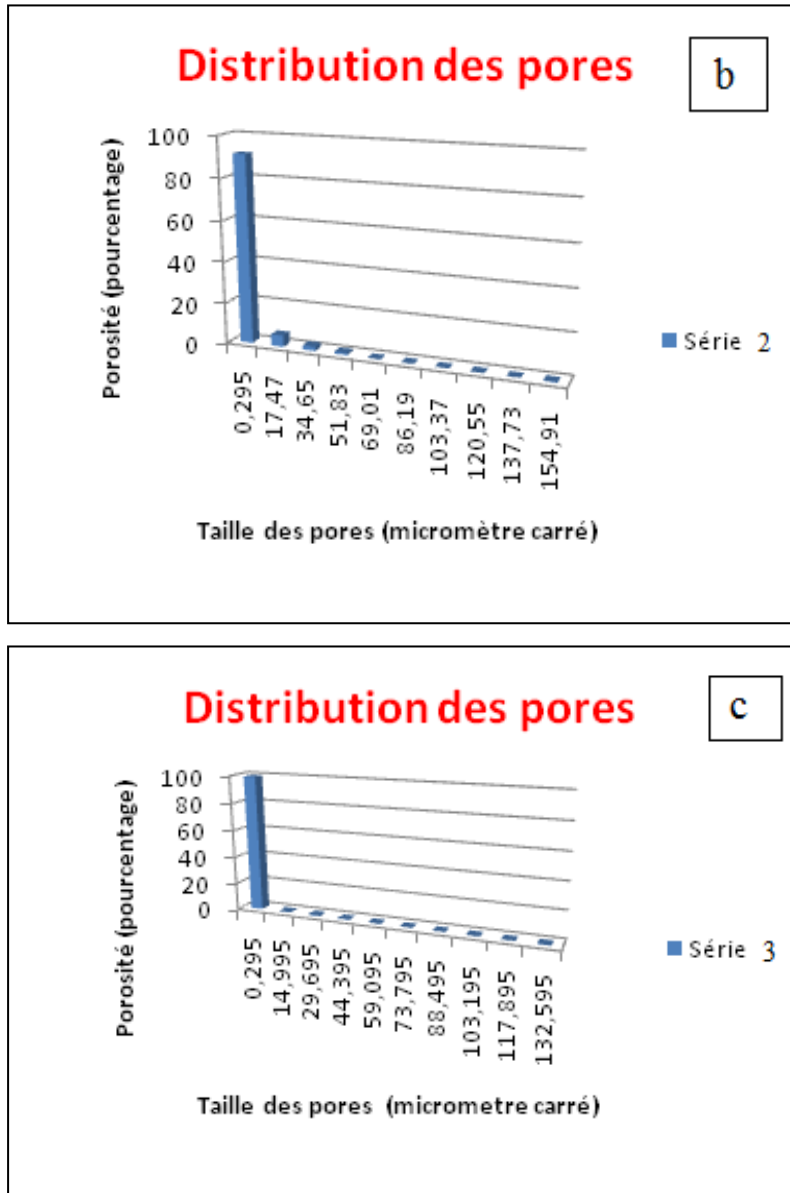


Figure 8 : Distribution des pores selon la taille : (a) 4.0×10^5 Pa, (b) 4.6×10^5 Pa, (c) 5.0×10^5 Pa.

4.2. Analyse EDS

La figure 9 présente la composition chimique par analyse EDS avec un spectre correspondant au revêtement du molybdène des échantillons revêtus avec des pressions d'oxygène différentes. Cette analyse EDS a révélé la présence de deux éléments dans le revêtement (Mo et O). Les analyses EDS confirment clairement l'effet de la pression d'O₂ sur le pourcentage de l'oxygène contenu dans le

revêtement. L'oxydation du revêtement augmente au fur et à mesure que la pression d'oxygène augmente. Ces analyses EDS révèlent donc une présence d'oxygène au niveau du dépôt, qui en se combinant avec le Mo, Cr et le Fe ils peuvent donner d'autres phases supposées être MoO_3 , Cr_2O_5 et Fe_2O_3 qui sont identifiées par les analyses DRX.

Les résultats des mesures quantitatives de la phase oxyde dans les revêtements en molybdène sont illustrés à la figure 9. Les fractions d'oxydes des échantillons (a) et (b) sont faibles, tandis que celle de l'échantillon (c) est la plus élevée. De même cette augmentation de la fraction d'oxyde pour l'échantillon (c) projeté avec 5.0×10^5 Pa, peut être attribuée à la température de la flamme la plus élevée à laquelle le revêtement est exposé à des environnements d'oxydation plus élevés.

Cependant, l'analyse EDS à l'interface entre le substrat et le revêtement de molybdène (Fig.10) révèle une concentration élevée de fer et de molybdène pour l'échantillon (C) revêtu avec la pression d'oxygène la plus élevée, ce qui confirme l'inter-diffusion dans cette zone. Cet inter diffusion a contribué à la formation de ces phases principales Fe_7Mo_6 et Fe_2Mo [4,5].

Une autre remarque distinctive est que l'augmentation du débit d'oxygène pour le cas du revêtement (5.0×10^5 Pa) (tableau 2) a engendré une augmentation de l'énergie cinétique des particules qui arrivent au substrat avec une vitesse plus grande et une température élevée provoquant ainsi la fusion des matériaux sous-jacents et conduisant à l'établissement des réactions et des liens métallurgiques forts entre le fer (Fe) du substrat et le molybdène Mo du revêtement.

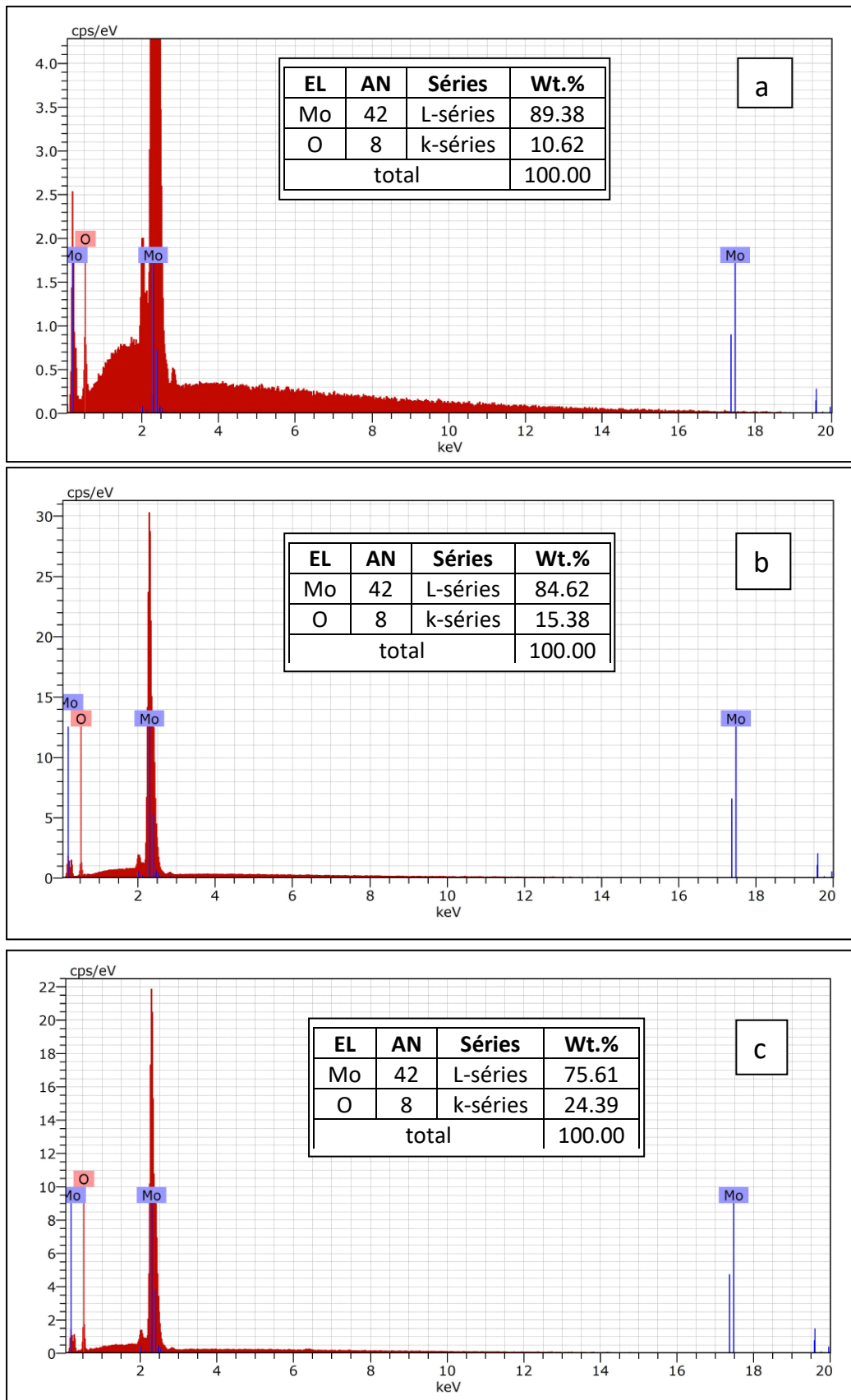


Figure 9 : Analyse EDS de l'O₂ et du Mo au niveau revêtement des échantillons revêtus avec les différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Chapitre IV : Résultats et discussions

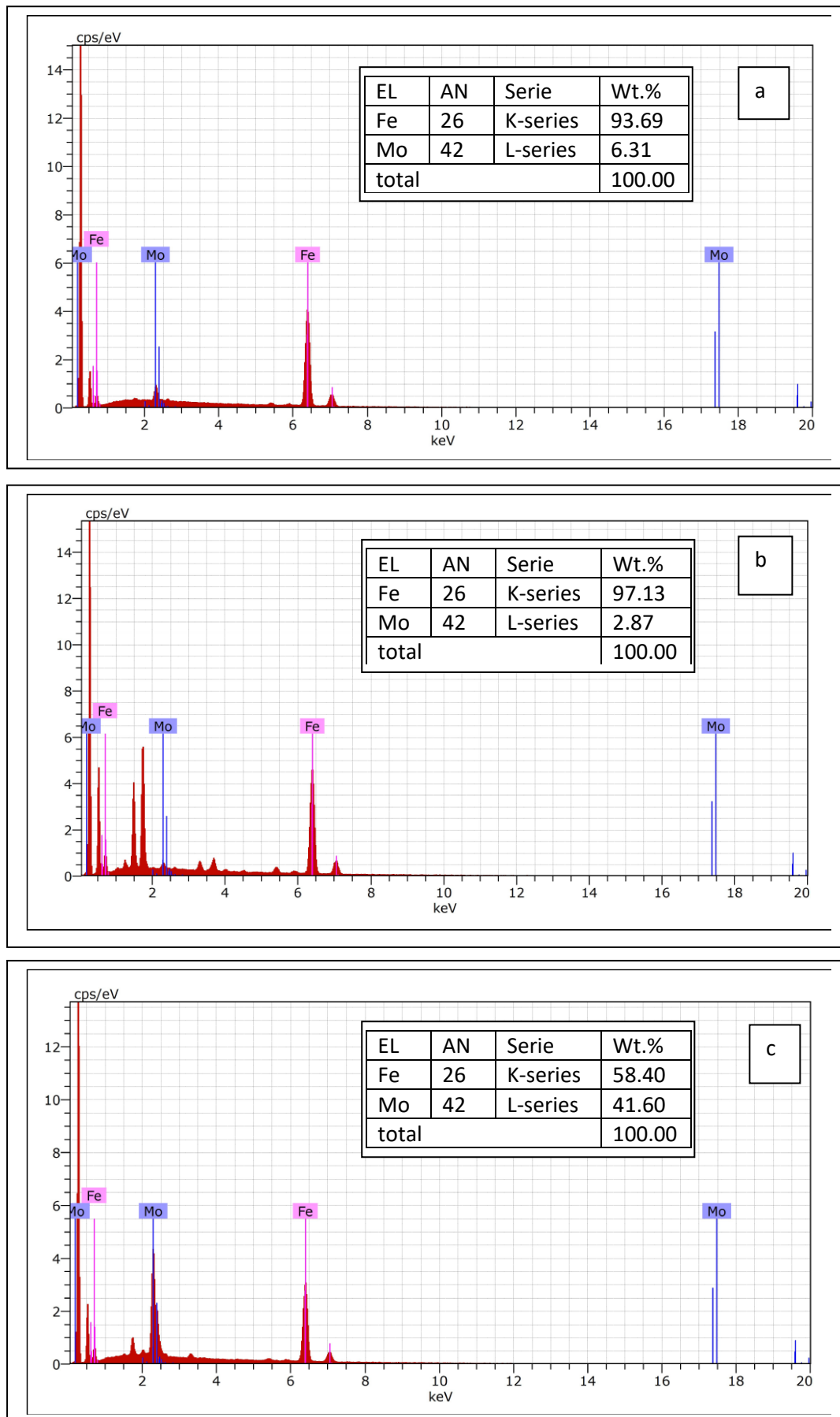


Figure 10 : Analyse EDS du Fe et du Mo au niveau interface des échantillons revêtus avec les différentes pressions d'oxygène :

a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Chapitre IV : Résultats et discussions

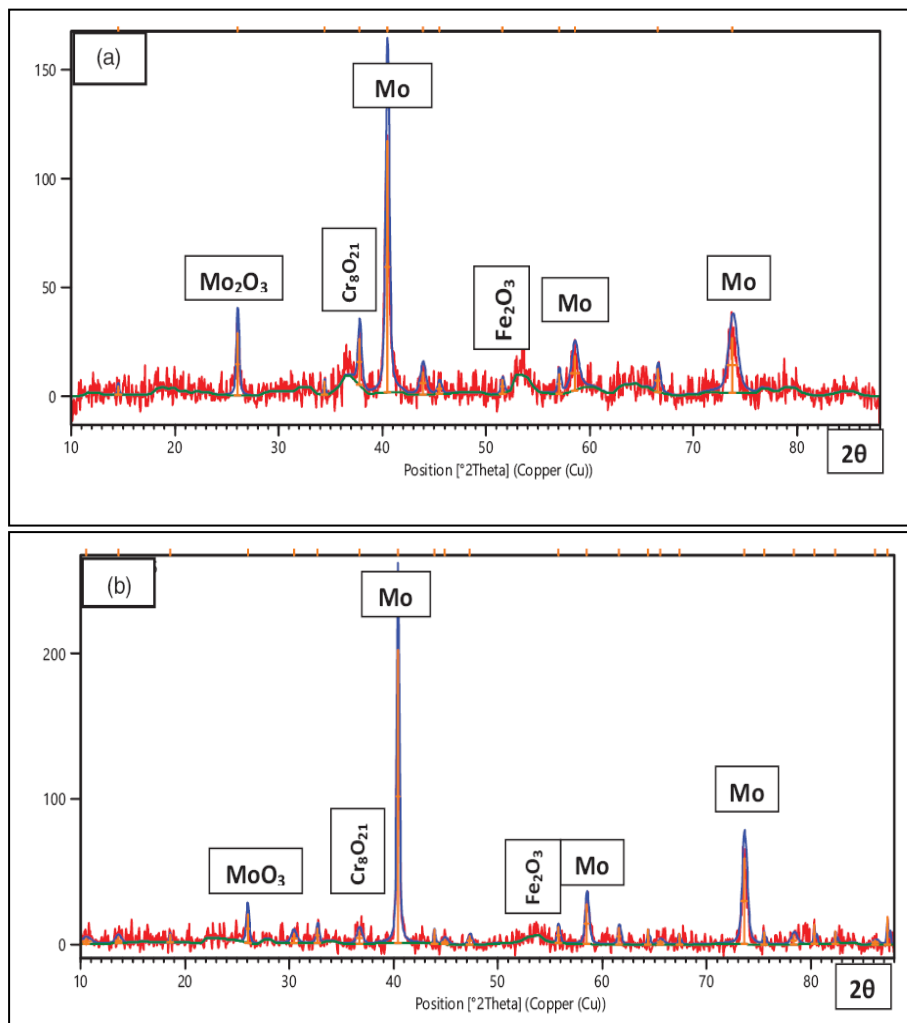
Table 2. Composition chimique (Wt.%) à l'interface des revêtements projetés par la projection thermique à la flamme après utilisation des différentes pressions d'oxygène:

a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Interface	4.0×10^5 Pa	4.62×10^5 Pa	5.0×10^5 Pa
Fe	93.69	97.13	58.40
Mo	6.31	2.87	41.60

4.3. Analyse XRD

La figure 11 présente les diffractogrammes de diffraction des rayons X des différents échantillons revêtus par projection à la flamme après utilisation des différentes pressions d'oxygène. Ces diffractogrammes révèlent les pics de diffraction de Mo et certains pics d'oxydes tels que MoO_3 , Cr_8O_{21} et Fe_2O_3 . La majorité de ces oxydes ont été révélés lors des précédentes études, tels que l' $\alpha\text{-Cr}_2\text{O}_5$ dans la fonte revêtue [6], le MoO_3 [7] et le MoO_2 [8].



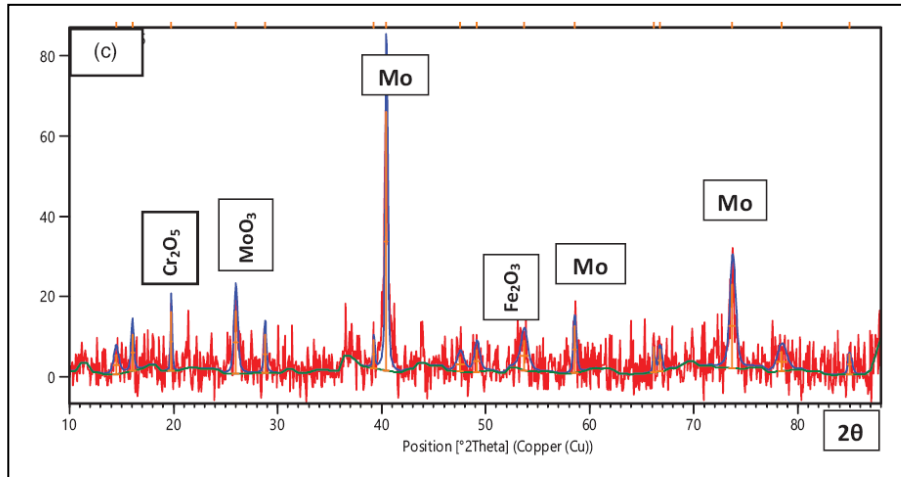


Figure 11 : Diffractogrammes des échantillons revêtus par les différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

4.4. Mesures de dureté

La figure 12 présente le profil de dureté HV des échantillons revêtus par projection thermique à la flamme, après utilisation des différentes pressions d'oxygène. Les revêtements présentent la plus grande dureté qui contribuerait à augmenter la résistance à l'usure, cependant les valeurs de microdureté Hv les plus basses ont été mesurées dans le substrat, variant entre 300 et 200 Hv. À partir de ces résultats, la zone intermédiaire entre le substrat et le revêtement peut également être mesurée (0,2 mm). Cette zone d'inter-diffusion est située du côté du substrat et est affectée thermiquement par le procédé de projection thermique à la flamme.

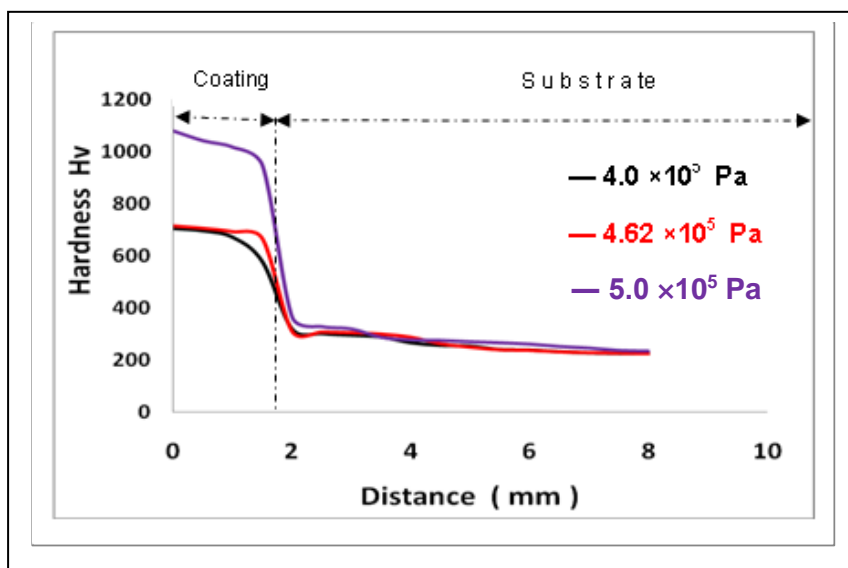


Figure 12 : Profil de dureté Hv des échantillons revêtus par projection thermique à la flamme, après utilisation des différentes pressions d'oxygène :
 a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

4.5 Test de flexion à quatre points

Il est connu qu'une adhérence élevée entre le revêtement et le substrat est l'un des critères majeurs pour la sélection du matériau des revêtements. Pour cette raison, un essai de flexion a été effectué sur les 3 échantillons revêtus différemment. La figure 13 montre les vues macrographiques des différents échantillons de l'acier revêtu par projection à la flamme avec les différentes pressions d'oxygène et soumis au test de flexion. Il semble qu'ils aient le même comportement, car dans tous les cas, la rupture du revêtement est fragile et avec un mécanisme délaminant qui apparaît. Le processus de délamination du revêtement est clair et il est plus apparent au centre de l'échantillon, ce qui correspond à la zone de flexion la plus élevée.

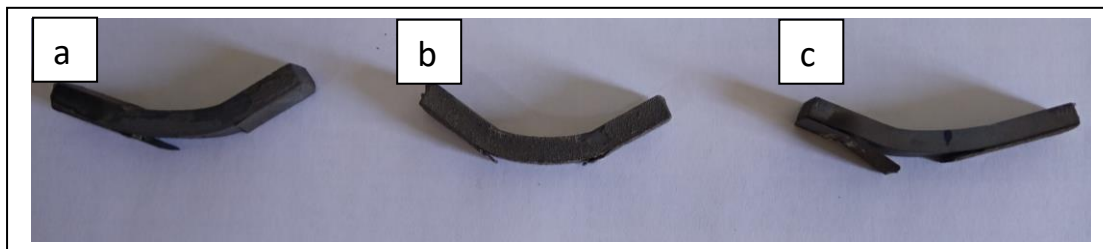


Figure 13 : Vues macrographiques des différents échantillons de l'acier revêtu par projection à la flamme avec les différentes pressions d'oxygène : a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

La figure 15 présente les courbes de charge enregistrées lors de l'essai de flexion à quatre points sur l'acier des différents échantillons revêtus par projection thermique à la flamme avec les différentes pressions d'oxygène. Le comportement mécanique lors du test de flexion varie d'un échantillon à un autre, la force plateau apparaît à des paliers différents (tableau 3).

Comme le montre la figure 14 les courbes de charge en fonction du déplacement pour tous les 3 échantillons prennent une forme similaire : voir description des différentes étapes à la page 89.

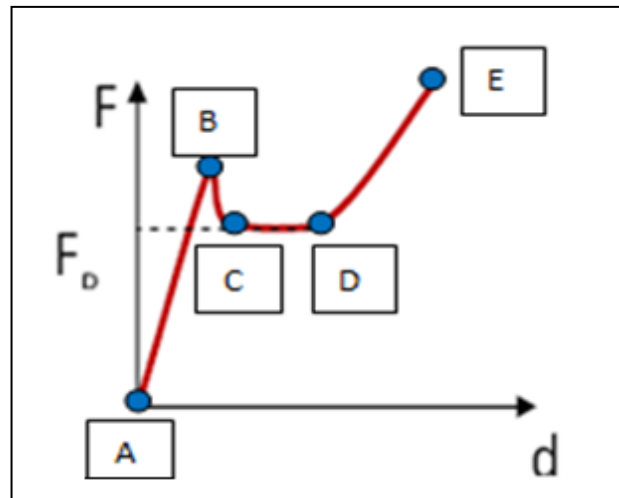


Figure 14 : Courbe de charge caractéristique d'une flexion 4 points

Un schéma de ces courbes est donné à la figure 15, dans lequel les différentes étapes sont identifiées et les divers points sont étiquetés. Sur la première partie AB figure 14, les spécimens se déforment de manière élastique en accumulant de l'énergie de contrainte pour une fissuration ultérieure. Après cette première partie un phénomène de délamination est observé, une fissure apparaît et se propage le long de l'interface jusqu'aux appuis intérieurs. A ce point la force plateau s'achève et la courbe reprend son allure, cette partie correspond à la flexion du substrat.

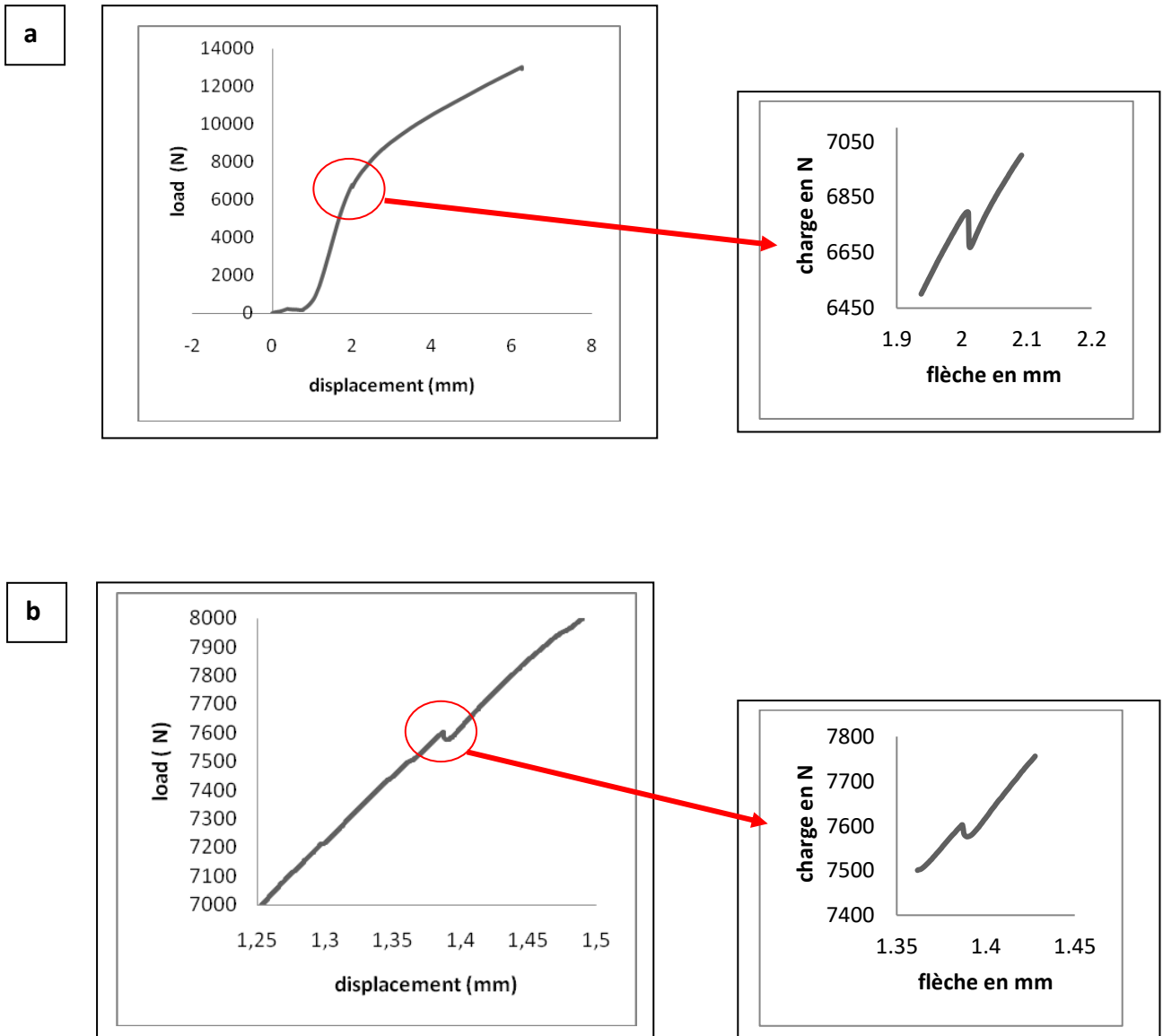
Tableau 3 : Force plateau et flèche des 3 échantillons

Echantillon	Pression d'oxygène	Force plateau (N)	Flèche (mm)
Echantillon (a)	4.0×10^5 Pa	6797	2
Echantillon (b)	4.62×10^5 Pa	7599	1.38
Echantillon (c)	5.0×10^5 Pa	10433	6.5

Pour l'acier revêtu avec la pression d'oxygène de $4,0 \times 10^5$ Pa, il y a un changement en douceur suivi d'un changement linéaire de la charge en fonction du déplacement (Figure 15a), le décollement a eu lieu à une charge autour de 6797 N. Pour l'acier revêtu avec la pression d'oxygène de $4,62 \times 10^5$ Pa, il existe deux courbes linéaires avec un changement brusque de la charge au environ de 7599 N, qui correspond à l'apparition de la première fissure et le début du phénomène de délamination (Figure 15b). Cependant, pour l'acier revêtu avec la pression d'oxygène de $5,0 \times 10^5$ Pa, il se

Chapitre IV : Résultats et discussions

produit à nouveau un changement de charge en douceur suivi d'un changement linéaire et le décollement s'est produit à une charge autour de 10433 N (Figure 15c). En général, à ce point de transition, la charge décroît rapidement jusqu'à ce que la fissure atteigne les supports intérieurs, puis reprenne son allure.



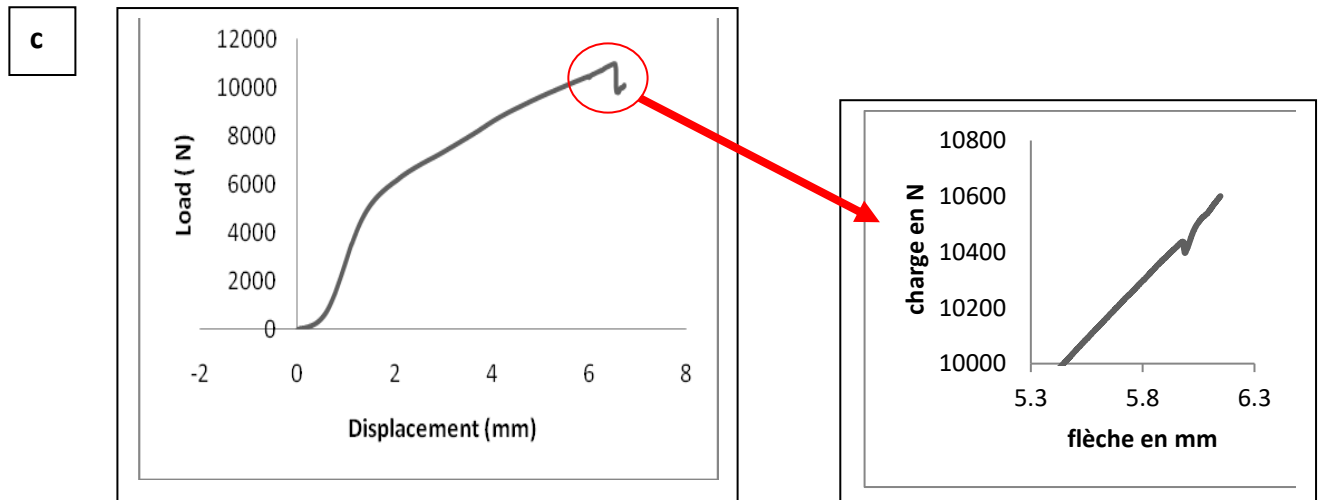


Figure 15 : Courbes de charge des 3 échantillons soumis à l'essai de flexion quatre points :
a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

Du point de vue mécanique, l'adhérence peut être estimée par le taux d'énergie dissipée, correspondant à l'énergie de fracture inter faciale [9,10]. A partir des courbes de charge enregistrées lors de l'essai de flexion à quatre points des trois échantillons revêtus avec les différentes pressions d'oxygène, l'énergie d'adhésion est mesurée, les valeurs sont portées dans le tableau 4. Ces valeurs sont calculées à partir de l'équation d'Euler-Bernoulli (page 99). L'énergie d'adhésion la plus élevée est obtenue pour l'échantillon revêtu avec la pression d'oxygène la plus élevée.

Table 4. Energie d'adhérence enregistrée entre le revêtement et le substrat après utilisation des différentes pressions d'oxygène: a) 4.0×10^5 Pa ; b) 4.62×10^5 Pa ; c) 5.0×10^5 Pa

revêtement réalisé avec	revêtement réalisé avec	revêtement réalisé avec
(4.0×10^5 Pa)	(4.62×10^5 Pa)	(5.0×10^5 Pa)
Énergie d'adhésion (J/m^2)		
4102	5127	9665

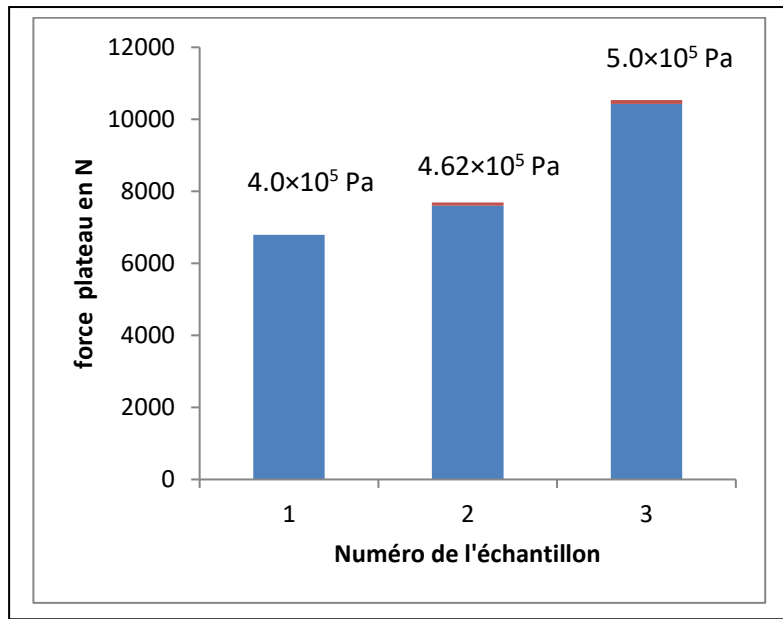


Figure 16 : Evolution de la force du plateau en fonction de la pression d'oxygène

La figure 16 présente l'évolution de la force plateau en fonction de la pression d'oxygène. Plus la pression d'oxygène augmente plus la valeur de la force plateau augmente et plus l'énergie d'adhésion du revêtement au substrat augmente.

4.6. Résultats numériques : propagation symétrique

Compte tenu de la symétrie du problème, seule une moitié de l'éprouvette de flexion 4 points est modélisée. Là, encore l'éprouvette est maillée finement par des éléments de taille $10 \mu\text{m}$ à l'interface, puis la taille augmente progressivement en s'éloignant. Un modèle sous l'hypothèse de déformation plane est réalisé. Les contraintes longitudinales sont maximales dans la couche du substrat en flexion, au centre lorsque la pointe de fissure interfaciale se situe sous l'appui interne. L'éprouvette présente peu de risque de se rompre lors de l'essai.

Courbes de chargement

La force de chargement extraite au niveau des appuis internes est tracée en fonction du déplacement imposé aux appuis internes. Dans le cas de l'essai de flexion, les déplacements expérimentaux sont recalés dans la partie post plateau de la courbe, c a d dans la phase où seul le substrat est sollicité en flexion. Le facteur correctif est choisi de manière à faire coïncider la pente de la courbe de chargement expérimentale à la pente numérique. Le recalage des déplacements expérimentaux aurait également pu s'effectuer sur la pente initiale. Par la suite nous nous concentrons essentiellement sur les valeurs mesurées et notamment des plateaux de force. L'allure des courbes de chargement numériques est en accord avec les courbes de chargement expérimentales avec présence d'une phase de chargement d'un plateau de propagation stable, puis d'une phase de recharge au delà d'un déplacement imposé aux appuis. Les plateaux de propagation numériques selon la loi cohésive sont compris entre 22636 N et 24775 N (échantillon (c)). En comparaison, les plateaux de chargement déterminés expérimentalement sont compris entre 9971 N et 10952 N pour le même échantillon (c). Néanmoins des différences entre les courbes numériques et expérimentales persistent. Dans la plupart des cas, une brève chute de charge est observée expérimentalement. Elle correspond à la rupture du ligament de revêtement entre le fond d'entaille et l'interface. Cette étape de la rupture n'est malheureusement pas retransmise numériquement puisque aucun critère de rupture cohésive dans la couche de revêtement n'est implémenté. Seule la rupture adhésive à l'interface est modélisée dans ces travaux.

Scenario de rupture

Le scenario de rupture à l'interface peut être visualisé sur la figure 17, sur une éprouvette déjà pré entaillée jusqu'à l'interface d'étude. L'endommagement de l'interface, apparaît relativement, aux alentours de 21832 N pour l'éprouvette (a). Puis l'endommagement se propage sur environ 1 mm à l'interface. La rupture

inter faciale intervient au début du plateau de chargement en fond d'entaille. La fissure se propage à chargement constant jusqu'à sous les appuis externes, avec une longueur de process zone constante. Une fois la pointe de fissure à proximité de l'appui externe, les phénomènes de cisaillement s'accroissent rendant la propagation plus difficile. La force augmente donc de nouveau afin que la propagation puisse se poursuivre.

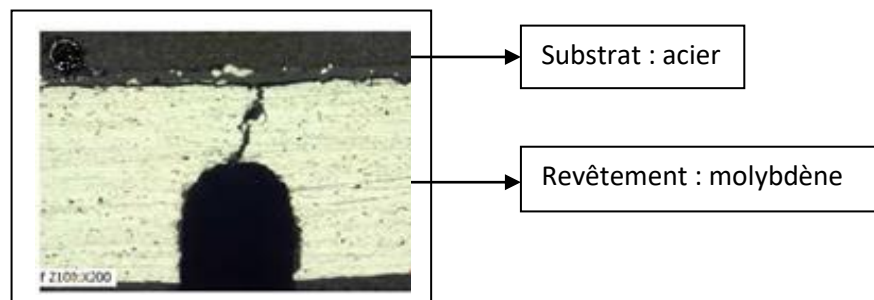


Figure 17 : Initiation de rupture à l'interface

Le même scénario se réalise avec les autres éprouvettes :

L'éprouvette (b) :

L'endommagement de l'interface apparaît aux alentours de 24545 N, il se propage sur environ 1 mm à l'interface. La fissure se propage jusqu'aux appuis externes à chargement constant. Arrivant à proximité des appuis externes (fin du plateau de force), une phase nouvelle de recharge apparaît et la courbe poursuit son allure.

L'éprouvette (c) :

L'endommagement de l'interface apparaît aux alentours de 24809 N, il se propage sur environ 1 mm à l'interface. La fissure se propage jusqu'aux appuis externes à chargement constant. Arrivant à proximité des appuis externes (fin du

Chapitre IV : Résultats et discussions

plateau de force), une phase nouvelle de recharge apparait et la courbe poursuit son allure. D'après le tableau 5 trois plateaux de force sont apparus, le taux de rejets d'énergie de cette charge au niveau du palier (plateau de force) est calculé en utilisant l'expression analytique d'Euler-Bernoulli. L'éprouvette (c) présente le meilleur résultat d'énergie d'adhérence avec 21949 J/m^2 .

Tableau 5 : Valeurs des plateaux de force des différentes éprouvettes

Eprouvette	Pression	Plateau de force expérimental	Plateau de force numérique
Eprouvette (a) revêtue avec une pression d'oxygène de :	$4.0 \times 10^5 \text{ Pa}$	6797 N	21744 N
Eprouvette (b) revêtue avec une pression d'oxygène de :	$4.62 \times 10^5 \text{ Pa}$	7599 N	24545
Eprouvette (c) revêtue avec une pression d'oxygène de :	$5.0 \times 10^5 \text{ Pa}$	10433 N	24809 N

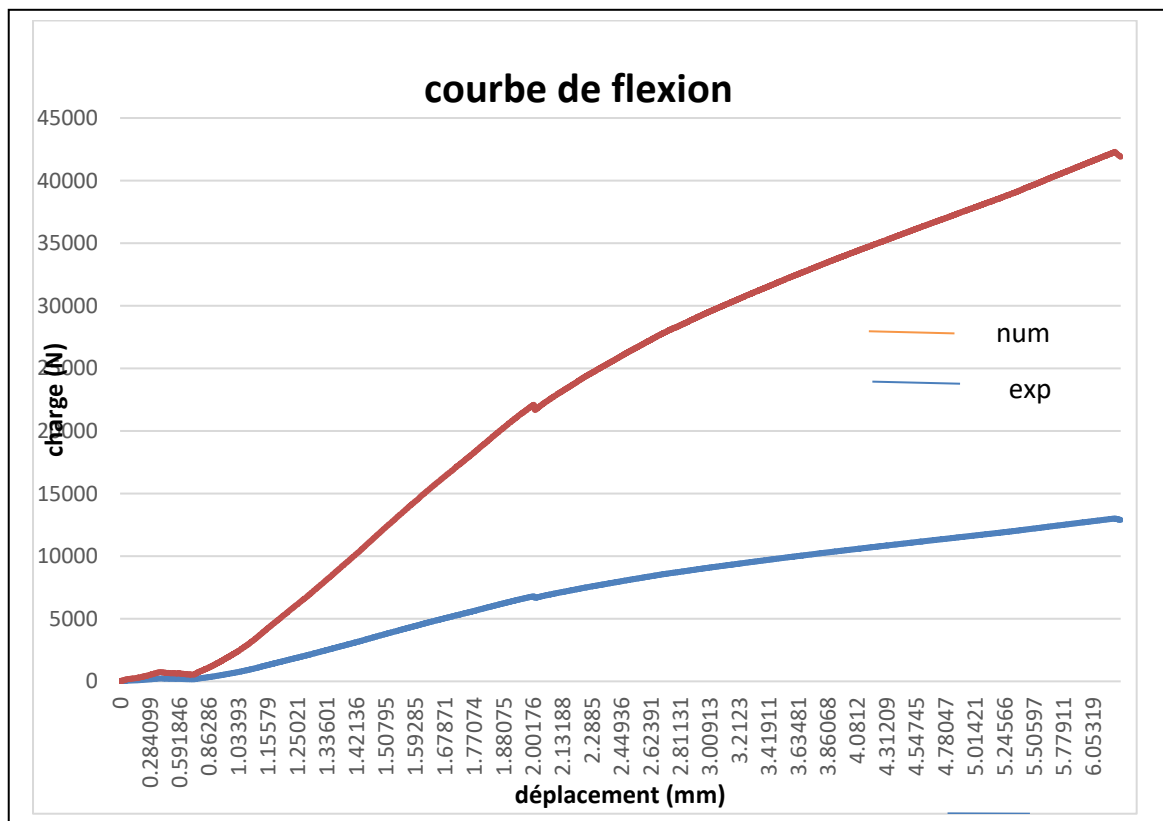


Figure 18. : Courbes de flexion 4 points numérique et expérimentale :
éprouvette (a)

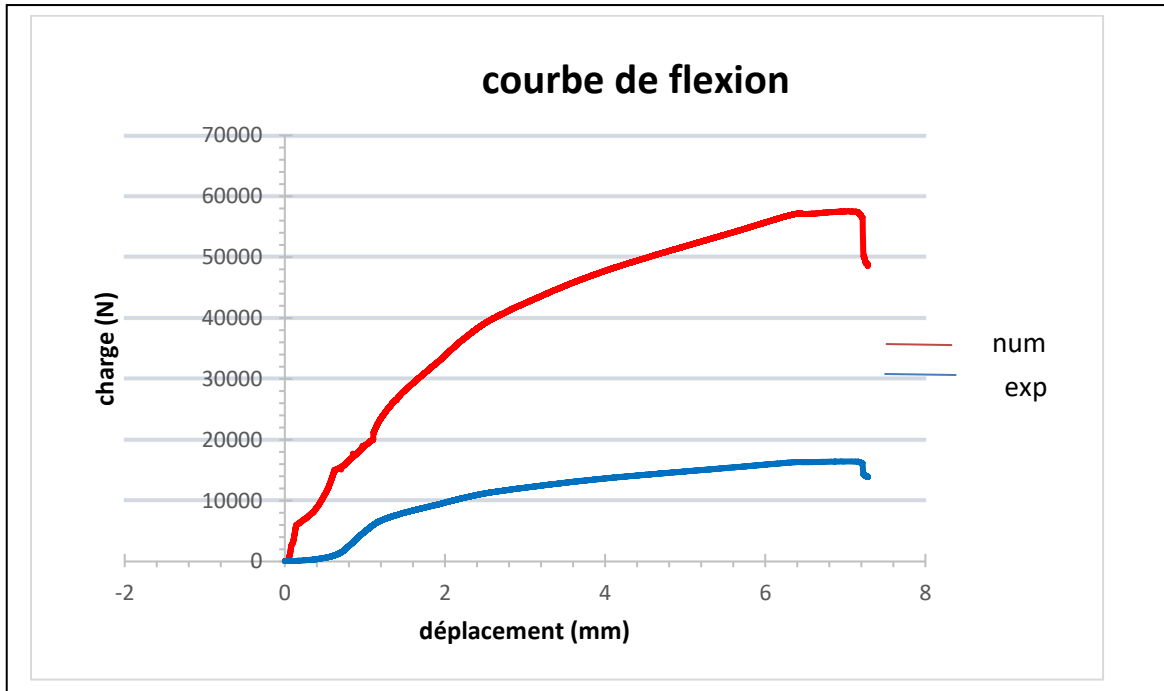


Figure 19 : Courbes de flexion 4 points numérique et expérimentale :
éprouvette (b)

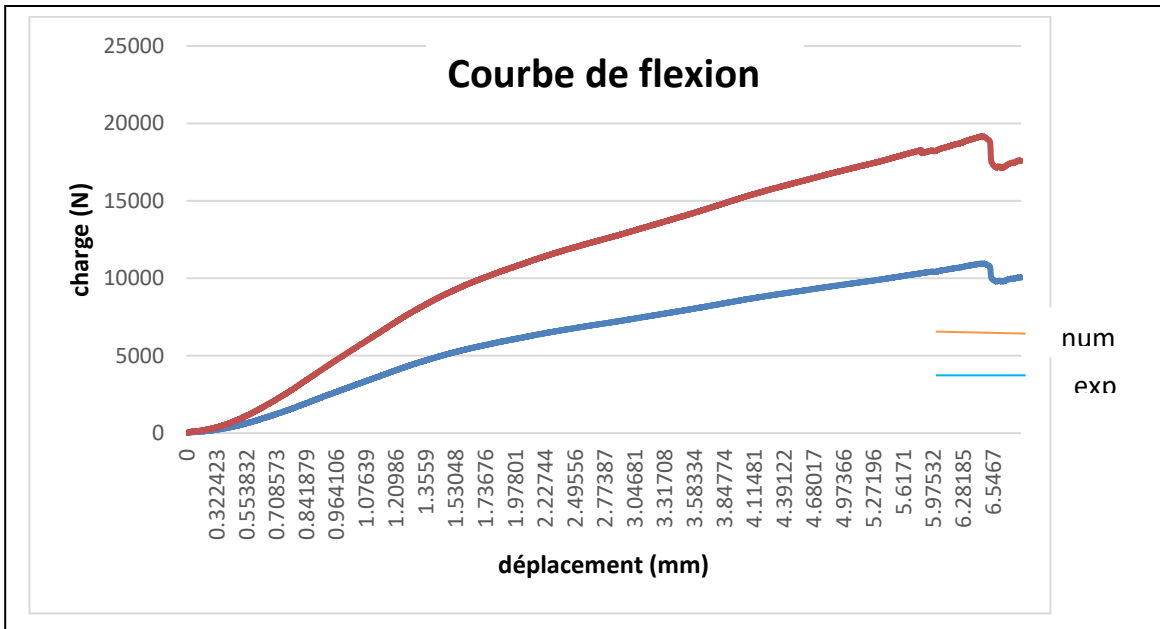


Figure 20 : Courbes de flexion 4 points numérique et expérimentale :
éprouvette (c)

4.7. Comportement tribologique : modèle numérique

Une grande importance est accordée à l'étude du comportement tribologique des matériaux tel que le molybdène. La modélisation numérique s'est avérée aux cotés de l'expérimental très indispensable à l'optimisation du comportement tribologique du molybdène. Notre objectif est d'étudier l'évolution du coefficient de frottement et du taux d'usure du molybdène.

Les constatations tirées de cette étude tribologique peuvent être résumées comme suit :

- L'augmentation de la charge normale F_n appliquée diminue le coefficient de frottement du molybdène, remarque valable pour toutes les éprouvettes, figure 21 (a).
- L'éprouvette (c) revêtue avec la pression la plus élevée enregistre les coefficients de frottement les plus faibles et les plus stables, l'écart des coefficients est compris entre 0.34 et 0.42. Cette évolution présente une bonne concordance avec la variation de la dureté et ça confirme la bonne résistance à l'usure des dépôts de molybdène.
- Concernant les coefficients de frottement en fonction de la vitesse de glissement, l'augmentation est rapide jusqu'à une certaine vitesse (4 m/s) puis ils commencent à diminuer d'une façon très lente. L'éprouvette (c) enregistre les meilleures valeurs de coefficient de frottement avec un écart compris entre 0.36 et 0.37 figure 21 (b). En effet le molybdène présente un bas coefficient de frottement, ceci lui permettra d'être identifié comme un bon dépôt contre l'usure.
- le mécanisme d'usure augmente avec la charge normale lors de la première phase du test, l'augmentation est significative, au delà de 10 mn le mécanisme d'usure est très lent, figure 22. Les résultats ont montré que le mécanisme d'usure est le même avec un effet notable sur la charge normale appliquée sur le degré d'usure des dépôts de molybdène.

Chapitre IV : Résultats et discussions

- L'éprouvette (c) présente l'usure la plus faible avec un écart de 72.39 mm^3 .

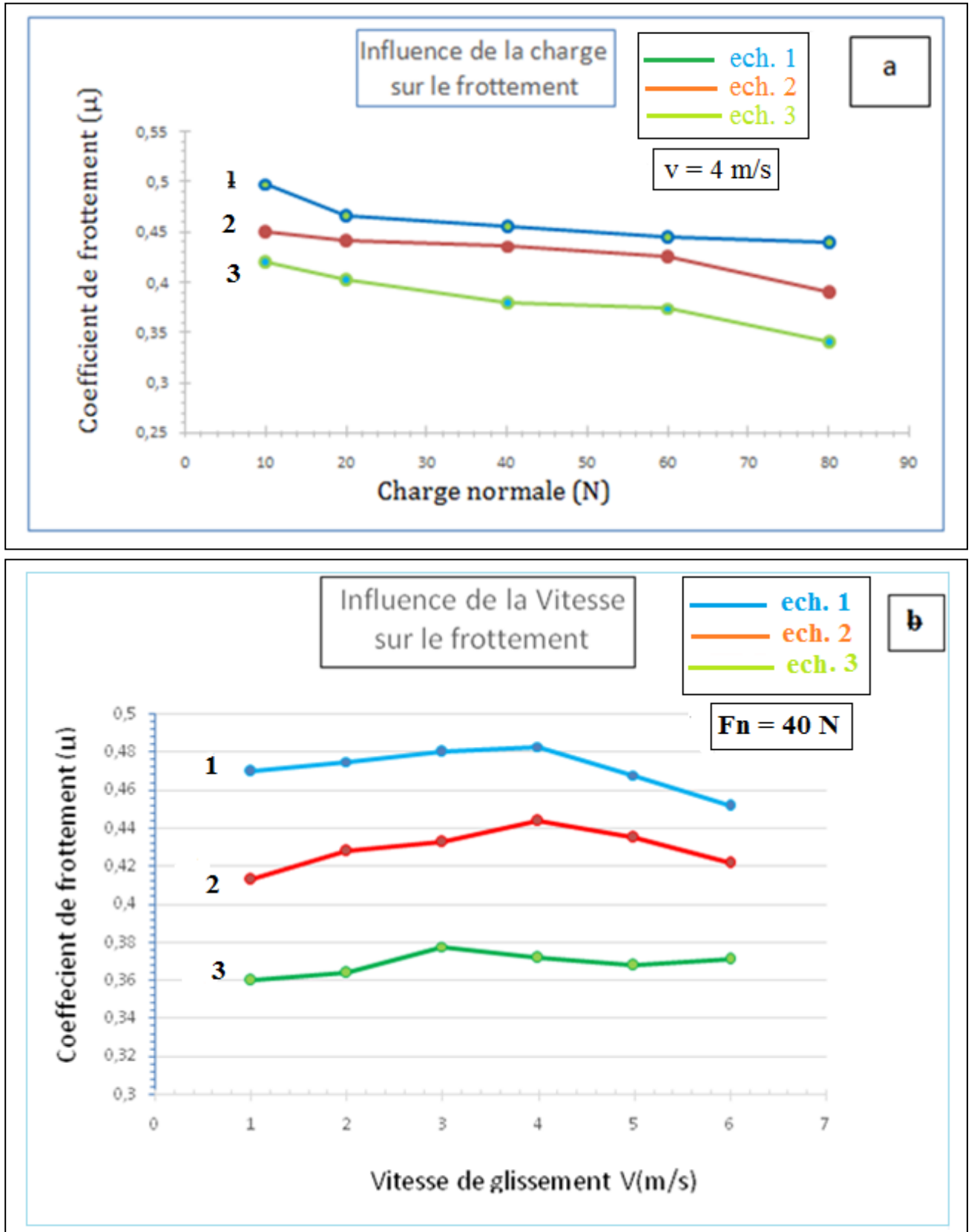


Figure 21 : Coefficient de frottement : (a) en fonction de la charge;
(b) en fonction de la vitesse.

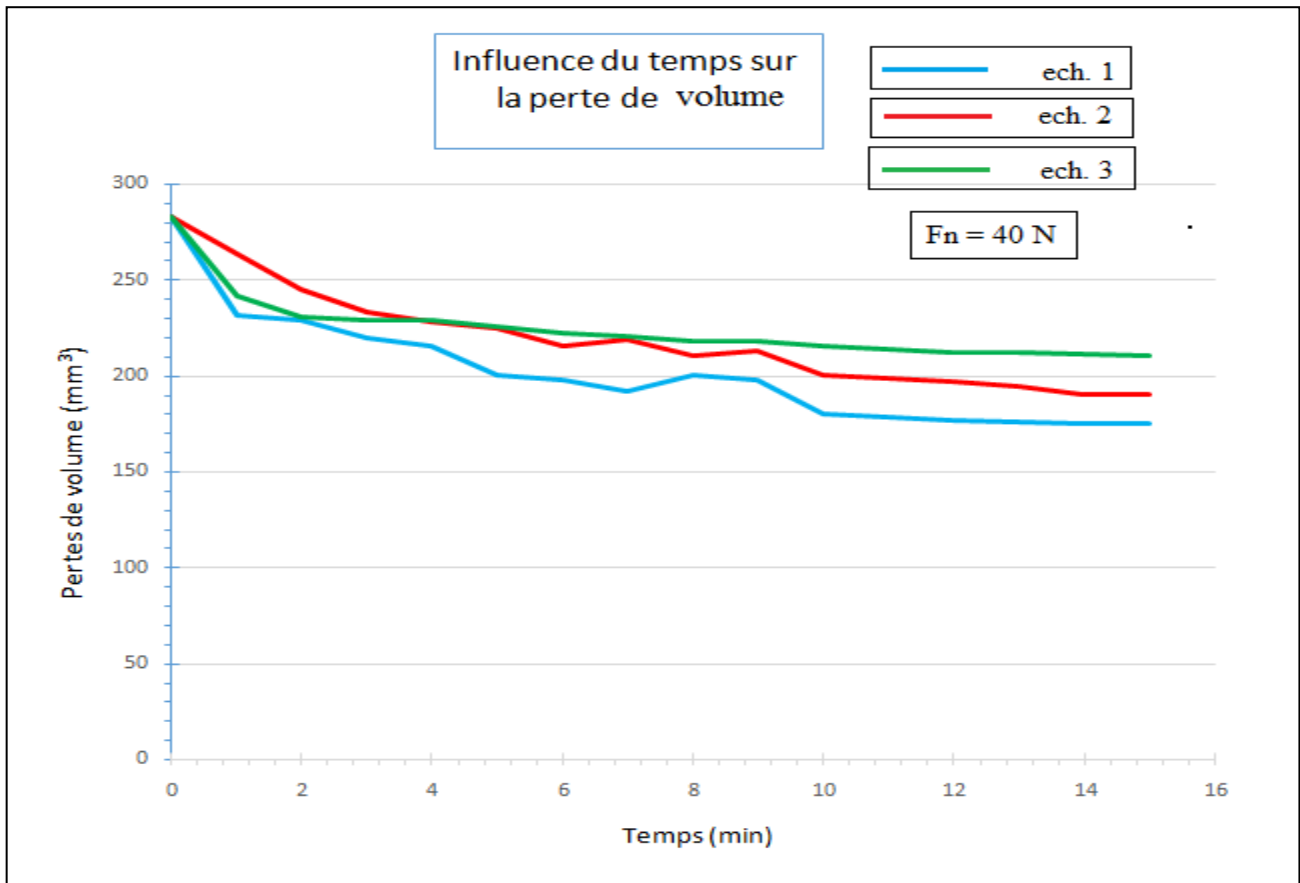


Figure 22 : Pertes de volume en fonction du temps

4.8. Discussions: revêtement réalisé

L'augmentation de l'apport de chaleur pendant le processus de revêtement peut être expliquée par l'augmentation de la pression d'oxygène. Il en résulte un phénomène de densification des particules sur le substrat qui améliore la qualité du revêtement. La microstructure des revêtements tend à être plus compacte, c'est-à-dire que moins de pores sont formés. Cependant, la porosité est inévitable, car des pores de tailles différentes ont été observés sur différents sites du revêtement (Figure 7). Certains pores se sont formés à l'intérieur du revêtement de Mo et d'autres à l'interface entre le revêtement et le substrat. Ces pores ont pour origine le phénomène de porosité dans les gaz [11], c'est-à-dire que certains gaz résultant de cette opération sont retenus à l'intérieur du revêtement. Laribi et al. [12] ont également observé des pores dans un revêtement de molybdène formé par

projection thermique à la flamme sur un substrat en acier 35CrMo4. Maranhão et al. [13] ont déduit une relation entre le rapport oxygène / carburant et la porosité pour une distance de projection constante. Ils ont indiqué que la porosité diminuait pour le rapport jusqu'à une certaine valeur critique du rapport oxygène / carburant et augmentait pour les valeurs plus élevées.

L'analyse EDS révèle que les fractions d'oxydes enregistrées dans les échantillons (a) et (b) sont faibles tandis que celles de l'échantillon (c) est la plus élevée avec 24.89 % contre 10.62 % et 15.38 % pour les échantillons (a) et (b) successivement.

L'oxydation du revêtement augmente au fur et à mesure que la pression d'oxygène augmente. Cet oxygène se combine avec le molybdène, le chrome et le fer pour donner d'autres phases telles que : Cr_2O_5 , le MoO_3 , MoO_2 et Fe_2O_3 .

A l'interface, on observe une forte concentration du fer (58.40 %) et du molybdène (41.60 %) pour l'échantillon (c) concentration qui contribue à la formation de nouvelles phases : Fe_7Mo_6 et Fe_2Mo .

L'augmentation du débit d'oxygène pour l'échantillon (c) engendre l'augmentation de l'énergie cinétique des particules, la vitesse est plus grande et la température est élevée. Cette augmentation provoque ainsi la fusion des matériaux sous-jacents (Mo/Fe) et conduit à l'établissement des liens métallurgiques : Fe_7Mo_6 et Fe_2Mo .

L'analyse DRX a révélé des pics d'oxydes, MoO_3 , Cr_8O_{21} et Fe_2O_3 . Il a été constaté que l'oxygène dans les gaz de combustion finissait par devenir une impureté dans le revêtement de molybdène, augmentant ainsi sa dureté et sa résistance à l'usure. Il forme également des oxydes de molybdène qui font partie du revêtement. Il a été rapporté que lorsque la flamme est projetée dans l'atmosphère, la combinaison de l'oxygène de l'air entraîne la formation d'oxydes de molybdène durs [14, 15].

De plus, la dureté maximale des échantillons revêtus a été mesurée dans l'échantillon qui a été revêtu avec la pression d'oxygène la plus élevée ($5,0 \times 10^5$ Pa). L'augmentation de la dureté peut être attribuée soit au phénomène de densification, soit à la faible porosité [16]. La formation de certaines phases durcies et d'oxydes tels que MoO_3 peut également augmenter la dureté du revêtement. Il a été rapporté que lors de la projection thermique du molybdène, celui-ci capte l'oxygène de l'environnement de traitement pour former des oxydes de molybdène beaucoup plus durs que le molybdène [16]. Ces oxydes sont bénéfiques pour les performances de service car ils ont un faible coefficient de frottement et contribuent à la dureté globale du revêtement [17, 18]. De plus, la dureté augmente avec l'augmentation du contenu en phase dure [19].

Le test de flexion à quatre points a révélé que la rupture du revêtement est fragile avec un mécanisme de délamination qui apparaît et que l'énergie d'adhésion la plus élevée est obtenue pour l'échantillon revêtu avec la pression d'oxygène la plus élevée. Cela peut s'expliquer par la microstructure de l'interface, qui correspond à une zone de diffusion intermétallique. Cette zone est un site préférentiel à la formation de phases particulières telles que Fe_7Mo_6 et Fe_2Mo [20-21]. Par conséquent, cette inter diffusion entre le revêtement de molybdène et le substrat en acier renforce l'adhésion du revêtement / substrat [20, 21, 22]. Cette faible énergie d'adhésion pour les échantillons (a) ($4,0 \times 10^5$ Pa) et (b) ($4,62 \times 10^5$ Pa) peut s'expliquer par la microstructure de revêtements contenant des quantités d'oxydes de molybdène MoO_3 et d'oxydes de fer tels que Fe_2O_3 où leur présence n'a aucun effet sur l'énergie d'adhésion. La zone de diffusion intermétallique est inexistante et le cisaillement est donc plus facile pour ces deux échantillons.

Une approche globale employant les éléments finis est utilisée pour le calcul de la variation d'énergie élastique restituée et définie en pointe de fissure. Les courbes de chargement extraites au niveau des appuis internes sont tracées en fonction des déplacements imposés aux appuis internes. Le modèle numérique

s'est concentré sur les valeurs des plateaux de force et sur l'allure des courbes de chargement. L'allure des courbes de chargement numériques sont en accord avec les courbes de chargement expérimentales. Nous observons 3 phases distinctes : une première phase de chargement suivi d'un plateau de force puis d'une phase de rechargement. L'endommagement de l'interface apparaît et intervient au début du plateau en fond de l'entaille. La fissure se propage à chargement constant. Et une fois la pointe de fissure est à proximité des appuis externes, les phénomènes de cisaillement s'accroissent. Les résultats numériques affirment également que l'énergie d'adhésion la plus élevée est obtenue pour l'échantillon revêtu avec la pression d'oxygène la plus élevée. Ceci est dû à la présence de zones de diffusion intermétallique à l'interface revêtement/ substrat. Cette interdiffusion est inexistante pour les interfaces des deux autres échantillons (a) et (b) et le cisaillement est plus facile. Néanmoins des différences entre les courbes numériques et expérimentales persistent.

Un code de calcul Ansys a été appliqué pour la détermination des coefficients de frottement et du taux d'usure des 3 pions. La figure 21 a, montre les valeurs des coefficients de frottement pour les 3 pions (a), (b) et (c) testés sous l'influence de la charge normale appliquée sur les pions. On remarque que les coefficients de frottement calculés par le code de calcul Ansys suivent la même loi de comportement. Ils décroissent linéairement avec l'augmentation de la charge normale. On remarque qu'aux petites charges les valeurs des coefficients de frottement des 3 pions sont élevées que celles enregistrées aux charges élevées.

Concernant l'influence de la vitesse de glissement sur les coefficients de frottement des 3 pions calculés par le code Ansys, on observe également la même loi de comportement enregistrée pour les 3 pions, les coefficients de frottement augmentent linéairement avec l'augmentation de la vitesse de glissement jusqu'à 4 m/s et au delà on observe une légère régression et diminution.

Chapitre IV : Résultats et discussions

L'éprouvette (c) revêtue avec la plus grande pression d'oxygène (5×10^5 Pa) a enregistré les valeurs les plus petites des coefficients de frottement comparativement aux 2 autres éprouvettes.

La figure 22 montre que l'usure est intense dans une première phase pour les 3 pions, les courbes se stabilisent par la suite avec une usure très faible. Il est tout à fait notable que l'usure sera plus sévère avec des charges normales plus grandes.

L'éprouvette (c) présente un mécanisme d'usure le plus faible avec un écart de 72.39 mm^3 au cours de l'essai.

5. Conclusion Générale

En résumé, notre étude représente une contribution à l'étude du revêtement de molybdène projeté à la flamme. L'objectif de cette étude est d'étudier l'effet de la pression d'oxygène sur la microstructure et les propriétés mécaniques du revêtement de Mo déposé sur l'acier 42CrMo4 par la technique de projection thermique à la flamme / fil. Les principaux résultats obtenus dans ce travail peuvent être résumés comme suit:

- L'augmentation de la pression d'oxygène génère une meilleure microstructure, avec un revêtement plus dense et une faible porosité. Le revêtement obtenu avec la pression d'oxygène de $5,0 \times 10^5$ Pa a enregistré la plus faible porosité avec 1,32%.
- L'analyse EDS à l'interface entre le substrat et le revêtement de molybdène a révélé une concentration élevée de fer qui confirme la zone d'interdiffusion à l'interface (substrat / revêtement)
- Le molybdène projeté à la flamme est vraiment très dur et la dureté maximale a été mesurée dans l'échantillon revêtu avec la pression d'oxygène la plus élevée. L'augmentation de la dureté peut être attribuée à la fois au phénomène de densification et à la formation d'oxydes dans le revêtement. Ces oxydes ont été révélés par l'analyse de diffraction des rayons X.
- Les tests de flexion ont révélé que la fracture du revêtement est fragile avec un mécanisme de délamination pour tous les échantillons revêtus.
- L'énergie d'adhésion la plus élevée du revêtement avec le substrat a été obtenue pour l'échantillon revêtu avec la pression d'oxygène la plus élevée ($5,0 \times 10^5$ Pa).
- Le modèle numérique affirme également que l'énergie d'adhésion la plus élevée est obtenue pour l'échantillon revêtu avec la pression d'oxygène la plus élevée ($5,0 \times 10^5$ Pa).

- Le modèle numérique de tribologie affirme que les coefficients de frottement pour toutes les éprouvettes diminuent avec l'augmentation de la charge normale.
- Les coefficients de frottement augmentent jusqu'à la vitesse de glissement de 4 m/s, au delà on enregistre une légère diminution.
- L'usure est accentuée au début du test, puis le mécanisme d'usure diminue lentement.

Perspectives

A travers ce travail, on a pu montrer que la projection thermique est d'une importance primordiale dans la réalisation des revêtements, la récupération et la rénovation des pièces mécaniques usées mettant en évidence l'influence de la pression d'oxygène sur la microstructure et les propriétés mécaniques d'un revêtement en molybdène sur l'acier 42CrMo4. En perspective nous préconisons entamer une étude dans le but de déterminer l'effet de la pression de l'acétylène et l'effet de la pression d'air porteur sur la microstructure et les propriétés mécaniques du dépôt.

Références bibliographiques :

- [1] JC.Miranda, A.Ramalho. «Abrasion resistance of thermal sprayed composite coatings with a nickel alloy matrix and a WC hard phase. Effect of deposition technique and remelting». Tribology letters. 2001; 11; 1:37-48.
- [2] XC.Zhang, BS.Xu, FZ.Xuan, ST.Tu, YX.Wang, YX.Wu. «Porosity and effective mechanical properties of plasma-sprayed Ni-based alloy coating». Applied Surface Science. 2009; 255: 4362-4371.
- [3] T.Satish, M.Ankur, SC.Modi. «High-Performance Molybdenum Coating by Wire- HVOF. Thermal Spray Process».2018; 27:757-768.
- [4] SC.Okumus. «Microstructures and mechanical characterization of plasma sprayed Al₂O₃-TiO₂ composite ceramic coating on Mo/cast iron substrates». Materials Letters. 2005; 59: 3214- 3220.
- [5] M.Hansen. «Metallurgy and Metallurgical Engineering». Series, 2nd edition, McGra Hill Book Co, Inc. 1983.
- [6] O.Maranho, D.Rodrigues, JM.Boccalini, A.Sinatora. «Influence of parameters of the HVOF thermal spray process on the properties of multicomponent white cast iron coatings. Surface and coatings technology».2008; 202; 15: 3494-3500.
- [7] R.Goswami, H.Herman, S.Sampath, XY.Jiang, Y.Tian, H.Halada. «Plasma sprayed Mo-Mo oxide nanocomposites synthesis and characterization» Surf. Coat. Technol. 2001; 141; 2-3: 220-226.
- [8] M.Laribi, N.Mesrati, AB.Vannes, D.Treheux. «Thermal spray coatings». J. Surf. Coat. Technol. 2003; 166: 206.
- [9] M.Laribi, AB.Vannes, N.Mesrati, D.Treheux. «Metallurgical characterization and determination of residual stresses of coatings formed by thermal spraying». J. Therm. Spray Technol. 2003; 12; 2 :234-239.
- [10] VV.Sobolev, JM.Guilemany. Mater. Lett. As mentioned by Miranda and Ramalho. 1994; 18; 304.
- [11] «Molybdenum 99E coating characteristics». Technical Bulletin of Metallization Spray Co.1996; 7: 03.
- [12] I.Iordanova, KS.Forcey, B.Gergov, V.Bojinov. «Characterization of flame-sprayed and plasma-sprayed pure metallic and alloyed coatings». Surf. Coat. Technol.1995; 72: 23–29.
- [13] TSS accepted practice document, «Molybdenum Plasma Coatings». 2018; 1-8.
- [14] JC.Miranda, A.Ramalho. «Abrasion resistance of thermal sprayed composite coatings with a nickel alloy matrix and a WC hard phase. Effect of deposition technique and remelting». Tribology letters.2001; 11; 1: 37-48.

- [15] M.F.Othman, A.R.Bushroa, A.WanNormimiRoslini. «Evaluation techniques and improvements of adhesion strength for TiN coating in tool applications»: a review. *Journal of Adhesion Science and Technology*.2015; 29, 7: 569–591.
- [16] S.S.Manjunatha, S.Basavarajappa. «Effect of coating thickness on properties of Mo coating deposited by plasma spraying». *Tribology”- Materials Surfaces & interface*. 2015; 9, 1: 41-45
- [17] F.Klabunde, M.Lohmann, J.Blasing, T.Drusdau. «Flame spraying». *I.Appl. Phys.* 1996; 80, 11: 6266.
- [18] T.Ashrafee, K.Aryal, G.Rajan, S.Karki, V.Ranjan, A.Rockett, R.W.Collins, O.Ayala, S.Marsillac. «Effect of substrate temperature on sputtered molybdenum film as a back contact for Cu (In,Ga)Se₂ solar cells». *IEEE 42nd Photovoltaic Specialist Conference*. 2015; 41995: 1-5.
- [19] A.Andreone, A.Barone, A.Di Chiara, G.Mascolo, V.Palmieri, G.Peluso, Scotti Di Uccio U. «Molybdenum-rhenium alloy based high-*Q* superconducting microwave resonators». *IEEE Trans. Magn.* 1989; 25, 2: 1972-1975.
- [20] R.Jakubiak, N.Murphy, L.Sun, J.Grant, J.Jones. «Deposition of metallic and dielectric molybdenum films via modulated pulse power magnetron sputtering, *Optical Interference Coatings*». 2013; M. Tilsh and D. Ristau, eds. *Osa Technical Digest (online) (Optical Society of America) paper FCS*.
- [21] AI.Blesman, DV.Postnikov, DA.Polonyankin, AA.Teplouhov, AVT.Tyukin, EA.Tkachenko. «Molybdenum protective coatings adhesion to steel substrate». *IOP Conf. Series. Journal of Physics: Conf. Series* 858. 2017; 012003.
- [22] K.Wang, B.Chang, J.Chen, H.Fu, Y.Lin, Y.Lei. «Effect of molybdenum on the microstructures and properties of stainless steel coatings by laser cladding», *Special Issue on Solid State Lasers Materials, Technologies and Applications. Appl. Sci.* 2017; 7; 10:1065.

ملخص

تُعد المعالجات والتحميل السطحي نهجًا عمليًا يستخدم لإطالة عمر الأجزاء والهياكل ، وخاصة الأسطح الأكثر تعرضًا للاجهادات الميكانيكية للنظام التقني قيد الدراسة. الهدف من هذا العمل هو دراسة تأثير ضغط الأكسجين على البنية الداخلية والخواص الميكانيكية لطبقة Mo المترسب على الفولاذ 42CrMo4 عن طريق الرش الحراري باللهب. تميز التحميل بالعديد من التقنيات التحليلية. أظهرت النتائج أن ضغط الأكسجين هو عامل حاسم ، حيث كشفت نتائجنا أن زيادة ضغط الأكسجين له تأثير إيجابي على البنية المجهرية وعلى الخواص الميكانيكية للتحميل. ينتج عن زيادة ضغط الأكسجين بنية مجهرية أفضل ، مع تحميل أكثر كثافة ، وأكثر إحكاما ، ومسامية منخفضة و مميزات ميكانيكية عالية.

Résumé

Les traitements de surface et les revêtements sont une approche pratique utilisée pour prolonger la durée de vie des pièces et des structures, en particulier les surfaces les plus sollicitées du composant technique considéré. L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet de la pression d'oxygène sur la microstructure et les propriétés mécaniques du revêtement de Mo déposé sur l'acier 42CrMo4 par projection thermique à la flamme. Le revêtement a été caractérisé par plusieurs techniques d'analyse. Les résultats montrent que la pression d'oxygène est un paramètre critique, les résultats ont révélé que l'augmentation de la pression d'oxygène a un effet positif sur la microstructure et sur les propriétés mécaniques du revêtement. L'augmentation de la pression d'oxygène génère une meilleure microstructure, avec un revêtement plus dense, plus compact, une faible porosité et des propriétés mécaniques meilleures.

Abstract

Surface treatments and coatings are a practical approach used to extend the life of parts and structures, especially the most stressed surfaces of the technical component under consideration. The aim of this work is to study the effect of oxygen pressure on the microstructure and mechanical properties of the Mo coating deposited on 42CrMo4 steel by thermal flame spraying. The coating was characterized by several analytical techniques. The results show that the oxygen pressure is a critical parameter, as our results revealed that increasing the oxygen pressure has a positive effect on the microstructure and on the mechanical properties of the coating. The increased oxygen pressure generates a better microstructure, with a denser, more compact coating, low porosity and better mechanical properties.