

# Contribution au remplacement des revêtements durs par traitement de surface non conventionnel dans les réacteurs à neutrons rapides

van De Tran

### ► To cite this version:

van De Tran. Contribution au remplacement des revêtements durs par traitement de surface non conventionnel dans les réacteurs à neutrons rapides. Matériaux. Ecole Centrale Paris, 2014. Français. NNT: 2014ECAP0063 . tel-01131912

# HAL Id: tel-01131912 https://theses.hal.science/tel-01131912v1

Submitted on 16 Mar 2015  $\,$ 

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers. L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



ÉCOLE CENTRALE DES ARTS

ET MANUFACTURES « ÉCOLE CENTRALE PARIS »

# **PROJET DE MEMOIRE DE THÈSE**

présenté par

### Van De TRAN

pour l'obtention du

# **GRADE DE DOCTEUR**

Spécialité : Sciences pour l'ingénieur

Laboratoire d'accueil : Génie des Procédés et Matériaux-LGPM

SUJET : Contribution au remplacement des revêtements durs par traitement de surface non conventionnel dans les réacteurs à neutrons rapides

Soutenue le : devant un jury composé de :

MM.	Michel JEANDIN, Professeur, MINES Paris-Tech	Président
MM.	Philippe BERTRAND, Professeur, ENISE	Rapporteur
	Hamid ZAIDI, Professeur, Univ. De Poitiers	Rapporteur
Mme.	Nadège CARON, Dr, Chef de projet CEA Saclay	Examinatrice
MM.	Ibrahim DEMIRCI, MdC, Arts et Métiers Paris-Tech	Examinateur
	Pascal AUBRY, Dr. HDR, Expert procédés CEA Saclay	Examinateur
	Pierre PONTHIAUX, Professeur, ECP	Directeur de thèse

2014-ECAP0063

### REMERCIEMENTS

Les travaux qui suivent sont le fruit d'une collaboration entre le « Laboratoire des Ingénieries des surface et laser » (LISL) du CEA Saclay et le « Laboratoire de Génie des Procédés et Matériaux » (LGPM) de l'Ecole Centrale Paris. Les deux partenaires ont participé à la présente étude non seulement en ce qui concerne la réflexion scientifique mais également par la mise à disposition de moyens d'essais spécifiques.

La première partie du travail s'est déroulée au sein du laboratoire LISL du Service d'Etudes Analytiques et de Réactivité des Surfaces (SEARS) à la Direction de l'Energie Nucléaire du CEA Saclay. Je remercie Monsieur G. MOUTIERS chef du SEARS, Madame N. CARON ancienne directrice du LISL, Monsieur H. MASKROT directeur actuel du LISL pour m'avoir accueilli dans leurs entités respectives et avoir ainsi rendu possible la réalisation de ces travaux. Je tiens à exprimer toute ma considération et ma gratitude à Monsieur P. AUBRY, ingénieur du LISL et co-directeur de ma thèse, pour ses conseils et ses encouragements. Mes plus vifs remerciements vont également à Jérôme Varlet, technicien, Cécile Blanc, ingénieur du LISL, qui m'a accompagné dans les caractérisations microstructurales à l'aide du MEB. Merci également aux autres techniciens du laboratoire, pour leurs aides ponctuelles et à Thierry Malot, Ingénieur du Laboratoire STAMP (Surface Treatment and Additive Manufacturing Process) pour ses aides.

La deuxième partie de ce travail s'est déroulée au Laboratoire Génie des Procédés et Matériaux de l'Ecole Centrale Paris, au sein de l'équipe « comportement mécano-chimique des surfaces-tribocorrosion », dirigée par Monsieur le Professeur P. PONTHIAUX. Je le remercie pour avoir accepté la charge de directeur de cette thèse et m'avoir accompagné dans l'étude tribologique et la correction de ce mémoire afin qu'il soit présenté en langue française correcte.

Mes remerciements vont également à Mesdames Mathilde Charter, technicienne de l'équipe, pour son aide, Nathalie Ruscassier, pour ses précieux renseignements concernant l'utilisation du Microscope Electronique à Balayage, enfin à Annie Boemar, informaticienne du laboratoire.

J'adresse toute ma gratitude aux Professeurs Philippe Bertrand et Hamid Zaidi, d'avoir bien voulu accepter de rapporter sur ce mémoire de thèse et de s'en être acquittés dans de courts délais.

Tous mes remerciements et mon estime vont à Messieurs M. JEANDIN, Professeur-Enseignant chercheur au Centre des Matériaux MINES Paris Tech, B. DEMIRCI, Maître de conférences-Enseignant chercheur du Laboratoire MSMP, à Mesdames N. CARON, Docteur-Chef de projet CEA Saclay qui ont accepté de venir enrichir le jury de leurs expériences.

Merci infiniment à mes parents pour m'avoir offert la chance de poursuivre de longues études dans des conditions optimales et à ma femme et ma belle-mère qui m'aident au quotidien afin que je puisse pleinement me consacrer à la rédaction de ce mémoire.

Il me reste finalement à remercier tous les stagiaires et thésards qui ont fait le quotidien de ces trois ans.

## RESUME

Cette thèse contribue au remplacement du revêtement de Stellite 6 utilisé aux zones de frottement dans le circuit primaire du réacteur à neutron rapide.

Elle comprend trois parties :

- 1) Une étude bibliographique afin de présider au choix des matériaux de remplacement et du procédé de dépôt.
- 2) Une étude paramétrique en vue d'obtenir des dépôts sains (bonne adhésion avec le substrat, peu de porosité, absence de fissure, dilution faible).
- 3) Une étude du comportement tribologique des dépôts réalisée pour deux valeurs de température. Ces essais tribologique ont été réalisés sous atmosphère inerte afin d'évaluer la résistance à l'usure des matériaux choisis sans l'influence d'une éventuelle couche d'oxydation.

De l'étude bibliographique il ressort les choix suivants mis en œuvre dans notre étude :

- le procédé projection laser qui présente des avantages tels que :
  - Bonne adhésion (métallurgique)
  - Vitesse de refroidissement élevée
  - Taux de dilution faible
  - Large plage paramétrique
- deux alliages base nickel : le Colmonoy-52 et le Tribaloy-700. Ces alliages présentent un bon comportement tribologique à sec et sont déposables par laser.

Pour la partie obtention d'un dépôt sain, tout d'abord nous avons caractérisé la poudre métallique. Ensuite, une recherche paramétrique a été conduite afin de disposer d'un jeu de paramètres qui permette d'obtenir un dépôt sain de Stellite 6 (référence), de Colmonoy-52 et de Tribaloy-700. A cette occasion, les relations entre trois paramètres principaux du procédé de projection laser (puissance du faisceau laser, vitesse de balayage de la surface, débit de poudre) ont été investigués en relation avec la microstructure et la composition chimique finale du dépôt.

Lors de l'étude tribologique, un tribomètre de type pion-disque a été utilisé et les essais de frottement ont été réalisés sous atmosphère d'argon, à température ambiante et à 200°C. Les mécanismes d'usure ont été identifiés pour les 3 matériaux et leur contre pièce (bille en AISI 316L). Les volumes usés ont quant à eux été analysés en fonction de la charge appliquée et l'effet de la température.

## ABSTRACT

This thesis contributes to the replacement of the coating of Stellite 6 which is used in friction areas for the primary circuit of the reactor fast neutron.

It contains three parts:

- 1) A literature review for selecting the materials and the deposition process
- 2) A parametric study to get healthy deposits (good adhesion with the substrate, little porosity, no cracks, low dilution)
- 3) A study wear behavior of deposits obtained, at high temperature (200°C) under an atmosphere inert gas, to determine the wear resistance of materials selected without the influence of an eventual oxidation layer.

From the literature review, it appears the following choices implemented in our study.

- the method laser cladding with advantages such as:
  - ✓ Good adhesion (metallurgical)
  - ✓ High cooling speed
  - ✓ Low dilution rate
  - ✓ Wide parametric range
- two nickel-based alloys: Colmonoy-52 and Tribaloy-700. These alloys have good dry wear behavior and could be deposited by the laser.

In the manufacturing part of the healthy deposit, firstly, we characterized the metal powder. Then, a parametric study was performed to look for a good parametric range that makes us getting a healthy deposit of Stellite 6 (reference) of Colmonoy-52 and Tribaloy-700. In this case, relationships among three main process parameters laser cladding (laser beam power, surface scanning speed, rate of powder) with the microstructure and chemical composition of the deposit are studied.

In study the wear behavior, a pin-on-disc type of tribological was used and tests were carried out in argon at room temperature and 200°C. We investigated the wear mechanism of the best deposition of Stellite 6, Colmonoy-52 and Tribaloy-700. The wear resistance of these materials were thourghly compare

# TABLE DES MATIERES

TABI	E DES MA	TIERES	1
LIST	E DES ABR	EVIATIONS	4
TABI	e des fig	URES	5
TABI	E DES TA	BLEAUX	12
INTR	ODUCTIO	N GENERALE	14
CHA	PITRE I	ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE	16
I.1.	Introduc	tion	16
I.2.	Les proc	édés	
1.2	.1. Procédé	s permettant la réalisation de couches minces	
1.2	.2. Procédé	s permettant la réalisation de couches épaisses	
	I.2.2.1.	Projection thermique	
	1.2.2.2.	Procédés de fusion	
	1.2.2.2.1	Procédé TIG (Tungsten-Inert-Gas)	
	1.2.2.2.2	Procédé MIG (Metal-Inert-Gas)	
	1.2.2.2.3	Procédé PTAW (Plasma Transferred-Arc Welding)	
	1.2.2.2.4	Projection par laser	
	1.2.2.3.	Conclusion	
1.3.	Substrat	en acier et revêtements durs	29
1.3	.1. Acier ind	xydable 316LN	
1.3	.2. Revêten	nents durs	
	1.3.2.1.	Revêtements durs de Stellite (base cobalt)	
	I.3.2.1.1	Microstructure	
	1.3.2.1.2	Comportement tribologique du revêtement de Stellite	
	1.3.2.2.	Revêtements durs de Colmonoy (base nickel)	
	1.3.2.2.1	Microstructure	
	1.3.2.2.2	Comportement tribologique des revêtements Colmonoy	
	1.3.2.3.	Revêtements durs de Tribaloy (base nickel ou cobalt)	
	I.3.2.3.1	Microstructure	
	1.3.2.3.2	Comportement tribologique du revêtement de Tribaloy	
	1.3.2.3.3	Revêtements durs Deloro (base nickel)	
	1.3.2.4.	Revêtements durs de NOREM (base fer)	
	1.3.2.4.1	Microstructure	
	1.3.2.4.2	Comportement tribologique de revêtements NOREM	60
	1.3.2.5.	Autres revêtements durs	63
	1.3.2.5.1	Revêtements durs de nitrure de chrome	63
	1.3.2.5.2	Revêtements durs de carbure de chrome	
	1.3.2.5.3	Revêtements durs de cermets Ni + WC	65
14	Conclusi	on	67
	Conciusi	¥	

CHA	PITRE II	: PROCEDES ET MATERIAUX	69
II.1.	Introd	luction	
11.2.	Préser	ntation du site expérimentale	
	2 1 Poste	e de travail	69
Ш.	2.2. Laser.		
П.	2.3. Distril	buteur de poudre	
П.	2.4. Buse	de projection	
II.3.	Substr	rat et poudres métalliques utilisées	72
١١.	3.1. Subst	trat en acier AISI 316 L	
١١.	3.2. Poudr	res utilisées pour la projection laser	
	II.3.2.1.	Poudre de Stellite 6	
	II.3.2.2.	Poudre de Colmonoy-52	
	II.3.2.3.	Poudre de Tribaloy-700	75
II.4.	Reche	erche paramétrique	
П.	4.1. Stellit	te 6	
	II.4.1.1.	Recherche paramétrique initiale	
	II.4.1.1	1.1. Porosité et fissuration des dépôts	
	II.4.1.1	1.2. Analyse microstructurale des dépôts	
	II.4.1.1	1.3. Conclusion	
	II.4.1.2.	Recherche des paramètres permettant la maîtrise de la dilution	
	II.4.1.2	2.1. Géographie des échantillons	
	II.4.1.2	2.2. Analyse microstructurale	
	II.4.1.2	2.3. Dilution substrat / dépôt	
	II.4.1.2	2.4. Microdureté Vicker	
	II.4.1.2	2.5. Conclusion	
П.	4.2. Colmo	onoy-52	
	II.4.2.1.	Recherche paramétrique initiale	
	11.4.2.2.	Recherche paramétrique pour l'obtention de dépôts sains	
	II.4.2.3.	Minimisation de la fusion du substrat	
	11.4.2.4.	Analyse des échantillons de Colmonoy-52 obtenus après optimisation para	métrique 100
	11.4.2.4	4.1. Santé matière	100
	11.4.2.4	4.2. Analyse microstructurale des dépôts	100
	11.4.2.4	4.3. Analyse de la dilution du substrat dans le dépôt	105
	11.4.2.4	4.4. Microdureté Vicker	105
	11.4.2.4	4.5. Conclusion	106
11.	4.3. Tribal	loy-700	106
	II.4.3.1.	Morphologie des revêtements de Tribaloy-700	106
	11.4.3.2.	Microstructure des dépôts de Tribaloy700	107
	11.4.3.3.	Microdureté Vicker	108
	11.4.3.4.	Conclusion	109

### CHAPITRE III : COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE ET RÔLE DE LA TEMPERATURE...... 110

III.1. Rappel	110
III.1.1. Contact sphère-plan	110
III.1.2. Facteurs influençant le frottement	
III.1.3. Les mécanismes d'usure	
III.1.3.1. L'usure adhésive	112

III.1.3.2.	L'usure abrasive	112
III.1.3.3.	L'usure par fatigue	112
III.1.4. Quant	tification de l'usure	112
III.1.5. Consé	quences du frottement	113
III.2. Etude c	du comportement tribologique des revêtements durs retenus	113
III.2.1. Le pro	ogramme de recherche tribologique	113
III.2.1.1.	Dimensionnement et préparation des échantillons	113
III.2.1.2.	Caractérisation de la surface avant le frottement	114
III.2.1.3.	Réalisation des essais tribologiques	115
III.2.1.4.	Quantification de l'usure	116
III.2.2. Résult	tats expérimentaux	117
III.2.2.1.	Comportement de tribologie des revêtements durs	117
111.2.2.1	1. Comportement tribologique sous argon du Stellite 6	117
111.2.1	2.1.1.1. A la température ambiante pour une force de contact FN = 5 N	117
111.2.1	2.1.1.2. A la température de 200°C pour une force de contact FN = 5N	120
III.2.	2.1.1.3. Influence, à température ambiante, de l'augmentation de la Force normale dans	le
cont	act	123
111.2.	2.1.1.4. Influence, à la température de 200°C, de l'augmentation de la Force normale dar	ıs le
cont	act	127
111.2.2.1		131
111.2.1	2.1.2.1. A température ambiante pour une force de contact FN = 5N	131
111.2.1	2.1.2.2. A la température de 200°C pour une force de contact FN = 5N	135
111.2.1	2.1.2.3. Influence, à température ambiante, de l'augmentation de la Force normale dans	le
cont	act	137
111.2.1	2.1.2.4. Influence, à la température de 200°C, de l'augmentation de la Force normale dar	ıs le
cont		142
111.2.2.1	3. Comportement tribologique sous argon du Tribaloy-700	146
111.2.	2.1.3.1. A T° ambiante pour une force de contact FN = 5N	146
111.2.1	2.1.3.2. A la température de 200°C pour une force de contact FN = 5N	149
111.2.1	2.1.3.3. Influence, à température ambiante, de l'augmentation de la Force normale dans	le
cont		151
111.2.	2.1.3.4. Influence, a la temperature de 200°C, de l'augmentation de la Force normale dar	is le
cont		154
111.2.2.2.	Influence de l'augmentation de temperature sur le volume use des differents depots et	Jaies
	401	
CHAPITRE IV	: CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES	160

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES
-----------------------------

## Liste des abréviations

CVD	Chemical Vapor Deposition
IBAD	Ion Beam-Assisted Deposition
EDX/EDS	Energy Dispersive X-ray Spectrometry
GTAW	Gas-Tungsten-Arc-Welding
HRC	Hardness Rockwell C scale
Hv	Hardness Vickers
HVOF	High Velocity Oxygen Fuel (Thermal Spray Process)
MAG	Metal-Active-Gas
MIG	Metal-Inert-Gas
MMA	Manual Metal Arc
MMAW	Manual Metal Arc Welding
MET	Microscopie Electronique en Transmission
MEB	Microscopie Electronique à Balayage
PTAW	Plasma Transferred-Arc Welding
PVD	Physical Vapor Deposition
OFW	Oxy Fuel gas Welding
SAW	Submerged Arc Welding
STEM-HAADF	Scanning Transmission Electron Microscopy-High Angle Annular Dark Field
TIG	Tungsten-Inert-Gas
ZAT	Zone Affectée Thermiquement
TTS	Transformation tribologique de surface

# Table des figures

Figure 0-1 : Schéma du réacteur SFR-Na	15
Figure 0-2 : Trois zones de contact principales dans le SFR	15
Figure I-1 : Principe fondamental de la projection thermique (PRONER, 1999)	17
Figure I-2 : Comparaison des procédés différents de projection thermique en termes de la	
température et la vitesse de déplacement des particules (Kuroda, et al., 2008)	17
Figure I-3 : Schéma du procédé TIG [1]	20
Figure I-4 : Métallographie de la couche supérieure du dépôt en Stellite 6 déposé par des procédé	és
différents : (a)-TIG, (b)-Laser (Atamert, 1989)	21
Figure I-5 : Profil de dureté mesurée dans l'épaisseur des dépôts en Stellite 6 obtenus par des	
procédés différents (Atamert, 1989)	21
Figure I-6 : Schéma du procédé MIG [2]	22
Figure I-7 : Schéma des différents transferts (Planckaert, 2008)	23
Figure I-8 : Schéma du procédé PTA [3]	23
Figure I-9 : Effet du débit du gaz porteur et du débit de poudre sur la qualité du dépôt (Deuis, 199	98).
	24
Figure I-10 : Influence des différents paramètres sur la dilution du dépôt (Deuis, 1998)	25
Figure I-11 : Microstructure du dépôt de Stellite 6 déposé par PTAW (a) et par laser (b)	25
Figure I-12 : Application des faisceaux lasers (Folkes, 1994).	26
Figure I-13 : Schéma du procédé de projection par laser	26
Figure I-14 : Différentes nuances dérivées de l'acier 304 (Schwartz, 2011)	29
Figure I-15 : Diagrammes Fe-Ni et Fe-Cr [7]	30
Figure I-16 : Influence du Nickel sur le diagramme du Fe-Cr-Ni (Cunat).	31
Figure I-17 : Diagramme du système Fe-Cr-C (Durand-Charre, 2003).	31
Figure I-18 : Diagramme Schaeffler et Delong (Schwartz, 2011).	32
Figure I-19 : Microstructure d'acier inoxydable AISI 316L à 1000°C (Angella, 2005)	33
Figure I-20 : Résistance à l'usure tracée en fonction de la dureté (a), du contenu volumétrique des	S
carbures (b) pour différents alliages Stellites purs (Mol, et al., 1996)	34
Figure I-21 : La perte de matière des 5 nuances de Stellite pour différente température	35
Figure I-22 : Volume perdu (mm3) de Stellite 6 déposé par PTA en fonction des paramètres	
température, charge, vitesse de glissement	36
Figure I-23 : Volume perdu (mm3) de Stellite 6 chargé à 30% massique en Cr3C2, déposé par PTA,	, en
fonction des paramètres température, charge, vitesse de glissement.	37
Figure I-24 : Comparaison du volume d'usure relative des couches déposé par de différents procé	dés,
pour les conditions opératoire : 450°C, 20Kg, 2.09 m/s, 10000m.	37
Figure I-25 : Morphologie de surface usée de Stellite 6 déposé par PTA (a), de Stellite 6 déposé pa	ir
Spray et fusion (b) sous conditions opératoires : 450°C, 10Kg, 2.09m/s, 10000m	38
Figure I-26 : Résistance à l'usure en fonction de la température.	38
Figure I-27 : Coefficient de frottement en fonction de la charge appliquée: (a) test effectué dans l'	'air,
(b) test effectué dans argon.	39
Figure I-28 : Intensité relative du cobalt, chrome et molybdène sur une surface de Stellite 6 après	
frottement.	40
Figure I-29 : Durete en fonction de la dilution pour des différents Stellites.	41
Figure I-30 : Resistance a l'usure en fonction de la dureté(a), en fonction du volume des carbures	(D)
pour des Stellites purs differents.	41
Figure I-31 : Photo obtenu par MEB de la surface usée de Stellite 6 (Lin, et al., 2006)	41

<b>Figure I-32</b> : Perte de masse en fonction du temps des tests effectués par l'abrasif Al2O3 et SiC 42 <b>Figure I-33</b> : Structure des dendrites du dépôt en alliage Ni-Cr-B (Gurumoorthy, 2007)
perpendiculaires à l'interface, (c) microstructure au centre du revêtement, (d) microstructure en
surface du revêtement (Kesavan & Kamaraj, 2010) 44
Figure I-35 : Différentes morphologies des précipités observés par microscopie électronique à
balayage ; (a), (b) (c) arête de poisson, (d) fleur, (e) blocs et (f) aiguille (Kesavan, et al., 2010)45
Figure I-36 : Images obtenues par MET-EDX : (a, b) Carbure en forme d'aiguille et son spectre
[Cr7C3]; (c, d) borure sphérique et son spectre [Cr2B] ; borure en forme de fleuron et son spectre
[CrB] (Kesavan, et al., 2010)
Figure I-37 : Microstructure du dépôt (multi-passage) observé par microscopie électronique à
balayage (Zhang, 2010)
Figure I-38 : Microstructure des revêtements en Colmonoy déposés par laser (Lim, et al., 1998) 46
Figure I-39 : Effet de la température sur la perte de matière à différentes distances de glissement 47
Figure I-40 : Coefficient de frottement de l'échantillon testé à (a) RT (b) 573 K et (c) 823 K 48
Figure I-41 : Image obtenue par MEB de la surface usée à différente température et pour différentes
distances de frottement: (a) 450 m et (b) 1600 m 48
Figure I-42 : Profil de la dureté à travers l'interface avant et après le vieillissement
Figure I-43 : Perte de matière d'un alliage à base de nickel en fonction de la température avant et
après le vieillissement
Figure I-44 : Micro-dureté en fonction du taux en molybdène des revêtements d'un alliage à base de
nickel obtenu par le procédé PTA
Figure I-45 : Taux de l'usure normalisé des dépôts d'un alliage à base de nickel obtenu par le procédé
PIA
Figure I-46 : Structure de la phase de Laves : cubique MgCu <sub>2</sub> (gauche), hexagonale MgZh <sub>2</sub> (milieu),
Figure L/17 : Phase de Laves dans le revêtement en Tribalov-800 dénosé nar laser, sur le substrat en
acier inovudable AISI 304 (Navas 2006)
Figure I-48 · Couche d'oxyde sur la surface d'usure des revêtements de Tribalov-800 54
Figure I-49 : Microstructure de la couche de Tribaloy-800 (a) de Tribaloy-900 (b) 54
<b>Figure I-50</b> : Microstructure dendritique de la couche de Tribaloy 800 (d), de Hibbaloy 800 (d).
dilution élevée (b).
Figure I-51 : Diagramme binaire de Co-Fe
Figure I-52 : Dureté movenne du revêtement de Tribalov-800 en fonction de la teneur en Fe
Figure I-53 : Profil de la dureté de Tribalov-800 avec une dilution faible (7% Fe), élevée (14%Fe) et de
Tribalov-900
Figure I-54 : Perte de masse des Tribalov-800. pour 2 valeurs de dilution. et 900
<b>Figure I-55</b> : Perte de masse de Deloro 50 en fonction de la température, après 100 cycles sous une
contrainte de 55 MPa. 103 MPa et 207 MPa
Figure I-56 : Image obtenue par MEB de la surface usée après 100 cycles de Deloro50 testé à diverse
températures sous la pression de 103MPa
<b>Figure I-57</b> : Microstructure du dépôt de l'alliage NOREM 02 mis en œuvre par PTAW (Beaurin, 2011).
Figure I-58 : Microstructure du dépôt en NOREM02 mis en œuvre par PTAW (Microscopie
électronique à balayage)
Figure I-59 : Perte de matière de NOREM 02 et Stellite 6 en fonction de la température après 100
ovelas de glissement dans l'air sous une contrainte de 103 MPa

Figure I-60 : Trace d'usure sous charge de 1000N de Stellite 21 testé à température (a) RT, (b) 250	)°C.
	60
Figure I-61 : Trace d'usure sous charge de 1000N de NOREM 02	61
Figure I-62 : Image (MEB) de la surface d'usure de NOREM 02 après 100 cycles de glissement dans	5
l'air à différente température sous contrainte de 103MPa	61
Figure I-63 : Profil de dureté obtenue en dessous de la surface d'usure du NOREM 02 testé à	
différentes températures	62
Figure I-64 : Profil de dureté obtenu en dessous de la surface d'usure du NOREM 02 et du Stellite	21
en fonction de la température.	62
Figure I-65 : Coefficient de frottement en fonction de la charge appliquée pour le Stellite 21 et le	
NOREM 02. Tests ont été effectués à (a) RT, (b) 150 ° C, (c) 200 ° C et (d) 250 ° C	63
Figure I-66 : Image (par microscopie électronique à balayage) du revêtement CrN sur AISI 304	
(Jagielski, 2000)	63
Figure I-67 : Phase en aiguilles et polygonale dans des revêtements renforcés par carbure de chro	me,
déposés par projection laser (Betts, 2009).	64
Figure I-68 : Microstructure du revêtement renforcé par carbure de chrome (Betts, 2009)	65
Figure I-69 : Résistance à l'usure des revêtements renforcés par le carbure de chrome (Betts, 2009)	9).
	65
Figure I-70 : Microstructure des revetements realises par l'injection de particules spheriques de V	VC
et de particules broyees de WC (Huang, 2004)	66
Figure I-71 : Le taux d'usure des couches WC/NI comparativement au substrat (Huang, 2004).	66
Figure I-72 : Micro-durete superficielle des couches deposées et du substrat (Huang, 2004)	67
Figure II-1 : Tete de projection laser (OPTOMEC LENS 850 R)	70
Figure II-2 : Dispositif de commation et de localisation du faisceau faser en sortie de libre optique	. 70
Figure II-3 : Schema de principe du distributeur de poudre PLASMA TECHNIK (Source : Suizer Met	COJ. 71
<b>Figure II-4</b> · Schéma de principe (a) et image (b) de la buse coaxiale utilisée au cours de cette thès	/ 1 Р
	71
Figure II-5 : Micrographie de la poudre de Stellite 6.	73
Figure II-6 : Image obtenu par MFB de la poudre de Stellite 6.	74
Figure II-7: Micrographie de la poudre de Colmonov-52	74
Figure II-8 : Image obtenu par MEB de la poudre de Colmonov-52.	75
<b>Figure II-9 :</b> Micrographie de la poudre de Tribalov-700.	75
<b>Figure II-10 :</b> Image obtenu par MEB de la poudre de Tribalov-700	76
Figure II-11: Dépôts mono-cordon de Stellite6 sur 316L.	77
Figure II-12 : Schéma du rechargement de Stellite sur 316L.	77
Figure II-13 : Quelques échantillons de dépôts 2D de Stellite 6	77
Figure II-14 : Section verticale des dépôts du Stellite 6.	78
Figure II-15 : Microstructure des échantillons de Stellite 6 (STE C1 D10) obtenu par projection las	ser.
	79
Figure II-16 : Echantillons de Stellite 6 construit par des fins cordons déposé par rechargement las	ser.
	80
Figure II-17 : Echantillons de Stellite 6 construit par des grands cordons déposé par rechargement	
laser.	80
Figure II-18 : Microstructure de l'échantillon produit par des fins cordons du procédé rechargeme	nt
laser	81
Figure II-19 : Microstructure de l'échantillon produit par des grands cordons du procédé	
rechargement laser.	81

Figure II-20 : Variation de la composition chimique au long du dépôt de fins cordons	82
Figure II-21 : Variation de la composition chimique au long du dépôt de grands cordons	83
Figure II-22 : Profil des éléments dans le dépôt de fins cordons	84
Figure II-23 : Profil des éléments dans le dépôt de grands cordons	84
Figure II-24 : Empreinte pyramidale formé par une pénétration d'un micro-duromètre	85
Figure II-25 : Profils de la dureté des dépôts du Stellite 6.	85
Figure II-26 : Série préliminaire de dépôts en Colmonoy-52 sur acier inox par projection laser / E	tude
paramétrique en fonction de la puissance laser, de la vitesse et du débit de poudre	86
Figure II-27 : Dépôt mono-couche en Colmonoy-52 par projection laser	89
Figure II-28 : relation entre débit et énergie linéiques (en rouge et jaune : échantillons fissurés).	89
Figure II-29 : Schéma du rechargement de Colmonoy-52 sur 316L	90
Figure II-30 : Réalisation de dépôts surfaciques en Colmonoy-52 à différentes conditions	
paramétriques	92
Figure II-31 : Fissures et pores dans un dépôt en Colmonoy-52 obtenu par projection laser	93
Figure II-32 : Interface des dépôts en COLMNOY 52 avec le substrat en acier 316L	93
Figure II-33 : Synthèse des actions mises en œuvre pour la suppression de la fissuration et de la	
diminution de la porosité	94
Figure II-34 : Profil des éléments dans le dépôt COL_C4_D2 de quatrième campagne	97
Figure II-35 : Influence du débit de poudre sur la dilution du dépôt	98
Figure II-36 : Influence de la puissance sur la dilution du dépôt dans le procédé rechargement las	ser 98
Figure II-37 : Influence de la vitesse sur la dilution du dépôt dans le procédé rechargement	99
Figure II-38 : Echantillons de 6 <sup>ème</sup> campagne de Colmonoy-52	100
Figure II-39 : Image optique fond clair X10 de l'échantillon COL_C6_D30	100
Figure II-40 : Observation de la porosité de l'échantillon COL_C6_D30	100
Figure II-41 : Image EDS d'un échantillon de Colmonoy-52 (COL_C1_D2).	101
Figure II-42 : Observation de la composition de la matrice (analyse EDS en différents points,	
composition présentée dans le tableau ci-dessus)	102
Figure II-43 : Observation e la zone eutectique et des précipités (analyse EDS en différents point	S
présentée dans le tableau associé),	103
Figure II-44 : Microstructure du dépôt de Colmonoy-52 COL_C6_D30	104
Figure II-45 : Analyse de la diffusion du fer dans le dépôt de Colmonoy-52 COL_C6_D30	105
Figure II-46 : Diffusion du fer dans les dépôts COL_C6_D16 et D30 de Colmonoy-52	105
Figure II-47 : Profils de la micro-dureté du dépôt du Colmonoy-52	106
Figure II-48 : Dépôts en Tribaloy-700 obtenu par rechargement laser	107
Figure II-49 : Microstructure du dépôt de Tribaloy-700 obtenue par rechargement laser	107
Figure II-50 : Cartographies de la microstructure du dépôt de Tribaloy-700 obtenu par rechargen	nent
	108
Figure II-51 : Profils de la micro-dureté du dépôt de Tribaloy-700.	109
Figure III-1 : Représentation schématique du problème du contact sphère-plan	110
Figure III-2 : Répartition des contraintes en profondeur en r=0 du contact bille/plan	111
Figure III-3 : Eprouvette des essais tribologiques.	113
Figure III-4: Méthodologie de quantification du fer sur la surface de l'échantillon avant le frotten	nent.
Eigure III E : Taux du for on marcique de la surface des échantillens sur les quels la frattement un	114
rigure in-9. Faux du fer en massique de la surface des echantinons sur lesqueis le frottement va	111
avoir ileu.	114 .ir
ingure in-o . Microdurete moyenne mesuree a des echantmons sur lesqueis le nottement va avo	11 <sup></sup>
Figure III 7 : Tribomètre (2N EQN 01/min 2E001/min) utilisé nour des essais de tribelegie	CTT
rigure in-7. Insometre (ziv-solv, othim-zsoothim) utilise pour des essais de tribologie	110

Figure III-8 : Microtopographie 3 D en lumière blanche	116
Figure III-9 : Protocole de la mesure du volume d'usure de l'échantillon	116
Figure III-10 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d'usure associé : Stellite 6,	5N
et température ambiante	117
Figure III-11 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon: Stellite 6, 5N et température	
ambiante	117
Figure III-12 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Stellite6, 5N et	
température ambiante	118
Figure III-13 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact su	ır la
contre pièce : Stellite 6, 5N et température ambiante	118
Figure III-14 : Morphologie des débris d'usure : Stellite 6, 5N et température ambiante	119
Figure III-15 : Spectre des analyses sur des débris d'usure : Stellite 6, 5N et température ambiante	<b>.</b>
	119
Figure III-16 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d'usure associé : Stellite 6,	5N
et 200°C	120
Figure III-17 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 5N et 200°C	120
Figure III-18 : Analyse des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 5N et	t
200°C	121
Figure III-19 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Stellite6, 5N et	
200°C	122
Figure III-20 : Morphologie des débris d'usure: Stellite6, 5N et 200°C.	123
Figure III-21 : Spectre des analyses sur des débris d'usure : Stellite6, 5N et 200°C	123
Figure III-22 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 5N et 20N à température	re
ambiante	124
Figure III-23 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en 316L : Stellite 6, 5N et 20N à	
température ambiante	124
Figure III-24 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact su	ır la
contra pièce en 316L : Stellite 6, 20N et température ambiante	125
Figure III-25 : Spectre des analyses des points différents dans la zone de contact sur la contre pièc	e
en 316L : Stellite6, 20N et température ambiante	125
Figure III-26 : Morphologie des débris d'usure : Stellite6, 5N et 20N à température ambiante	126
Figure III-27 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Stellite 6,	(a)
5N et température ambiante ; (b) 20N et température ambiante	126
Figure III-28 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 5N et 20N à 200°C	127
Figure III-29 : Analyse des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 20N e	et
200°C	128
Figure III-30 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en 316L : Stellite 6, 5N et 20N à	
200°C	128
Figure III-31 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact su	ır la
contra pièce en 316L : Stellite 6, 20N et 200°C	129
Figure III-32 : Morphologie des débris d'usure : Stellite6, 5N et 20N à 200°C	129
Figure III-33 : Analyses de la composition chimique des débris d'usure : Stellite 6, 5N et 200°C	130
Figure III-34 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : (a) 5N et	
200°C ; (b) 20N et 200°C	130
Figure III-35 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Colmonov	y-
52, 5N et température ambiante	131
Figure III-36 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon: Colmonoy-52, 5N et température	
ambiante	131

Figure III-37 : Analyse des zones différentes dans la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 5N
et température ambiante
Figure III-38 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Colmonoy-52, 5N et
température ambiante
Figure III-39 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la
contre pièce : Colmonoy-52, 5N et température ambiante133
Figure III-40 : Morphologie des débris d'usure : Colmonoy-52, 5N et température ambiante 133
Figure III-41 : Analyse de la composition chimique des débris d'usure : Colmonoy-52, 5N et
température ambiante134
Figure III-42 : Spectre des analyses sur des débris d'usure : Colmonoy-52, 5N et température
ambiante
Figure III-43 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d'usure associé : Colmonoy-
52, 5N et 200°C
Figure III-44 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 5N et 200°C 135
Figure III-45 : Analyse des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 5N
et 200°C
Figure III-46 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Colmonoy-52, 5N et
200°C
Figure III-47 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la
contra pièce en 316L : Colmonoy-52, 5N et 200°C 137
Figure III-48 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 5N et 20N à
température ambiante138
Figure III-49 : Analyse de la composition chimique des zones différentes dans la trace d'usure sur
l'échantillon : Colmonoy-52, 20N et température ambiante138
Figure III-50 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en 316L : Colmonoy-52, 5N et 20N
à température ambiante
Figure III-51 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la
contre pièce en 316L : Colmonoy-52, 20N et température ambiante 139
Figure III-52 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la
contra pièce en 316L : Colmonoy-52, 20N et température ambiante140
Figure III-53: Morphologie des débris d'usure : Stellite6, 5N et 20N à température ambiante 140
Figure III-54 : Analyses de la composition chimique des débris d'usure : Colmonoy-52, 20N et
température ambiante141
Figure III-55 : Spectre des analyses sur des débris d'usure : Colmonoy-52, 20N et température
ambiante
Figure III-56 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Colmonoy-
52, (a) 5N et température ambiante ; (b) 20N et température ambiante141
Figure III-57 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 5N et 20N à 200°C.
Figure III-58 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur
l'échantillon : Colmonoy-52, 20N et 200°C 143
Figure III-59 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en 316L : Colmonoy-52, 5N et 20N
à 200°C
Figure III-60 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la
contra pièce en 316L : Colmonoy-52, 20N et 200°C 144
Figure III-61 : Morphologie des débris d'usure : Colmonoy-52, 20N à 200°C 144
Figure III-62 : Analyses de la composition chimique des débris d'usure : Colmonoy-52, 20N et 200°C.

Figure III-63 : Morphologie des débris d'usure : Colmonoy-52, (a) 20N à 25°C et (b) 20N à 200°C 145
Figure III-64 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Colmonoy-
52, (a) 5N et 200°C ; (b) 20N et 200°C
Figure III-65 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Tribaloy-700,
5N et température ambiante146
Figure III-66 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon: Tribaloy-700, 5N et température
ambiante
Figure III-67 : Analyse de la composition chimique des zones différentes dans la trace d'usure sur
l'échantillon : Tribaloy-700, 5N et température ambiante147
Figure III-68 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Tribaloy-700, 5N et
température ambiante148
Figure III-69 : Analyse de la composition chimique des zones différentes dans la zone de contact sur
la contre pièce : Tribaloy-700, 5N et température ambiante
Figure III-70 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d'usure associé : Tribaloy-700,
5N et 200°C149
Figure III-71 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 5N et 200°C 149
Figure III-72 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur
l'échantillon : Tribaloy-700, 5N et 200°C 150
Figure III-73 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Tribaloy-700, 5N et
200°C
Figure III-74 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la
contra pièce en 316L : Tribaloy-700, 20N et 200°C 151
Figure III-75 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Tribaloy-700, 5N et 20N à
température ambiante152
Figure III-76 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur
l'échantillon : Tribaloy-700, 20N et température ambiante152
Figure III-77 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en 316L : Tribaloy-700, 5N et 20N à
température ambiante153
Figure III-78 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la
contra pièce en 316L : Tribaloy-700, 20N et température ambiante 153
Figure III-79 : Analyses de la composition chimique des débris d'usure : Tribaloy-700, 20N et
température ambiante
Figure III-80 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d'usure associé : Tribaloy-
700(a) 5N et 200°C ; (b) 20N et 200°C 155
Figure III-81 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur
l'échantillon : Tribaloy-700, 20N et 200°C 155
Figure III-82 : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Tribaloy-700, 5N et
20N à 200°C
Figure III-83 : Analyse de la composition chimique de la zone de contact sur la contre pièce : Tribaloy-
700, 20N et 200°C
Figure III-84 : Morphologie et analyse de la composition chimique des débris d'usure : Tribaloy-700,
20N et 200°C
Figure III-85 : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Tribaloy-700,
(a) 5N et 200°C ; (b) 20N et 200°C
Figure III-86 : Volume d'usure de Stellite 6, Colmnoy-52, et Tribaloy-700 sous la charge 5N 158
Figure III-87 : Volume d'usure de Stellite 6, Colmnoy-52, et Tribaloy-700 sous la charge 20N 159

# Table des tableaux

Tableau I-1: Principales caractéristiques des différents procédés de projection thermique	. 18
Tableau I-2 : Propriétés des principaux types de rechargement	. 19
Tableau I-3 : Propriétés principales du revêtement déposé par un procédé de fusion	. 20
Tableau I-4 : Données obtenues par MET-EDX (Atamert, et al., 1989)	. 22
Tableau I-5 : Les variables du procédé de projection par laser de poudre (Ollier, 1995)	. 27
Tableau I-6 : Effets signalés de l'augmentation des valeurs des paramètres sur les propriétés du	
revêtement (+: Augmentation; -: Réduction) (Schneider, 1998)	. 27
Tableau I-7 : Comparaison de la projection laser avec les procédés PTA et de projection thermique	į
(Deuis, 1998)	. 28
Tableau I-8 : Caractéristiques des différents procédés de rechargement (Leveque, 1995)	. 28
Tableau I-9 : Composition chimique massique de l'acier AISI 316LN	. 30
Tableau I-10 : Composition élémentaire (% en masse) de l'alliage Stellite 6 et Stellite 21	. 34
Tableau I-11 : Composition chimique de cinq nuances de Stellite.	. 35
Tableau I-12 : Composition chimique des nuances de Stellite et de l'acier	. 40
Tableau I-13 : Composition élémentaire (% en masse) des nuances de Colmonoy-52	. 43
Tableau I-14 : Composition élémentaire (% en masse) des nuances du Tribaloy	. 51
Tableau I-15 : Composition élémentaire (% en masse) des nuances du Deloro	. 57
Tableau I-16 : Composition chimique de l'alliage NOREM 02 (Kim, et al., 2000).	. 59
Tableau I-17 : Composition moyenne des phases (% en masse) (Beaurin, 2011)	. 59
Tableau II-1 : Composition chimique (%massique) de l'acier inoxydable 316L	. 72
Tableau II-2 : Composition chimique (% massique) du Stellite 6	. 73
Tableau II-3 : Distribution granulométrique de la poudre de Stellite 6	. 73
Tableau II-4 : Composition chimique (% massique) du Colmonoy-52.	. 74
Tableau II-5 : Distribution granulométrique de la poudre de Colmonoy-52.	. 74
Tableau II-6 : Composition chimique (% massique) du Tribaloy-700.	. 75
Tableau II-7 : Distribution granulométrique de la poudre de Tribaloy-700.	. 75
Tableau II-8 : Donné paramétrique de la première campagne de Stellite 6.	. 76
Tableau II-9 : Paramètres utilisés pendant la deuxième campagne de Stellite 6	. 79
Tableau II-10 : Donné paramétrique de la première campagne de Colmonoy-52.	. 86
Tableau II-11 : Données paramétriques des mono-cordons en utilisant une vitesse faible.	. 88
Tableau II-12 : Données paramétriques des mono-cordons en utilisant une vitesse élevée	. 88
Tableau II-13 : Données paramétriques des dépôts en Colmonoy-52 sur acier de type de 316L.	. 91
Tableau II-14 : Résultat d'analyse de la fissuration et de la porosité du dépôt du Colmonoy-52 réal	isé
avec l'aide d'un microscope	. 92
Tableau II-15 : Synthèse des campagnes d'essai du Colmonoy-52	. 96
Tableau II-16 : Donnée paramétrique de 6ème campagne de Colmonoy-52	. 99
<b>Tableau II-17</b> : Donnés paramétrique de la première campagne de Tribaloy-700	106
Tableau III-1 : Composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contre	
pièce : Stellite 6, 5N et température ambiante	118
Tableau III-2 : Composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon :	
Stellite 6, 5N et 200°C	121
Tableau III-3 : Composition chimique des zones différentes dans la zone de contact sur la contre	
pièce : Stellite6, 5N et 200°C	122

Tableau III-4 : Composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon :	
Stellite 6, 20N et 200°C	128
Tableau III-5 : Composition chimique des débris d'usure : Tribaloy-700, 20N et température	
ambiante	154
Tableau III-6: Composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon :	
Tribaloy-700, 20N et 200°C	156

# **INTRODUCTION GENERALE**

Aujourd'hui, de plus en plus de pays souhaitent se retourner vers l'énergie nucléaire pour répondre aux besoins croissants en énergie, faire face à l'épuisement progressif des ressources fossiles et diminuer les émissions de gaz à effet de serre. Ce type d'énergie assure 16% de la production mondiale d'électricité avec plus de 400 réacteurs en fonctionnement (CEA, 2010).

En France, on a d'ores et déjà construit deux RNR sodium électrogènes: Phénix et Superphénix. De plus, on a déjà démarré un projet baptisé Astrid «Advanced Sodium Technological Reactor for Industrial Demonstration» pour étudier et concevoir la quatrième génération du réacteur. Dans ce projet, il y a la participation de grandes entreprises dans le domaine nucléaire de la France tels que CEA, EDF, AREVA. Il a attiré les chercheurs et les ingénieurs au meilleur niveau, structuré les activités de recherche et fédéré autour de lui l'ensemble de la filière nucléaire français.

Pour concevoir les nouvelles générations de centrales nucléaires à hauts degrés de fiabilités et de sureté, un des éléments essentiels qui impacte la conception globale du système est le choix du caloporteur des réacteurs. En fonction du choix du liquide caloporteur, on peut distinguer six systèmes sélectionnés pour cette nouvelle génération du réacteur.

- Réacteur Rapide Refroidi au Sodium, avec recyclage du combustible : **SFR** (Sodium-Cooled Fast Reactor System);
- Réacteur Rapide Refroidi au Gaz, avec recyclage du combustible : **GFR** (Gas-Cooled Fast Reactor System;
- Réacteur Rapide Refroidi au Plomb ou au plomb-bismuth, avec recyclage du combustible : LFR (Lead-Cooled Fast Reactor System);
- Réacteur à Neutrons Thermiques et à très Haute Température (1000°C) refroidi à l'hélium : VHTR (Very High Temperature Reactor System), dédié à la production d'hydrogène, et envisagé initialement sans recyclage du combustible ;
- Réacteur Refroidi à l'Eau Supercritique, à spectre neutronique thermique ou rapide, et recyclage du combustible : **SCWR** (Supercritical Water-Cooled Reactor System);
- Réacteur à Neutrons Thermiques à sels fondus, avec recyclage du combustible : **MSR** (Molten Salt Reactor System);

Cette étude concerne le premier système : le réacteur à neutron rapide refroidi au sodium liquide (SFR). Le schéma de ce réacteur est présenté dans la Figure 0-1. Le sodium est le caloporteur dans un réacteur à neutron rapide car il possède de très bonnes propriétés thermiques telles que la conductivité, la chaleur spécifique. De plus, il présente également des propriétés neutroniques et physiques attrayantes pour cette utilisation (II est dans l'état liquide de 97,8°C à 880 °C, sa viscosité est comparable à celle de l'eau, ce qui permet de conduire des études thermo-hydrauliques en eau, et sa compatibilité avec les matériaux métalliques est satisfaisante).



Figure 0-1 : Schéma du réacteur SFR-Na.

Dans ce réacteur nucléaire, l'acier inoxydable est un des matériaux essentiels pour les composants structurels. Il présente une bonne résistance à la corrosion mais sa résistance à l'usure n'est pas encore suffisante dans les zones de frottements. Pour renforcer la résistance à l'usure de ces zones, un revêtement à base de cobalt, de type de Stellite 6, est déposé par le procédé PTA. Cet alliage possède un faible coefficient de frottement, une bonne résistance à l'usure, une résistance satisfaisante à la corrosion et la capacité de résister à des températures extrêmes.

La Figure 0-2, ci-après, présente les trois zones sur lesquelles le frottement est à l'origine de dégâts importants. Le Stellite 6 est utilisé principalement sur ces zones de frottement que sont : les chandelles de sommier, les appuis platelage sur cuve primaire, les contacts tubes/grilles dans les générateurs de vapeur.



Figure 0-2 : Trois zones de contact principales dans le SFR.

Cependant, le cobalt contenu dans ce type d'alliage a comme inconvénient majeur pour les applications nucléaires de s'activer sous flux neutronique par une réaction du type <sup>59</sup>Co (n,  $\gamma$ )  $\rightarrow$  <sup>60</sup>Co. Avec une période de 5,7 ans, l'activité du cobalt 60 est maximale en cours d'exploitation du réacteur. Une durée d'au moins 30 ans après l'arrêt d'exploitation est nécessaire pour observer une réduction significative de l'activité induite. Aussi l'emploi de ce type de matériau est-il à éviter pour les applications sous flux dans la mesure où il est possible de lui substituer d'autres revêtements sans cobalt ou en très faible quantité.

# CHAPITRE I : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

### I.1. Introduction

Cette bibliographie présentée au paragraphe ci-après concerne les procédés de mise en œuvre associés aux matériaux élaborés en vue du remplacement des Stellites pour les nouvelles générations de centrales.

S'il existe plusieurs procédés susceptibles d'être utilisés pour réaliser un dépôt sur les zones subissant le frottement (projection par laser, PTAW, TIG, HVOF, cold spray, canon détonation), le cadre de l'étude nous impose une investigation particulière sur les procédés de fusion. En effet, ces procédés permettent de produire des revêtements denses avec une bonne liaison avec le substrat.

En ce qui concerne les matériaux d'apports, abordés dans la seconde partie de cette bibliographie, ces derniers seront présentés suivant l'élément principal de l'alliage. L'accent sera mis sur l'organisation microstructurale du matériau en fonction du procédé de mise en œuvre, et en cherchant à mieux comprendre les relations entre microstructure et résistance à l'usure en environnement agressif (tribocorrosion) à haute température.

### I.2. Les procédés

En fonction de l'épaisseur de la couche souhaitée, on peut distinguer deux groupes de procédés principaux :

- Les procédés propres à la réalisation de couches minces (entre quelques couches atomiques et une dizaine de micromètre),
- Les procédés permettant la réalisation de couches épaisses.

### I.2.1. Procédés permettant la réalisation de couches minces

Dans le cadre de ce travail, les procédés et dépôts minces ne seront pas étudiés profondément car ces dernières ne sont pas adaptées au contexte de notre étude.

Les dépôts en couches minces sont appliqué dans un grand nombre de domaines industriels tels que dans la microélectronique (films conducteurs, isolants ou semi-conducteurs), dans le mécanique (dépôts de couches anti-usure et anti-corrosion). Depuis plus de vingt ans, on développe deux grandes familles de technique de dépôts des matériaux sous forme de couches minces : PVD (Physical Vapor Deposition) et CVD (Chamical Vapor Deposition). Ces procédés peuvent déposer des couches minces dont l'épaisseur varie de quelques couches atomiques à une dizaine de micromètres. Le principe de ces deux procédés est de transformer la matière à déposer en phase vapeur par bombardement ionique. La vapeur est ensuite condensée sur les surfaces qu'on veut pourvoir d'un revêtement.

### I.2.2. Procédés permettant la réalisation de couches épaisses

#### I.2.2.1. Projection thermique

La projection thermique est l'ensemble des procédés dans lequel une source de chaleur telle que flamme, arc électrique, plasma est utilisée pour fondre ou porter à l'état plastique un matériau d'apport. Ce dernier est projeté par un gaz vecteur sur la surface à revêtir. La solidification a lieu dès que le matériau d'apport touche la surface avec une grande vitesse (supérieure à  $10^6$  K/s). Le temps de solidification est compris entre 0,5 µs et 2,5 µs.

Les matériaux disponibles pour la projection thermique comprennent des métaux, des alliages, des céramique, des plastique et composites. Ils sont déposés sous forme de poudre, de fil de cordon ou de baguette. Ces derniers sont fondus totalement ou partiellement dans la source de chaleurs. Le principe fondamental de la projection thermique est présenté dans la Figure I-1.



*Figure I-1* : Principe fondamental de la projection thermique (PRONER, 1999).

Ainsi, dans la projection thermique il n'y a pas de phénomène de fusion du substrat et l'adhérence du dépôt est mécanique. La rugosité du substrat est un élément essentiel qui influence l'adhérence. En fonction du procédé et du matériau déposé, cette dernière est généralement comprise entre 20 MPa et 115 MPa.

La formation du dépôt réalisé par projection thermique résulte d'une combinaison du phénomène d'écrasement et de solidification rapide de particules fondues sur le substrat et du balayage de la surface à traiter. La structure du dépôt obtenu est de type lamellaire. C'est la conséquence d'un processus d'empilements successifs des gouttelettes de matériaux fondu ou à l'état pâteux. La formation de cette structure dépend de nombreux éléments tels que la vitesse, la composition chimique, la température, le degré de fusion des particules projetées, la nature et la rugosité du substrat, la température, la mouillabilité, la conductibilité thermique du substrat (PRONER, 1999).

Dans la Figure I-2, la température et la vitesse de différents procédés de projection thermique tels que Flamme, Plasma, HVOF, Canon à détonation sont présentées



*Figure I-2* : Comparaison de différents procédés de projection thermique en termes de la température et de la vitesse de projection des particules (Kuroda, 2008).

Les caractéristiques principales des différents procédés de projection thermique sont présentées dans le Tableau I-1.

Caractéristiques	Projection flamme-poudre	Projection flamme-fil	Arc électrique	Plasma	HVOF	Canon à détonation				
Source de chaleur	Flamme oxyacétylénique	Flamme oxyacétylénique	Arc électrique	Plasma	Flamme oxyacétylénique	Flamme oxyacétylénique				
Température de flamme (°C)	3000 3000		6000	12000	3000	3000				
Transport des particules	gaz flamme air comprimé		air comprimé	gaz plasma (Ar/H)	gaz flamme	gaz flamme				
Vitesse des particules (m/s)	se des particules 40 40		250	200	700	950				
Forme du produit d'apport	ne du produit d'apport poudre		fil	poudre	poudre	poudre				
Taux horaire de dépôt (Kg/h)	1à3	1 à 20	5 à 30	1 à 4	3 à 5	3 à 5				
Rendement moyen (1) (%)	50	70	80	70	70	70				
Force d'adhérence (MPa)	20 à 40	20 à 40	40	30 à 70	50 à 80	50 à 80				
Taux de porosité (%)	10 à 20	10 à 20	8 à 15	1 à 10	0,5 à 2	0,5 à 2				
Epaisseur déposée (mm)	0,1 à 1,5	0,1 à 1,5	0,2 à3	0,05 à 1,5	0,05 à 1	0,05 à 1				
Exemples de matériaux d'apport	- métaux - céramique - carbures dans matrice métallique	- métaux - céramique - carbures dans matrice métallique	- métaux	- métaux céramique carbures	- métaux - carbures	- carbures -céramiques				
	(1) Pourcentage de poudre projetée qui adhère au matériau									

**Tableau I-1**: Principales caractéristiques de différents procédés de projection thermique (PRONER,1999).

La qualité des dépôts est conditionnée par la quantité de particules non-fondues, la porosité, l'impureté et les contraintes résiduelles. Ces dernières dépendent de la réaction chimique des particules avec les gaz environnants, les transferts de chaleur avec le substrat et le phénomène d'oxydation pendant la projection. Suivant les procédés et les matériaux utilisés, le taux de porosité varie de moins de 1% à 25%.

Le Tableau I-2 présente une comparaison des différents procédés couramment utilisés. En comparant avec des procédés PVD et CVD, la projection thermique a des avantages. Elle peut fournir des revêtements plus épais (>100µm) sur une grande surface. Ce positionnement s'inverse si l'on compare la projection thermique par rapport aux procédés de soudage. Ces derniers peuvent en effet permettre d'obtenir des dépôts plus épais, avec beaucoup moins de porosité, et une adhérence métallurgique avec le substrat.

ту	/pe de dépôt	Principe	Liaison	Epaisseur (mm)	Porosité moyenne (%)	Interaction avec le substrat
El	ectrolytique	Réduction par courant électrique	Mécanique	0,02 à 0,2	0	Non
Chimique		Réduction chimique dans un sel dissous	Mécanique	0,1	0	Non
Par immersion		Métal en fusion	Mécanique	0,03	0	Non
	Placage	Laminage	Mécanique	5 à 10	0	Non
	Flamme	Fusion métal d'apport +projection	Mécanique	0,05 à 2	5 à 15	Non
Projection thermique	Arc électrique	Fusion métal d'apport +projection	Mécanique	0,5 à 3	5 à 15	Non
	Plasma	Fusion métal d'apport +projection	Mécanique	0,1 à 1	2 à 10	Non
	HVOF	Fusion métal d'apport +projection	Mécanique	0,1 à 1	< 3	Non
	Canon à détonation	Fusion métal d'apport +projection	Mécanique	0,1 à 1	< 3	Non
	Projection avec refusion	Refusion sur support après projection	Mécanique+diffusion	0,5 à 1,5	< 2	Diffusion
	Flamme	Fusion métal apport	Métallurgique	1 à 2	0	Fusion
Soudage	Arc, atmosphère réductrice	Fusion métal apport	Métallurgique	2 à 7	0	Fusion
Judaye	Arc, atmosphère réductrice	Fusion métal apport	Métallurgique	2 à 7	0	Fusion
	Plasma, arc transféré	Fusion métal apport	Métallurgique	1 à 5	0	Fusion
Phase	PVD	Evaporation métal d'apport	Diffusion	0,01	0	Non
vapeur	CVD	Evaporation métal d'apport	Diffusion	0,005	0	Non

Tableau I-2 : Propriétés des principaux types de rechargement (PRONER, 1999).

#### I.2.2.2. Procédés de fusion

Ce sont des procédés qui impliquent la création d'une source de chaleur à partir d'un arc électrique ou d'un laser. Cette source de chaleur fusionne en surface le matériau du revêtement apporté sous forme de poudre ou de fil. Chaque procédé a ses propres paramètres qui influencent les propriétés résultantes du revêtement. La comparaison entre des procédés de fusion a été réalisée par certains auteurs comme (Atamert, 1989) (Clark, 2010) (Deuis, 1998) (Oberländer, 1992). Le Tableau I-3 résume les principales constations formulées par ces auteurs.

Propriétés géométriques	Propriétés mécaniques	Propriétés métallurgiques
	• La distribution de dureté	<ul> <li>La microstructure (porosité, fissuration)</li> </ul>
<ul> <li>Les dimensions du revêtement</li> </ul>	Les contraintes     résiduelles	La dilution
La dilution	La résistance à l'usure	La taille des grains
<ul> <li>La rugosité</li> </ul>	La résistance à la	<ul> <li>L'homogénéité</li> </ul>
	traction	La résistance à la corrosion

 Tableau I-3 : Propriétés principales du revêtement déposé par un procédé de fusion.

#### I.2.2.2.1. Procédé TIG (Tungsten-Inert-Gas)

Ce procédé est également connu sous le nom GTAW (Gas-Tungsten-Arc-Welding). Il consiste à créer une source de chaleur à partir d'un arc électrique jaillissant dans une atmosphère gazeuse inerte entre une électrode réfractaire en tungstène et une pièce à souder servant d'anode (Figure I-3). La nature du courant électrique varie avec celle du métal de base. En réalité, trois types de courant sont utilisés : courant continu, courant pulsé et courant alternatif. Le gaz inerte est l'argon ou l'hélium. Le métal d'apport est amené manuellement (baguette) ou automatiquement (fil déroulé). La température de l'arc TIG est de 3400°C à 4000°C.



Figure I-3 : Schéma du procédé TIG [1].

Ce procédé est applicable à divers matériaux tels que les aciers au carbone, les aciers inoxydables, les alliages de nickel, le titane, le zirconium, le tantale, les alliages d'aluminium et les alliages de cuivre. Son avantage particulier est de garantir une grande pureté du métal fondu et de permettre d'obtenir une soudure plus lisse, sans projection et sans formation de laitier. Pour ces raisons, il est utilisé dans les cas suivants :

- Quand la demande en qualité de soudage est très élevée, par exemple dans la fabrication de produits pour l'industrie chimique, nucléaire.
- Quand il faut souder des matériaux soumis à la corrosion
- Quand des alliages ne sont pas soudables avec les autres procédés comme le titane...

Dans l'étude de certains auteurs tels que (Kashani, 2007) (Laridjani, 2010) (Clark, 2010), ce procédé a été utilisé pour déposer des revêtements. Ces derniers ont amélioré la résistance à l'usure des aciers inoxydables. Notamment, (Atamert, 1989) a réalisé la comparaison entre ce procédé et projection laser en analysant l'influence de ces précédé sur la microstructure

des revêtements en Stellite. Cette étude montre que, lors de la solidification, la vitesse de refroidissement de la projection laser est plus élevée que celle du TIG. Ceci conduit à une microstructure ayant la dendrite plus fine, plus isotrope et plus uniforme (Figure I-4).



*Figure I-4 :* Métallographie de la couche supérieure du dépôt en Stellite 6 déposé par des procédés différents : (a)-TIG, (b)-Laser (Atamert, 1989).

Celui est expliqué par une augmentation du nombre de premiers germes cristallins quand la vitesse de refroidissement est plus élevée. Le conflit entre les dendrites adjacentes empêche le développement des morphologies très anisotropes. L'auteur a également analysé la relation entre la microstructure et la dureté du dépôt. Ces analyses montrent que l'affinement de la microstructure fait augmenter la dureté. Ceci est prouvé par le fait que la dureté des revêtements déposé par laser est plus élevée (Figure I-5).



*Figure I-5* : Profil de dureté mesurée dans l'épaisseur des dépôts en Stellite 6 obtenus par des procédés différents (Atamert, 1989).

Pour renforcer cette constatation, l'auteur a réalisé l'analyse des éléments chimiques du revêtement (Tableau I-4). Il n'y a pas de différence significative au niveau de la matrice et du renforcement. Ceci nous permet de confirmer que l'augmentation de la dureté du dépôt est le résultat de l'affinement de la microstructure.

	Ma	trix	M <sub>7</sub>	<sup>,</sup> C <sub>3</sub>
	TIG	Laser	TIG	Laser
Z <sub>Co</sub>	56.7	58.9	14.4	15.7
Z <sub>Cr</sub>	24.4	24.9	76.6	75.7
Zw	0.87	0.9	2.77	2.38
Z <sub>Fe</sub>	15.8	11.7	6.03	4.54
Z <sub>Mn</sub>		1.34		1.66
Zsi	2.23	2.26	0.2	0.02

Z : désigne le pourcentage atomique calculé sans tenir compte de la présence du carbone

Tableau I-4 : Données obtenues par MET-EDX (Atamert, 1989).

#### I.2.2.2.2. Procédé MIG (Metal-Inert-Gas)

C'est un procédé de soudage à l'arc avec un fil électrode fusible. Il consiste à créer un arc électrique entre un fil fusible provenant d'une bobine et les pièces à souder, tout en protégeant l'arc et le bain de fusion par une atmosphère protectrice gazeuse. Cette atmosphère peut être inerte (Argon) ou active (CO<sub>2</sub> ou mélange Argon/CO<sub>2</sub>) (Figure I-6). Dans ce dernier cas, il est dénommé MAG (Metal-Active-Gas). Le MAG est une variante du MIG utilisant un mélange de gaz carbonique CO<sub>2</sub> et d'argon. Le soudage MIG/MAG est un procédé très universel donnant un taux de dépôt très élevé. Ce procédé est largement utilisé en soudage sur tôles d'acier de faible et moyenne épaisseur et sur des structures d'aluminium surtout lorsqu'il s'agit d'un travail manuel par un opérateur.



Figure I-6 : Schéma du procédé MIG [2].

Les paramètres principaux qui influencent la qualité des dépôts sont l'intensité du courant circulant dans l'arc électrique, la tension produite par le générateur entre l'électrode et la masse, la vitesse du fil de métal d'apport et le débit du gaz protecteur. Grâce à ces paramètres, les différents régimes de soudage peuvent être distingués. Ils sont présentés sur le diagramme tension d'arc-intensité d'arc (Figure I-7).



Figure I-7 : Schéma des différents transferts (Planckaert, 2008).

Une comparaison de la microstructure des dépôts qui sont déposés par les deux procédés TIG et MIG a été effectuée par (Clark, 2010). Le matériau utilisé est l'alliage à base de nickel de type d'Inconel 718. Selon l'auteur, l'emploi du soudage TIG a des avantages spécifiques par rapport aux techniques basées sur MIG. Par exemple, le dépôt du TIG peut contenir des porosités de diamètre maximal d'environ 5 µm alors que dans le processus de MIG, les porosités atteignent souvent près de 100 µm de diamètre.

#### I.2.2.2.3. Procédé PTAW (Plasma Transferred-Arc Welding)

Ce procédé est issu des techniques traditionnelles de soudage telles que OFW (oxy fuel gas welding), GTAW (gas tungsten arc welding), MMAW (manual metal arc welding), GMAW (gas metal arc welding) et SAW (submerged arc welding). Il possède deux arcs qui sont utilisés indépendamment. L'arc pilote est formé entre l'électrode en tungstène (cathode) et la buse en cuivre (anode). Un gaz plasma est ionisé par l'énergie de l'arc appliqué. Un second arc transféré est alors établi entre l'électrode de tungstène et la pièce à recharger. La température résultante au niveau de l'arc transféré est de l'ordre de 10000°C à 15000°C. L'énergie libérée par l'arc dépend de l'intensité de courant et de la longueur de l'arc. Les hautes températures rencontrées liquéfient le métal, qui se dépose sur le bain du substrat fondu et ainsi réaliser un rechargement. Un gaz protecteur contre l'oxydation autour du plasma est alimenté par une grande buse extérieure (Figure I-8).



Figure I-8 : Schéma du procédé PTA [3].

Les paramètres qui contrôlent la qualité du dépôt sont le débit de poudre, la vitesse de déplacement de la torche, l'intensité de l'arc, le débit du gaz et la distance entre la torche et le substrat. Dans l'étude de (Deuis, 1998), l'influence de ces paramètres sur la qualité du dépôt a été étudiée.

Avant d'analyser l'influence du débit du gaz dans ce procédé, il faut distinguer trois types de gaz : gaz porteur (Ar ou mélange du Ar/H<sub>2</sub>), gaz plasma (Ar) et gaz protecteur (Ar, He, mélange du Ar/He ou Ar/H<sub>2</sub>). Le débit du gaz porteur influence l'efficacité du processus. Lorsqu'il est supérieur à la valeur optimale, le rendement du procédé baisse. Les effets du débit de gaz porteur et du débit de poudre sur la qualité de dépôt sont présentés Figure I-9.



Figure I-9 : Effet du débit du gaz porteur et du débit de poudre sur la qualité du dépôt (Deuis, 1998).

Le débit du gaz plasma affecte la génération de chaleur dans l'arc plasma. En général, la colonne de plasma produite dans le procédé PTAW se compose d'argon ionisé. Un débit du gaz plasma très élevé peut créer une turbulence dans l'arc plasma. Elle compromet l'efficacité du gaz protecteur et de la distribution des poudres. Par conséquent, l'incorporation de la porosité et des oxydes dans le dépôt augmente. En outre, l'arc plasma est resserré et sa vitesse, sa longueur augmentent quand ce débit augmente. La colonne d'arc plasma est également influencée par le débit de poudre. Une augmentation de ce débit restreint et refroidit la colonne d'arc. Il existe une intensité de l'arc optimale qui permet de parvenir au maximum d'efficacité de l'utilisation de la poudre. Une valeur faible peut engendrer une chaleur générée insuffisante pour faire fondre la poudre ou la surface du substrat et la poudre injecté n'est pas incorporée dans le bain de soudure. L'adhérence du dépôt au substrat diminue. Au contraire, une valeur supérieure peut vaporiser de petites particules.

A propos de la distance entre la torche et la surface du substrat, elle influence également la qualité du revêtement. Cette distance devrait être inférieure à 15mm. En effet, au-dessus de cette limite, l'efficacité du gaz protecteur est réduite de manière significative.

En outre, l'épaisseur du substrat joue un rôle important pour ce procédé (Oberländer, 1992).

L'auteur a également analysé l'influence des paramètres du procédé sur la dilution du dépôt. Comme les autres procédés de fusion, la dilution a un effet significatif sur la composition chimique et les propriétés du dépôt. Une haute valeur est associée à une grande zone affectée thermiquement (ZAT) et (selon l'alliage) à une réduction de la dureté du revêtement. Une faible valeur amène souvent une mauvaise adhérence. Les facteurs les plus importants qui influent sur la dilution sont le débit du gaz plasma, l'intensité de l'arc et le débit de la poudre (Figure I-10).



Figure I-10 : Influence des différents paramètres sur la dilution du dépôt (Deuis, 1998).

Le procédé PTAW est utilisé par de nombreux auteurs (Gurumoorthy, 2007) (Hejwowski, 2006) (Kesavan, 2011) (Kesavan, 2010) (Liyanage, 2012) pour améliorer la résistance à l'usure et à la corrosion des aciers inoxydables. Ces études sont orientées vers la compréhension de la liaison entre la microstructure et le comportement tribologique du revêtement. Notamment, (Oliveira, 2002) et (Lin & Chen, 2006) ont réalisé des comparaisons des influences de ce procédé et projection laser sur la microstructure du dépôt en Stellite 6 déposé sur le substrat en acier inoxydable de type 304. La microstructure du dépôt de Stellite 6 déposé par ces deux procédés est présentée dans la Figure I-11.



Figure I-11 : Microstructure du dépôt de Stellite 6 déposé par PTAW (a) et par laser (b).

Le rechargement par laser permet de déposer des revêtements dont la microstructure est plus fine que le PTAW. Ceci donne une dureté plus élevé (510HV) aux revêtements de laser par rapport de la dureté (470 HV) des revêtements du PTAW. Selon l'auteur, cette information ne permet pas de prédire quelle surface présentera une meilleure résistance à l'usure parce que cette dernière dépend non seulement de la microstructure mais aussi du mécanisme d'usure du dépôt. Ceci a été également justifié dans l'étude de (Oberländer & Lugscheider, 1992). Dans cette étude, l'auteur a également comparé la dilution des revêtements déposés par ces procédés. Les deux procédés ont produit des dépôts avec une dilution faible. Le PTAW présente une dilution un peu plus faible (6.9%) par rapport du rechargement par laser (9.4%).

#### I.2.2.2.4. Projection par laser

Après 30 ans de développement, le laser a trouvé beaucoup d'applications industrielles, comme le perçage, la découpe, le soudage et les traitements superficiels (Figure I-12).



Figure I-12 : Application des faisceaux lasers (Folkes, 1994).

Parmi eux, l'utilisation d'un faisceau laser comme source d'énergie afin de produire des revêtements à partir des poudres métalliques offre de nouvelles possibilités pour améliorer la résistance à l'usure et à la corrosion. Ce procédé peut être défini comme un processus de fusion dans lequel le faisceau laser est utilisé pour faire fondre un alliage sur un substrat. La liaison entre revêtement et substrat est métallurgique. Ainsi, la projection par laser est une technique similaire à celle du PTAW, sauf que l'énergie est produite par le faisceau du laser (Figure I-13).



Figure I-13 : Schéma du procédé de projection par laser.

Dans le monde industriel, ce procédé a été utilisé pour déposer des revêtements sur les pièces mécaniques qui sont exposés dans un agressif environnement tels que cyclage thermique, gaz corrosif, température élevée, usure d'abrasion et ou d'érosion. Il a été appliqué pour améliorer les surfaces des alliages à base de cobalt, de nickel, de titane, d'aluminium et d'aciers à outils à faible carbone. Dans ce processus, des particules dures (WC, TiC, SiC) et/ou de la poudre métallique sont injectées dans le bain liquide créé par l'énergie du laser. La zone fondue est essentiellement influencée par la vitesse de dépôt et la puissance du laser.

Dans ce procédé, il existe beaucoup de variables qui influencent le résultat. Ce sont des variables physiques des matériaux (poudre, substrat) et ceux du procédé. Le fait de connaître les relations entre ces variables permet de prédire des caractéristiques et des propriétés du revêtement (Tableau I-5)



Tableau I-5 : Les variables du procédé de projection par laser de poudre (Ollier, 1995).

L'influence de ces paramètres sur la qualité du dépôt a été réalisée par plusieurs auteurs comme (Komvopoulos, 1994) (Nurminen, 1983) (Kreutz, 1995). En général, l'influence d'un paramètre du procédé sur les paramètres de sortie est étudiée en maintenant les autres constants. Ceci peut aider à améliorer la connaissance des procédés en montrant comment les propriétés des revêtements sont influencées par les paramètres du procédé. L'influence de quelques paramètres du procédé de projection par laser sur les propriétés du dépôt est présentée dans le Tableau I-6 (Schneider, 1998).

Paramètres	Hauteur de la couche	Profondeur fondue	Dilution	Dureté et fissuration	Epaisseur maximale
P (W) Puissance laser	-	+	+	-	+
V (m/s) Vitesse de déplacement	+	-	-	+	-
Dm (g/s) Débit massique de poudre	+	-	-	+	+
D (mm) Diamètre du faisceau laser	+	-	-	+	-

**Tableau I-6** : Effets signalés de l'augmentation des valeurs des paramètres sur les propriétés du revêtement (+: Augmentation; -: Réduction) (Schneider, 1998).

En comparaison entre le rechargement par laser et les procédés classiques, le rechargement par laser présent plusieurs avantages (Marcel Schneider, 1998).

- La fourniture d'énergie peut être bien contrôlée
- Le traitement très local est possible
- Le gradient thermique est élevé, résultant une microstructure fine et/ou des phases métastables.
- La dilution du substrat est minimale et contrôlée.
- La liaison métallurgique entre le substrat et le matériau de revêtement est très étroit
- Une porosité dans le revêtement peut être empêchée totalement et une répartition homogène des éléments peut être réalisée.

De plus, en ce qui concerne des revêtements renforcés par des carbures tels que WC, TiC, SiC...le procédé de projection laser permet de produire des revêtements qui contiennent la fraction de dissolution de carbure la plus élevée en raison de la densité de la puissance élevée (2.10<sup>6</sup> W/mm) (Deuis, 1998). Les caractéristiques de trois procédés PTAW, laser et projection thermique sont présentés dans le Tableau I-7.

Paramètres	ΡΤΑ	Laser	Projection thermique
La vitesse de projection de la poudre (m s <sup>-1</sup> )	-	0.2÷6	100÷250
Le taux de dépôt (g s <sup>-1</sup> )	8÷250	6÷30	8÷50
L'épaisseur d'une couche (mm)	1÷6	0.25÷3	1.5÷2.5
L'épaisseur de la ZAT (mm)	2÷4	0.4÷2	0.2÷0.5
Le rendement moyen (%)	80÷90	60÷90	40÷50
La température en surface du substrat (°C)	400÷600	60÷600	100÷900
La vitesse de refroidissement (K s <sup>-1</sup> )	10 <sup>2</sup> ÷8x10 <sup>3</sup>	$10^3 \div 10^6$	10 <sup>4</sup> ÷10 <sup>5</sup>

**Tableau I-7** : Comparaison de la projection laser avec les procédés PTA et de projection thermique<br/>(Deuis, 1998).

Parmi quatre procédés présentés, les procédés de projection par laser et PTA sont les plus performants en terme de taux de dilution et de déformation induites, et ce grâce à la possibilité du contrôle de l'apport d'énergie sur le métal de base. Par contre, leur inconvénient est lié à la faible épaisseur de dépôt (Tableau I-8). En effet, si un rechargement en couche plus épaisse est recherché, alors les procédé TIG ou MIG deviennent particulièrement intéressants.

Procédé	Apport énergie*	Dilution (%)	Déformation*	Vitesse dépôt (kg/h)	Epaisseur min. (mm)						
TIG	3	10 à 20	4	0,5 à 4	2,5						
MIG/MAG	4	10 à 40	4	1 à 6	3						
РТА	2	5 à 20	2	0,5 à 7	0,8						
Laser	1	1 à 5	1	0,5 à 4	0,5						
* Il s'agit de va	* Il s'agit de valeurs relatives (indice 1 le plus performant)										

**Tableau I-8** : Caractéristiques des différents procédés de rechargement (Leveque, 1995).

#### I.2.2.3. Conclusion

La projection par laser offre comme avantages de permettre d'accéder à une large plage paramétrique qui autorise le dépôt en une seule passe de revêtements en faible comme en forte épaisseur (0,2-5mm). En comparant aux autres procédés tels que TIG, MIG, PTA, ce procédé permet de contrôler facilement et de manière robuste la largeur et l'épaisseur des dépôts. Il permet également de fabriquer un revêtement de surface très lisse avec une excellente adhérence mais ayant une dilution minimale. La vitesse de refroidissement élevée due au procédé permet de générer une microstructure microcristalline avec une dureté supérieure et une meilleure résistance à l'usure et à la corrosion par rapport à des revêtements produits par les autres procédés. En outre, il est adapté pour le revêtement des profils complexes. Le revêtement de grandes surfaces est possible en faisant se chevaucher les cordons.

En ce qui concerne les inconvénients liés à ce procédé, il existe des zones affectées thermiquement sur le revêtement à cause du chevauchement des cordons. Ces zones possèdent une microstructure plus grossière. Ainsi, elles sont moins dures et présentent un comportement tribologique médiocre. De plus, plus la zone du revêtement déposée par laser est large, plus la température du substrat augmente. Ceci peut entraîner une augmentation de la dilution. Ces phénomènes s'expliquent par une absorption d'énergie et une interdiffusion accrues (Oberländer, 1992).

### I.3. Substrat en acier et revêtements durs

#### I.3.1. Acier inoxydable 316LN

Dans le domaine nucléaire, l'acier inoxydable austénitique des types 304, 316 et leurs variantes ont été généralement employés pour les composants structurels. Ce choix est régi par plusieurs facteurs importants tels que les propriétés mécaniques à hautes températures (fluage, fatigue, interaction fluage-fatigue), la compatibilité avec le sodium liquide, la facilité à les souder, leur mode de fabrication et leur coût (Mathew, 2010).

L'acier inoxydable AISI 316LN est un acier dérivé de la nuance AISI 304 (Figure I-14). La dénomination 316LN se réfère à la norme américaine AISI, le L (pour Low Carbon) indique la faible teneur en carbone de cet acier et le N (pour Nitrogen) de dopage à l'azote.



Figure I-14 : Différentes nuances dérivées de l'acier 304 (Schwartz, 2011).

L'AISI 316LN est un acier inoxydable austénitique de structure cristalline cubique face centrée. Sa composition est donnée dans le Tableau I-9.

	с	Mn	Si	Р	S	Cr	Ni	Мо	Nb	Ti	Та	Cu	В	Со	Ν
Min.	-	1,6	-	-	-	17,0	12,0	2,3	-	-	-	-	-	-	0,06
Max.	0,03	2,0	0,5	0,025	0,01	18,0	12,5	2,7	0,01	0,01	0,15	0,3	0,001	0,05	0,08

Tableau I-9 : Composition chimique massique de l'acier AISI 316LN.

Cet acier contient une teneur élevée en chrome et en nickel : entre 17 et 18% de chrome et entre 12 et 12,5% de nickel. Il peut donc être classé dans la catégorie des alliages Fe-Ni-Cr. Selon le diagramme du système Fe-Ni (Figure I-15), il existe une solution solide d'austénite étendue du fer au nickel. Le nickel est donc un élément gamma-gène qui favorise la formation de la phase gamma. En cas du système Fe-Cr (Figure I-15), il y a deux transformations en phase solide. Il existe une large solution solide de ferritte (phase alpha). C'est pour cela que le chrome est également désigné comme étant un élément alpha-gène. Le domaine austénitique est situé dans un domaine limité qui est nommé la boucle gamma. Ce domaine est assez réduit, il correspond à des teneurs en chrome inférieures à 10,5%. Pour des teneurs supérieures à 11,5% de chrome, l'alliage reste ferritique pour toutes les températures. Entre 10,5% et 11,5% de chrome, les phases austénitique et ferritique peuvent cohabiter dans le matériau.



Figure I-15 : Diagrammes Fe-Ni et Fe-Cr [7].

Dans le système Fe-Cr-Ni, le rôle du nickel est un élément stabilisateur de l'austénite (Figure I-16). Concrètement, il agrandit la taille de la boucle gamma et contrebalance de ce fait l'effet du chrome. La présence de nickel permet également d'améliorer la formabilité du matériau et sa résistance à la corrosion en milieu acide. Les phases du système ternaire sont celles des systèmes binaires limitrophes. La phase alpha du système Fe-Cr est présente avec une large extension en composition et en température. Elle participe à des équilibres bi et triphasés.



Figure I-16 : Influence du Nickel sur le diagramme du Fe-Cr-Ni (Cunat).

Outre le nickel et le chrome, cet acier contient aussi entre 2,25% et 2,75% de molybdène, au maximum, 0,035% de carbone et 0,080% (en masse) d'azote. Chacun de ces éléments joue un rôle particulier (SCHWARTZ, 2011).

La présence du carbone permet de modifier la stabilité de la phase gamma qui peut alors s'étendre jusqu'à 20% de chrome. Ainsi, le carbone a des propriétés gamma-gène. Mais, sa quantité dans l'acier AISI 316LN est très faible. Ceci permet de limiter la formation de carbures de chrome. Le diagramme du système Fe-Cr-C montre que l'augmentation de la teneur en carbone entraîne l'augmentation des carbures de type Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub> et Cr<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (Figure I-17). Ces derniers sont stables et durs mais diminuent la résistance à la corrosion intergranulaire de l'alliage. Ils sont solubles dans l'austénite à partir de 900°C mais non solubles dans la ferrite. C'est la raison pour laquelle il est nécessaire de travailler à des températures relativement élevées pour que la totalité du carbone puisse être mise en solution dans l'austénite. Ceci augmente les risques de croissance des grains d'austénite. Mais l'addition de nickel permet de limiter cet effet.



Figure I-17 : Diagramme du système Fe-Cr-C (Durand-Charre, 2003).

Le molybdène contribue à améliorer la tenue du matériau dans la plupart des milieux corrosifs, notamment les milieux acides, chlorés, phosphorés ou encore soufrés. En effet, il accroît la stabilité des films de passivation. De plus, c'est aussi un élément alpha-gène.
L'azote est présent dans le matériau sous forme interstitiel et remplace généralement le nickel, élément coûteux, comme élément stabilisateur de l'austénite. Il apporte à l'alliage une amélioration de la résistance à la corrosion par piqûres, à la corrosion intergranulaire ainsi qu'à la fissuration sous contrainte. En outre, l'addition d'azote dans la gamme de 0,06% à 0,08% (en masse) produit une amélioration significative des propriétés de fluage de ce matériau à travers le renforcement de solution solide et l'abaissement de l'empilement d'énergie de défaut (Mathew, 2010). L'azote est un élément fortement gamma-gène. Il est aussi fréquent que l'acier AISI 316LN contienne du manganèse qui est un élément gamma-gène.

Ainsi, tous les éléments peuvent être classés en deux groupes : alpha-gène et gamma-gène. Le mélange de ces éléments influence non seulement les propriétés de résistance à la corrosion du matériau, mais aussi il détermine la phase dont ce matériau sera composé. Il existe des modèles proposés pour calculer respectivement des équivalent chrome et nickel. Cela permet de prévoir la phase de l'alliage en fonction des équivalents nickel et des équivalents chrome. Pour les aciers inoxydables bruts de soudage, Schaeffler et Delong proposent le modèle suivant (Figure I-18):

$$\begin{cases} (\% Cr)_{eq} = (\% Cr) + 1,5(\% Si) + (\% Mo) + 0,5(\% Nb), \\ (\% Ni)_{eq} = (\% Ni) + 0,5(\% Mn) + 30(\% C) + 30(\% N). \end{cases}$$



Figure I-18 : Diagramme Schaeffler et Delong (Schwartz, 2011).

L'acier AISI 316LN possède une microstructure biphasée composée d'austénite et de ferrite  $\delta$  résiduelle. La composition chimique de ces phase est différente. La ferrite contient une grande quantité du chrome et du molybdène (éléments alpha-gènes). Par contre, l'austénite contient une grande quantité du nickel (élément gamma-gène). Parmi eux, la ferrite  $\delta$  résiduelle présente une faible quantité (moins de 2% à 3%). Il est la conséquence de la ségrégation des éléments alpha-gène (surtout du chrome) lors de la solidification et le traitement thermomécanique. Bien qu'elle ne soit pas considérée comme nuisible dans la plupart des applications, sa présence peut diminuer la ductilité et, éventuellement, la ténacité des aciers inoxydables austénitiques. Elle peut également être un site préférentiel pour la précipitation du carbure M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> et de la phase  $\delta$ . Ce dernier est un facteur fragilisant dans l'acier inoxydable. Pour éliminer cette phase, un recuit de quelques heures à 1400°C est

nécessaire mais avec un risque de croissance anormale des grains d'austénite. La microstructure de cet acier à 1000°C est présentée dans la (Figure I-19).



*Figure I-19* : Microstructure d'acier inoxydable AISI 316L à 1000°C (Angella, 2005).

La précipitation de  $M_{23}C_6$  demande une attention particulière en raison de son effet sur la résistance à la corrosion. Ce carbure précipite très rapidement le long des joints de grains à des températures entre 700°C à 900°C. La présence de ces carbures aux joints de grains peut conduire à la corrosion intergranulaire lorsqu'ils sont exposés à certains environnements. Cette précipitation est accélérée par le refroidissement rapide.

En ce qui concerne la dureté, grâce au essai de nanoindentation, (SCHWARTZ, 2011) a respectivement obtenu la dureté moyenne de 2,3GPa et de 3,8GPa pour l'austénite et la ferrite. La dureté moyenne de cet acier est de 200Hv<sub>0.2</sub>.

# I.3.2. Revêtements durs

#### I.3.2.1. Revêtements durs de Stellite (base cobalt)

#### I.3.2.1.1. Microstructure

L'alliage à base de cobalt (Stellite<sup>®</sup>) est couramment utilisé en vue de l'amélioration de la résistance à l'usure des pièces mécaniques, en particulier dans des environnements hostiles. Ce sont des mélanges de cobalt et d'autres éléments tels que le nickel, le chrome, le tungstène, le carbone et le molybdène. Chaque élément secondaire ajouté a son importance. Le chrome est ajouté pour former des carbures et pour construire la matrice (Co-Cr) plus compacte ainsi que pour améliorer la résistance à la corrosion et à l'oxydation. Le tungstène et le molybdène ont de grandes tailles atomiques. Ils donnent la dureté supplémentaire à la matrice en formant des carbures fragiles durs. L'addition de nickel augmente la ductilité.

Il y a un grand nombre de nuances de Stellite. Les différentes nuances ont été optimisées en fonction du type d'application. Par exemple, la nuance Stellite 21 est recommandée pour des applications impliquant de l'érosion, des températures élevées et/ou de la corrosion. Elle est donc présente dans des garnitures de valves ou robinetterie dans les applications pétrochimiques ou vapeur haute pression. La nuance Stellite 6 présente quant à elle une excellente capacité d'autolubrification et d'anti-grippage, une grande dureté à haute température, et une grande résistance à l'érosion par impact ou cavitation. Elle est très utilisée sur les siège de soupapes, les arbres et les paliers de pompe, ou encore les pièces d'érosion et d'accouplement. La composition chimique de deux nuances les plus connues est présentée dans le Tableau I-10.

	Со	Cr	С	W	Мо	Si	Mn	Ni	Fe
Stellite 6	Bal	28	1.2	4.5		1.1	1	<3	<3
Stellite 21	Bal	27	0.25		5.5	1.5	1	2.5	<3

 Tableau I-10 : Composition élémentaire (% en masse) de l'alliage Stellite 6 et Stellite 21.

La poudre Stellite peut être déposée par les procédés de soudage tels que le PTA, la projection laser qui a été utilisé par différents auteurs (Persson, 2005) (So, 1996) (Persson, 2003) (Ganesh, 2010) (Lin, 2006) (Persson, 2006) (Mol, 1996) pour déposer des revêtements en Stellite 6 et Stellite 21.

Lors du refroidissement, la première phase formée de l'état liquide se compose des dendrites riches en cobalt et non facettés avec une structure cristalline cubique face centrée (cfc). Le liquide restant se solidifie à la suite en un eutectique dans la zone inter-dendrites. Cette zone a une forme lamellaire. C'est un mélange de la phase (cfc) et de carbures eutectiques  $M_7C_3$  (Atamert, 1989).

Cet alliage contient une fraction volumique importante de carbures (environ  $0,2\div0,3$ ). Les carbures prédominants trouvés dans les alliages Stellite sont de type  $M_7C_3$  (M = métal). Ils sont riches en chrome avec une composition typique  $(Cr_{0.85}Co_{0.14}W_{0.01})_7C_3$ . Cette composition dépend de la composition de l'alliage et des conditions de refroidissement (Atamert, et al., 1989). La dureté des carbures, de l'ordre de 2200Hv est responsable de la dureté globale du dépôt (550Hv) et de la résistance à l'usure du revêtement en Stellite. Dans le cas des alliages ayant une faible teneur en carbone, d'autres carbures tels que  $M_6C$  et  $M_{23}C_6$  sont également abondants (Schneider, 1998). Mais, ils sont beaucoup moins durs que les carbures  $M_7C_3$  (Mol, 1996).

Ainsi, la microstructure des revêtements de Stellite est un mélange qui comporte des carbures durs et une matrice plus ductile. Les chiffres donnés par (Mol, 1996) montrent que la dureté moyenne des carbures est environ 5 fois supérieure à celle de la matrice. Les carbures jouent le rôle de noyaux dans une matrice et ils fournissent la résistance à l'abrasion. La matrice permet de lier les carbures. Grâce à la comparaison entre différents alliages Stellite, l'auteur a constaté qu'une augmentation de la dureté et de la teneur en carbure est favorable à la résistance à l'usure abrasive (Figure I-20).



*Figure I-20* : Résistance à l'usure tracée en fonction de la dureté (a), du contenu volumétrique des carbures (b) pour différents alliages Stellites purs (Mol, et al., 1996).

Les deux phases, matrice et carbure, doivent contenir une teneur suffisante en chrome pour établir une bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation. Comme la matrice perd rapidement sa tenue à haute température, elle doit être renforcée pour augmenter sa tenue à haute température.

# I.3.2.1.2. Comportement tribologique du revêtement de Stellite

La résistance de la Stellite à l'usure par abrasion est reliée directement à la dureté du dépôt. Cette dernière à température ambiante est déterminée principalement par la teneur en carbure. A température élevée, la capacité à maintenir sa dureté est affectée principalement par la teneur en tungstène et/ou en molybdène. De plus, la forme des carbures influence également la résistance à l'usure (K.C Antony).

Dans l'étude de (Kapoor, 2012), l'auteur a étudié des influences de la température sur la dureté et la résistance à l'usure de cinq nuances du Stellite. Leurs composition chimique est présente dans le Tableau I-11.

Element	Cr	W	Mo	Ni	Fe	С	В	Si	Mn
Specimen									
Alloy 1	30.5	12.5	0	3.5	5	2.4		2	2
Alloy 2	29	4.5	1.5	3	3	1.2		0.75	0.5
Alloy 3	30	8.3	0	1.5	3	1.4		0.7	2.5
Alloy 4	33.5	19	0	0	0	1.9	1	0	0
Alloy 5	22	32	0	0	0	1.5		0	0

 Tableau I-11 : Composition chimique de cinq nuances de Stellite.

Les résultats expérimentaux montrent que la dureté et la résistance à l'usure du Stellite se comportent différemment à température ambiante et à température élevée (Figure I-21).



*Figure I-21* : La perte de matière des 5 nuances de Stellite pour différente température.

La dureté de cet alliage diminue quand la température augmente. Ceci est expliqué par l'effet de la température sur la solution solide de Stellite. Cette dernière peut être adoucie à température élevée et peut également être durci par le cycle de chauffage/refroidissement. Une augmentation du tungstène peut augmenter la stabilité de la dureté de cette solution.

Les carbures de Stellite sont plus stables à température élevé. L'effet de la température (jusqu'à 650°C) sur ces carbures peut être négligé.

La résistance à l'usure à température ambiante, dépend quant à elle essentiellement de la teneur en carbone mais également être influencée par la teneur en tungstène. A haute température, les mécanismes d'usure deviennent plus complexes, impliquant de multiples facteurs par exemple, la surface usée peut être oxydé, l'effet synergique de la température et l'attaque mécanique peut entraîner des mécanismes d'usure différents. L'effet de la teneur en carbone sur la résistance à l'usure de Stellite à température élevé n'est pas aussi significatif qu'à température ambiante. Cependant, l'oxydation présente un plus grand effet sur sa résistance à l'usure à température élevée. Une augmentation de la teneur en chrome améliore la résistance à l'oxydation à température élevée.

Dans son article l'auteur (Aoh, 1999), étudie le comportement à l'usure des alliages à base de cobalt, Stellite 6, Stellite 6 chargé à 30% massique en  $Cr_3C_2$ , déposés par le procédé PTA sur de l'acier et par spray et fusion. Des essais pion-disque ont été effectués à haute température dans diverses conditions pour évaluer le comportement de l'usure des alliages et pour étudier l'effet de l'oxydation sur le comportement à l'usure. Le mécanisme d'usure possible a été quantifié à partir du volume perdu et analysé au moyen du MEB. Les résultats préliminaires ont révélé une relation cohérente entre les conditions d'usure et le volume d'usure. L'amélioration du comportement à l'usure par addition de carbure à température plus élevée est significative.

Pour Stellite 6 sous 200 et 450°C, le volume d'usure a augmenté de près d'un ordre de grandeur lorsque la charge augmente de 10 kg à 20 kg. La diminution de la vitesse de glissement a entraîné une légère diminution du volume de l'usure. Cependant l'effet de la vitesse de glissement n'est pas aussi important que celui de la charge et/ou de la température (Figure I-22).



*Figure I-22* : Volume perdu (mm3) de Stellite 6 déposé par PTA en fonction des paramètres température, charge, vitesse de glissement.

Une tendance similaire a été observée pour l'usure du mélange de Stellite 6 avec  $Cr_3C_2$  (30% massique). Pour autant, sous conditions opératoires équivalentes, les volumes d'usure de ce mélange étaient nettement inférieurs à ceux constaté pour le Stellite 6. Ce résultat peut être expliqué par le renforcement de la solution solide de la matrice par un excès de chrome et carbone dissolution. Par ailleurs, l'existence de phases de carbure de chrome offre une bonne résistance à l'usure, même aux températures élevées (Figure I-23).



**Figure I-23** : Volume perdu (mm3) de Stellite 6 chargé à 30% massique en Cr3C2, déposé par PTA, en fonction des paramètres température, charge, vitesse de glissement.

En ce qui concerne les interactions procédés mis en œuvre et propriétés des dépôts par rapport à l'usure, on remarque qu'en ce qui concerne le Stellite 6, bien que la dureté de la couche déposée par spray et fusion (HRC = 52) soit plus élevée que celle de la couche déposée par PTA (HRC = 46), une résistance un volume usé plus faible est constatée sur le dépôt réalisé par PTA, pour des conditions opératoires identiques (Figure I-24).



*Figure I-24* : Comparaison du volume d'usure relative des couches déposé par de différents procédés, pour les conditions opératoire : 450°C, 20Kg, 2.09 m/s, 10000m.

Un tel résultat permet à l'auteur de conclure que la dureté n'est pas le paramètre principal qui gouverne l'usure, et que la microstructure du dépôt joue sans doute un rôle beaucoup important dans la résistance à l'usure. Dans ce cadre, l'auteur a observé la surface usée au moyen d'un MEB. Dans tous les cas, il constate une morphologie d'usure dite de type adhésive qui s'accompagne d'un phénomène de transfert de matière du pion (matériau le plus mou) sur l'échantillon (matériau le plus dur) (Figure I-25).



*Figure I-25* : Morphologie de surface usée de Stellite 6 déposé par PTA (a), de Stellite 6 déposé par Spray et fusion (b) sous conditions opératoires : 450°C, 10Kg, 2.09m/s, 10000m.

#### • Rôle des éléments d'addition

L'effet de silicium sur le comportement de l'usure abrasive de Stellite est présenté et discuté dans l'étude de (Celik, 2004). La résistance à l'usure des alliages à base de cobalt pour différente teneur en silicium a été analysée. L'auteur constate que la résistance à l'usure a augmenté avec l'addition de silicium à basse température, mais diminué à haute température (Figure I-26).



Figure I-26 : Résistance à l'usure en fonction de la température.

Au travers d'une approche de même nature, les effets du molybdène sur la microstructure et la résistance à l'usure de Stellite 6 ont été étudiés par l'auteur (Shin, 2003). Dans cette étude, le Stellite 6 présentant différentes teneur en molybdène a été déposé sur de l'acier AISI 1045 en utilisant le procédé PTA. L'effet du molybdène sur la microstructure et la résistance à l'usure de Stellite a été analysé. Les résultats obtenus montrent qu'avec une augmentation de la teneur en molybdène, des carbures de type de  $M_{23}C_6$  se forment dans la région inter-dendritique et de type de  $M_6C$  à l'interface des dendrites en lieu et place des carbures riches en chrome de type de  $M_7C_3$  et  $M_{23}C_6$  observés dans la région inter-dendritique diminue, mais la taille des carbures riches en chrome dans la région inter-dendritique diminue, mais la taille des carbures de type  $M_6C$  formés à l'interface des dendrites augmenté, mais celle de carbure de type  $M_6C$  augmente brusquement. Ceci améliore la dureté et la résistance à l'usure de Stellite.

Dans l'étude de (Navas, 2006), l'auteur a réalisé des dépôts de Stellite 6 sur deux substrats en acier différent en utilisant le rechargement par laser. Des paramètres du procédé ont été

varié afin d'obtenir des dépôts à bonne cohérence avec le substrat et à une dilution faible. Le résultat montre que le rechargement par laser peut permettre d'obtenir de bons revêtements de Stellites sur les aciers différents. Ces revêtements ont une bonne adhérence avec le substrat. Leur composition chimique est homogène dans toute leur épaisseur et très similaire à celle de la poudre métallique initiale. De plus, ils présentent une dureté élevée et une excellente résistance au glissement. La combinaison entre l'oxydation et l'abrasion domine l'usure de Stellite 6. Avec des substrats en acier différent, l'influence de l'oxydation sur le comportement en tribologie du revêtement est différente.

Dans l'étude de (Persson, 2003), l'auteur a analysé l'influence de la transformation de phase et l'oxydation sur la résistance au glissement du revêtement de Stellite 21 obtenu par rechargement par laser. Selon ces analyses, avec la présence d'une couche d'oxyde, la valeur moyenne du coefficient de frottement ne varie pas quand on change la charge. Il est proche de 0,2. Cependant, ce coefficient du frottement est plus stable avec la charge quand il y a le phénomène d'oxydation lors du glissement (Figure I-27).



*Figure I-27* : Coefficient de frottement en fonction de la charge appliquée: (a) test effectué dans l'air, (b) test effectué dans argon.

Au niveau de l'usure, une formation d'une couche d'oxyde réduit le taux d'usure. En effet, l'absence de la couche d'oxyde conduit à un contact direct métal avec métal. Ceci augmente l'adhérence entre deux surfaces de contact. Sous le mouvement de glissement, cette adhérence entraîne une augmentation de la contrainte de cisaillement qui peut tout d'abord causer une transformation d'une structure cubique faces centrés à une structure hexagonale fermé cisaillé facilement et d'autre part conduire à un cisaillement entre la plane {0 0 0 1} de la structure hexagonale fermé et la surface de contact. Par conséquent, le taux d'usure augmente.

Dans une autre étude de (Persson, 2006) sur le comportement tribologique du Stellite 6, des analyses montrent qu'il existe une couche dite « tribo-film » lors du glissement. Son épaisseur est d'environ 30 nm. Une augmentation de la teneur en cobalt ainsi qu'une diminution de la teneur en chrome et en molybdène sont observée dans cette couche (Figure I-28). Cette dernière peut être à l'origine d'une excellente propriété vis-à-vis de l'usure et une bonne résistance au grippage de Stellite.



*Figure I-28* : Intensité relative du cobalt, chrome et molybdène sur une surface de Stellite 6 après frottement.

Dans l'étude de (Mol, 1996), cinq différentes nuances de Stellite ont été déposés sur le substrat en acier par rechargement par laser. La composition chimique de ces nuances est présentée dans le Tableau I-12.

Stellite	Со	с	В	Cr	Ni	w	Мо	Si	Fe	Mn	Cu	Density (Mg/m3)
no.1	48,6	2,5	-	33	1	15,5	-	1,3	1	0,1	-	8,69
no.6	62,3	1,2	-	28,4	1,5	4,5	0,5	1,2	0,3	0,1	-	8,44
no.20	46,5	2,5	-	33		18	-	-	-	-	-	8,78
no.21	63,5	0,3	-	26,6	2,9	-	5,5	0,8	0,3	0,1	-	8,33
no. SF 20	42,6	1,3	3	19,5	12,8	14,8	-	3,1	1,5	0,5	0,9	8,39
AISI 316	-	0,08	-	16-18	12-14	-	2-3	1	63-72	2	-	8

Tableau I-12 : Composition chimique des nuances de Stellite et de l'acier.

Dans cette étude, le laser CO<sub>2</sub> continu a été utilisé pour la fusion sous une atmosphère de protection de l'argon. Le point focal de la lentille se trouve à 20mm au-dessus de la surface, ce qui entraîne un diamètre de spot gaussien de 3mm. La puissance du laser, la vitesse de déplacement du faisceau laser et le débit de poudre sont varié respectivement dans la gamme 430-1200W, 2,5-10mm/s et 16-67mg/s. Les échantillons obtenus ont été refroidis à partir de 400°C à la température ambiante pendant dix heures.

Selon l'auteur, la dilution a un effet important sur la microstructure, la dureté et la résistance à l'usure du revêtement. Avant de penser à comparer la résistance à l'usure des différents Stellites, il faut avoir les rapports de dilution similaires. L'influence de la dilution sur la dureté des revêtements de Stellite est présentée dans la Figure I-29.



Figure I-29 : Dureté en fonction de la dilution pour des différents Stellites.

En comparaison entre des différents Stellites, l'auteur montre que la résistance à l'usure est proportionnelle à la dureté et la teneur en volume de carbure des revêtements (Figure I-30).



*Figure I-30* : Résistance à l'usure en fonction de la dureté(a), en fonction du volume des carbures (b) pour des Stellites purs différents.

Dans l'étude de l'auteur (Lin, 2006), des couches fines en Stellite 6 ont été déposés dur le substrat en acier doux par le procédé rechargement laser. La surface usée par un abrasif est présentée dans la Figure I-31.



Figure I-31 : Photo obtenu par MEB de la surface usée de Stellite 6 (Lin, et al., 2006).

L'analyse montre que la dureté du revêtement en Stellite 6 qui dépend fortement de la solidification de la microstructure ne conditionne pas absolument la résistance à l'usure de ce revêtement. Cette dernière est une fonction de le dureté mais également de certains autres facteurs tels que le module d'élasticité, la taille et la distribution des particules durs dans l'alliage, la taille et la dureté des particules abrasives, la distance de glissement et la charge appliquée. Effectivement, la dureté de Stellite 6 déposé par PTA est de 450 Hv, inférieur à 530 Hv du revêtement déposé par laser. Cependant, la perte d'usure de l'échantillon de PTA après 1000m de la distance de glissement est de 10mg, inférieur à 17mg de laser (Lin, 2006).

Ce résultat a été rappelé dans l'étude de (Atamert, 1989). Il a utilisé trois procédés différents (MMA, TIG, Laser) pour déposer le Stellite sur l'acier. L'utilisation de différents procédés lui permet d'avoir de différentes vitesses de refroidissement et des dilutions différentes. Ces deux éléments entraînent des différences de la microstructure du revêtement. Le procédé laser donne une vitesse de refroidissement le plus élevé, et une dilution plus faible. Par conséquent, son revêtement est plus dur. La résistance à l'abrasion du dépôt de TIG est la meilleure dans des premières minutes de l'essai car il présente une ductilité plus élevée.

En outre, l'utilisation des abrasifs qui ont la taille, la dureté différente peut changer le taux d'usure. Dans cette étude, deux types d'abrasif utilisés sont SiC et  $Al_2O_3$  dont la taille de particules nominales est respectivement 40 et 17µm et la dureté est respectivement 2100Hv et 2480-2600Hv. Le taux d'usure des revêtements est différent et présente dans la Figure I-32.



*Figure I-32* : Perte de masse en fonction du temps des tests effectués par l'abrasif Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et SiC.

Dans l'étude de (Navas, 2006), le Stellite 6 a été déposé sur deux différents substrats par le rechargement laser. Les deux substrats sont des aciers inoxydables qui ont le taux du carbone différent. La bille en acier de type AISI 52100 a été utilisé pour évaluer la résistance à l'usure des dépôts. La charge de 3 N et la vitesse de 0,1 m/s ont été appliqués lors du frottement. La distance de frottement a été variée de 1000 à 4000 m. Le résultat montre que le volume perdu des dépôts augmente proportionnellement avec la distance de frottement. Le Stellite 6 présente une très bonne résistance à l'usure par rapport au substrat. Son usure est le résultat d'une combinaison de l'oxydation et du mécaniste d'usure abrasive.

La couche d'oxyde ne réduit pas le coefficient de frottement au cours du frottement. Au contraire, lors que cette couche développe, le coefficient de frottement augmente progressivement jusqu'à une valeur stable qui correspond au moment où cette couche est formée. Ce phénomène a été également observé et présenté dans l'étude de l'auteur (Cho

Page 43

and Lee). Dans l'étude de (Persson, 2005), l'influence de la couche d'oxyde sur le comportement en tribologie des Stellites a également été abordée. La couche d'oxyde contient essentiellement des oxydes de chrome et de cobalt. La présence de cette couche entraîne un effet sur le coefficient de frottement. De plus, avec le Stellite 21, elle contribue à diminuer l'usure.

#### I.3.2.2. Revêtements durs de Colmonoy (base nickel)

#### I.3.2.2.1. Microstructure

Le Colmonoy<sup>®</sup> est un des alliages à base de nickel qui ne comportent pas de cobalt. Il peut avoir une dureté élevée, une bonne résistance à l'usure et à la corrosion. Ces revêtements sont fabriqués par des procédés de fusion tels que le PTAW et la projection par laser. Leurs propriétés dépendent essentiellement de la composition de la nuance et de la microstructure produite. La composition des nuances les plus utilisées est présentée dans le Tableau I-13.

Nuance	Ni	Cr	Fe	В	Si	Mn	С	W
Colmonoy-4	Base	10,0	2,8	2,1	2,4	-	0,54	-
Colmonoy-5	Base	11,5	3,0	2,5	3,8	1,0	0,7	-
Colmonoy-6	Base	14,56	3,8	3,37	4,28	-	0,73	-
Colmonoy-88	Base	15,69	3,81	3,09	4,12	-	0,76	16,22

 Tableau I-13 : Composition élémentaire (% en masse) des nuances de Colmonoy-52.

L'influence de la microstructure sur le dépôt en Colmonoy-52 est étudiée par plusieurs auteurs tels que (Haemers, 2000) (Corchia, 1987) (Zhang, 2010) (Lim, 1998) (Kesavan, et al., 2010) (Gurumoorthy, 2007) (Ming, 1998). Selon eux, le revêtement en Colmonoy-52 comporte des carbures et des borures dans la zone inter-dendrite. Ce sont ces phases dures qui influencent principalement la dureté et la résistance à l'usure du dépôt. Le rassemblement de ces phases dans la zone inter-dendritique est expliqué par la faible solubilité du bore dans le nickel. De plus, une structure dendritique peut exister avec des dendrites métalliques (Ni, Fe).

La microstructure des dépôts en alliage à base de nickel a été étudiée en utilisant diverses compositions d'alliage et différents substrats. En général, (Ming, 1998) la structure se compose de dendrites de la phase  $\gamma$ -Ni et de la zone eutectique entre des dendrites contenant la phase  $\gamma$ -Ni, borure et siliciure de nickel. En outre, des borures, des carbures de chrome et d'autres phases en fonction de la composition d'alliage ont également été observées. Ils sont dispersés dans la phase eutectique. L'exemple typique est la microstructure du revêtement d'alliage Ni-Cr-B qui est déposé par PTAW sur le substrat en acier inoxydable de type AISI 316LN (Figure I-33). Cette microstructure est constituée par des dendrites de la phase  $\gamma$ -Ni et le mélange eutectique reliant des dendrites. Ce mélange est composé par la phase  $\gamma$ -Ni et des borures riches en nickel.



Figure I-33 : Structure des dendrites du dépôt en alliage Ni-Cr-B (Gurumoorthy, 2007).

En outre, l'influence du vieillissement sur la microstructure, le comportement d'usure et de corrosion des revêtements durs à base de nickel a été analysée dans l'étude de (Kesavan, et al., 2011). Dans cette étude, le traitement de vieillissement a été réalisé à 923 K pendant 5000h. Ce traitement a causé le grossissement des dendrites de la microstructure. Il a également entraîné la précipitation, la croissance de particules  $Cr_{23}C_6$  et la transition de morphologie de Ni<sub>3</sub>Si. Ceci implique une diminution de la résistance à l'usure de ces revêtements. A propos de la résistance à la corrosion, le traitement de vieillissement qui contribue à augmenter la résistance à la corrosion. Celle du dépôt vieilli est donc inférieure à celle du dépôt non vieilli.

Dans l'étude de (Kesavan, 2010), le Colmonoy-52 a été déposé sur le substrat en acier inxoydable de type 316LN par PTAW (Figure I-34). Des analyses de la microstructure ont montré que le revêtement a une bonne liaison avec le substrat. Il présent une faible porosité. La microstructure de ce revêtement est constituée des dendrites de la phase gamma de nickel (gris) et le mélange des carbures avec des borures dans la zone intermédiaire. La microstructure n'est pas homogène dans la direction verticale. Plus, on est loin de l'interface, plus le taux en volume des précipités riches en chrome augmente.



**Figure I-34** : Caractéristiques du revêtement de Colmonoy-5 (a) interface, (b) dendrites perpendiculaires à l'interface, (c) microstructure au centre du revêtement, (d) microstructure en surface du revêtement (Kesavan & Kamaraj, 2010).

L'auteur a également augmenté l'agrandissement pour analyser les morphologies des précipités riche en chrome. Ces derniers ont plusieurs morphologies (Figure I-35) telles qu'arête de poisson, fleur, blocs et aiguilles. Parmi eux, des aiguilles et des blocs sont des carbures riches en chrome tandis que des fleurs sont des borures de chrome. Tous les deux jouent un rôle très important dans la détermination de la dureté et de la résistance à l'usure du revêtement.



*Figure I-35* : Différentes morphologies des précipités observés par microscopie électronique à balayage ; (a), (b) (c) arête de poisson, (d) fleur, (e) blocs et (f) aiguille (Kesavan, et al., 2010).

Grâce aux analyses obtenues par microscopie électronique à transmission couplée à des analyses spectroscopies (MET-EDX), l'auteur a pu confirmer que des précipités en forme d'aiguille, de fleurs, de blocs et de sphères sont fondamentalement riches en chrome et que les éléments nickel et fer sont mineurs (Figure I-36).



**Figure I-36** : Images obtenues par MET-EDX : (a, b) Carbure en forme d'aiguille et son spectre [Cr<sub>7</sub>C<sub>3</sub>]; (c, d) borure sphérique et son spectre [Cr<sub>2</sub>B] ; borure en forme de fleuron et son spectre [CrB] (Kesavan, 2010).

Dans une autre étude de (Zhang, 2010), le Colmonoy-6 a été déposé sur un substrat en accier inoxydable de type de 316L par rechargement laser. La microstructure du dépôt présente trois zones différente. Ce sont l'hypo-eutectique, l'eutectique et l'hyper-eutectique (Figure I-37). Elle se compose de borures et d'une matrice riche en gamma nickel. Grâce à ce revêtement, la résistance à l'usure de la surface a augmenté de 53 fois.



*Figure I-37* : Microstructure du dépôt (multi-passage) observé par microscopie électronique à balayage (Zhang, 2010).

Ce résultat a été confirmé par (Lim, 1998). Dans son étude, il a utilisé le laser continu  $CO_2$  pour déposer le Colmonoy-6 et le Colmonoy-88 sur un substrat en acier de type 1020. Les deux revêtements ont une bonne densité et une bonne liaison avec le substrat. La microstructure du Colmonoy-6 se constitue des dendrites de gamma nickel et des interdendrites qui sont des borures du nickel, de type (Ni, Fe)<sub>3</sub>B et des siliciures de nickel Ni<sub>3</sub>Si. La microstructure du dépôt en Colmonoy-88 est similaire mis à part la présence de carbure mixte (W,Cr,Ni,Fe)<sub>x</sub>C<sub>y</sub> (Figure I-38).



Figure I-38 : Microstructure des revêtements en Colmonoy déposés par laser (Lim, 1998).

L'auteur constate que le grossissement des dendrites dans le Colmonoy-6 et des carbures mixtes dans le Colmonoy-88 sous l'effet des cycles thermiques entraîne une diminution de la dureté des revêtements. Dans cette étude, l'auteur a également montré des influences des paramètres du procédé sur la nature et la proportion des phases dures. Ces dernières à leur tour influence essentiellement sur la résistance à l'usure du revêtement.

# I.3.2.2.2. Comportement tribologique des revêtements Colmonoy

De ce que nous venons de voir il découle que les propriétés mécaniques des revêtements durs des alliages à base de nickel dépendent de leur composition chimique, de leur

microstructure et de leur procédé de fabrication. Les comportements vis-à-vis de l'usure des revêtements durs des alliages à base de nickel sont affectés par les microstructures et la fraction en poids des phases dures principales dans le revêtement. Les microstructures plus grossières avec une fraction en poids plus faible génèrent un taux d'usure plus élevé (Hou, 2005). Dans les études précédentes, le procédé PTA et le rechargement par laser ont été essentiellement appliqué pour réaliser des revêtements à partir de ces alliages.

L'auteur (Kesavan, 2011) a utilisé le procédé PTA pour déposer le Colmonoy-5 sur de l'acier de type 316L(N). L'échantillon obtenu a été testé en réalisant des essais pion-disque à température ambiante et à haute température (573K et 823K) dans l'air. Le pion et le disque ont été revêtus par le Colmonoy-5. Le résultat montre clairement que la perte de matière augmente avec la distance de glissement mais diminue avec la température de l'essai. Elle diminue de 20% à 30% à 573K et de 60% à 70% à 823K par rapport de celle des tests à température ambiant (Figure I-39).



*Figure I-39* : *Effet de la température sur la perte de matière à différentes distances de glissement.* 

Cette diminution peut être expliquée lors du glissement par une formation d'une couche d'oxyde compactée lisse sur la surface usée. A haute température, la zone de contact qui est adoucie par l'effet de la chaleur, peut former plus facilement la couche d'oxyde en présence de l'oxygène de l'atmosphère. De plus, des débris qui sont également oxydés ont contribué à construire la couche d'oxyde. Elle n'est pas continue sur la surface usée. Plus la température est élevée, plus cette couche est formée sur la surface usée. La présence de cette couche empêche le contact entre deux surfaces. Ceci entraîne une diminution de l'usure. Cette explication a été confirmée par l'étude (Stott, 1998) (Stott, 2002) concernant le rôle de l'oxydation dans le comportement de l'usure des alliages et la résistance au glissement des métaux à haute température.

En outre, la couche d'oxyde sur la surface usée peut être l'origine de la diminution du coefficient de frottement quand on augmente la température de l'environnement (Figure I-40).



**Figure I-40** : Coefficient de frottement de l'échantillon testé à (a) RT (b) 573 K et (c) 823 K Conditions opératoires :(vitesse de glissement de 0,25 m /s et une charge de 60 N).

Dans cette étude, l'auteur a également abordé le changement du mécanisme d'usure lors du frottement. A température ambiante, pendant la distance de glissement initiale (450m), le mécanisme d'usure est de l'abrasion sévère et du labourage. Après, il devient du délaminage et de l'abrasion légère (1600m) (Figure I-41).



*Figure I-41* : Image obtenue par MEB de la surface usée à différente température et pour différentes distances de frottement: (a) 450 m et (b) 1600 m.

Dans l'étude de (Ming, 1998), l'influence des paramètres du procédé rechargement par laser sur la microstructure et ensuite sur le comportement de tribologie du dépôt a été étudiée. Il est l'un des premiers auteurs qui ont abordé les relations entre le procédé, la microstructure et les propriétés tribologiques du dépôt. Dans son étude, il a déposé le Colmonoy-6 et le Colmonoy-88 sur de l'acier par le laser. Des essais bloc-bague ont été ensuite réalisés pour analyser le comportement tribologique des revêtements. La bague est en acier dont sa dureté est 62 HRC. Le bloc quant à lui a été revêtu de l'alliage étudié. Des analyses montrent que le comportement à l'usure des alliages dépend plutôt du type et de la quantité de la phase dure présente que la dureté moyenne du revêtement. La dureté du Colmonoy-88 (726Hv) est plus élevée que celle du Colmonoy-88. En outre, la dureté moyenne dépend de

la quantité de ces phases dures. Ceci montre le rôle important des phases dures dans le dépôt.

Dans l'étude de (Gurumoorthy, 2007), il a également été montré la contribution de la couche d'oxyde sur la diminution du taux d'usure à haute température d'un alliage à base de nickel. De plus, l'influence du vieillissement sur la résistance à l'usure a été abordée. Des essais de vieillissement ont été réalisés à 650°C pendant 250 heures. Les analyses montrent qu'il n'y a pas de modifications de la microstructure et la valeur de la dureté de l'échantillon (Figure I-42).



Figure I-42 : Profil de la dureté à travers l'interface avant et après le vieillissement.

Des essais d'usure réalisés à température ambiante et à haute température ont également démontré qu'il n'y a pas de changement significatif du taux de l'usure après le vieillissement. Le comportement de l'usure a montré la même tendance que celui des dépôts non vieillis. Le taux d'usure a diminué lorsque la température d'essais a augmenté (Figure I-43).



*Figure I-43* : Perte de matière d'un alliage à base de nickel en fonction de la température avant et après le vieillissement.

# Rôle des éléments d'addition

A propos des effets de la composition chimique sur la résistance à l'usure de ces alliages, le changement de la composition peut entraîner des effets sur la microstructure et la résistance à l'usure. En réalité, ce changement est le résultat de la dilution des dépôts. La variation de cette dilution cause le changement de la teneur des éléments tels que le chrome, fer, molybdène. L'auteur (Ramasubbu, 2011) a abordé ce thème dans son étude. Le Colmonoy-6 a été déposé sur l'acier de type 316LN par le procédé GTAW. L'influence de la dilution sur la microstructure des dépôts de Colmonoy-6 a été analysée. Cette dilution modifie la fraction volumique, la taille, la morphologie et la distribution des précipités dans la matrice. Pour Colmonoy-6, ces précipités sont des borures et des carbures qui contribuent à leur grande dureté. L'influence de la dilution sur des phases dures différentes est différente. En outre, l'auteur a également trouvé que la vitesse de refroidissement influence la dureté et la microstructure du dépôt.

L'auteur (Su, 1997) a réalisé des études sur l'influence du niobium, du molybdène et du carbone sur le comportement en tribologie des alliages à base de nickel. Selon le résultat, le niobium peut réduire la friction et le taux d'usure d'une couche déposée. Lorsque le molybdène et le carbone ont été ajoutés, ils se combinent et forment des précipités plus gros qui contribuent à augmenter la résistance à l'usure de la couche déposée.

Dans son étude, l'auteur (Hou, 2005) a également abordé cette influence. Il a étudié les effets du molybdène sur la microstructure et la résistance à l'usure des alliages à base de nickel. Les analyses montrent que la micro-dureté diminue mais la résistance à l'usure augmente avec l'augmentation de la teneur en poids de molybdène de 0 % à 6%. Ce résultat est expliqué par l'influence de la teneur en molybdène sur la microstructure du dépôt. Une addition de molybdène diminue la formation des carbures de type  $M_7C_3$ , mais peut promouvoir la formation des carbure de type  $M_{23}C_6$ . Ces derniers sont moins durs que les carbures de type  $M_7C_3$ . Ce qui conduit à une diminution de la micro-dureté avec l'augmentation de la teneur en molybdène (Figure I-44).



*Figure I-44* : Micro-dureté en fonction du taux en molybdène des revêtements d'un alliage à base de nickel obtenu par le procédé PTA.

Cependant, l'addition de molybdène peut rendre la microstructure plus homogène. Elle peut faire augmenter la teneur relative des carbures et des borures riches en chrome. De plus,

elle peut faire changer la morphologie ces carbures de plaque à filet. Tous ces résultats sont bénéfiques pour augmenter la résistance à l'usure (Figure I-45).



*Figure I-45* : Taux de l'usure normalisé des dépôts d'un alliage à base de nickel obtenu par le procédé PTA.

# I.3.2.3. Revêtements durs de Tribaloy (base nickel ou cobalt)

#### I.3.2.3.1. Microstructure

Ce type d'alliage présente une bonne résistance à la corrosion, à l'usure et à l'oxydation. Ce sont des alliages à base de cobalt ou à base de nickel.

La composition de quelques nuances de Tribaloy est présentée dans le Tableau I-14.

Nuances	Со	Ni	Мо	Cr	Si
T-400	Bal	-	28,5	8,5	2,6
T-700	-	Bal	32	15	3
T-745	-	Bal	26	26	1,5
T-800	Bal	-	28	17	3
T-900	Bal	16	23	18	3

Tableau I-14 : Composition élémentaire (% en masse) des nuances du Tribaloy.

Les éléments principaux de l'alliage Tribaloy sont le molybdène et le chrome. Le silicium est un constituant mineur (teneur de l'ordre de ~ 3%). Parmi les éléments constitutifs, le chrome est utilisé pour améliorer la résistance à la corrosion. L'addition de molybdène permet d'améliorer le comportement de la matrice riche en cobalt à haute température. Le molybdène et le silicium sont utilisés pour améliorer la résistance à l'usure. En fonction de la teneur en chrome, molybdène et silicium, la microstructure et les propriétés mécaniques de ces alliages varient sensiblement (Xu, 2007).

En particulier, les propriétés du Tribaloy sont dues aux éléments molybdène et silicium qui favorisent la formation d'une phase dure. Grâce à sa configuration atomique complexe, cette phase est intrinsèquement stable. Elle présente une dureté très élevée et une bonne résistance à haute température même au-dessus du 1000°C (Keitz, 2002). La dureté Vickers de cette phase, très abondante dans l'alliage (35-70%vol), est de 1000Hv à 1200Hv (Yao, 2006). Sa présence régit toutes les propriétés du matériau. En particulier, elle confère une résistance élevée à l'usure abrasive et adhésive (Navas, 2006). Par exemple, l'alliage Tribaloy-400 avec 50%vol de cette phase présente une dureté pouvant atteindre jusqu'à

1300Hv (Przybylowicz, 2000). Cette phase est dénommée la phase de Laves due à Laves Fritz qui les a décrites. C'est une phase intermétallique qui a une composition de type AB<sub>2</sub>. Les phases de Laves sont classées en trois types : MgCu<sub>2</sub> (cubique), MgZn<sub>2</sub> (hexagonale), MgNi<sub>2</sub> (hexagonale) (Figure I-46).

Les deux dernières classes sont des formes uniques de l'arrangement hexagonal, mais partagent la même structure de base. En général, les atomes A sont positionnés dans une structure diamant hexagonal, ou une structure associée et les atomes B forment des tétraèdres autour des atomes A. Les critères régissant leur formation sont plus basés sur des considérations géométriques qu'électroniques. Elles correspondent en effet à des empilements compacts pour un rapport des rayons atomiques RA /RB=1,225.



**Figure I-46** : Structure de la phase de Laves : cubique MgCu<sub>2</sub> (gauche), hexagonale MgZn<sub>2</sub> (milieu), hexagonale MgNi<sub>2</sub> (droite) [9].

Ainsi, l'alliage Tribaloy possède une matrice dans laquelle les phases intermétalliques beaucoup plus dures sont dispersées. Plus la fraction volumique de la phase de Laves augmente plus la résistance à l'usure de cet alliage est élevée.

Cependant, à cause de la nature fragile de ces phases, le dépôt peut présenter une faible résistance à la formation et à la propagation de fissures. Ceci peut limiter la plage paramétrique en projection par laser puisqu'il est alors nécessaire de limiter les gradients thermiques (Tobar, 2008). De plus, ces phases limitent la ductilité du matériau et sa résistance aux chocs (Navas, 2006). Dans leur étude, les auteurs (Tobar, 2008) ont abordé des solutions pour diminuer la fraction volumique de ces phases dures. En effet, la diminution de ces phases rend les dépôts moins fragiles. Selon eux, il est possible d'obtenir cette réduction en remplaçant une partie des composants de la phase de Laves dans l'alliage (cobalt, molybdène, silicium) par du nickel (T-900). Par conséquent, la fissuration diminue mais la dureté et la résistance à l'usure diminuent également.

Dans les alliages Tribaloy à base de cobalt tels que Tribaloy-800, Tribaloy-400, Tribaloy-900, la phase de Laves a une structure hexagonale compacte qui est composée par du cobalt, du molybdène et du silicium (Co<sub>3</sub>Mo<sub>2</sub>Si et/ou CoMoSi). Elles sont présentes dans une matrice eutectique ou dans une solution solide de cobalt (Tobar, 2008) (Figure I-47).



*Figure I-47* : Phase de Laves dans le revêtement en Tribaloy-800 déposé par laser, sur le substrat en acier inoxydable AISI 304 (Navas, 2006).

Dans l'étude de (Johnson & Farwick), le Tribaloy-700 a été déposé sur le substrat en acier inoxydable de type AISI 316 en utilisant le procédé de "canon à détonation" et le procédé plasma (PTAW). Les analyses ont montré que la microstructure du Tribaloy-700 comporte également une phase qui a une structure hexagonale compacte. Le composé (Ni,Si)<sub>2</sub>(Mo,Cr) est majoritairement présent dans cette phase. Cette dernière est dispersée dans une matrice plus ductile qui a une structure de type cubique faces centrées. Le volume de la phase de Laves formée est d'environ 60%. Grâce à cette microstructure, le Tribaloy-700 présente une bonne résistance à l'usure dans l'environnement de sodium liquide à haute température.

#### I.3.2.3.2. Comportement tribologique du revêtement de Tribaloy

Les auteurs (Johnson and Farwick) ont étudié la résistance à l'usure et à la corrosion dans le sodium liquide et à haute température des dépôts de Tribaloy-700 obtenu par deux procédés : Détonation et Plasma. Le résultat montre que cette nuance présente une bonne résistance à la corrosion dans sodium liquide à 625°C. Le taux d'usure dans toutes les conditions d'essai est faible. Dans la plupart de cas, le mécanisme d'usure est l'abrasion douce, mais dans certains cas, l'usure adhésive a été trouvée par exemple, lorsque le Tribaloy-700 a été frotté contre l'Inconel 718. Ainsi, le Tribaloy-700 présente une excellente résistance à l'usure et le taux de corrosion faible dans l'environnement de métal liquide à haute température. De plus, il ne contient pas de cobalt. Ceci le rend intéressant en particuliers pour des applications dans le domaine nucléaires. En outre, l'auteur a également constaté que la résistance à l'usure et à la corrosion des dépôts des procédés utilisés sont différentes.

Dans l'étude de l'auteur (Navas, 2005), la résistance à l'usure des dépôts de Tribaloy-800 obtenu par rechargement par laser a été évaluée en utilisant des essais pion-disque ou blocbague. Par ailleurs, l'auteur a également étudié le changement du mécanisme d'usure avec l'augmentation de la charge appliquée. Selon ces résultats, le Tribaloy-800 présente une bonne résistance à l'usure et à la corrosion grâce à une concentration élevé et une grande quantité de de phase Laves. Cette dernière est riche en molybdène et silicium. Elle est plongée dans une matrice beaucoup plus douce de cobalt l'alpha. L'analyse de la surface d'usure montre une couche d'oxyde discontinue (Figure I-48).



Figure I-48 : Couche d'oxyde sur la surface d'usure des revêtements de Tribaloy-800.

Cette couche a été formée par la chaleur engendrée dans le contact lors du frottement. Elle empêche le contact de deux surfaces usées. En conséquent, le coefficient de frottement a diminué. A propos du taux d'usure, il augmente avec une augmentation de la charge appliquée. De plus, l'auteur a également trouvé une transition du mécanisme d'usure lorsque l'on augmente la charge. L'usure par l'adhésion se transforme en usure par déformation plastique et se fissure.

Il a été également constaté un changement de la composition chimique du dépôt qui est dû à la dilution des couches superficielles du substrat ou à l'utilisation de nuances différentes de Tribaloy entraînant la variation de la fraction volumique et le changement de la structure de la phase Laves. Celui-ci influence la microstructure et la résistance à l'usure de ces alliages. Dans leurs études, les auteurs (Tobar, 2007), (Xu, 2006) ont abordé cette influence. Dans l'étude de (Tobar, 2007), le Tribaloy-800 et Tribaloy-900 ont été déposé sur de l'acier par la projection laser. La dilution a fait changer le taux du fer dans les revêtements de Tribaloy-800 de 7% à 14%. Le Tribaloy-900 est une nuance obtenue par addition de l'élément nickel. Les analyses ont révélé une microstructure différente entre les alliages Tribaloy-800 et Tribaloy-900 (Figure I-49).



Figure I-49 : Microstructure de la couche de Tribaloy-800 (a), de Tribaloy-900 (b).

En outre, pour les couches de Tribaloy-800, un changement net de la microstructure est observée entre les couches de faible dilution et ceux où la teneur en fer est supérieure à 10% en poids (Figure I-50).



*Figure I-50* : Microstructure dendritique de la couche de Tribaloy-800 avec une faible dilution (a), une dilution élevée (b).

Selon l'auteur, ce changement pourrait correspondre à l'existence d'un point eutectique du diagramme de Co-Fe (Figure I-51).



*Figure I-51* : *Diagramme binaire de Co-Fe.* 

Quand la teneur en fer est supérieure à 10% en poids, des eutectique lamellaire se forment à la place des dendrites. Cela a pour conséquence l'augmentation la dureté et de la résistance à l'usure du dépôt (Figure I-52).



Figure 1-52 : Dureté moyenne du revêtement de Tribaloy-800 en fonction de la teneur en Fe.

La comparaison entre le Tribaloy-800 et le Tribaloy-900 (Figure I-53; Figure I-54), montre que ce dernier présente une dureté et une résistance à l'usure plus faible. Ceci est expliqué par une diminution de la quantité de phase Laves qui résulte du remplacement d'une partie du cobalt et molybdène qui en sont les composants, par le nickel.



*Figure I-53* : Profil de la dureté de Tribaloy-800 avec une dilution faible (7% Fe), élevée (14%Fe) et de Tribaloy-900.



*Figure I-54* : Perte de masse des Tribaloy-800, pour 2 valeurs de dilution, et 900. Distance de glissement 900 m.

Lors de la fabrication des revêtements de Tribaloy, on rencontre souvent le phénomène de fissuration. Une concentration d'une grande quantité de la phase Laves qui est fragile fait diminue la ductilité du dépôt. Certains auteurs (Navas, 2005), (Xu, 2006) (Yao, 2005) ont changé la teneur de quelques éléments tels que silicium, nickel, molybdène pour diminuer la fragilité du dépôt. Ce changement a souvent donné l'augmentation de la ductilité mais il a également amené une diminution de la dureté et de la résistance à l'usure.

# I.3.2.3.3. Revêtements durs Deloro (base nickel)

Les alliages dit Deloro sont des alliages à base de nickel. Ils couvrent un très large éventail de dureté. La limite supérieure atteint 62 HRC. Ils présentent également une bonne résistance à l'usure et à la corrosion ainsi qu'une bonne résistance à l'oxydation. La composition de quelques nuances d'alliages dit Deloro est présentée dans le Tableau I-15.

Nuances	Cr	С	Si	Ni	Fe	В	Dureté (HRC)
Deloro 40	7,5	0,25	3,5	Bal	2,5	1,7	38-42
Deloro 50	11,0	0,45	4,0	Bal	3,0	2,3	48-52
Deloro 60	15,0	0,7-0,9	4,3	Bal	3,5	3,1	58-62

Tableau I-15 : Composition élémentaire (% en masse) des nuances du Deloro.

Comme les autres alliages à base de nickel, le Deloro comporte des borures de chrome dans sa microstructure. Il est un représentant des alliages à base de nickel qui a été utilisés comme le substitut de Stellite dans certains centres nucléaires.

Dans l'étude de (Kim, 2001), l'auteur a réalisé des études sur le comportement de l'usure des revêtements de Deloro 50 à température ambiante et à 350°C, dans l'air, et sous des pressions de contact de 55 MPa, 103 MPa et 207 MPa. Le Deloro 50 a été déposé sur de l'acier de type AISI 304 par le procédé TIG. Des essais pion-disque ont été réalisés pour cette étude. Le pion et le disque ont été revêtus de cet alliage. Le résultat montre que la perte de masse augmente légèrement lorsque la température augmente jusqu'au 100°C. Cependant, au-dessus de 100°C, la perte de matière diminue et atteint finalement une valeur proche de zéro (Figure I-55).



*Figure I-55* : Perte de masse de Deloro 50 en fonction de la température, après 100 cycles sous une contrainte de 55 MPa, 103 MPa et 207 MPa.

Ce phénomène est expliqué par la formation d'une couche d'oxyde à base de nickel sur les surfaces d'usure à température élevée. Cette couche peut empêcher le contact direct métal et métal empêchant ainsi l'usure par adhésion entre les surfaces en contact (Figure I-56).



*Figure I-56* : Image obtenue par MEB de la surface usée après 100 cycles de Deloro50 testé à diverse températures sous la pression de 103MPa.

En environnement aqueux, sous 300 bars environ de pression et 280°C, le Deloro50 montre une résistance à l'usure aussi élevée que le Stellite 6.Un tel comportement tribologique le rend intéressant à étudier en environnement sodium liquide où la teneur d'oxygène est très faible.

# I.3.2.4. Revêtements durs de NOREM (base fer)

Les alliages à base de fer sont le groupe le plus populaire des matériaux de revêtement dur en raison de leur coût relativement faible et de leur facilité d'application. Presque tous les alliages à base de fer développés pour remplacer l'alliage Stellite sont des aciers inoxydables austénitiques qui contiennent une fraction volumique importante de carbures (Ocken, 1995). Parmi leurs caractéristiques microstructurales, la matrice austénitique est le premier facteur important dans des conditions de glissement parce que la résistance de glissement dépend généralement de la structure de la matrice, de son comportement à l'écrouissage et de la nature des phases dures formées dans la matrice.

Dans les alliages à base de fer, des composants intermétalliques sont responsables de la protection vis-à-vis de l'usure. Le développement de ces alliages est basé sur deux critères: l'utilisation limitée des matériaux importants et coûteux, l'utilisation de composants intermétalliques comme phase dure principale. Une large gamme de compositions existe tels que les alliages Fe-Cr-Ni et Fe-Cr-Ni-Mo.

#### I.3.2.4.1. Microstructure

L'alliage NOREM 02 est intéressant en raison des bonnes propriétés en fracture-ténacité et résistance à l'usure par glissement. Dans l'étude de (Beaurin, 2011), le NOREM 02 est déposé sur un substrat en acier inoxydable AISI 316L par le procédé PTAW. Sa composition est présentée dans le Tableau I-16.

	Fe	Cr	Mn	Ni	Мо	Si	С	Ν
NOREM 02	Bal.	22,5-26	4-5	3,7-4,2	1,8-2,2	3,0-3,5	1,1-1,35	0,02-0,18

 Tableau I-16 : Composition chimique de l'alliage NOREM 02 (Kim, 2000).

Le dépôt présente une microstructure fine et complexe. Cette microstructure est constituée de dendrites austénitiques dont la taille est comprise entre 10  $\mu$ m et 30  $\mu$ m. Au centre de ces dendrites, des îlots de ferrite sont présents. La zone inter-dendritique est une phase eutectique comportant des carbures précipités de type M<sub>7</sub>C<sub>3</sub> et d'autres phases (Figure I-57).



Figure I-57 : Microstructure du dépôt de l'alliage NOREM 02 mis en œuvre par PTAW (Beaurin, 2011).

Quant à la composition chimique, elle est présentée pour chaque phase (Figure I-58) et (Tableau I-17).



*Figure I-58* : Microstructure du dépôt en NOREM02 mis en œuvre par PTAW (Microscopie électronique à balayage).

Elément	С	Mn	Cr	Si	Ni	Мо	Fe
Austénite (A et E)		3,8	22,2	3,4	4,5	1,0	65,1
Ferrite au sein des dendrites (F)		3,2	17,2	4,8	3,6	1,0	70,1
Ferrite inter-dendritique (C)		4,2	18,6	4,7	4,2	1,8	66,5
Carbures (B)	9,4	2,4	66,1	0	0,4	2,0	19,6
Précipités blancs (D)		4,6	31,0	4,9	3,0	7,7	48,8

Tableau I-17 : Composition moyenne des phases (% en masse) (Beaurin, 2011).

Entre les deux phases austénite et ferrite, la différence principale est le taux de chrome. En effet, le taux de chrome est plus élevé dans la phase austénitique. De plus, la zone blanche est plus riche en molybdène (D) (Figure I-58) (Beaurin, 2011).

# I.3.2.4.2. Comportement tribologique de revêtements NOREM

Deux auteurs (Kim, 2000) (Persson, 2003) ont réalisé des analyses sur le comportement de l'usure des revêtements NOREM à haute température. Ils ont fait des comparaisons entre la résistance à l'usure de NOREM et celle de Stellite. Dans l'étude de (Kim, 2000), NOREM 02 et Stellite 6 ont été déposées sur de l'acier par le procédé TIG. Après le rechargement, des tests pion-disque ont été réalisés dans l'air, sur une plage de température allant de l'ambiante à 300°C et sous une contrainte appliquée normale de contact de 103MPa. Le pion et le disque ont été revêtus du même matériau. Le résultat montre que la résistance à l'usure du NOREM 02 est presque équivalent à celle du Stellite 6 dans la plage de température audessous de 180°C. Cependant, au-dessus de 180°C, la perte de matière du NOREM 02 augmente brusquement. Alors que le Stellite 6 a maintenu une faible perte de matière jusqu'à 300°C (Figure I-59).



*Figure I-59* : Perte de matière de NOREM 02 et Stellite 6 en fonction de la température après 100 cycles de glissement dans l'air sous une contrainte de 103 MPa.

L'augmentation de la perte de matière de NOREM 02 à haute température a été également montrée dans l'étude de (Persson, 2003). Dans cette étude, le NOREM 02 et le Stellite 21 ont été déposés sur l'acier de type AISI 316L par le laser CO<sub>2</sub>. Les couples tribologiques étudiés ont été NOREM/NOREM et Stellite/Stellite à diverse température allant de la température ambiante à 250°C. Les résultats des tests montrent que le Stellite 21 a été déformé de manière uniforme à la fois à température ambiante et à 250°C (Figure I-60).



Figure I-60 : Trace d'usure sous charge de 1000N de Stellite 21 testé à température (a) RT, (b) 250°C.

Le NOREM 02 affiche un comportement similaire à celui du Stellite 21 lorsqu'il est testé à température ambiante. Cependant, lorsque la température s'élève (250°C), les dommages de la surface changent de façon drastique (Figure I-61).



Figure I-61 : Trace d'usure sous charge de 1000N de NOREM 02 testé à température (a) RT, (b) 150°C, (c) 200°C; (d) 250°C.

L'observation de la surface usée montre un changement du mécanisme d'usure du NOREM 02 lorsque la température augmente. Des rayures ont été observées sur la surface usée testé à température ambiante. Ceci présente des signes typiques de l'usure par abrasion (Figure I-62-a). Entre 150°C et 180°C, une couche d'oxyde a été formée sur la surface usée (Figure I-62-b-c). Cette couche peut se former par un compactage des débris d'usure qui sont partiellement ou complètement oxydés sous l'action du glissement. Cette couche en empêchant le contact direct métal/métal interdit tout mécanisme d'usure par adhésion. Selon l'auteur, cette couche a contribué à la faible perte de matière du NOREM jusqu'à 180°C. A partir de 180°C, le mode d'usure de cet alliage est changé et l'on passe d'une usure par oxydation légère à une usure par adhésion et déformation plastique sévère. Ainsi, avec une augmentation de la température, la résistance à l'usure du NOREM 02 est moins bonne que celle du Stellite 6.



**Figure I-62** : Image (MEB) de la surface d'usure de NOREM 02 après 100 cycles de glissement dans l'air à différente température sous contrainte de 103MPa.

La variation de la micro-dureté réalisée au voisinage sous la surface d'usure du NOREM 02 à diverses températures est présentée à la Figure I-63. On constate une chute de la dureté au voisinage de 190°C.



*Figure I-63* : Profil de dureté obtenue en dessous de la surface d'usure du NOREM 02 testé à différentes températures.

Cette perte de dureté à haute température ne rencontre pas pour le Stellite 21 (Figure I-64). Le profil de dureté obtenue sous la surface frottée semble peu sensible aux variations de températures sur la plage étudiée.



*Figure I-64* : Profil de dureté obtenu en dessous de la surface d'usure du NOREM 02 et du Stellite 21 en fonction de la température.

Cette perte est expliquée par une absence de transformation de phase induite par la déformation de l'austénite en martensite  $\alpha$ ' dans le NOREM 02 lors du frottement.

Dans son étude (Persson, et al., 2003), a utilisé le coefficient de frottement comme marqueur du changement du comportement à l'usure à haute température du NOREM 02 et du Stellite 21. Il constate que le Stellite 21 montre un coefficient de frottement d'environ 0,25 à température ambiante et à 250°C, alors que le NOREM 02 présente un faible coefficient de frottement à température ambiante et un coefficient de frottement relativement instable et élevé (0,5 à 0,7) quand la température augmente (Figure I-65).



**Figure I-65** : Coefficient de frottement en fonction de la charge appliquée pour le Stellite 21 et le NOREM 02. Tests ont été effectués à (a) RT, (b) 150 ° C, (c) 200 ° C et (d) 250 ° C.

#### I.3.2.5. Autres revêtements durs

Outre les revêtements alliage base nickel et base fer, les revêtements renforcés par des carbures et des nitrures sont très intéressants. Ils sont produits par l'application des procédés tels que les dépôts en phase vapeur (PVD, CVD), projection par laser. La caractéristique principale de ces revêtements est une couche renforcée très fine qui contribue à améliorer considérablement la résistance à l'usure de la surface.

#### I.3.2.5.1. Revêtements durs de nitrure de chrome

Les revêtements de nitrure de chrome sont des revêtements développés et optimisés par beaucoup de laboratoires dans le monde. Ils sont déposés par plusieurs procédés comme PVD (Physical Vapor Deposition), IBAD (Ion Beam-Assisted Deposition), CVD (Chemical Vapor Deposition)...Grâce à leur haute dureté, à leur résistance à l'usure et à leur inertie chimique, ils sont souvent choisis comme des revêtements potentiels pour les applications industrielles dans le domaine de tribo-corrosion (frottement en ambiance agressive) et sont des revêtements idéaux d'anti-corrosion.

Les auteurs (Jagielski, 2000) ont réalisé un revêtement de nitrure de chrome sur un substrat en AISI 304 en utilisant le procédé IBAD. Ce revêtement est uniforme et dense. La couche (Cr, N) présente une bonne adhésion avec le substrat (Figure I-66).



*Figure I-66* : Image (par microscopie électronique à balayage) du revêtement CrN sur AISI 304 (Jagielski, 2000).

Elle comporte essentiellement du Cr<sub>2</sub>N et éventuellement du CrN dans une matrice de chrome et une petite quantité de carbure et d'oxyde. Certes le coefficient de frottement de l'acier inoxydable AISI 304 revêtu par du nitrure de chrome baisse de 1.5 fois par rapport à l'acier inoxydable AISI 304 nue mais il n'est pas encore parfait pour limiter la friction. Par contre, sa vitesse de corrosion diminue de 4000 fois par rapport au substrat. Il est donc une idéale solution pour limiter le phénomène de corrosion. En outre, la dureté, la résistance à l'impact et la capacité d'anti-usure sont considérablement améliorés.

# I.3.2.5.2. Revêtements durs de carbure de chrome

Outre le nitrure de chrome, le carbure de chrome est également utilisé pour modifier les propriétés de surface d'un matériau. Il contribue considérablement à augmenter la dureté, la résistance à l'usure et à la corrosion du matériau. Dans les études précédentes, beaucoup de procédés sont utilisés pour fabriquer ce type de revêtement comme PVD, HVOF (High Velocity Oxygen Fuel), plasma, canon-détonation, laser...

Dans l'étude de (Betts, 2009), le laser est utilisé pour déposer le mélange de  $Cr_3C_2$  et AISI 316 sur le substrat en AISI 316. Le but est d'améliorer la résistance à l'usure et à l'érosion de cet acier inoxydable. Grâce aux analyses de microstructure, les auteurs constatent que des paramètres du procédé comme la puissance du laser, la vitesse de déplacement du faisceau influencent la transformation des particules  $Cr_3C_2$  et la microstructure du dépôt. Plus la vitesse de déplacement du faisceau augmente, plus la proportion en volume des particules  $Cr_3C_2$  non fondues incorporées au dépôt augmente. En effet, l'augmentation de la vitesse de déplacement du faisceau entraîne la diminution de densité d'énergie. Au contraire, l'augmentation de la puissance du laser entraîne la diminution de cette proportion.

En ce qui concerne la microstructure, les travaux de (Betts, 2009) mettent en évidence l'apparition d'une phase en aiguilles et d'une phase polygonale (Figure I-67).



*Figure I-67* : Phase en aiguilles et polygonale dans des revêtements renforcés par carbure de chrome, déposés par projection laser (Betts, 2009).

Des particules non fondues résiduelles qui sont à l'origine des particules de  $Cr_3C_2$  visibles dans le cordon se situent au centre des structures rayonnantes. L'apparition de cette phase dépend de la puissance et la vitesse de déplacement du faisceau laser. Par exemple, avec une puissance de 2kW et une vitesse lente (<500mm/s), la phase en aiguilles est presque absente (Figure I-68).



Figure I-68 : Microstructure du revêtement renforcé par carbure de chrome (Betts, 2009).

Plus le taux volumique de  $Cr_3C_2$  dans le mélange de poudre est élevé, plus la présence de ce type de carbure et de la phase en aiguille augmente. Selon des résultats d'analyse en diffraction des rayons X, les carbures  $Cr_3C_2$ ,  $Cr_7C_3$ ,  $(Cr,Fe)_7C_3$  et  $Cr_{23}C_6$  sont également présents.

Ainsi la microstructure dépend essentiellement du taux volumique des carbures de chrome. Ce revêtement améliore fortement la résistance des échantillons à l'usure par glissement lorsque le taux des carbures augmente (Figure I-69).



Figure 1-69 : Résistance à l'usure des revêtements renforcés par le carbure de chrome (Betts, 2009).

#### I.3.2.5.3. Revêtements durs de cermets Ni + WC

Grâce à l'addition du carbure de tungstène dans une matrice métallique, la résistance à l'usure abrasive du dépôt augmente fortement. Ce carbure est un bon candidat pour renforcer la matrice en alliage à base de nickel. En effet, la basse température de fusion de cet alliage (environ 1025°C) permet de l'ajouter sans décomposition, plus facilement que dans la matrice base de fer (Nurminen, 2009). De plus, la dissolution de ce carbure conditionne l'amélioration de la résistance à l'usure abrasive du dépôt. Plus elle est haute, plus la résistance est faible. En effet, il y a moins de carbures non fondus qui renforcent la matrice (Klimpel, 2006). En outre, la dissolution du tungstène et du carbone permet de

former une phase fragile qui serait nuisible à la résistance à l'abrasion du dépôt (Flores, 2009).

La projection laser et le procédé PTAW sont les procédés qui ont été utilisés pour fabriquer ce type de revêtement. (Huang, 2004) ont utilisé un laser Nd:YAG pour réaliser un revêtement de WC/Ni sur un substrat en acier. Dans leur étude, ils ont montré l'effet de la forme de la poudre WC sur la microstructure et sur le comportement à l'usure du dépôt.

Quelle que soit la morphologie des particules de carbure de tungstène, sphériques ou irrégulières, elles sont distribuées uniformément dans la matrice nickel moins dure (Figure I-70).



*Figure I-70* : Microstructure des revêtements réalisés par l'injection de particules sphériques de WC et de particules broyées de WC (Huang, 2004).

Mais la fraction volumique de particules non fondues est plus élevée dans le cas des poudres irrégulières. La résistance à l'usure du revêtement dépend fortement de la phase dure qui est présente dans le revêtement (Ming, 1998). Par conséquent, la résistance à l'abrasion des dépôts est améliorée par rapport à celle du substrat. De plus, la Figure I-71 met en évidence que le dépôt réalisé avec la poudre broyée a la meilleure résistance à l'abrasion.



Figure I-71 : Le taux d'usure des couches WC/Ni comparativement au substrat (Huang, 2004).

Les particules de carbure de tungstène permettent d'augmenter la dureté et plus particulièrement dans le cas des dépôts réalisés avec les poudres broyées (Figure I-72).



Figure I-72 : Micro-dureté superficielle des couches déposées et du substrat (Huang, 2004).

# I.4. Conclusion

Dans cette partie bibliographique, nous avons abordé les principaux types de revêtements en recherchant les éléments qui permettent de mieux comprendre la relation existante entre le matériau de base (sa composition), la microstructure du revêtement obtenu en fonction du procédé mis en œuvre et ce vis-à-vis du comportement tribologique. L'ensemble de cette approche visant au remplacement futur du Stellite, alliage à base de cobalt qui s'active sous l'effet du rayonnement neutronique.

Sur l'ensemble des données bibliographiques, plusieurs points sont à retenir :

- Les résultats présentés semblent conforter le choix du Colmonoy-52 et Tribaloy-700 comme matériaux pouvant se rapprocher le plus du matériau de référence, l'alliage Stellite<sup>®</sup>. Ceci a été montré dans plusieurs études précédentes. Cependant, dans ces études, le comportement en tribologie de ces revêtements a été réalisé pour différentes plages de températures mais dans l'air.
- L'apparition de la couche d'oxyde en raison de l'oxygène présent dans l'air a influencé leur résistance à l'usure. De plus, très peu d'études portent sur des essais tribologiques en environnement sodium. Il sera donc nécessaire de réaliser des essais tribologique dans un l'environnement inerte, mais à des températures voisines de celles rencontrées dans cette bibliographie soit de l'ordre de 200°C pour vérifier leur comportement tribologique en absence de couche d'oxyde afin d'appréhender, en toute première approche, ce que pourrait être l'impact du milieu sodium sur la résistance à l'usure de ces revêtements.
- Nous avons aussi pu montrer une forte influence du procédé sur la microstructure du dépôt. Cette influence ne fait pas changer le système de microstructure du dépôt de manière radicale. En effet, il est plutôt conditionné par la composition du matériau. En revanche, le procédé régit le dépôt d'énergie, la vitesse d'avance du bain de fusion et donc, globalement, l'histoire thermique du revêtement. Ceci oriente alors la solidification et, éventuellement, l'évolution de la microstructure initiale des matériaux. Il apparaît que cette influence conditionne la répartition, la morphologie et l'évolution des éléments durcissant du dépôt.
- Cependant, il y a peu d'information sur cette relation entre le procédé et le comportement en tribologie du dépôt obtenu par l'application du procédé. Au cours
de ce travail nous essayerons donc d'étudier ces relations en expliquant la liaison entre la variation paramétrique du procédé, la microstructure obtenue, enfin la liaison entre cette microstructure et le comportement en tribologie du dépôt.

# CHAPITRE II : PROCEDES ET MATERIAUX

# **II.1.** Introduction

Les études bibliographiques présentées au chapitre 1 précédent de ce mémoire indiquent que dans la réalisation d'un dépôt, il nous faut rechercher les propriétés suivantes :

- Homogénéisation structurale du dépôt
- Absence de défauts (fissure, bulle d'air ou de gaz occluses)
- Bonne adhérence avec le substrat
- Bonne adhérence entre les couches successives
- Dilution faible

Parmi les différentes techniques permettant de réaliser un dépôt, le rechargement laser (Cladding laser) est un procédé dont le matériau d'apport sous forme de poudre est injecté via une buse adaptée dans un bain de métal en fusion formé par l'interaction laser-substrat. Le résultat de cet apport de matière et du déplacement du faisceau laser est la formation d'un cordon de matière solide et densifié. Les déplacements sont commandés numériquement afin de recomposer cordon après cordon, couche après couche.

Ce procédé met en jeu plusieurs mécanismes tels que mécanique, métallurgie, thermique et de nombreuses interactions existent entre chaque mécanisme. Ces interactions vont déterminer la qualité et les performances mécaniques d'un revêtement. Son contrôle dépend de nombreuses variables qui sont souvent interdépendantes. C'est pour cela qu'il faut mettre en place des plans expérimentaux pour acquérir des connaissances sur les mécanismes mis en jeux et les paramètres clefs qui permettent de maitriser le procédé (AUBRY,2006).

Dans ce chapitre, nous allons exploiter des influences des paramètres clefs sur les propriétés du revêtement pour améliorer la qualité du revêtement après chaque campagne.

# **II.2. Présentation du site expérimentale**

### II.2.1. Poste de travail

La Figure II-1 présente le poste expérimental de projection laser que nous avons utilisé dans cette étude. Ce poste est constitué d'un portique 3 axes (X, Y et Z) commandé par une commande numérique, d'un distributeur de poudre, d'une buse de projection, d'une tête laser qui accueille la fibre optique provenant du laser. Un bac de récupération de poudre lors du rechargement est installé. Sur ce bac, on a mis une plaque chauffante sur laquelle peuvent être fixés les différents substrats.



Figure II-1 : Tête de projection laser (OPTOMEC LENS 850 R)

### II.2.2. Laser

Le laser utilisé est un laser Nd:YAG HL3006 (pompé par lampes flashes), de la marque TRUMPF, émettant à la longueur d'onde 1.064 µm. C'est un laser continu dont la puissance est comprise entre 3W et 3000W. Le faisceau laser en sortie de la cavité est dirigé vers la tête laser de la marque TRUMPF à l'aide d'une fibre multimode d'un diamètre de 600 µm (Figure II-2). Le faisceau sortant de la fibre est divergent, c'est pourquoi une lentille de collimation d'une distance focale de 200 mm est utilisée afin de paralléliser les rayons. Enfin, une lentille de focalisation permet la concentration du faisceau laser. La longueur focale de la lentille de focalisation est également de 200 mm, ce qui permet d'obtenir un rapport de grossissement égal à 1, et un faisceau laser de 600 µm de diamètre au plan focal du faisceau laser.



Figure II-2 : Dispositif de collimation et de focalisation du faisceau laser en sortie de fibre optique.

<sup>(</sup>a) Tête de projection, (b) buse de projection, (c) Procédé de dépôt laser.

#### II.2.3. Distributeur de poudre

Le distributeur utilisé est un PLASMA TECHNIK Twin 10C de marque Sulzer Metco, constitué de deux bacs de poudre, qui peuvent être utilisés individuellement ou simultanément, permettant de délivrer un débit de 1 g à 10 g par minute. Son fonctionnement, décrit sur le schéma de la Figure II-3, est le suivant : la poudre, stockée dans le réservoir, tombe dans une rainure d'un plateau rotatif, puis par différence de pression, la poudre est aspirée de cette rainure par un racleur et envoyée dans la buse de projection par des tuyaux antistatiques. Le réglage du débit de poudre s'effectue par un simple réglage de la vitesse de rotation du plateau. L'écoulement peut être modifié par la variation de pression et du débit du gaz porteur (Argon, Hélium, Azote...).



Figure II-3 : Schéma de principe du distributeur de poudre PLASMA TECHNIK (Source : Sulzer Metco).

### II.2.4. Buse de projection

Dans cette étude, nous avons utilisé une buse conique coaxiale et une buse conique coaxiale coupée. Elles sont constituées de trois cônes gigognes au travers de quel sont amenés le faisceau laser et le faisceau de poudre qui sont coaxiaux et dirigés selon l'axe Z de construction (Figure II-4).



Figure II-4 : Schéma de principe (a) et image (b) de la buse coaxiale utilisée au cours de cette thèse.

L'alimentation en poudre de la buse s'effectue par trois tuyaux antistatiques espacés de 120° et reliés directement au distributeur de poudre. Cette triple injection de poudre permet de la répartir uniformément dans l'espace inter-cônes.

La poudre portée par un gaz neutre (hélium ou argon<sup>1</sup>) passe entre les deux premiers cônes et se trouve alors répartie autour du faisceau laser selon un cône. Le débit du gaz porteur influe sur la vitesse des particules de poudre, sur la densité (concentration volumique des particules) ainsi que sur l'homogénéité du jet de poudre.

La buse est équipée d'un système de refroidissement à circulation d'eau qui permet d'éviter tout échauffement. Un flux de gaz protecteur<sup>2</sup> (argon ou hélium) est apporté par la buse, d'une part par son centre au niveau du passage du faisceau laser (protection interne), et d'autre part entre le deuxième et le troisième cône (protection externe). Le gaz central de protection permet également de jouer sur la position du plan focal poudre et la forme du faisceau de poudre.

La différence entre les deux buses que nous avons utilisées est que la buse conique coaxiale coupée a un diamètre interne du cône supérieur à celui de buse non coupée. Ceci permet d'avoir un jet de poudre mieux dispersé.

Notons que lors de nos essais, nous avons eu des incidents tels que le bouchage, la fusion de la buse qui conduisent des défauts du procédé.

# II.3. Substrat et poudres métalliques utilisées

## II.3.1. Substrat en acier AISI 316 L

Le rechargement a été affecté sur des substrats en acier inoxydable de type 316L. La dureté de cet acier est de l'ordre de  $200HV_{0.2}$ . La composition chimique de l'acier 316L est présentée dans le Tableau II-1.

Elément	Fe	Cr	Ni	Мо	Mn	С	Si
%Massique	Base	16-18	10-14	2-3	2	0.03	0.75

 Tableau II-1 : Composition chimique (%massique) de l'acier inoxydable 316L.

Deux types de substrat différenciés par leurs dimensions (50mmx50mmx10mm et 200mmx50mmx20mm) sont utilisés dans cette étude.

## II.3.2. Poudres utilisées pour la projection laser

Les poudres utilisées dans ce mémoire ont été obtenues à partir du procédé fusion et broyage. Avant la réalisation des dépôts, nous avons réalisé la caractérisation des poudres métalliques :

- La composition chimique vérifiée par la méthode de spectrométrie d'émission atomique par source plasma à couplage inductif (ICP).
- La distribution granulométrique mesurée par granulométrie laser.

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> L'argon reste le gaz le plus couramment utilisé pour les applications laser du fait de sa neutralité chimique et de sa densité supérieure à celle de l'air. Il est par ailleurs plus économique que l'hélium.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> La protection gazeuse locale ou globale vise à limiter, voire supprimer l'oxydation superficielle ainsi que la contamination en oxygène des pièces, phénomène particulièrement critique dans le cas du TA6V.

- La porosité des poudres analyse avec l'aide d'un microscope
- La micrographie et la microstructure interne de la poudre avec l'aide du MEB

Ces éléments influencent la qualité du dépôt lors d'un rechargement.

#### II.3.2.1. Poudre de Stellite 6

La poudre de Stellite 6 est produite par la Sté Kennametal Stellite. Sa composition chimique est présentée dans le Tableau II-2.

Со	Cr	W	Si	Fe	Al, Ti, Mn, Fe, Ni, Mo
62,65	28,2	3,36	1,31	0,9	3.58

 Tableau II-2 : Composition chimique (% massique) du Stellite 6.

La distribution granulométrique cette poudre est présentée dans le Tableau II-3.

D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)
71,2	107,1	157,1

Tableau II-3 : Distribution granulométrique de la poudre de Stellite 6.

Afin d'observer la porosité de la poudre, nous avons réalisé la coupe transversale d'un grain de poudre par polissage après en avoir enrobé dans de la résine. Les images obtenues sont présentées dans la Figure II-5.



Figure II-5 : Micrographie de la poudre de Stellite 6.

Dans ces images, la poudre est représentée par la partie claire et la résine par la partie sombre de la photo. Au grandissement de 200  $\mu$ m, l'observation des clichés obtenus montrent que la poudre de Stellite 6 est dense.

Les images obtenues par MEB (Figure II-6) montrent que les grains constituant la poudre de Stellite 6 ont une forme sphérique. La microstructure est construite à partir des dendrites entourées par des eutectiques.



*Figure II-6 : Image obtenu par MEB de la poudre de Stellite 6.* 

### II.3.2.2. Poudre de Colmonoy-52

Le Colmonoy-52 est un matériau à base de nickel. Il est fourni par la Sté Wall Colmonoy. Sa composition chimique est présentée ci-dessous dans le Tableau II-4.

Ni	Cr	Fe	Si	В	Co, Mg, Al, Ti, Cu, Mo, W
76,9	12,55	4,05	3,45	2,15	0,90

 Tableau II-4 : Composition chimique (% massique) du Colmonoy-52.

La distribution granulométrique cette poudre est présentée dans le Tableau II-5.

D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)	
49,2	69,0	95,5	

 Tableau II-5 : Distribution granulométrique de la poudre de Colmonoy-52.

L'analyse de la porosité présentée à la Figure II-7 fait apparaître que des grains de cette poudre sont poreux. Il est important de noter que ceci va contribuer à créer des pores dans le dépôt lors de sa réalisation.



Figure II-7: Micrographie de la poudre de Colmonoy-52.

L'observation réalisée avec l'aide du MEB montre que les grains constituant la poudre de Colmonoy-52 ont une forme sphérique (Figure II-8). Une microstructure des eutectiques en noirs présentés dans une matrice de nickel est montrée.



Figure II-8 : Image obtenu par MEB de la poudre de Colmonoy-52.

#### II.3.2.3. Poudre de Tribaloy-700

Le Tribaloy-700 est un alliage à base de nickel. Il est fourni par la Sté Kennametal Stellite. Sa composition chimique est présentée dans le Tableau II-6.

Ni	Мо	Cr	Si	Fe	Co, Ti, B, Al, Mn, W
41,8	32,8	16,4	3,7	1,45	3,85

Tableau II-6 : Composition chimique (% massique) du Tribaloy-700.

La distribution granulométrique de cette poudre est présentée dans le Tableau II-7.

D10 (µm)	D50 (µm)	D90 (µm)
67,1	97,9	146,8

Tableau II-7 : Distribution granulométrique de la poudre de Tribaloy-700.

La Figure II-9 montre que la poudre de Tribaloy-700 est compacte et ne présente pas de pores en interne.



Figure II-9 : Micrographie de la poudre de Tribaloy-700.

L'observation réalisée avec l'aide du MEB (Figure II-10) montre que les grains de cette poudre sont de forme sphérique. On peut voir également clairement que la microstructure interne présente des germinations présentant de multiples orientations dendritiques. Il s'agit de la phase Laves qui a été présenté dans le chapitre l relatif à la bibliographie.



Figure II-10 : Image obtenu par MEB de la poudre de Tribaloy-700.

# II.4. Recherche paramétrique

Après les analyses relatives aux poudres, nous avons choisi d'adopter une approche paramétrique afin de rechercher la combinaison optimale des paramètres de mise en œuvre débouchant sur l'obtention d'un dépôt présentant les caractéristiques idéales telles que énoncées en début de ce chapitre.

Cette recherche paramétrique a donné lieu à six campagnes pour le Colmonoy-52, deux campagnes pour le Stellite 6 et une campagne pour Tribaloy-700.

# II.4.1. Stellite 6

#### II.4.1.1. Recherche paramétrique initiale

Nous avons commencé cette campagne d'essais par une évaluation du dépôt en monocordon pours une plage paramétrique standard pour ce type de matériau. Elle consiste à évaluer l'adhérence du cordon avec le substrat et observer la fissuration des cordons. La plage paramétrique utilisée est présentée dans le Tableau II-8.

Puissance du laser P (W)	400 - 700	
Vitesse de déplacement du faisceau laser V (m/min)	0.4-1	
Débit de poudre <b>Dp (g/min)</b>	3-5	
Gaz (argon) de protection	10l/min	
Gaz (argon) d'entraînement de la poudre	6 l/min	
Gaz (argon) de protection interne	8 l/min	
Distance entre buse et pièce	8mm	
Distance de défocalisation laser	10mm	

 Tableau II-8 : Donné paramétrique de la première campagne de Stellite 6.

Les mono-cordons de Stellite 6 présentés à la Figure II-11 ne montrent pas de défauts apparents. Ils ont une bonne adhérence avec le substrat et une bonne géométrie. Sous binoculaire, nous n'avons trouvé aucune fissure. Ces paramètres ont donc été validés en vue de produire les dépôts 2D.



Figure II-11: Dépôts mono-cordon de Stellite6 sur 316L.

La production des dépôts 2D de Stellite 6 a suivi le schéma tel que présenté dans la Figure II-12. La première couche a été déposée sur le substrat en acier de type de 316L, la deuxième couche a couvert deux tiers de la première couche et la troisième couche a couvert une moitié de la deuxième couche.



Figure II-12 : Schéma du rechargement de Stellite sur 316L.

La Figure II-13 présente quelques-uns des dépôts 2D de Stellite 6.



Figure II-13 : Quelques échantillons de dépôts 2D de Stellite 6.

Les échantillons ainsi obtenus présentent un dépôt régulier et l'observation à la loupe binoculaire ne met pas en évidence de fissures en surface des échantillons.

#### II.4.1.1.1. Porosité et fissuration des dépôts

La Figure II-14 montre que les dépôts en Stellite 6 obtenus par rechargement laser sont denses, présentent une très faible porosité et ne sont pas fissurés.



Figure II-14 : Section verticale des dépôts du Stellite 6.

Au niveau de l'interface, on note la présence d'ondulations. Cela est le résultat de la pénétration du laser dans le substrat lors du dépôt de la première couche. Cette pénétration conditionne la dilution du dépôt avec le substrat. Plus elle est importante, plus la dilution est élevée.

### II.4.1.1.2. Analyse microstructurale des dépôts

La Figure II-15 montre que le dépôt de Stellite 6 réalisé suivant les paramètres présentés au Tableau II-8 présente une bonne liaison avec le substrat. Il n'y a aucune discontinuité à l'interface entre le substrat et le dépôt (Figure II-15-1).

Une structure colonnaire est présente dans la zone d'interface. Les dendrites sont perpendiculaires à l'interface et possèdent une taille la plus grande dans la section verticale du dépôt (Figure II-15-2). Cette structure est apparue sous l'effet d'un gradient thermique important et d'une vitesse de solidification moins élevée au fond du bain liquide métallique se produisant lors du rechargement de la première couche.

Au milieu du bain liquide métallique, le gradient thermique est moins important et la vitesse de solidification plus élevée qu'au fond du bain, c'est pour cela qu'au milieu du cordon, on trouve une structure équiaxe. Les dendrites sont plus fines et homogènes que celles dans la zone d'interface (Figure II-15-3).

Lorsque l'on réalise des échantillons multicouches, la zone d'inter-cordon a été refondue. Par conséquent, les dendrites sont un peu plus grosses dans cette zone (Figure II-15-4).



*Figure II-15 : Microstructure des échantillons de Stellite 6 (STE\_C1\_D10) obtenu par projection laser.* 

### II.4.1.1.3. Conclusion

Lors de cette première campagne d'essais, nous avons obtenu des échantillons de Stellite6 qui présentent une bonne adhésion avec le substrat, une faible porosité et aucunes fissures. Cette plage de paramètres sera donc retenue pour aborder la seconde campagne devant nous permettre de maîtriser au mieux la dilution et les propriétés qui en découlent.

### II.4.1.2. Recherche des paramètres permettant la maîtrise de la dilution

### II.4.1.2.1. Géographie des échantillons

Dans cette campagne, deux gammes de paramètres très différents sont utilisés. Ces paramètres sont présentés dans le Tableau II-9. La vitesse de déplacement du faisceau laser, V (m/min), n'a pas été changée. La puissance du laser, P (W), et le débit de poudre, Dp (g/min), ont été changé. Dans ce tableau figure également l'énergie utilisée pour déposer une unité de matière, P/Dp (J/g).

Paramètres	P (W)	V (m/min)	Dp (g/min)	P/Dp (KJ/g)
Plage 1	800	1	5	9,6
Plage 2	2500	1	8	18,75

Tableau II-9 : Paramètres utilisés pendant la deuxième campagne de Stellite 6

La plage 1 des paramètres, nous a permis de déposer de fins cordons (Figure II-16). Sous binoculaire, ces échantillons ne montrent aucune fissure.



Figure II-16 : Echantillons de Stellite 6 construit par des fins cordons déposé par rechargement laser.

La plage 2 des paramètres nous a permis de déposer de grands cordons. Les échantillons obtenus par application de la plage 2 de paramètres sont présentés dans la Figure II-17. Ces échantillons ne présentent pas de fissures. Leur surface est plane grâce à un chevauchement important (70-80%) entre deux cordons consécutifs.

On remarquera que la surface de ces échantillons présente diverses colorations qui résultent de processus d'oxydation. En effet, après le passage du laser, la zone qui vient d'être recouverte n'est plus protégée par le gaz inerte et se retrouve au contact de l'air. De plus, cette zone n'est pas assez refroidie car la puissance du laser pour la plage 2 est beaucoup plus élevée que pour la plage 1 (cas des fins cordons). Par conséquent, il y a une couche d'oxydation sur la surface de l'échantillon qui se développe.



*Figure II-17 :* Echantillons de Stellite 6 construit par des grands cordons déposé par rechargement *laser.* 

#### II.4.1.2.2. Analyse microstructurale

L'observation réalisée avec l'aide du MEB de la microstructure de deux échantillons l'un produit à partir des conditions relatives à la plage 1 et correspondant à de fins cordon et l'autre produit à partir des conditions relatives à la plage 2 et correspondant à de grands cordons est présentée à les Figure II-18 et Figure II-19. En comparant les microstructures entre elles, on observe que les dendrites présentant la taille la plus importante sont obtenues

dans le cas des gros cordons (plage 2) confirmant ainsi le rôle important de la vitesse de refroidissement de la zone soumise à fusion.



*Figure II-18 :* Microstructure de l'échantillon produit par des fins cordons du procédé rechargement *laser.* 



*Figure II-19 :* Microstructure de l'échantillon produit par des grands cordons du procédé rechargement laser.

### II.4.1.2.3. Dilution substrat / dépôt

La composition chimique de deux endroits différents pour chaque dépôt est analysée avec l'aide du MEB (EDS). La composition présentée est celle moyenne d'une surface d'environ 100µm<sup>2</sup>. La distance présentée est celle du centre de la zone analysée à l'interface entre le substrat et sa ZAT, zone affectée thermiquement.

Pour les différents échantillons la distance explorée est de 6000 µm. Les résultats de ces investigations sont présentés pour les cordons fins à la Figure II-20 et pour les gros cordons la Figure II-21.

On remarque qu'il n'y a pas la différence notable entre deux zones analysées. En comparaison entre deux échantillons, les deux montrent une baisse très vite du taux de fer dans la zone d'interface. Cette baisse de l'échantillon de fins cordons est plus rapide que celle de l'échantillon de grands cordons.



*Figure II-20 :* Variation de la composition chimique au long du dépôt de fins cordons.



*Figure II-21* : Variation de la composition chimique au long du dépôt de grands cordons.

Afin de pouvoir détailler le comportement au voisinage de l'interface substrat / ZAT, il a été choisi de présenter les résultats sur la plage 0-2000 µm pour les fins cordons (Figure II-22) et sur la plage 0-4000 pour les grands cordons (Figure II-23), sachant qu'au-delà de cette distance il n'est pas observé sur les échantillons analysés de variation de concentration des différents éléments recherchés.

On remarque qu'après une distance de l'ordre de 400µm de l'interface, le taux du fer dans le dépôt des fins cordons est inférieur à 10%. Cette distance est de l'ordre de 1200µm pour le dépôt de grands cordons.



Figure II-22 : Profil des éléments dans le dépôt de fins cordons.



Figure II-23 : Profil des éléments dans le dépôt de grands cordons.

### II.4.1.2.4. Microdureté Vicker

Des mesures de dureté ont été effectuées, selon la norme CSN EN ISO 6507-1, à l'aide d'un micro-duromètre piloté par un ordinateur. Dans le cadre de ce travail, nous avons réalisé des essais sous une charge de 200g ( $HV_{0.2}$ ). Cette charge nous permet d'avoir des empreintes (Figure II-24) qui sont suffisamment grandes devant les dimensions des « défauts » de surface (joints de grains, inclusions...).



*Figure II-24* : Empreinte pyramidale formé par une pénétration d'un micro-duromètre.

Les résultats obtenus sur une distance de 6000  $\mu$ m soit la longueur de la zone investiguée lors du paragraphe sur la dilution sont présenté à la Figure II-25 avec une barre d'erreur de ±10 Hv0.02.



Figure II-25 : Profils de la dureté des dépôts du Stellite 6.

On remarque que globalement, le dépôt de fins cordons présente une dureté plus élevé que celui de grands cordons. Ceci s'explique par la différence de la microstructure. En effet, une microstructure des dendrites plus fines possède une dureté plus élevée que celle des dendrites plus grosses.

Dans la zone où la variation de la composition chimique est importante, la dureté est plus faible. La dureté de l'échantillon de fins cordons varie entre 386 HV<sub>0.2</sub> et 559 HV<sub>0.2</sub> dans une distance de 0.8mm où la diffusion des éléments du substrat est importante. La dureté de l'échantillon de grands cordons varie entre 401HV<sub>0.2</sub> et 474HV<sub>0.2</sub> dans une distance de 1.8mm ou la diffusion est importante. En effet, la diffusion des éléments du substrat dans le dépôt, en particulier du fer, fait diminuer la quantité de précipités durs et la dureté de la matrice de cobalt.

### II.4.1.2.5. Conclusion

Les deux gammes de paramètre nous ont permis de produire de bons échantillons. Ces derniers présentent une bonne adhésion avec le substrat, une faible porosité et aucune fissure.

L'échantillon de fins cordons (plage1) présente une microstructure plus fine et une dilution plus faible que celui de grands cordons (plage 2). Par conséquent, il montre une dureté plus

élevée que celle de l'échantillon des grands cordons. Ce type de l'échantillon est choisi pour l'étude tribologique présentée dans le chapitre III suivant.

# II.4.2. Colmonoy-52

### II.4.2.1. Recherche paramétrique initiale

Afin de tester la possibilité de déposer le Colmonoy-52 sur un substrat en acier de type de 316L par projection laser, nous avons effectué une série préliminaire de mono-cordon. Les paramètres appliqués sont présentés dans Tableau II-10. Il n'y a que trois principaux paramètres que nous avons choisi de faire varier, ce sont :

- la puissance du laser P(W) qui varie entre 300W à 800W,
- la vitesse de déplacement du faisceau laser V (m/min) qui est entre 0,2m/min à 1m/min
- le débit de poudre Dp (g/min) qui est dans la gamme de 1 g/min à 5 g/min.

Puissance du laser P(W)	300- 800
Vitesse de déplacement du faisceau laser V (m/min)	0.2-1
Débit de poudre <b>D p (g/min)</b>	1-5
Gaz (argon) de protection	10 l/min
Gaz (argon) d'entraînement de la poudre	6 l/min
Gaz (argon) de protection interne	8 l/min
Distance entre buse et pièce	8 mm
Distance de défocalisation laser	10 mm
Buse	conique en protection localisée

Parmi ces paramètres, certains liés au système ont été fixés.

 Tableau II-10 : Donné paramétrique de la première campagne de Colmonoy-52.

Les dépôts mono-cordon obtenus sont présentés ci-dessous en Figure II-26. Ces dépôts mono-cordon ont été observés sous loupe binoculaire.



**Figure II-26 :** Série préliminaire de dépôts en Colmonoy-52 sur acier inox par projection laser / Etude paramétrique en fonction de la puissance laser, de la vitesse et du débit de poudre.

L'observation ne montre pas de défauts surfaciques. Ceci nous a permis de réaliser une nouvelle expérimentation avec deux vitesses représentatives d'un dépôt lent (0,4 m/min) et d'un dépôt rapide (1m/min). Les paramètres de cet essai sont présentés ci-après dans les

Dépôt	P(W)	V (m/min)	D p (g/min)	P/V (KJ/m)	D p/V (g/m)
COL_C1_L21_1	400	0,4	2	60	5
COL_C1_L22_1	500	0,4	2	75	5
COL_C1_L23_1	600	0,4	2	90	5
COL_C1_L24_1	700	0,4	2	105	5
COL_C1_L25_1	800	0,4	2	120	5
COL_C1_L26_1	400	0,4	3	60	7,5
COL_C1_L27_1	500	0,4	3	75	7,5
COL_C1_L28_1	600	0,4	3	90	7,5
COL_C1_L29_1	700	0,4	3	105	7,5
COL_C1_L30_1	800	0,4	3	120	7,5
COL_C1_L31_1	400	0,4	4	60	10
COL_C1_L32_1	500	0,4	4	75	10
COL_C1_L33_1	600	0,4	4	90	10
COL_C1_L34_1	700	0,4	4	105	10
COL_C1_L35_1	800	0,4	4	120	10
COL_C1_L36_1	400	0,4	5	60	12,5
COL_C1_L37_1	500	0,4	5	75	12,5
COL_C1_L38_1	600	0,4	5	90	12,5
COL_C1_L39_1	700	0,4	5	105	12,5
COL_C1_L40_1	800	0,4	5	120	12,5

Tableau II-11 et

Dépôt	P(W)	V (m/min)	D p (g/min)	P/V (KJ/m)	D p/V (g/m)
COL_C1_L21_2	400	1	2	24	2
COL_C1_L22_2	500	1	2	30	2
COL_C1_L23_2	600	1	2	36	2
COL_C1_L24_2	700	1	2	42	2
COL_C1_L25_2	800	1	2	48	2
COL_C1_L26_2	400	1	3	24	3
COL_C1_L27_2	500	1	3	30	3
COL_C1_L28_2	600	1	3	36	3
COL_C1_L29_2	700	1	3	42	3
COL_C1_L30_2	800	1	3	48	3
COL_C1_L31_2	400	1	4	24	4
COL_C1_L32_2	500	1	4	30	4
COL_C1_L33_2	600	1	4	36	4
COL_C1_L34_2	700	1	4	42	4
COL_C1_L35_2	800	1	4	48	4
COL_C1_L36_2	400	1	5	24	5
COL_C1_L37_2	500	1	5	30	5
COL_C1_L38_2	600	1	5	36	5
COL_C1_L39_2	700	1	5	42	5
COL_C1_L40_2	800	1	5	48	5

Tableau II-12.

Dépôt	P(W)	V (m/min)	D p (g/min)	P/V (KJ/m)	D p/V (g/m)
COL_C1_L21_1	400	0,4	2	60	5
COL_C1_L22_1	500	0,4	2	75	5
COL_C1_L23_1	600	0,4	2	90	5
COL_C1_L24_1	700	0,4	2	105	5
COL_C1_L25_1	800	0,4	2	120	5
COL_C1_L26_1	400	0,4	3	60	7,5
COL_C1_L27_1	500	0,4	3	75	7,5
COL_C1_L28_1	600	0,4 3 90			7,5
COL_C1_L29_1	<b>DL_C1_L29_1</b> 700		3	105	7,5
COL_C1_L30_1	800	0,4	3	120	7,5
COL_C1_L31_1	400	0,4	4	60	10
COL_C1_L32_1	500	0,4	4	75	10
COL_C1_L33_1	600	0,4	4	90	10
COL_C1_L34_1	700	0,4	4	105	10
COL_C1_L35_1	800	0,4	4	120	10
COL_C1_L36_1	400	0,4	5	60	12,5
COL_C1_L37_1	500	0,4	5	75	12,5
COL_C1_L38_1	600	0,4	5	90	12,5
COL_C1_L39_1	700	0,4	5	105	12,5
COL_C1_L40_1	800	0,4	5	120	12,5

Tableau II-11 : Données paramétriques des mono-cordons en utilisant une vitesse fo	<sup>:</sup> aible.
--	---------------------

Dépôt	P(W)	V (m/min)	D p (g/min)	P/V (KJ/m)	D p/V (g/m)
COL_C1_L21_2	400	1	2	24	2
COL_C1_L22_2	500	1	2	30	2
COL_C1_L23_2	600	1	2	36	2
COL_C1_L24_2	700	1	2	42	2
COL_C1_L25_2	800	1	2	48	2
COL_C1_L26_2	400	1	3	24	3
COL_C1_L27_2	500	1	3	30	3
COL_C1_L28_2	600	1	3 36		3
COL_C1_L29_2	700	1	3	42	3
COL_C1_L30_2	800	1	3	48	3
COL_C1_L31_2	400	1	4	24	4
COL_C1_L32_2	500	1	4	30	4
COL_C1_L33_2	600	1	4	36	4
COL_C1_L34_2	700	1	4	42	4
COL_C1_L35_2	800	1	4	48	4
COL_C1_L36_2	400	1	5	24	5
COL_C1_L37_2	500	1	5	30	5
COL_C1_L38_2	600	1	5	36	5
COL_C1_L39_2	700	1	5	42	5
COL_C1_L40_2	800	1	5	48	5

 Tableau II-12 : Données paramétriques des mono-cordons en utilisant une vitesse élevée.

Les dépôts obtenus sont présentés à la Figure II-27 ci-dessous.



Figure II-27 : Dépôt mono-couche en Colmonoy-52 par projection laser.

On constate :

- à puissance du laser et débit de poudre constants que les cordons déposés avec une vitesse élevée (1 m/min) sont plus fissurés que ceux déposés avec une vitesse faible (0,4 m/min). En effet, avec une vitesse élevée, la vitesse de solidification est plus grande et le gradient thermique est plus important. Il en résulte une fissuration plus facile du cordon.
- à puissance de laser et vitesse constantes, que l'augmentation du débit de poudre entraine une fissuration des cordons et ce quelle que soit la vitesse utilisée.
- à vitesse et débit de poudre constants, que plus la puissance du laser est importante, moins le cordon est fissuré.

Le graphe reliant débit linéique à l'énergie linéique est présenté à la Figure II-28. Il exprime à débit linéique constant, la puissance minimale nécessaire à mettre en œuvre pour réaliser la un cordon exempt de fissures. Au-dessous de cette valeur seuil, il est impossible d'obtenir un cordon ne présentant pas ce type de défaut. Sur ce graphe ont été positionnés l'ensemble des essais réalisés avec le code couleur suivant, à la couleur rouge et jaune correspondent les cordons présentant des fissures et à la couleur bleue ceux exempts de ce type de défaut.



Figure II-28 : Relation entre débit et énergie linéiques (en rouge : échantillons fissurés).

Les paramètres correspondants aux cordons exempts de fissures et présentant une bonne adhérence avec le substrat ont été retenus pour réaliser des surfaces en juxtaposant, à plages paramétrique donnée, les cordons les uns à côté des autres avec un taux de recouvrement variant entre 20-35%. Ces dépôts réalisés suivant le schéma présenté à la Figure II-29 et les conditions opératoires telles qu'indiquées dans tableau paramétrique (

Dépôt	P(W)	V (m/min)	Dp (g/min)	P/V (KJ/m)	Dp/V (g/m)	Nombre de couches
COL_C1_D1_1	500	0,4	2	75	5	1
COL_C1_D1_2	500	0,4	2	75	5	2
COL_C1_D1_3	500	0,4	2	75	5	3
COL_C1_D2_1	500	1	2	30	2	1
COL_C1_D2_2	500	1	2	30	2	2
COL_C1_D2_3	500	1	2	30	2	3
COL_C1_D3	700	1	2	42	2	1
COL_C1_D4	700	0,4	2	105	5	1
COL_C1_D5	400	0,4	2	60	5	1
COL_C1_D6_1	700	0,4	2	105	5	1
COL_C1_D6_2	700	0,4	2	105	5	2
COL_C1_D6_3	700	0,4	2	105	5	3
COL_C1_D7_1	700	1	2	42	2	1
COL_C1_D7_2	700	1	2	42	2	2
COL_C1_D7_3	700	1	2	42	2	3
COL_C1_D8_1	500	1	3	30	3	1
COL_C1_D8_2	500	1	3	30	3	2
COL_C1_D8_3	500	1	3	30	3	3
COL_C1_D9_1	700	0,4	3	105	7,5	1
COL_C1_D9_2	700	0,4	3	105	7,5	2
COL_C1_D9_3	700	0,4	3	105	7,5	3
COL_C1_D10_1	700	0,4	2	105	5	1
COL_C1_D10_2	700	0,4	2	105	5	2
COL_C1_D10_3	700	0,4	2	105	5	3

Tableau II-13).



Figure II-29 : Schéma du rechargement de Colmonoy-52 sur 316L.

Lors du rechargement des dépôts surfaciques, nous avons ajouté un facteur supplémentaire dans le tableau paramétrique (

Dépôt	P(W)	V (m/min)	Dp (g/min)	P/V (KJ/m)	Dp/V (g/m)	Nombre de couches
COL_C1_D1_1	500	0,4	2	75	5	1
COL_C1_D1_2	<b>OL_C1_D1_2</b> 500		2	75	5	2
COL_C1_D1_3	500	0,4	2	75	5	3

COL_C1_D2_1	500	1	2	30	2	1
COL_C1_D2_2	500	1	2	30	2	2
COL_C1_D2_3	500	1	2	30	2	3
COL_C1_D3	700	1	2	42	2	1
COL_C1_D4	700	0,4	2	105	5	1
COL_C1_D5	400	0,4	2	60	5	1
COL_C1_D6_1	700	0,4	2	105	5	1
COL_C1_D6_2	700	0,4	2	105	5	2
COL_C1_D6_3	700	0,4	2	105	5	3
COL_C1_D7_1	700	1	2	42	2	1
COL_C1_D7_2	700	1	2	42	2	2
COL_C1_D7_3	700	1	2	42	2	3
COL_C1_D8_1	500	1	3	30	3	1
COL_C1_D8_2	500	1	3	30	3	2
COL_C1_D8_3	500	1	3	30	3	3
COL_C1_D9_1	700	0,4	3	105	7,5	1
COL_C1_D9_2	700	0,4	3	105	7,5	2
COL_C1_D9_3	700	0,4	3	105	7,5	3
COL_C1_D10_1	700	0,4	2	105	5	1
COL_C1_D10_2	700	0,4	2	105	5	2
COL_C1_D10_3	700	0,4	2	105	5	3

Tableau II-13). C'est le nombre des couches. Ce facteur a des influences intéressantes sur la qualité du revêtement, sur sa composition chimique et sa microstructure.

Dépôt	P(W)	V (m/min)	Dp (g/min)	P/V (KJ/m)	Dp/V (g/m)	Nombre de couches
COL_C1_D1_1	500	0,4	2	75	5	1
COL_C1_D1_2	500	0,4	2	75	5	2
COL_C1_D1_3	500	0,4	2	75	5	3
COL_C1_D2_1	500	1	2	30	2	1
COL_C1_D2_2	500	1	2	30	2	2
COL_C1_D2_3	500	1	2	30	2	3
COL_C1_D3	700	1	2	42	2	1
COL_C1_D4	700	0,4	2	105	5	1
COL_C1_D5	400	0,4	2	60	5	1
COL_C1_D6_1	700	0,4	2	105	5	1
COL_C1_D6_2	700	0,4	2	105	5	2
COL_C1_D6_3	700	0,4	2	105	5	3
COL_C1_D7_1	700	1	2	42	2	1
COL_C1_D7_2	700	1	2	42	2	2
COL_C1_D7_3	700	1	2	42	2	3
COL_C1_D8_1	500	1	3	30	3	1
COL_C1_D8_2	500	1	3	30	3	2
COL_C1_D8_3	500	1	3	30	3	3
COL_C1_D9_1	700	0,4	3	105	7,5	1
COL_C1_D9_2	700	0,4	3	105	7,5	2
COL_C1_D9_3	700	0,4	3	105	7,5	3
COL_C1_D10_1	700	0,4	2	105	5	1
COL_C1_D10_2	700	0,4	2	105	5	2

COL_C1_D10_3 700 0,4	2	105 5	3
----------------------	---	-------	---

Tableau II-13 : Données paramétriques des dépôts en Colmonoy-52 sur acier de type de 316L.

D1\_3 D1\_2 D1\_1 D3 D4 D5 D7\_3 D7\_2 D7\_1 D7\_3 D7\_2 D7\_1 D5\_3 D5\_2 D5\_1 D5\_2 D6\_3 D5\_3 D5\_2 D5\_1

Les dépôts obtenus sont présenté dans la Figure II-30 ci-dessous.

*Figure II-30* : Réalisation de dépôts surfaciques en Colmonoy-52 à différentes conditions paramétriques.

L'observation réalisée à l'aide d'une loupe binoculaire pour cette série d'essais semble montrer que les dépôts obtenus pour une faible puissance laser ont tendance à être fissurés. La sensibilité à la fissuration semble augmenter avec la vitesse de déplacement du faisceau laser. De plus, l'accumulation des couches favorise l'apparition de fissures. Ces constatations sont vérifiées par des analyses plus fines au microscope optique et le résultat est présenté dans le Tableau II-14 ci-dessous.

	1 COUCHE							2 COUCHES			3 COUCHES											
	D1	D2	D3	D4	D5	D6	D7	D8	D9	D10	D1	D2	D6	D7	D8	D9	D10	D1	D2	D6	D8	D9
P(W)	500	500	700	700	400	700	700	500	700	700	500	500	700	700	500	700	700	500	500	700	500	700
V(m/min)	0,4	1	1	0,4	0,4	0,4	1	1	0,4	0,4	0,4	1	0,4	1	1	0,4	0,4	0,4	1	0,4	1	0,4
Dp (g/min)	2	2	2	2	2	2	2	3	3	2	2	2	2	2	3	3	2	2	2	2	3	3
Nombre de fissures	1	4	7		1				2		3	5	3	2	3	2		8	7	1	1	1
Longeur (µm)	525	807	498		242				805		grosse fissure		521	756	511	grosse fissure		682		549	grosse fissure	1202
Nombre de pores	2	9	6	1	6	1	6	1	7	2		20	10	13	7	26	1	5	13	2	1	18
Surface (µm²)	620	19935	212	9297	777	2812	3637	1488	1488	1034		31976	3840	1898	1883	2615	581	682	5555	4927	1488	2750

**Tableau II-14** : Résultat d'analyse de la fissuration et de la porosité du dépôt du Colmonoy-52 réaliséavec l'aide d'un microscope.

La lecture de ce tableau semble indiquer que la sensibilité à la fissuration et la porosité semble augmenter avec la vitesse de déplacement du faisceau laser.

Les images obtenues indiquent que :

- Certains dépôts de cette campagne d'essai présentent une porosité élevée (Figure II-31). Ces pores peuvent être créés par le gaz occlus dans les grains de poudre de Colmonoy-52 et l'eau d'absorption de la poudre de Colmonoy-52.
- Les fissures pour certaines d'entre elles traversent le dépôt à partir de l'interface jusqu'à la surface. Ces fissures peuvent se présenter seules ou en réseau et prendre source ou buter au niveau de porosités (Figure II-31). Elles peuvent résulter du gradient thermique important et de la vitesse de refroidissement élevés lors du rechargement.



Figure II-31 : Fissures et pores dans un dépôt en Colmonoy-52 obtenu par projection laser.

On observe également une bonne liaison avec le substrat en acier 316L. Il n'y a aucun défaut à l'interface (Figure II-32). Cependant, la pénétration du laser dans le substrat est importante. Elle a créé des ondulations de l'interface du dépôt. Elle sera la cause d'un fort changement de la composition chimique du matériau initial.



*Figure II-32* : Interface des dépôts en COLMNOY 52 avec le substrat en acier 316L.

### II.4.2.2. Recherche paramétrique pour l'obtention de dépôts sains

Pour pallier à l'ensemble de ces problèmes et dans le respect du rapport débit de poudre et la puissance linéiques, il a été décidé :

- afin de diminuer la porosité : d'étuver au préalable la poudre et d'agrandir le bain liquide en variant des paramètres afin de favoriser autant que faire se peut la surface d'échange.
- afin de s'affranchir des fissures : de chauffer le substrat en AISI 316 L aux alentours de 400°C durant toute la durée du traitement et de faire refroidir lentement du dépôt après le chargement.

L'ensemble des différentes étapes ayant menées à l'obtention sont résumé ci-dessous à la Figure II-33, accompagné du tableau récapitulatif (Tableau II-15) présentant de l'ensemble des campagnes menées jusqu' à l'obtention des dépôts de Colmonoy-52 retenus pour l'étude tribologique dans le chapitre III suivant.



*Figure II-33* : Synthèse des actions mises en œuvre pour la suppression de la fissuration et de la diminution de la porosité.

N° Campagne	Image d'échantillon	Paramètre du procédé	Technique
Première campagne		Puissance: <b>500W-700W</b> Vitesse: <b>400mm/min-</b> <b>1000mm/min</b> Débit de poudre: <b>2g/min-</b> <b>4g/min</b>	<ul> <li>Cordon fin / Etuvage des poudres</li> </ul>
Deuxième campagne		Puissance: <b>700W-1000W</b> Vitesse: <b>150mm/min-</b> <b>500mm/min</b> Débit de poudre: <b>2g/min-</b> <b>6g/min</b>	Cordon fin / Etuvage des poudres
Troisième campagne		Puissance: <b>1000W-1500W</b> Vitesse: <b>80mm/min-</b> <b>500mm/min</b> Débit de poudre: <b>2g/min-</b> <b>10g/min</b>	<ul> <li>Cordon fin / Etuvage des poudres</li> <li>Chauffage du substrat / Refusion d'une partie du dépôt</li> </ul>
Quatrième campagne		Puissance: <b>1500W-3000W</b> Vitesse: <b>80mm/min-</b> <b>500mm/min</b> Débit de poudre: <b>6g/min-</b> <b>12g/min</b>	<ul> <li>Grand cordon / Etuvage des poudres</li> <li>Chauffage du substrat</li> <li>Croisement des cordons / Refroidissement lent / Refusion en face arrière</li> </ul>
Cinquième campagne		Puissance: <b>1500W-3000W</b> Vitesse: <b>100mm/min-</b> <b>200mm/min</b> Débit de poudre: <b>6g/min-</b> <b>12g/min</b>	<ul> <li>Grand cordon / Etuvage des poudres</li> <li>Chauffage du substrat</li> <li>Croisement des cordons / Refroidissement lent</li> <li>Recouvrement faible</li> </ul>



 Tableau II-15 : Synthèse des campagnes d'essai du Colmonoy-52.

Sans rentrer dans les détails de la recherche paramétrique, il est intéressant d'analyser plus en détail l'optimisation de la fusion partielle du substrat.

#### II.4.2.3. Minimisation de la fusion du substrat

Comme on l'a présenté, les campagnes d'expérimentations successives jusqu'à la quatrième campagne ont permis d'obtenir des échantillons sans fissures et un minimum de porosités. L'étape suivante a été de limiter autant que possible la dilution du substrat dans le dépôt. En effet, une fusion trop importante du substrat lors du dépôt de la première couche entraine un apport de fer important dans le matériau déposé, ce qui change la composition globale du revêtement.

Pour ce qui concerne les échantillons de la quatrième campagne, qui correspondent bien à l'obtention de dépôts sains, nous avons vérifié la composition du fer dans le dépôt. Pour le Colmonoy-52, le taux de fer est faible et son augmentation traduit bien une dilution du fer dans le dépôt. Une autre mesure peut être la profondeur de pénétration du dépôt dans le matériau. La Figure II-34 présente une analyse par EDS du taux relatif de Fe, Ni, Si et Cr dans l'épaisseur du dépôt de l'échantillon COL\_C4\_D2 (voir les paramètres associés plus bas). Comme on peut le constater, si le taux de fer chute (et, par opposition, le taux de nickel augmente) sur environ 1250µm au-dessus de l'interface et se stabilise à environ 8 à 10%, ce qui est bien supérieur au taux de fer nominal dans le Colmonoy-52.



*Figure II-34* : Profil des éléments dans le dépôt COL\_C4\_D2 de quatrième campagne.

On peut également comparer l'effet de la variation des paramètres sur le taux de dilution. La Figure II-39 présente les courbes de la diffusion du fer dans deux échantillons D2 et D3. Ces derniers ont été produits pour une même puissance et une même vitesse mais avec un débit de poudre de D3 deux fois plus élevé que celui de D2. Dans ce cas, la puissance linéique est constante, mais le débit linéique de D3 est deux fois plus élevé que celui de D2. L'énergie est globalement utilisée pour fondre la poudre ajoutée et une partie du substrat, du moins pour la première couche. Ainsi, une augmentation du débit de poudre (cas D3) conduit à une limitation de la fusion du substrat et le taux de fer dans le dépôt est alors plus faible. A noter que la transition entre deux couches reste assez visible (surtout sur D3).



COL_C4_D2	3000	0,1	6	1,8.10 <sup>6</sup>	60
COL_C4_D3	3000	0,1	12	1,8.10 <sup>6</sup>	120

Figure II-35 : Influence du débit de poudre sur la dilution du dépôt

La Figure II-40 présente une comparaison du taux de fer dans des échantillons pour lesquels on a fait varier la puissance. Dans de cas l'énergie linéique de D3 est plus élevée que celle de D5. Mais, le débit linéique est constant. En conséquent, la pénétration du laser dans le substrat dans le cas D3 plus importante que dans le cas D5.



Dépôt	P(W)	P(W) V (m/min) Dp (g/min)			Dp/V (g/m)		
COL_C4_D3	3000	0,1	12	1,8.10 <sup>6</sup>	120		
COL_C4_D5	2500	0,1	12	1,5.10 <sup>6</sup>	120		

Figure II-36 : Influence de la puissance sur la dilution du dépôt dans le procédé rechargement laser

Enfin, la Figure II-37 présente l'effet de la variation de vitesse pour deux échantillons D3 et D6. Dans ce cas on peut constater que l'énergie utilisée par unité de matière est constante, fusion du substrat dans le cas D6 sera moins importante que dans le cas D3.



Dépôt	P(W)	V (m/min)	Dp (g/min)	P/V (J/m)	Dp/V (g/m)	P/Dp (J/g)
COL_C4_D3	3000	0,1	12	1,8.10 <sup>6</sup>	120	250
COL_C4_D6	3000	0,15	12	1,2.10 <sup>6</sup>	80	250

#### Figure II-37 : Influence de la vitesse sur la dilution du dépôt dans le procédé rechargement

Comme on peut le constater, la recherche paramétrique de la quatrième campagne nous a permis d'obtenir des teneurs en fer acceptables dans le dépôt. Cependant, les paramètres retenus dans pour ces conditions présentent un rapport d'aspect Hauteur/Largeur du cordon un peu élevé (voir les cordons présentés dans le Tableau II-15), ce qui peut nuire à la qualité et la stabilité de la fusion de l'alliage lors du recouvrement entre cordons.

Ceci nous a conduit à changer la stratégie de balayage tout en cherche à augmenter le taux de dépôt. Deux campagnes d'essais (campagnes cinq et six) ont été nécessaires afin d'obtenir à la fois une augmentation du taux de dépôt, des cordons dont le rapport d'aspect est tout à fait acceptable. Il reste alors à analyser globalement les échantillons finaux qui seront utilisés pour l'étude tribologique.

Le Figure II-16 présente les paramètres des échantillons retenus parmi l'ensemble de ceux produits dans la 6<sup>ème</sup> campagne (dernière campagne) sur le Colmonoy-52.

Dépôt	P(W)	V (m/min)	Dp (g/min)	Nombre de couche	Hauteur (mm)	P/V (J/m)	Dp/V (g/m)
COL_C6_D16	2000	1	14	3	3,2	2000	14
COL_C6_D30	2000	1	20	4	4,2	2000	20

Tableau II-16 : Donnée paramétrique de 6ème campagne de Colmonoy-52

En comparaison avec les 4<sup>ème</sup> et 5<sup>ème</sup> campagnes (citée en annexe), l'énergie linéique a été diminuée entre 10 et 15 fois, le débit linéique a été également diminué entre 4 et 9 fois. La diminution de l'énergie linéique a pour but de limiter la pénétration du laser dans le dépôt, et la diminution du débit linéique va quant à elle assurer une bonne adhésion du dépôt et une fusion totale des poudres ajoutées. Elle va en outre permettre de diminuer la hauteur du cordon facilitant ainsi le rechargement.

Les échantillons réalisés suivant les paramètres opératoires optimisés sont présentés à la Figure II-38 ci-dessous.



#### *Figure II-38 :* Echantillons de 6<sup>ème</sup> campagne de Colmonoy-52.

A l'analyse macrographique, on remarque que le dépôt présente une surface plate et assez lisse et, qu'en outre, il semble qu'ils aient une bonne adhésion du dépôt avec le substrat et une dilution faible. Il est maintenant important de faire une analyse plus complète de ces échantillons.

# II.4.2.4. Analyse des échantillons de Colmonoy-52 obtenus après optimisation paramétrique

### II.4.2.4.1. Santé matière

Les Figure II-39 présentent en coupe un échantillon type de la dernière campagne.



*Figure II-39* : Image optique fond clair X10 de l'échantillon COL\_C6\_D30.

On observe que :

- L'adhérence du dépôt sur le substrat semble également bonne.
- Il n'y a aucune fissure dans le dépôt.
- Il y a de la porosité résiduelle mais en densité importante mais dimensions relativement faibles, diamètre maximal de l'ordre de 30µm (voir la Figure II-40). Ceci est expliqué par la vitesse élevée (1m/min) appliquée.
- L'interface est rectiligne et ne présente pas d'ondulations, caractéristique de la forte dilution.



*Figure II-40* : Observation de la porosité de l'échantillon COL\_C6\_D30.

### II.4.2.4.2. Analyse microstructurale des dépôts

Les analyses des campagnes précédentes montrent que le dépôt de Colmonoy-52 obtenu en application de la projection laser est constitué de plusieurs phases (voir Figure II-41) :

- une matrice Ni-Fe-Cr-Si,
- un ensemble de phases durcissantes (carbures et borures de chrome), qui sont répartis de manière homogène dans le dépôt, et en forme du bloc, d'aiguille ou de bâtonnet dans la zone près de la surface, en forme de fleurs ou d'arête de poisson dans la zone près de l'interface, ce qui correspond aux observations de Kesavan, 2010. On peut également observer des précipités partiellement englobés dans la zone eutectique et qui peuvent également se trouver isolés.



*Figure II-41* : Image EDS d'un échantillon de Colmonoy-52 (COL\_C1\_D2).

Il faut noter que ces observations varient un peu en fonction des paramètres procédés, en particulier pour ceux retenus à la fin de l'étude paramétrique. Les différentes microstructures ont été identifiées par EDS sur les échantillons de la première et deuxième campagne. Cette analyse reste valable pour l'ensemble des échantillons pour ce qui concerne la morphologie des microstructures et leur identification globale (matrice, carbures et borures).

La matrice est constituée de type  $\gamma$  nickel de composition Ni-Cr-Fe-Si qui, pour la plupart du temps, est diphasique comme on peut le voir sur la Figure II-42 (échantillon de la deuxième campagne COL\_C1\_D2), avec une phase plus riche en silicium que l'autre. Nous n'avons pas pu poursuivre cette analyse plus en détail et l'origine de cette organisation de la matrice reste à analyser.



Spectrum	В	С	AI	Si	Cr	Fe	Ni	Мо
1	4.16	2.62	0.00	1.72	9.58	5.23	76.67	0.02
2	3.62	2.59	0.00	1.13	11.47	6.38	74.81	0.00
3	4.27	2.58	0.00	0.60	10.71	6.21	75.63	0.00
4	4.20	2.76	0.00	1.72	9.88	5.61	75.84	0.00
5	1.60	2.75	0.00	0.78	14.00	6.50	74.35	0.02
6	2.89	2.62	0.00	0.41	12.22	6.62	75.23	0.01
7	2.71	2.75	0.00	0.39	12.45	6.56	75.14	0.00
8	3.61	2.63	0.01	1.41	11.08	5.75	75.42	0.08
9	2.81	3.01	0.03	4.48	7.98	4.16	77.53	0.00
10	4.07	2.82	0.04	0.69	11.75	6.23	74.31	0.08
11	0.89	2.86	0.00	4.77	8.15	5.69	77.64	0.00
12	1.44	2.59	0.01	3.12	12.18	8.37	72.30	0.00
13	0.77	2.49	0.03	3.25	12.17	7.97	73.32	0.00
14	0.00	2.45	0.01	3.10	12.53	7.87	74.04	0.00
15	0.00	2.54	0.04	3.17	12.69	8.07	73.46	0.02
16	0.40	2.74	0.00	2.92	12.33	7.51	74.10	0.00
17	0.48	3.03	0.02	2.85	13.46	7.66	72.52	0.00
18	0.00	2.83	0.01	3.11	12.66	9.24	72.14	0.00
19	1.42	2.55	0.03	2.76	12.26	8.39	72.59	0.00
20	0.78	2.44	0.02	3.22	12.08	8.52	72.94	0.00

*Figure II-42* : Observation de la composition de la matrice (analyse EDS en différents points, composition présentée dans le tableau ci-dessus).

Pour ce qui concerne l'eutectique et les différents précipités, l'analyse EDS présentée en Figure II-43 avec les compositions associées aux pointés dans l'image nous donne quelques informations. L'eutectique présente bien des structures carbures et borures plus ou moins grosses et isolées en fonction des paramètres procédés.



Spectrum	В	С	AI	Si	Cr	Fe	Ni	Мо
1	5.85	3.75	0.04	1.54	42.46	11.25	32.71	2.41
2	9.84	2.53	0.00	1.74	34.31	10.51	39.05	2.02
3	0.42	5.09	0.00	2.22	26.08	13.01	52.72	0.45
4	0.13	5.38	0.04	0.96	31.28	12.66	48.71	0.83

5	1.37	5.65	0.05	1.59	33.98	11.59	45.15	0.61
6	6.48	3.40	0.01	1.67	30.04	13.07	44.36	0.98
7	4.85	2.78	0.00	1.67	36.23	13.00	40.38	1.09
8	0.83	4.94	0.00	2.44	30.97	10.99	49.35	0.47
9	7.74	2.91	0.00	2.77	17.92	11.13	56.93	0.59
10	3.78	2.99	0.02	2.28	25.22	12.97	52.25	0.49

*Figure II-43* : Observation e la zone eutectique et des précipités (analyse EDS en différents points présentée dans le tableau associé),

Si on considère maintenant les dépôts obtenus après optimisation paramétrique, la Figure II-44 présente sur une profondeur de 5 mm l'état de la microstructure d'un des échantillons de Colmonoy-52 retenus à la sixième campagne (COL\_C6\_D30). On observe une structure relativement homogène dans la zone près de la surface et une structure colonnaire dans la zone près de l'interface où les phases durcissements (carbures et borures) sont très petites.

Les analyses des campagnes précédentes montrent que le dépôt de Colmonoy-52 obtenu en application de la projection laser est constitué de plusieurs phases :

- une matrice, qui est constituée d'au moins deux phases: phase Ni-Cr-Fe, phase Ni-Cr-Fe-Si dont la teneur en silicium est de l'ordre de 8 à 10% massique. Sachant que les variations de fer et de chrome sont fonction de leur localisation dans le cordon ainsi que du procédé utilisé et des paramètres associés.
- un ensemble de phases durcissantes (carbures et borures de chrome), qui sont répartis de manière homogène dans le dépôt, et en forme du bloc, d'aiguille ou de bâtonnet dans la zone près de la surface, en forme de fleurs ou d'arête de poisson dans la zone près de l'interface.


*Figure II-44* : *Microstructure du dépôt de Colmonoy-52 COL\_C6\_D30*.

On constate que, globalement, on retrouve l'organisation microstructurale analysée précédemment avec des échelles variable en fonction de la zone d'analyse.

#### II.4.2.4.3. Analyse de la dilution du substrat dans le dépôt

Afin de vérifier la dilution substrat/dépôt, l'analyse EDS a été réalisée sur l'échantillon COL\_C6\_D30 du Colmonoy-52 avec l'aide de pointés EDS. Pour s'affranchir des hétérogénéités du teneur en fer des différentes phases matricielles, le résultat obtenu est le taux moyen de cinq points différents situé dans cinq zones différentes sur la même hauteur (Figure II-45).



*Figure II-45* : Analyse de la diffusion du fer dans le dépôt de Colmonoy-52 COL\_C6\_D30.

La Figure II-46 présente la diffusion du fer dans une distance de 1100µm à partir de l'interface. On remarque que la teneur en fer est inférieure à 10% à environ 50µm et atteint 4-5% à environ 800µm de l'interface avec une diminution progressive sur ces 700µm.



Figure II-46 : Diffusion du fer dans les dépôts COL\_C6\_D16 et D30 de Colmonoy-52.

#### II.4.2.4.4. Microdureté Vicker

La Figure II-47 présente l'évolution de la micro-dureté, HV<sub>0.2</sub>, en fonction de la profondeur du dépôt COL\_C6\_D30. La position zéro sur l'axe des distances correspond au substrat et les valeurs plus élevées sont quant à elles relatives au dépôt. On constate que la diffusion du fer du substrat qui s'étend jusqu'à environ 1000  $\mu$ m à partir de l'interface, n'a que très peu effet sur la micro-dureté



Figure II-47 : Profils de la micro-dureté du dépôt du Colmonoy-52.

#### II.4.2.4.5. Conclusion

Après six campagnes d'essai, nous avons obtenue des échantillons en Colmonoy-52 qui présentent une bonne adhésion avec le substrat, une faible porosité, aucune fissure et une très faible dilution.

La microstructure du Colmonoy-52 est constituée par une matrice de  $\gamma$ -nickel et des phases durcissantes (des carbures et borures de chrome). La matrice présente deux zones différentes : zone riche en silicium et zone pauvre en silicium.

Les échantillons de sixième campagne sont les meilleurs choix pour les études du comportement de tribologie qui seront présentées dans le chapitre III.

#### II.4.3. Tribaloy-700

Pour ce matériau, nous n'avons pas réalisé de campagnes systématiques afin d'obtenir une bonne plage de paramètres. Nous avons arbitrairement choisi d'appliquer à ce dépôt les paramètres mis en œuvre lors de la 4<sup>ème</sup> campagne de Colmonoy-52 pour les gros cordons avec un recouvrement important 70-80% et sur un substrat chauffé jusqu'à 250°C-300°C.

Le Tableau II-17 présenté ci-dessous regroupe l'ensemble des paramètres mis en œuvre.

Puissance du laser	2000W		
Vitesse de déplacement du faisceau laser	0.1m/min		
Débit de poudre	4g/min ou 8g/min		
Gaz (argon) de protection	10l/min		
Gaz (argon) d'entraînement de la poudre	6 l/min		
Gaz (argon) de protection interne	8 l/min		
Distance de défocalisation laser	30mm		
Type de Buse	GP 2		

Tableau II-17 : Donnés paramétrique de la première campagne de Tribaloy-700.

#### II.4.3.1. Morphologie des revêtements de Tribaloy-700

Les dépôts réalisés sont présentés à la Figure II-48. Ces revêtements ont une épaisseur de l'ordre d'environ 5mm. La surface de ces échantillons est lisse. Ces surfaces sont couvertes par une couche d'oxyde, d'où la coloration verte. L'observation au moyen d'une binoculaire montre qu'il n'y a aucune fissure sur ces échantillons.



*Figure II-48* : Dépôts en Tribaloy-700 obtenu par rechargement laser.

#### II.4.3.2. Microstructure des dépôts de Tribaloy700

Les observations de la microstructure réalisées au moyen du MEB sont présentées dans la Figure II-49. La Figure II-49-a montre que :

- L'adhésion avec le substrat est bonne. Il n'y a aucuns défauts à l'interface ;
- Il n'y a aucune fissure ;
- Il présente une faible porosité.

La structure colonnaire est trouvée dans la zone d'interface (Figure II-49-b). La phase Laves blanche qui présente de plusieurs formes différentes telles que blocs, forme d'aiguille, forme d'arête de poisson Figure II-49-c-d.



*Figure II-49* : Microstructure du dépôt de Tribaloy-700 obtenue par rechargement laser.

Les cartographies de la microstructure du Tribaloy-700 présentées dans Figure II-50 montrent que la phase Laves blanche est riche en molybdène et silicium et la matrice riche en nickel, chrome et fer. Selon la bibliographie, la phase Laves peut avoir la composition Si<sub>2</sub>Mo.



Figure II-50 : Cartographies de la microstructure du dépôt de Tribaloy-700 obtenu par rechargement

#### II.4.3.3. Microdureté Vicker

La Figure II-51 présente le profil de la micro-dureté ( $HV_{0.2}$ ) d'un dépôt de Tribaloy-700. On constate que l'influence de la dilution sur la micro-dureté n'est présente que sur une distance de l'ordre de 1000µm à partir de l'interface où la micro-dureté varie de 170 $HV_{0.2}$  à 412  $HV_{0.2}$ . Au-delà de cette distance, la micro-dureté du dépôt est stable.



*Figure II-51* : Profils de la micro-dureté du dépôt de Tribaloy-700.

#### II.4.3.4. Conclusion

En appliquant une puissance 2000W, une vitesse de balayage 0.1m/min et un débit de poudre 0.4g/min ou 0.8g/min, nous avons eu des échantillons en Tribaloy-700 qui présentent une bonne adhérence avec le substrat, une faible porosité et aucune fissure.

Au niveau de la microstructure, le dépôt Tribaloy-700 présente une microstructure dans laquelle il y a des phases Laves blanche de type Si<sub>2</sub>Mo logées dans une matrice de nickel.

### CHAPITRE III : COMPORTEMENT TRIBOLOGIQUE ET RÔLE DE LA TEMPERATURE

#### III.1. Rappel

#### III.1.1. Contact sphère-plan

Au siècle dernier, H. HERTZ a traité analytiquement ce cas de contact. L'hypothèse de surfaces sphérique et plane idéale ont été introduit dans ces travaux. La force normale appliquée est F<sub>n</sub>. Les deux matériaux constituant les antagonistes sont sollicités dans le domaine de déformation élastique.

Lorsque la bille vient au contact du plan et que la force normale  $F_n$  est nulle, le contact ponctuel a lieu en B sur le plan. Lorsqu'on applique une charge  $F_n$  non nulle, les matériaux de déforment et les deux corps sont au contact dans toute la zone circulaire de rayon a.

L'aire de contact  $A_0$  (m<sup>2</sup>) est donc :  $A_0 = \pi \cdot a^2$ 



Figure III-1 : Représentation schématique du problème du contact sphère-plan.

Le rayon de contact **a** (m) est égal à : a =  $\left(\frac{3.Fn.R}{4.E}\right)^{\frac{1}{3}}$ 

Où E est le module élastique effectif donné par la relation :

$$\frac{1}{E} = \frac{1 - \vartheta_1^2}{E_1} + \frac{1 - \vartheta_2^2}{E_2}$$

Où  $E_1 \vartheta_1 et E_2 \vartheta_2$  correspondent respectivement aux modules élastiques de YOUNG et au coefficient de POISSON du plan et de la sphère.

La pression maximale  $P_{max}$  (Pa) subie à la verticale de B dans le plan, vaut:

$$P_{max} = \frac{3Fn}{2\pi a^2}$$

Et la pression moyenne (pression d'HERTZ) **P** moy (Pa) :  $P_{moy} = \frac{Fn}{\pi a^2}$ 

La distribution des contraintes en surface et sous la surface du plan fait apparaître des contraintes de compression, de traction et de cisaillement. Dans le cas sphère-plan,  $\sigma_r = \sigma_{\theta}$  et la différence entre  $\sigma_r$  et  $\sigma_z$  fait apparaître le contrainte de cisaillement ( $\tau$ ). Cette dernière est maximale sous la surface, au point de HERTZ, située sur l'axe Oz à une profondeur à peu près égale à 0.46 **a** (Figure III-2), au point C (Figure III-1).



*Figure III-2 :* Répartition des contraintes en profondeur en r=0 du contact bille/plan.

#### III.1.2. Facteurs influençant le frottement

Lorsque deux surfaces sont en contact, la force de frottement peut être formée par les jonctions d'adhésion aux points où les aspérités de ces surface sont en contact, résultant de la formation de liaisons (métalliques ou covalentes ou de Van der Waals). Elle peut également être formée par la déformation élastoplastique des aspérités et le déplacement de matière par labourage de la surface par des aspérités dures ou des particules de dureté élevée présentes dans le contact. A partir de l'origine de la force de frottement, on peut facilement trouver des facteurs qui influencent le frottement :

- Les couches entre deux surfaces peuvent changer considérablement l'intensité des forces de liaison (couche absorbée, couche d'oxyde) et également les propriétés mécaniques des zones en interaction (couche d'oxyde).
- Le troisième corps qui est formé par des débris produits par l'usure ainsi que des substances solides ou liquides provenant de l'environnement peut diminuer l'usure (couche de débris lubrifie, couche fluide ou solide sans cohésion) et également aggraver l'usure (couche des débris plus dur produit par un fort écrouissage, une transformation de phase).
- Les caractéristiques concernent la nature et les propriétés des matériaux du couple tribologique, la nature du contact, ainsi que celle des conditions appliquées, mécaniques (cinématique du mouvement, forces, vitesses...) et physico-chimique (composition du milieu environnant, température...). Les caractéristiques dynamiques du système qui de sa structure, des matériaux, de sa taille...influencent aussi sur le frottement.

#### III.1.3. Les mécanismes d'usure

L'usure est définie par la perte de matière qui modifie la géométrie des surfaces tribologique. Elle est la principale conséquence du frottement. Il y a trois principaux mécanismes d'usure : l'usure adhésive, l'usure abrasive et l'usure par fatigue.

#### III.1.3.1. L'usure adhésive

Lorsque deux corps en contact sont en glissement, des jonctions élémentaires sont formées au niveau des points de contact sous l'effet du déplacement. Toutes ces jonctions participent à la résistance au déplacement. Elles ne donnent pas toutes des débris d'usure. Lorsque le mouvement se poursuit, la jonction est soumise à un cisaillement et deux situations peuvent alors exister :

- La jonction est peu résistante : les deux corps se séparent avec peu ou pas de modification ;
- La jonction dispose d'une résistance mécanique supérieure à celle de l'un au moins des matériaux : il y a alors formation d'une fissure dans le corps le plus tendre, ou le moins tenace, puis arrachement et transfert sur l'antagoniste.

#### III.1.3.2. L'usure abrasive

C'est un phénomène essentiellement mécanique qui résulte de la pénétration ou du rayage d'une surface par des aspérités de la surface antagoniste (contact à deux corps), ou par des particules présentes dans l'interface de glissement (contact à trois corps). En règle générale, un contact à deux corps se transforme rapidement en un contact à trois corps. L'abrasion se révèle donc lorsque l'un des deux antagonistes est plus dur que l'autre, et /ou, que les particules sont plus dures que l'une des deux surfaces. Les surfaces endommagées par abrasion présentent des rayures, de stries, ou de griffures, ainsi que par des arrachements de matière.

La dureté et la ductilité d'un matériau jouent un rôle important sur sa résistance à l'usure abrasive. Pour créer un sillon ou une rainure, il suffit que la dureté de l'antagoniste soit seulement de 20 % supérieure à celle de la surface rayée. Quant à la ductilité, elle caractérise l'aptitude du matériau à se déformer sans décohésion.

#### III.1.3.3. L'usure par fatigue

L'endommagement des surfaces par fatigue de contact se manifeste lorsque les couches superficielles sont soumises à des contraintes, mécaniques ou thermiques, répétées ou alternées qui conduisent à l'amorçage des fissures. Les dégradations apparaissent sous forme des piqûres, fissures, écaillage et s'accompagnent des modifications structurales

#### III.1.4. Quantification de l'usure

L'usure est la perte de matière exprimée en masse ou en volume. Il est un processus complexe qui dépend d'un grand nombre de facteurs. Il n'existe pas de lois établies sur des donné théoriques suffisantes pour décrire les situations que l'on peut rencontrer. Certains modèles théoriques ont pu être développés, mais ils sont limités à des cas particuliers où les contributions d'un nombre important de facteurs peuvent être négligée ou maintenue constante.

La plupart des modèles d'usure sont fondés sur la loi semi empirique d'ARCHARD :

$$\mathsf{W} = \mathsf{K} \frac{Fn}{H} \mathsf{D}$$

Cette loi exprime l'usure totale en volume en fonction de la force normale appliquée  $F_n$  (en N), de la dureté H (en Nm-2) du matériau et de la distance totale parcourue D (en m). Le facteur K, sans dimension intègre l'influence de tous les autres paramètres de fonctionnement du système tribologique.

#### III.1.5. Conséquences du frottement

Il y a deux conséquences principales résultant du frottement. Ce sont l'écrouissage et l'usure du matériau. Ces conséquences influencent forcément le fonctionnement du système tribologique. Elles changent la fiabilité et la durée de vie de ces systèmes.

- L'écrouissage est la conséquence sur les propriétés mécaniques du matériau au voisinage de la surface de contact. Il fait augmenter la micro-dureté du matériau. Avec certains aciers ou alliages métallique, il peut provoquer une transformation structurale.
- L'usure est la perte de matière qui modifie la géométrie et le dimensionnement des surfaces tribologiques. Plusieurs mécanismes d'usure peuvent être pris en considération : l'usure adhésive, l'usure abrasive, l'usure par fatigue...il y a plusieurs facteurs qui influencent l'usure d'un système tribologie : nature des matériaux constituant le couple tribologique, propriétés mécaniques de ces matériaux, structure du système tribologique, troisième corps, écrouissage, lubrification, condition tribologique et de l'environnement.

# III.2. Etude du comportement tribologique des revêtements durs retenus

#### III.2.1. Le programme de recherche tribologique

#### III.2.1.1. Dimensionnement et préparation des échantillons

La Figure III-3 présente la géométrie des échantillons utilisés lors des essais de tribologie à température ambiante et à 200°C.



*Figure III-3* : *Eprouvette des essais tribologiques.* 

Notons qu'avant usinage, les divers dépôts étudiés ont subi un traitement de détensionnement afin d'éliminer au maximum les risques liés aux contraintes résiduelles (fissuration, cintrage...).

Les échantillons ainsi obtenus ont été poli au papier SiC jusqu'au grade1000. L'état de surface après polissage a été vérifié par un interféromètre. La rugosité Ra obtenue après polissage varie entre 0.05 µm et 0.08 µm suivant la nature du dépôt.

#### III.2.1.2. Caractérisation de la surface avant le frottement

#### • Taux de Fer inclus dans les dépôts étudiés

Avant du frottement, nous avons réalisé à nouveau, pour vérification, la caractérisation en % de fer sur la surface du dépôt sur laquelle le frottement va avoir lieu. Le taux du fer de l'échantillon a été vérifié par le MEB (EDS). Pour chaque échantillon, nous avons analysé quatre zones comme indiqué à la Figure III-4.



*Figure III-4:* Méthodologie de quantification du fer sur la surface de l'échantillon avant le frottement.

Le résultat moyen de ces quatre zones est présenté ci-dessous à la Figure III-5.



*Figure III-5 :* Taux du fer en massique de la surface des échantillons sur lesquels le frottement va avoir *lieu.* 

Rappelons que la distance de l'interface à la surface servie est d'environ 2000  $\mu$ m, on remarque que la diffusion du fer dans le dépôt (ou la dilution du substrat) du Stellite 6 et du Colmonoy-52 est faible. Une telle diffusion n'est pas trouvée dans le cas du Tribaloy-700.

#### • Dureté

La micro-dureté HV0.5 pour l'ensemble des échantillons étudié est présentée à la Figure III-6 ci-dessous.



*Figure III-6 : Microdureté moyenne mesurée à des échantillons sur lesquels le frottement va avoir lieu.* 

On remarque que :

- L'ensemble des dépôts réalisés possède une dureté plus élevée que le substrat (Inox 316L).
- Globalement le classement des duretés respecte l'ordre décroissant suivant : Stellite 6, Colmonoy-52, Tribaloy-700, substrat.

#### III.2.1.3. Réalisation des essais tribologiques

Lors de la réalisation des essais de frottement, les paramètres tribologiques suivants ont été mis en œuvre :

- Force Normale : 5 N et 20 N
- Diamètre de la zone frottée : 10 mm
- Vitesse de rotation : 120 rpm vitesse de glissement = 3,77m/min
- Nombre de Cycles : 1500 cycles distance totale parcourue = 47,12 m
- Contre pièce : Bille en acier  $316L diamètre = 10 \pm 0,05 \text{ mm}$

```
Ra ≤ 0,4µm
```

- Pièce étudiée : dépôt
- Environnement : argon
- Températures : ambiante et 200°C

La Figure III-7 présente le dispositif utilisé lors des essais sous frottement à température ambiante et à 200°C.



*Figure III-7 :* Tribomètre (2 N-50 N, 0t/min-2500t/min) utilisé pour des essais de tribologie. (a) La cellule, (b) Le porte échantillon, (c) le porte contre pièce, (d) la contre pièce, (f) l'élément chauffant, (g) le réceptacle porte échantillon en céramique.

#### III.2.1.4. Quantification de l'usure

Le volume d'usure a été mesuré par une microtopographie 3D à lumière blanche. Les Figure III-8 et Figure III-9 présentent l'appareillage utilisé et la méthodologie suivie.

Le volume perdu est obtenu en multipliant l'aire moyenne de la section droite de la zone usée par le périmètre de la trace d'usure.



Figure III-8 : Microtopographie 3 D en lumière blanche



*Figure III-9 :* Protocole de la mesure du volume d'usure de l'échantillon.

#### III.2.2. Résultats expérimentaux

#### III.2.2.1. Comportement de tribologie des revêtements durs

#### III.2.2.1.1. Comportement tribologique sous argon du Stellite 6

#### III.2.2.1.1.1. A la température ambiante pour une force de contact FN = 5 N

La Figure III-10 présente la trace d'usure obtenue sur le dépôt de Stellite 6 pour une force normale de 5 N. On remarque la présence des bourrelets traduisant une déformation plastique du dépôt dans le contact. L'observation du profil d'usure semble indiquer que nous sommes en présence d'une usure relativement douce et faiblement abrasive.



*Figure III-10* : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d'usure associé : Stellite 6, 5N et température ambiante.

La Figure III-11 présente les images réalisées à l'aide du MEB relatives à la trace de frottement et à son environnement proche. On remarque en particulier au niveau voisinage des bourrelets, bord extérieur de la trace de frottement une déformation importante de la microstructure indiquant que la déformation se poursuit en dehors de la zone de contact (Figure III-11-6). Les micrographies 1, 2 et 3 réalisées dans la trace confirment le mécanisme d'usure énoncé précédemment.



*Figure III-11* : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon: Stellite 6, 5 N et température ambiante.

La Figure III-12 présente l'état de la contre pièce en acier inoxydable 316L pour les mêmes conditions d'essais. On remarque la présence d'un transfert métallique à la surface de la bille associé à une légère usure de cette dernière (voir image BSE).



*Figure III-12 :* Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Stellite6, 5 N et température ambiante.

Des analyses EDS ont été effectuées en différents endroits de la zone de transfert. Les résultats sont présentés à la Figure III-13 et dans Tableau III-1.



*Figure III-13 :* Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contre pièce : Stellite 6, 5 N et température ambiante.

Spectrum	С	0	Cr	Fe	Со	Мо	W
1	2,9	4,4	25,1	11,3	51,8	0,2	4,2
2	4,5	6,6	29,2	9,3	46,0	0,3	3,9
3	3,8	2,4	19,0	66,7	3,4	1,9	2,8
4	5,2	6,8	22,2	17,4	44,0	0,3	4,0

**Tableau III-1** : Composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contre pièce :Stellite 6, 5 N et température ambiante.

On constate que ces analyses semblent indiquer qu'il y a transfert du stellite sur la contre pièce en acier 316L. Cependant, ces analyses ne nous permettent pas de conclure avec rigueur si nous sommes en présence d'un transfert pur ou en présence d'un 3ème corps composé d'un mixte des deux antagonistes.

A partir de l'analyse des endommagements respectifs de la pièce frottée (dépôt de stellite) et de la contre pièce (bille en acier 316L), il semble possible d'identifier le mécanisme d'usure comme étant de type adhésif générant un contact à 3 corps et se traduisant au niveau de la pièce frottée par une destruction de la surface frottée légèrement abrasive.

La Figure III-14 présente la morphologie les débris d'usure près l'essai de tribologie. Cette figure est complétée par l'analyse EDS qui en a été réalisée (Figure III-14-2).



*Figure III-14 :* Morphologie des débris d'usure : Stellite 6, 5 N et température ambiante.

Deux formes de débris peuvent être identifiées :

- Des débris de forme allongée faisant penser que ces derniers ont participés à un moment donné dans le contact à un mécanisme de type roulement,
- Des débris de forme plissé semblant indiquer qu'avant d'être détaché de la matrice ces derniers se sont opposés au déplacement de la bille.

Les spectres présentés à la Figure III-15 montrent que la majorité des débris analysés concerne le Stellite 6. La présence de traces de fer et la faible teneur initiale mesurée dans le dépôt initial semble confirmer que nous pourrions être ici en présence d'un 3<sup>ème</sup> corps en ce qui concerne le contact.



*Figure III-15 :* Spectre des analyses sur des débris d'usure : Stellite 6, 5 N et température ambiante.

#### III.2.2.1.1.2. A la température de 200°C pour une force de contact FN = 5N

La Figure III-16 présente la trace d'usure obtenue sur le dépôt de Stellite 6 pour une force normale de 5 N et une température de 200°C. On remarque la présence de bourrelets traduisant une déformation plastique du dépôt dans le contact comme précédemment. Par contre l'observation du profil d'usure semble indiquer que nous sommes en présence d'une usure de type labourage.



*Figure III-16* : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d'usure associé : Stellite 6, 5 N et 200°C.

La Figure III-17 réalisée à l'aide du MEB présente la trace de frottement et son environnement. On remarque en particulier dans la trace de frottement la présence de ce qui pourrait apparaître comme des fissures, longues, orientées majoritairement dans le sens du déplacement, et quelques-unes, de plus faibles importances orientées perpendiculairement au sens du déplacement.



*Figure III-17* : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 5 N et 200°C.

L'analyse EDS réalisée en différents points de la trace de frottement (voir Figure III-18 et le Tableau III-2 de résultats qui lui est associé) semble indiquer, compte-tenu de la teneur en fer élevée, que nous sommes en présence d'un 3<sup>ème</sup> corps dans le contact. La présence d'oxygène indique également que le système de frottement sous argon présente quelques faiblesses.



*Figure III-18* : Analyse des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 5 N et 200°C.

Spectrum	С	0	Cr	Fe	Co	W
1	1,8		27,3	6,0	61,1	3,8
2	1,3	15,0	23,6	6,3	50,3	3,6
3	1,0	16,4	33,0	5,1	41,4	3,0
4	3,1		22,9	2,2	33,5	38,3
5	3,3		34,8	4,7	46,4	10,8
6	1,5		25,7	6,0	63,0	3,8

**Tableau III-2** : Composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon :Stellite 6, 5 N et 200°C.

La Figure III-19 présente l'état de la contre pièce en acier inoxydable 316 L pour les mêmes conditions d'essais. On remarque la présence d'un transfert métallique important à la surface de la bille. Les analyses EDS effectuées montrent que ce dépôt est majoritairement issu du Stellite, sans que l'on puisse une nouvelle fois écarter totalement la présence d'un troisième corps lié à la teneur élevée en fer de ce dépôt sur la bille (voir image BSE).



*Figure III-19* : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Stellite 6, 5 N et 200°C.

Spectrum	С	0	Cr	Fe	Со	W
1	1,8	17,3	23,7	6,3	47,9	3,1
2	3,2		33,6	5,6	52,2	5,5
3	2,1	11,5	25,7	6,3	50,1	4,2
4	3,0	3,6	26,6	6,2	56,8	3,8
5	2,2	6,6	27,5	6,8	52,9	4,0
6	2,8	7,4	27,3	6,4	52,0	4,0

**Tableau III-3** : Composition chimique des zones différentes dans la zone de contact sur la contrepièce : Stellite6, 5 N et 200°C.

A ce stade de nos analyses il semble que l'augmentation de température de l'ambiante à 200°C, modifie les propriétés du couple tribologique générant un accroissement de l'étape d'adhésive, une modification des propriétés du 3<sup>ème</sup> corps provoquant un labourage de la surface du dépôt.

La Figure III-20 présente la morphologie les débris d'usure près l'essai de tribologie. Cette figure est complétée par une analyse EDS. Comme lors des essais tribologiques réalisés à température ambiante, trois formes de débris peuvent être identifiées :

- Des débris de forme allongée mais de faibles longueurs faisant penser que ces derniers ont participés à un moment donné dans le contact à un mécanisme de type roulement,
- Des débris qui se présentent sous la forme de copeaux
- Des débris de forme plissé semblant indiquer qu'avant d'être détaché de la matrice ces derniers se sont opposés au déplacement de la bille.



Figure III-20 : Morphologie des débris d'usure: Stellite6, 5 N et 200°C.

Les spectres présentés à la Figure III-21 montrent que la majorité des débris analysés concernent le Stellite 6. La présence de traces de fer et la faible teneur initiale mesurée dans le dépôt initial semble confirmer que nous pourrions être ici en présence d'un 3<sup>ème</sup> corps en ce qui concerne le contact.



Figure III-21 : Spectre des analyses sur des débris d'usure : Stellite 6, 5 N et 200°C.

## III.2.2.1.1.3. Influence, à température ambiante, de l'augmentation de la Force normale dans le contact

La Figure III-22 présente dans sa partie gauche la trace de frottement obtenue sous une force normale de 5 N et dans sa partie droite la trace de frottement obtenue sous une force normale de 20 N. On constate, pour ce qui concerne la surface frottée sous 20 N, un écrouissage apparemment plus important, la présence de quelque petites fissures, mais pas de différences notables avec la surface frottée sous une charge plus faible (5 N).



*Figure III-22* : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 5 N et 20 N à température ambiante.

L'observation comparée de la contre pièce est quant à elle présentée à la Figure III-23 avec comme précédemment dans la partie gauche la contre pièce frottée sous 5 N et dans la partie droite la contre pièce frottée sous 20 N. On observe sur la contre pièce frottée sous 20 N la présence de transfert.



*Figure III-23* : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en 316L : Stellite 6, 5 N et 20 N à température ambiante.

L'analyse EDS présentée à la Figure III-24 confirme qu'il s'agit, comme pour les essais réalisés sous une charge de 5 N, majoritairement de stellite.



**Figure III-24** : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contre pièce en 316L : Stellite 6, 20 N et température ambiante



*Figure III-25* : Spectre des analyses des points différents dans la zone de contact sur la contre pièce en 316L : Stellite6, 20 N et température ambiante.

L'analyse comparée des débris voir Figure III-26 ne met pas en évidence de changement particulier quant à la morphologie observée. On retrouve les deux formes de débris identifiés lors des essais de frottement sous 5 N à savoir ceux ayant une forme allongée et ceux présentant un aspect plissé.



*Figure III-26* : Morphologie des débris d'usure : Stellite6, 5 N et 20 N à température ambiante.

La morphologie de la trace de frottement obtenue en microtopographie 3D et le profil d'usure associé présentées à la Figure III-27 ne montrent pas, au-delà de la profondeur usée, de différences significatives.



**Figure III-27** : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Stellite 6, (a) 5 N et température ambiante ; (b) 20 N et température ambiante.

De l'ensemble de ces constatations et analyses, nous pouvons conclure que l'augmentation de la charge ne remet pas en cause le mécanisme d'usure observé à faible charge, à savoir : un mécanisme d'usure comme étant de type adhésif générant un contact à 3 corps et se traduisant au niveau de la pièce frottée par une destruction de la surface frottée de manière légèrement abrasive.

### III.2.2.1.1.4. Influence, à la température de 200°C, de l'augmentation de la Force normale dans le contact

La Figure III-28 ci-dessous présente dans sa partie gauche la trace de frottement obtenue à 200°C sous une force normale de 5 N et dans sa partie droite la trace de frottement obtenue, pour des conditions de température identique, sous une force normale de 20 N. On constate, pour ce qui concerne la surface frottée sous 20 N, une déformation de la zone frottée plus importante avec des vagues et des creux, ces derniers semblant être le lieu d'une diminution de la pression de contact au niveau local. Il semble donc qu'à la température de 200°C l'augmentation de la charge entraine une modification importante au niveau de la rugosité de la trace de frottement. De plus, des détachements de débris sont visibles sur les bords de la trace et on note également au sein de la trace, la présence de fissures parallèles au sens du déplacement qui semble indiquer à terme un détachement de particules métalliques matée suite à un beurrage de la trace.



Figure III-28 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 5 N et 20 N à 200°C.

L'analyse EDS de différents points de la trace de frottement et le tableau de résultat associé est présenté à la Figure III-29 on remarque à la lecture du tableau (Tableau III-4) une la présence de Nickel, de chrome et de fer dans des proportions qui se rapprochent de celles

présentes dans la contre pièce en AISI 316 L et qui semble traduire majoritairement un transfert de la contre pièce sur le dépôt de Stellite. CE qui se différentie fortement du comportement observé précédemment à faible charge (5 N) sous 200°C.



**Figure III-29** : Analyse des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 20N et 200°C

Spectrum	С	Cr	Fe	Со	Ni	Мо			
1	1,3	19,6	66,7		10,3	2,2			
2	1,5	19,1	67,2		10,0	2,2			
3	2,0	25,9	28,2	35,3	4,8	0,8			
4	1,2	18,2	68,5		10,0	2,1			
5	2,5	32,0	6,1	54,1					

**Tableau III-4** : Composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon :Stellite 6, 20N et 200°C.

L'observation comparée de la contre pièce est quant à elle présentée à la Figure III-30 avec comme précédemment dans la partie gauche la contre pièce frottée sous 5 N et dans la partie droite la contre pièce frottée sous 20 N. On observe sur la contre pièce frottée sous 20 N un aspect usé et la présence d'un film de transfert.



*Figure III-30* : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en 316L : Stellite 6, 5 N et 20 N à 200°C.

L'analyse EDS de ce composé présenté à la Figure III-31, semble indiquer, de par le pourcentage élevé en fer (présent avec un % plus élevé dans la bille que dans le stellite) et le % plus élevé en chrome (au-delà de la teneur présente dans la bille) ainsi que celle du cobalt, que nous sommes en présence d'un 3<sup>ème</sup> corps ou plus spécifiquement d'une TTS (transformation tribologique de surface)



Spectrum	0	Si	Cr	Fe	Со	Mo
1	3,3	0,8	20,8	62,3	11,0	1,9
2	2,6	1,4	25,3	37,8	31,8	1,0
3	3,1	0,6	20,2	70,2	3,9	2,0
4	4,2	0,5	20,5	70,1	2,7	2,1
5	5,1	1,6	26,7	25,7	40,2	0,8
6	2,2	0,6	19,9	72,6	2,6	2,2

**Figure III-31** : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contra pièce en 316L : Stellite 6, 20 N et 200°C.

L'analyse comparée des débris voir la Figure III-32 ne met pas en évidence de changement particulier quant à la morphologie observée précédemment. Cependant, on remarquera la taille importante des débris obtenus sous une force normale de 20 N.



Figure III-32 : Morphologie des débris d'usure : Stellite6, 5 N et 20 N à 200°C.

Les analyses EDS des débris obtenus à 200°C sous une force de 20 N sont présentées à la Figure III-33 avec le tableau des résultats associés. La lecture de ce dernier confirme que les

débris analysés sont un mixte des deux constituants du couple tribologique associé dans la composition d'un 3<sup>ème</sup> corps dont la composition spécifique laisse penser que nous sommes en présente d'une TTS.



Spectrum	С	0	Cr	Fe	Со	W
1	2,2	14,3	18,0	58,7	4,7	2,2
2	2,5		28,0	6,3	58,0	5,2
3	2,8		30,2	6,5	56,3	4,2
4	2,1		30,1	6,5	56,1	5,3

Figure III-33 : Analyses de la composition chimique des débris d'usure : Stellite 6, 20N et 200°C.

La morphologie de la trace de frottement obtenue en microtopographie 3D et le profil d'usure associé sont présentées à la Figure III-34. On remarque que le processus observé à 5 N reste de même nature à 20 N mais que ce dernier est amplifié en particulier au niveau de la largeur des vagues et des creux.



**Figure III-34** : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : (a) 5 N et 200°C ; (b) 20 N et 200°C.

De l'ensemble de ces constatations et analyses, nous pouvons conclure que l'augmentation de la charge ne remet pas fondamentalement en cause le mécanisme d'usure observé à faible charge, adhésive avec pour conséquence un profond labourage du stellite, tout au plus il amplifie les phénomènes observés initialement sans en changer la nature profonde.

#### III.2.2.1.2. Comportement tribologique sous argon du Colmonoy-52

Dans cette partie de l'étude consacrée au comportement tribologique du Colmonoy-52, sera analysé essentiellement le dépôt présentant le % de fer issu de la dilution le plus bas. Les autres dépôts présentant un % de Fer plus élevés ont également étudiés du point de vue de leur comportement tribologique mais pour conserver une certaine fluidité à la lecture du mémoire il a été choisi de les présenter dans les annexes.

#### III.2.2.1.2.1. A température ambiante pour une force de contact FN = 5N

La Figure III-35 présente la morphologie de la trace de frottement et son profil associé. On remarque que l'usure n'est pas uniforme et que la lecture du profil semble indique la présence de rayures dans la trace.



*Figure III-35* : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Colmonoy-52, 5 N et température ambiante.

Les photos réalisées au MEB de la zone de frottement sont présentées à la Figure III-36. On remarque dans la trace l'existence d'un beurrage du dépôt avec présence de fissures débouchant sans doute à terme sur un écaillage du matériau beurré. On observe aussi tant dans la trace qu'à l'extérieure de celle-ci la présence de carbures et de borures de Chrome. On notera également la présence dans la trace d'une zone sombre.



*Figure III-36* : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon: Colmonoy-52, 5 N et température ambiante.

Les analyses EDS réalisées à l'intérieure de la trace sont présentée ci-dessous avec son tableau de valeurs associées Figure III-37. A la lecture du tableau de résultats on constate qu'il n'y a pas de modification significative dans la composition du dépôt. Cela semble indiquer en première approche qu'il n'y a pas de transfert de la contre pièce (bille en AISI 316KL) sur le dépôt.



Spectrum	Si	Cr	Fe	Ni
1	3,1	13,4	8,2	75,3
2	3,3	14,5	6,9	75,3
3	3,5	13,2	5,0	78,2
4	3,0	10,7	4,9	81,3

*Figure III-37* : Analyse des zones différentes dans la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 5N et température ambiante.

La Figure III-38 présente la zone de la contre pièce (bille en AISI 316L) participant au contact avec le dépôt de Colmonoy-52 on remarque sur la bille la présence d'un transfert en surface de cette dernière.



*Figure III-38* : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Colmonoy-52, 5 N et température ambiante.

Les analyses EDS réalisées à différents endroits du transfert et son tableau de résultat associé sont présentées à la Figure III-39. La lecture du tableau de résultat confirme la présence de Colmonoy-52 dans la zone de contact. Il semblerait donc que dans le contact l'on soit en présence d'un frottement Colmonoy-52 / Colmonoy-52 ou Colmonoy-52 / TTS issue du dépôt de Colmonoy-52.



Spectrum	С	0	Si	Cr	Fe	Ni
1	4,2	1,5	2,7	16	6,6	69,1
2	5,4	1,9	2,6	15,4	10,9	63,7
3	7,9	1,3	2,7	24,6	4,4	59,2
4	6,2	1,9	1	16	52,1	22,8
5	7,3	2,7	1,4	17,5	43	28,1
6	78,3			5,7	15,9	

*Figure III-39* : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contre pièce : Colmonoy-52, 5 N et température ambiante.

A ce stade de notre analyse, il semble que nous soyons en présence d'une usure presque exclusivement adhésive.

La Figure III-40 présente les débris obtenus lors des essais d'usure sous faible charge et à température ambiante. On observe la présence de débris relativement fins et de débris grossiers que nous avons dénommés écailles sur la figure.



Figure III-40 : Morphologie des débris d'usure : Colmonoy-52, 5 N et température ambiante.

Les analyses de la composition chimique des débris sont présentées à la Figure III-41 avec les analyses EDS associées (Figure III-42). Les spectres montrent que la majorité de débris est issue du dépôt de Colmonoy-52. Remarquons cependant parmi les débris la présence d'acier (voir analyse 1) qui semble indiquer vraisemblablement un endommagement de la bille en AISI 316L à un moment du cycle de frottement.



*Figure III-41 :* Analyse de la composition chimique des débris d'usure : Colmonoy-52, 5 N et température ambiante.



*Figure III-42* : Spectre des analyses sur des débris d'usure : Colmonoy-52, 5 N et température ambiante.

#### III.2.2.1.2.2. A la température de 200°C pour une force de contact FN = 5N

La Figure III-43 présente la trace d'usure obtenue sur le dépôt de Colmonoy-52 pour une force normale de 5 N et une température de 200°C. L'observation du profil d'usure semble indiquer la présence de légers bourrelets au voisinage de la trace traduisant une faible déformation plastique du dépôt à l'extérieur contact sous l'effet de la charge. Dans la trace elle-même on note la présence de rugosités.



*Figure III-43* : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d'usure associé : Colmonoy-52, 5N et 200°C.

La Figure III-44 réalisée à l'aide du MEB présente la trace de frottement et son environnement. On remarque dans la trace de frottement photo 1 la présence de rayures légères qui confirment ce que le profil avait montré. On observe globalement une dégradation de la surface qui semble plutôt douce avec fragmentation en fine particules des carbures et borures de chrome ainsi que quelques particules plus sombres beurrées dans la trace.



Figure III-44 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 5 N et 200°C.

L'analyse EDS réalisée en différents points de la trace de frottement (voir Figure III-45 et le tableau de résultats qui lui est associé) semblent indiquer, compte-tenu de la teneur en Nickel très élevée et la présence de borures de Chrome, que nous sommes en présence d'un 3<sup>ème</sup> corps dans le contact qui est essentiellement un transfert de Colmonoy-52. Les traces d'oxygène indiquent également que le système de frottement sous argon présente quelques faiblesses.



Spectrum	В	С	0	Si	Cr	Fe	Ni	Мо
1		1,9	22,9	1,9	17,2	12,7	43,4	
2		2,3	25,3	2,2	10,5	11,8	47,9	
3	17,1			0,2	75,7	1,3	3,3	2,5
4		5,0		0,4	76,4	4,6	13,7	
5		7,1			75,8	4,0	12,7	0,5
6		1,7		3,8	7,2	6,1	81,1	
7		2,0		0,7	6,9	4,3	86,1	

*Figure III-45* : Analyse des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 5N et 200°C.

La Figure III-46 présente l'état de la contre pièce en acier inoxydable 316L pour les mêmes conditions d'essais. On remarque la présence d'un transfert métallique important à la surface de la bille.



*Figure III-46* : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Colmonoy-52, 5N et 200°C.

La Figure III-47 et son tableau de résultats associé, regroupe les analyses EDS effectuées sur le transfert. La lecture de ces résultats, au travers de la teneur très élevée en nickel, montre que ce dépôt est majoritairement issu du Colmonoy-52.



	4	1,8	10,8	2,2	13,2	12,1	59,8	0,1	
	5	2,3	16,1	1,5	13,3	34,8	31,2	0,9	
> III_47	<b>7</b> · Analyse de	e la comp	nsition ch	imiaue de	es noints i	différents	dans la z	one de cc	nta

11,6

24,4

38,3

0,5

1,8

21,2

*Figure III-47* : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contra pièce en 316L : Colmonoy-52, 5 N et 200°C.

A ce stade de nos analyses, il semble que l'augmentation de température de l'environnement à 200°C, modifie les propriétés du couple tribologique et en particulier du 3<sup>ème</sup> corps. Si l'usure reste de type adhésif, l'augmentation de température semble adoucir l'endommagement des zones frottées.

#### III.2.2.1.2.3. Influence, à température ambiante, de l'augmentation de la Force normale dans le contact

La Figure III-48 présente dans sa partie gauche la trace de frottement obtenue sous une force normale de 5 N et dans sa partie droite la trace de frottement obtenue sous une force normale de 20 N. On constate, que l'augmentation de la force normale ne semble pas modifier le type de dégradation observée à 5 N. Pour autant, on observe dans la trace à 20 N, une densité plus importante en ce qui concerne les parties beurrées dans la trace. Les zones concernées par ce beurrage semblent également de taille plus faible.



*Figure III-48* : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 5 N et 20 N à température ambiante.

La Figure III-49 présente les analyses réalisées dans la trace sous 20 N. On remarque que comme dans le cas des essais réalisés sous 5 N les éléments présents en surface confirment qu'il s'agit majoritairement de Colmonoy-52.



Spectrum	С	0	Si	Cr	Fe	Ni
1	2,1	4,3	2,8	13,2	12	65,6
2	1,8	5,6	2,1	14,4	16,8	59,5
3	2,1		3,5	13,5	5,4	75,5
4	2,4		3,7	9	4,4	80,4

*Figure III-49* : Analyse de la composition chimique des zones différentes dans la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 20 N et température ambiante.

L'observation comparée de la contre pièce est quant à elle présentée à la Figure III-50 avec comme précédemment dans la partie gauche la contre pièce frottée sous 5 N et dans la partie droite la contre pièce frottée sous 20 N. On observe sur la contre pièce frottée sous 20 N la présence de transfert.



*Figure III-50* : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en 316L : Colmonoy-52, 5N et 20N à température ambiante.

L'analyse EDS de ce transfert présentée aux Figure III-51 et Figure III-52 confirme qu'il s'agit sur les zones ou le transfert est présent d'une TTS de Colmonoy-52 issue du dépôt, et de l'AISI 316L issue de la bille.



**Figure III-51** : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contre pièce en 316L : Colmonoy-52, 20N et température ambiante.

11,1

11,0

27,4

26,8

31,4

30,1

0,6

0,8

1,4

1,4

3

4

4,1

3,6

23,9

26,3
COL-C6-D49 MAG: 100 x	SEARS/LI HV: 15.0 k	SL BSE					
Spectrum	С	Ο	Si	Cr	Fe	Ni	Мо
•							
1	3,0		1,0	16,9	57,0	20,4	1,7
1 2	3,0 2,0		1,0 0,6	16,9 17,5	57,0 66,5	20,4 11,4	1,7 2,0
1 2 3	3,0 2,0 3,5	27,8	1,0 0,6 1,5	16,9 17,5 10,7	57,0 66,5 22,5	20,4 11,4 33,5	1,7 2,0 0,6

*Figure III-52* : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contra pièce en 316L : Colmonoy-52, 20N et température ambiante.

L'analyse comparée des débris voir Figure III-53 ne met pas en évidence de changement particulier quant à la morphologie observée. Par contre la densité de débris est quant à elle très importante sous 20 N.



Figure III-53: Morphologie des débris d'usure : Stellite6, 5N et 20N à température ambiante

L'analyse EDS réalisée sur les débris recueillis sous 20 N est présentée à la Figure III-54. La lecture du spectre (Figure III-55) semble indiquer qu'il s'agit essentiellement de Colmonoy-52.



*Figure III-54* : Analyses de la composition chimique des débris d'usure : Colmonoy-52, 20N et température ambiante.



*Figure III-55* : Spectre des analyses sur des débris d'usure : Colmonoy-52, 20N et température ambiante.

La morphologie de la trace de frottement obtenue en microtopographie 3D et le profil d'usure associé présentées à la Figure III-56 ne montrent pas, au-delà de la profondeur usée, de différences significatives.



**Figure III-56** : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Colmonoy-52, (a) 5N et température ambiante ; (b) 20N et température ambiante.

De l'ensemble de ces constatations et analyses, nous pouvons conclure que l'augmentation de la charge ne remet pas en cause le mécanisme d'usure observé à faible charge, à savoir : un mécanisme d'usure comme étant de type adhésif générant un contact à 3 corps.

## III.2.2.1.2.4. Influence, à la température de 200°C, de l'augmentation de la Force normale dans le contact

La Figure III-57 ci-dessous présente dans sa partie gauche la trace de frottement obtenue à 200°C sous une force normale de 5 N et dans sa partie droite la trace de frottement obtenue, pour des conditions de température identique, sous une force normale de 20 N. On constate, pour ce qui concerne la surface frottée sous 20 N, un beurrage important de la trace de frottement avec par endroit des détachements. Quant à l'aspect général de la surface celui-ci semble relativement lisse.



Figure III-57 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 5N et 20N à 200°C.

L'analyse EDS de différents points de la trace de frottement et le tableau de résultat associé sont présentés à la Figure III-58, on remarque à la lecture du tableau la présence de nickel, de chrome ainsi que de bore et de carbone compatibles avec la composition du Colmonoy-52. On remarquera également au passage que sur les zones ou le beurrage s'effectue la présence de la structure initiale du dépôt se trouve masquée (zones correspondant aux analyses 1 et 2).

COL-C6-D49 MAG: 1000 >	SEARS/LI HV: 15.0	SL BSE				20 μ	m
Spectrum	В	С	Si	Cr	Fe	Ni	Мо
1		2,3	2,4	7,7	4,3	83,4	
2		1,5	2,2	7,1	4,2	85,0	
3	18,7	1,2	0,1	75,5	0,7	2,5	1,3

*Figure III-58* : Analyse de la composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon : Colmonoy-52, 20 N et 200°C.

71,3

67,3

78,3

0.1

4,4

4,2

15,0

4

5

6

6,7

8,4

1,1

3,1

3,5

0,9

14,0

16,2

3,3

0.3

0,4

1,5

L'observation comparée de la contre pièce est quant à elle présentée à la Figure III-59 avec comme précédemment dans la partie gauche la contre pièce frottée sous 5 N et dans la partie droite la contre pièce frottée sous 20 N. On observe sur la contre pièce frottée sous 20 N la présence d'un transfert en son centre et à la périphérie du contact et une zone exempte de transfert de part et d'autre de la partie centrale.



*Figure III-59* : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en 316L : Colmonoy-52, 5N et 20N à 200°C.

L'analyse EDS et son tableau de résultats associé sont présentés à la Figure III-60, et semblent indiquer, que pour les zones centrale et périphérique sur lesquelles existent un

5

6

7

1,8

1,4

1,7

2,7

COL-C6-D49 SEARS/LISL BSE 500 µm MAG: 50 x HV: 15.0 kV Spectrum С Ο Si Cr Fe Ni Мо 4,3 18,6 1 3,0 2,8 8,5 62,7 0,3 2 2,0 6,4 3,3 11,1 8,6 68,7 3 2,9 10,7 1.9 14,4 23,2 46.5 0.5 4 2,7 0,5 17,4 2,1 67,4 10,0

transfert, celui-ci est essentiellement du Colmonoy-52. Pour les zones situées de part et d'autre de la partie centrale on retrouve globalement la composition de l'AISI 316L.

82,715,82,113,226,439,20,6Figure III-60 : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contra pièce en 316L : Colmonoy-52, 20 N et 200°C.

17,6

17,9

16,9

67,1

67,8

62,9

11,0

10,1

13,3

2,1

2,3

2,0

0,5

0,5

0,6

L'observation des débris obtenus sous 20 N voir Figure III-61 montre qu'il s'agit de fines feuilles déformées plastiquement et détachées lors du passage du frotteur en s'opposant au déplacement de ce dernier comme l'indique la présence de plissements sur les copeaux.



Figure III-61 : Morphologie des débris d'usure : Colmonoy-52, 20 N à 200°C

Les analyses EDS des débris obtenus à 200°C sous une force de 20 N et le tableau des résultats associés sont présentées à la Figure III-62. La lecture de ce dernier confirme que les débris analysés sont essentiellement du Colmonoy-52.



Spectrum	С	Si	Cr	Fe	Ni
1	3,6	1,6	8,5	4,7	81,5
2	2,5	3,2	11,9	5,0	77,5
3	3,0	3,4	13,9	5,6	74,1

Figure III-62 : Analyses de la composition chimique des débris d'usure : Colmonoy-52, 20 N et 200°C.

Avant de conclure sur le mécanisme lui-même, il est intéressant de constater que l'augmentation de température affecte la taille et la morphologie des débris obtenus en particulier sous 20 N.

Comme la Figure III-63 le montre, pour une même charge de 20 N mais l'une à la température ambiante et l'autre à la température de 200°C, la densité et la morphologie des débris d'usure sont toutes autres. On constate qu'à la température ambiante les particules détachées sont plus massives qu'à la température de 200°C où sous les effets conjugués de la température et de la charge, le dépôt semble plus sensible au fluage et donne des particules beaucoup plus faibles en épaisseur.



Figure III-63 : Morphologie des débris d'usure : Colmonoy-52, (a) 20N à 25°C et (b) 20N à 200°C.

La morphologie de la trace de frottement obtenue en microtopographie 3 D et le profil d'usure associé sont présentées à la Figure III-64. On remarque que le processus observé initialement à 5N reste de même nature à 20N mais que ce dernier est amplifié comme semble le laisser penser le rapprochement entre l'analyse de la contre pièce et la morphologie des particules d'usures voir Figure III-59 et Figure III-61.



**Figure III-64** : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Colmonoy-52, (a) 5N et 200°C ; (b) 20N et 200°C.

De l'ensemble de ces constatations et analyses, nous pouvons conclure que l'augmentation de la charge ne remet pas fondamentalement en cause le mécanisme d'usure observé à faible charge. Celui-ci reste de nature adhésif. Cependant l'augmentation de température associée à la charge favorise le fluage de la surface dans le contact.

#### III.2.2.1.3. Comportement tribologique sous argon du Tribaloy-700

#### III.2.2.1.3.1. A T° ambiante pour une force de contact FN = 5N

La Figure III-65 présente la morphologie de la trace de frottement et son profil associé. On remarque, à la lecture du profil, la présence de bourrelets de part et d'autre de la trace indiquant une déformation plastique du dépôt lors de l'application de la charge. La présence d'un relief important dans la trace de frottement semble indiquer l'existence vraisemblable d'un transfert modifiant la géométrie de la contre pièce qui a la forme d'une calotte sphérique de 10 mm de diamètre.



**Figure III-65** : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Tribaloy-700, 5N et température ambiante.

Les photos réalisées au MEB de la zone de frottement sont présentées à la Figure III-66. On remarque dans la trace l'existence d'un beurrage du dépôt avec détachement de débris issu du matériau beurré.



*Figure III-66* : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon: Tribaloy-700, 5N et température ambiante.

Les analyses EDS réalisées à l'intérieur de la trace sont présentées ci-dessous avec son tableau de valeurs associées (Figure III-67). A la lecture du tableau de résultats on constate qu'il n'y a pas de modification significative dans la composition du dépôt et que le beurrage semble être imputable à la phase la plus tendre du dépôt. Cette dernière sous l'effet du frottement venant recouvrir la phase la plus dure ou phase Laves (en clair sur la photo). Cela semble indiquer en première approche qu'il n'y a pas de transfert de la contre pièce (bille en AISI 316L) sur le dépôt.



Spectrum	С	0	Si	Cr	Fe	Ni	Мо
1	2,3	5,5	2,2	15,6	20,0	35,1	19,4
2	2,3	5,2	2,2	16,2	18,9	35,4	19,8
3	1,9		2,4	18,3	13,6	45,6	18,2
4	2,3	2,9	2,9	13,0	11,7	29,1	38,0
5	2,4	3,4	3,2	12,1	8,8	25,8	44,3
6	3,3	4,4	1,5	15,7	17,2	42,3	15,5

*Figure III-67* : Analyse de la composition chimique des zones différentes dans la trace d'usure sur l'échantillon : Tribaloy-700, 5N et température ambiante.

La Figure III-68 présente la zone de la contre pièce (bille en AISI 316L) participant au contact avec le dépôt de Tribaloy-700. On remarque sur ces contres pièces la présence d'un transfert en surface de cette dernière.



*Figure III-68* : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Tribaloy-700, 5N et température ambiante.

Les analyses EDS réalisées à différents endroits du transfert et son tableau de résultat associé sont présentées à la Figure III-69. La lecture du tableau de résultat confirme la présence de Tribaloy-700 dans la zone de contact. Il semblerait donc que dans le contact l'on soit en présence d'un frottement Tribaloy-700 / Tribaloy-700 ou Tribaloy-700 / TTS issue du dépôt de Tribaloy-700.



Spectrum	С	0	Si	Cr	Fe	Ni	Мо
1	2,4	3,9	2,3	15,4	22,9	31,9	21,4
2	2,7	6,6	2,0	17,4	29,5	28,2	13,7
3	1,7	2,1	0,7	17,2	62,2	12,2	3,8
4	2,5	4,8	2,4	15,6	17,4	35,7	21,6

*Figure III-69 :* Analyse de la composition chimique des zones différentes dans la zone de contact sur la contre pièce : Tribaloy-700, 5N et température ambiante.

A ce stade de notre analyse, il semble que nous soyons en présence d'une usure presque exclusivement adhésive.

#### III.2.2.1.3.2. A la température de 200°C pour une force de contact FN = 5N

La Figure III-70 présente la morphologie en 3D de la trace d'usure obtenue sur le dépôt de Tribaloy-700 pour une force normale de 5N et une température de 200°C. L'observation du profil d'usure semble indiquer l'absence de légers bourrelets au voisinage de la trace. Dans la trace elle-même on note la présence de rugosités.



**Figure III-70** : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d'usure associé : Tribaloy-700, 5N et 200°C.

La Figure III-71 réalisée à l'aide du MEB présente la trace de frottement et son environnement. On remarque sur l'ensemble des photos la présence de beurrage, et son détachement à certains endroits.



Figure III-71 : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Stellite 6, 5N et 200°C.

L'analyse EDS réalisée en différents points de la trace de frottement et le tableau de résultats qui lui est associé (voir la Figure III-72) semblent indiquer, compte-tenu de la teneur en nickel très élevée, que nous sommes en présence d'un 3<sup>ème</sup> corps dans le contact qui est essentiellement une TTS issue du Tribaloy-700. Les traces d'oxygène indiquent également que le système de frottement sous argon présente quelques faiblesses.



Spectrum	С	0	Si	Cr	Fe	Ni	Мо
1	2,1		3,7	14,2	8,6	34,1	37,4
2	1,9		2,6	16,4	10,5	42,1	26,5
3	2,0	7,9	2,8	14,2	9,7	37,0	26,4
4	3,8		3,2	13,9	13,7	30,2	35,2
5	2,0		3,2	15,8	9,8	40,4	28,9

**Figure III-72** : Analyse de la composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon : Tribaloy-700, 5N et 200°C.

La Figure III-73 présente l'état de la contre pièce en acier inoxydable 316 L pour les mêmes conditions d'essais. On remarque la présence d'un transfert métallique important à la surface de la bille.



*Figure III-73* : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : *Tribaloy-700, 5N et 200°C*.

La Figure III-74 et son tableau de résultats associé, regroupe les analyses EDS effectuées sur le transfert. La lecture de ces résultats, au travers de la teneur très élevée en nickel, montre que ce transfert est majoritairement issu du Tribaloy-700.



Spectrum	С	0	Si	Cr	Fe	Ni	Мо
1	4,0	11,7	2,5	13,9	10,1	34,4	23,4
2	2,3	2,8	2,3	15,4	33,4	23,3	20,6
3	2,2	5,4	1,0	16,3	52,0	15,9	7,2
4	2,7	2,6	0,5	17,0	63,9	10,7	2,7

**Figure III-74** : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contra pièce en 316L : Tribaloy-700, 20N et 200°C.

A ce stade de nos analyses il semble que l'augmentation de température de l'environnement à 200°C, modifie les propriétés du couple tribologique et en particulier du 3<sup>ème</sup> corps ou TTS. Si l'usure reste de type adhésif, l'augmentation de température semble favoriser le beurrage des zones frottées.

### III.2.2.1.3.3. Influence, à température ambiante, de l'augmentation de la Force normale dans le contact

La Figure III-75 présente dans sa partie gauche la trace de frottement obtenue sous une force normale de 5 N et dans sa partie droite la trace de frottement obtenue sous une force normale de 20 N. On constate, que l'augmentation de la force normale ne semble pas modifier le type de dégradation observée à 5 N. C'est-à-dire le beurrage de différentes zones de la trace de frottement.



*Figure III-75* : Morphologie de la trace d'usure sur l'échantillon : Tribaloy-700, 5N et 20N à température ambiante.

La Figure III-76 présente les analyses réalisées dans la trace sous 20N et son tableau de résultat associé. A la lecture du tableau de résultat on observe suivant les zones analysées la présence de transferts de compositions différentes. Pour les points 2 et 4 la composition du transfert s'apparente à celle du Tribaloy-700 et en ce qui concerne les points 1 et 3, il s'agit d'une composition très voisine de celle de la contre pièce en AISI 316 L.



Spectrum	Si	Мо	Cr	Fe	Ni
1	1,1	5,2	16,8	64,6	12,3
2	3,7	36,1	13,7	14,5	32,0
3	0,9	4,4	17,3	65,1	12,3
4	3,2	53,3	10,9	8,1	24,4

*Figure III-76* : Analyse de la composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon : Tribaloy-700, 20N et température ambiante.

L'observation comparée de la contre pièce est quant à elle présentée à la Figure III-77 avec comme précédemment dans la partie gauche la contre pièce frottée sous 5 N et dans la partie droite la contre pièce frottée sous 20 N. On observe sur la contre pièce frottée sous 20N que cette dernière présente des traces d'usure évidentes.



*Figure III-77* : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en 316L : Tribaloy-700, 5N et 20N à température ambiante.

La Figure III-78 présente les analyses EDS réalisée dans deux endroits de cette trace d'usure et le tableau de résultats associé. La lecture de ce tableau confirme l'existence sur la trace d'usure de deux zones. L'une correspond à une TTS issu de dépôt l'autre d'une TTS issue de la bille.



*Figure III-78* : Analyse de la composition chimique des points différents dans la zone de contact sur la contra pièce en 316L : Tribaloy-700, 20N et température ambiante.

L'image des débris présenté à Figure III-79 montre des débris de différentes tailles et présentant pour certains des plissements.



*Figure III-79* : Analyses de la composition chimique des débris d'usure : Tribaloy-700, 20N et température ambiante.

Le résultat des analyses EDS réalisée sur ces débris présenté dans le Tableau III-5 semble indiquer qu'il s'agit essentiellement de Tribaloy-700.

Spectrum	С	0	Si	Мо	Cr	Fe	Ni
1	22,9	3,6	2,0	18,9	11,7	11,1	29,7
2	25,7	5,9	2,3	26,2	9,4	7,4	23,2
3	24,6	4,3	2,0	19,2	11,2	10,5	28,1

**Tableau III-5** : Composition chimique des débris d'usure : Tribaloy-700, 20N et température ambiante.

De l'ensemble de ces constatations et analyses, nous pouvons conclure que l'augmentation de la charge ne remet pas en cause le mécanisme d'usure observé à faible charge, à savoir : un mécanisme d'usure comme étant de type adhésif générant un contact à 3 corps.

Par contre, la TTS formée sous faible charge et sous charge élevée diffère notablement. En particulier par la contribution de la contre pièce.

## III.2.2.1.3.4. Influence, à la température de 200°C, de l'augmentation de la Force normale dans le contact

La Figure III-80 ci-dessous présente dans sa partie gauche la trace de frottement obtenue à 200°C sous une force normale de 5 N et dans sa partie droite la trace de frottement obtenue, pour des conditions de température identique, sous une force normale de 20 N. On constate, pour ce qui concerne la surface frottée sous 20 N, un beurrage important de la trace de frottement.



**Figure III-80** : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Tribaloy-700(a) 5N et 200°C ; (b) 20N et 200°C.

L'analyse EDS de différents points de la trace de frottement est présentée à la Figure III-81. On remarque à la lecture du tableau de résultat (Tableau III-6) la présence de nickel et de chrome compatibles avec la composition du Tribaloy-700. Il ne semble donc pas qu'il y ait de transfert issu de la contre pièce en AISI 316L.



**Figure III-81** : Analyse de la composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon : Tribaloy-700, 20N et 200°C.

Spectrum	Si	Мо	Cr	Fe	Ni
1	2,5	27,8	16,1	14,4	39,2
2	3,6	30,0	14,7	11,3	40,4
3	2,6	28,8	15,7	14,1	38,8

**Tableau III-6**: Composition chimique des points différents dans la trace d'usure sur l'échantillon : Tribaloy-700, 20N et 200°C.

L'observation comparée de la contre pièce est quant à elle présentée à la Figure III-82 avec comme précédemment dans la partie gauche la contre pièce frottée sous 5N et dans la partie droite la contre pièce frottée sous 20N. On observe sur la contre pièce frottée sous 20N la présence d'un transfert en son centre et à la périphérie du contact.



*Figure III-82* : Morphologie de la trace d'usure sur la contre pièce en acier 316L : Tribaloy-700, 5N et 20N à 200°C.

L'analyse EDS et son tableau de résultats associé sont présentés à la Figure III-83, et semblent indiquer, que pour les zones sur lesquelles existent un transfert, celui-ci est essentiellement du Tribaloy-700, le point réalisé en dehors de la zone de contact confirmant la composition de la bille en AISI 316L.



Spectrum	Si	Cr	Fe	Мо	Ni
1	3,7	15,1	14,7	28,5	36,8
2	1,1	17,3	68,4		11,0

*Figure III-83* : Analyse de la composition chimique de la zone de contact sur la contre pièce : Tribaloy-700, 20N et 200°C.

L'observation des débris obtenus sous 20N et son tableau de résultats d'analyses EDS sont présentés à la Figure III-84. L'observation des photos fait apparaître deux morphologies de débris, certains de grande taille, sous forme de plaquette et d'autres de plus faible dimension sous forme fragmentée. On n'observe pas de plissements sur les plaquettes.

La lecture du tableau de résultats des analyses EDS des débris au travers de la teneur en nickel toujours plus élevée que celle contenu dans la contre pièce en AISI 316 L (environ 10%) semble confirmer majoritairement la présence de Tribaloy-700.



Spectrum	С	Si	Мо	Cr	Fe	Ni
1	18,3	1,0	7,8	14,5	41,3	17,0
2	20,1	1,0	11,7	13,8	29,4	24,0
3	18,7	2,0	19,8	12,8	19,1	27,7

*Figure III-84* : Morphologie et analyse de la composition chimique des débris d'usure : Tribaloy-700, 20N et 200°C.

La morphologie de la trace de frottement obtenue en microtopographie 3 D et le profil d'usure associé sont présentées à la Figure III-85. On remarque que le processus observé initialement à 5N, avec présence d'une rugosité importante de la trace de frottement, bien qu'amplifié, reste de même nature à 20 N.



**Figure III-85** : Morphologie en 3D de la trace de frottement et le profil d''usure associé : Tribaloy-700, (a) 5N et 200°C ; (b) 20N et 200°C

De l'ensemble de ces constatations et analyses, nous pouvons conclure que l'augmentation de la charge à 200°C ne remet pas fondamentalement en cause le mécanisme d'usure observé à faible charge. Celui-ci reste de nature adhésif comme l'indique la présence d'un transfert de Tribaloy-700 sur la contre pièce en AISI 316 L. Cependant l'augmentation de température associée à la charge génère, de la part de la surface, un débit important de débris dans le contact.

# III.2.2.2. Influence de l'augmentation de température sur le volume usé des différents dépôts étudiés

Les Figure III-86 et Figure III-87 présentées ci-dessous regroupent les volumes usés mesurés après essais tribologiques soit à la température ambiante soit à 200°C.

Rappelons que l'ensemble des essais tribologiques ont été réalisés sous atmosphère d'argon, pour les conditions opératoires suivantes :

- deux valeurs de la force normale 5 N et 20 N,
- une vitesse de glissement de 3,8m/min,
- une distance totale parcourue de 47,12m.

On constate sous faible charge (5 N) que l'augmentation de température tend à accroître le volume usé pour les dépôts de Stellite 6, Tribaloy-700. Un tel effet n'est pas observé dans le cas du Colmonoy-52.



Figure III-86 : Volume d'usure de Stellite 6, Colmnoy-52, et Tribaloy-700 sous la charge 5N

On constate sous charge élevée (20 N) que l'augmentation de température tend à accroître le volume usé pour les dépôts de Stellite 6, Tribaloy-700. Un tel effet n'est pas observé dans le cas du Colmonoy-52.



Figure III-87 : Volume d'usure de Stellite 6, Colmnoy-52, et Tribaloy-700 sous la charge 20N

A partir de ces résultats partiels et dans l'optique d'apprécier une durée de vie, il semble intéressant de noter que si dans tous les cas, le Colmonoy-52 semble présenter le volume usé le moins influencé par l'augmentation de température, sous charge élevé son volume usé est loin d'être négligeable.

En comparaison, le volume usé dans le cas du Tribaloy-700 bien qu'influencé par l'augmentation de la température ce dernier reste quant à lui faible dans le domaine de charges exploré. Cela représente un atout non négligeable vis-à-vis de la conservation du dimensionnement et donc d'aptitude à la fonction d'usage.

### **CHAPITRE IV : CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES**

L'analyse bibliographique présentée au premier chapitre a mis en évidence des incertitudes quant aux performances des matériaux substituts de Stellite pour un environnement sodium à haute température. En particulier, on a pu constater un manque d'informations concernant l'influence du procédé et de ces paramètres pour la réalisation des dépôts. Si il est difficile de sélectionner certains alliages qui semblent les plus performants, deux alliages base nickel ont toutefois été retenus non seulement pour leurs caractéristiques mais aussi parce qu'ils présentent deux types de précipités durs différents : le Colmonoy-52 d'une part, et le Tribaloy-700 d'autre part.

Parmi les procédés de fusion existants, nous avons décidé de proposer une évaluation de la projection laser qui, comme on l'a montré, présente en particulier l'avantage de pouvoir balayer une très large plage paramétrique et, donc, permet d'obtenir une large variation microstructurale. Cependant, le procédé de projection laser n'a été que très peu utilisé et documenté pour ce type de matériaux substituts de Stellite. Il a donc été nécessaire d'effectuer une recherche paramétrique.

Après un développement complémentaire pour le Stellite 6, sur la base de paramètres initiaux connus, la recherche paramétrique a pu être complètement achevée pour le Colmonoy-52. Comme on a pu le constater, il a été nécessaire d'effectuer plusieurs campagnes d'expérimentations suivant une démarche expérimentale itérative afin d'éliminer les risques les défauts identifiés lors de premiers essais :

- Les porosités qui, du fait de la présence de pores dans la poudre, n'ont pas pu être complètement éliminées ;
- Les fissures qui apparaissent pour une gamme de paramètres pour lequel les forts gradients thermiques induisent des contraintes importantes dans le dépôt, lui-même fragile;
- La dilution du substrat dans le dépôt, qui a dû être optimisée afin de ne pas augmenter le taux de fer dans les dépôts dont la dureté peut alors fortement baisser.

Il restera à considérer une optimisation du balayage de la surface (la stratégie de dépôt surfacique) afin de réduire autant ce que peut faire la déformation du substrat.

Pour ce qui concerne le Tribaloy-700, l'essentiel de la recherche paramétrique a été réalisée, principalement sur la base de la recherche paramétrique du Colmonoy-52. Il faut toutefois noter une dilution encore un peu importante du substrat dans le dépôt (présence de fer trop importante) dont on n'a pas pu évaluer la conséquence sur le comportement en tribologie du matériau.

La dernière partie de ce travail a consisté à étudier le comportement en frottement de ces alliages vis-à-vis du 316L, configuration proche de l'installation finale. Pour ce travail, nous ne disposions de tribomètre sous sodium en température. C'est pourquoi il a été décidé de mener les essais tribologiques sous gaz neutre à 25°C et 200°C afin de se rapprocher des conditions réelles, en environnement plutôt réducteur.

Dans ces conditions de mesure, le Colmonoy-52, il est le seul alliage pour lequel l'augmentation de température ne génère pas une accélération importante de l'usure. Pour

sa part, le Tribaloy-700 est légèrement sensible à la variation de température mais il possède une usure très inférieure à celle du Colmonoy-52.

Finalement, ces deux matériaux se comportent très bien à 200°C puisque, globalement, ils présentent une usure plus faible que le Stellite 6. En particulier, le Tribaloy-700 présente une tenue à l'usure très satisfaisante, quelle que soit la condition expérimentale.

Sur la base de ces travaux, le projet va se poursuivre et on peut tenter de proposer plusieurs perspectives à nos travaux :

- 1. Recherche paramétrique du Tribaloy-700 : Il est nécessaire de finaliser la recherche paramétrique du Tribaloy-700, en particulier afin de réduire la dilution du substrat.
- 2. Influence de la composition du matériau : nous n'avons pas pu mener les analyses tribologiques pour l'ensemble des matériaux. En particulier, il serait intéressant d'évaluer plus en détail l'influence du taux de fer dans les eux alliages base nickel.
- 3. Analyse microstructurales : Ce travail n'a peu qu'aborder partiellement la relation entre la microstructure du revêtement et son type d'usure. En particulier, dans le cas du Colmonoy-52, Il serait intéressant de mieux comprendre l'influence de la taille et de la répartition des différents précipités sur le comportement en usure du matériau.
- 4. Comparaison avec les procédés conventionnels de dépôt : Le temps imparti pour cette étude ne nous a pas permis de comparer le comportement tribologique des alliages de revêtement réalisés par projection laser et par un procédé conventionnel de fusion de matière tel que le procédé de Soudage Plasma Arc Transféré (Plasma Transfer Arc Welding), qui est le procédé nominale pour ce type d'opération.
- 5. Analyses tribologiques : Un tribomètre en milieu sodium en température (200°C-600°C) est en cours de validation au CEA/DEN/DANS/DPC/Service de la Corrosion et du Comportement des Matériaux dans leur Environnement/Laboratoire de Corrosion Non-Aqueuse. Il sera important de pouvoir comparer les premiers résultats d'usure obtenue sous sodium avec ceux obtenus dans des conditions de frottement comparable mais sous atmosphère neutre, voie, si possible, hydrogénée. Cette comparaison pourra permette de valider ou non une démarche d'analyse en environnement simplifiée. En effet, le travail sous sodium induit des contraintes de manipulation importantes qui rendent les expérimentations plus longues et plus délicates.
- 6. Recherche paramétrique de la projection laser : L'étude a été menée de manière complètement expérimentale. En parallèle de ces travaux, des modèles du procédé de projection laser ont été développé et, aujourd'hui, on peut envisager de les utiliser dans l'objectif de limiter les expérimentations. Des éléments tels que la géométrie globale des cordons de matière ou encire la dilution du substrat doivent pouvoir être estimés par simulation, ce qui pourrait alléger développement du procédé.

### Références bibliographiques

**Angella, Wynne, Rainforth & Beynon, 2005**. Microstructure evolution of AISI 316L in torsion at high temperature. *Acta Materialia*, 53(5), pp. 1263-1275.

**Atamert & Bhadeshia, 1989**. Comparison of the microstructures and abrasive wear properties of Stellite hardfacing alloys deposited by arc welding and laser cladding. *Metallurgical and Materials Transactions A,* Volume 20, pp. 1037-1054.

Aoh, 1999. On the wear behavior of surface clad layers under high temperature . *Wear*, 225-229, *Part* 2(0), 1114-1122.

AUBRY, P. 2006. Projet PROFIL : Note Technique.

AUBRY, P. 2006. Projet PROFIL : Note Technique. ARCUEIL: GERAILP.

**Beaurin, 2011**. Microstructural and mechanical properties evolutions of plasma transferred arc deposited Norem 02 hardfacing alloy at high temperature. *Materials Science and Engineering: A*, 528(15), pp. 5096-5105.

**Betts, 2009.** The direct laser deposition of AISI316 stainless steel and Cr3C2 powder. *Journal of Materials Processing Technology,* 209(11), pp. 5229-5238.

CEA. 2010. Quatrième génération : vers un nucléaire durable. DOSSIER DE PRESSE.

**Celik, 2004.** Effects of silicon on the wear behaviour of cobalt-based alloys at elevated temperature . *Wear*, *257*, 606-611.

**Clark, Bache & Whittaker, 2010**. Microstructural Characterization of a Polycrystalline Nickel-Based Superalloy Processed via Tungsten-Intert-Gas-Shaped Metal Deposition. *Metallurgical and Materials Transactions B,* Volume 41, pp. 1346-1353.

**Corchia & Nenci, 1987.** Microstructural aspects of wear-resistant Stellite and Colmonoy coatings by laser processing. *Wear,* Volume 119, pp. 137-152.

Cunat. Aciers inoxydables, Critères de choix et structure. Techniques de l'Ingénieur M 4 540, pp.1-17.

**Deuis, Yellup & Subramanian, 1998.** Metal-matrix composite coatings by PTA surfacing. *Composites Science and Technology,* 58(2), pp. 299-309.

**Durand-Charre, 2003.** La Microstructure des aciers et des fontes: Genèse et interprétation, Editeur EDP Sciences, page 442, ISBN 978 2 7598 0735 2.

**Folkes, 1994**. Developments in laser surface modification and coating. *Surface & coatings technology,* Volume 63, pp. 65-71.

**Ganesh, 2010**. Fracture behavior of laser-clad joint of Stellite 21 on AISI 316L stainless steel. *Materials Science and Engineering: A,* 527(16-17), pp. 3748-3756.

**Gurumoorthy, 2007.** Microstructural aspects of plasma transferred arc surfaced Ni-based hardfacing alloy. *Materials Science and Engineering: A,* 456(1-2), pp. 11-19.

Haemers, 2000. Hardfacing of stainless steel with laser melted Colmonoy. *Journal of Materials Science*, Volume 35, pp. 5691-5698.

**Hejwowski, 2006**. Sliding wear resistance of Fe-, Ni- and Co-based alloys for plasma deposition. *Vacuum,* 80(11-12), pp. 1326-1330.

**Hou, 2005.** Microstructure and wear characteristics of cobalt-based alloy deposited by plasma transferred arc weld surfacing . *Surface and Coatings Technology , 194,* 238-243.

**Huang, Samandi & Brandt, 2004**. Abrasive wear performance and microstructure of laser clad WC/Ni layers. *Wear,* 256(11-12), pp. 1095-1105.

**Jagielski, 2000.** Effect of chromium nitride coating on the corrosion and wear resistance of stainless steel. *Applied Surface Science,* 156(1-4), pp. 47-64.

**Johnson & Farwick,** Friction, wear and corrosion of Laves-hardened nickel alloy hardsurfacing in sodium. <u>http://www.osti.gov/bridge/servlets/purl/6864937-BB8Eh2/6864937.pdf</u>

**Kashani, Amadeh & Ghasemi, 2007**. Room and high temperature wear behaviors of nickel and cobalt base weld overlay coatings on hot forging dies. *Wear*, 262(7-8), pp. 800-806.

**Keitz & Sauthoff, 2002**. Laves phases for high temperatures-Part II: Stability and mechanical properties. *Intermetallics,* 10(5), pp. 497-510.

**Kesavan & Kamaraj, 2010.** The microstructure and high temperature wear performance of a nickel base hardfaced coating. *Surface and Coatings Technology,* 204(24), pp. 4034-4043.

**Kesavan & Kamaraj, 2011**. Influence of aging treatment on microstructure, wear and corrosion behavior of a nickel base hardfaced coating. *Wear,* 272(1), pp. 7-17.

**Kim & Kim, 2000.** The temperature dependence of the wear resistance of iron-base Norem 02 hardfacing alloy. *Wear*, 237(2), pp. 217-222.

**Kim & Kim, 2001.** Effects of temperature and contact stress on the sliding wear of Ni-base Deloro 50 hardfacing alloy. *Journal of Nuclear Materials,* 288(2-3), pp. 163-169.

**Klimpel, 2006**. Robotized GMA surfacing of cermetal deposits. *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering 18,* pp. 4.

**Komvopoulos, 1994.** Effect of process parameters on the microstructure, geometry and microhardness of laser-clad coating materials. *Materials Science Forum*, Volume 163-165, pp. 417-422.

**Kapoor, 2012.** Temperature-Dependence of Hardness and Wear Resistance of Stellite Alloys. *World Academy of Science, Engineering* \& *Technology;2012, Issue 68, p2015, 68,* 2015.

**Kreutz, Backes, Gasser & Wissenbach, 1995.** Rapid prototyping with CO<sub>2</sub> laser radiation. *Applied Surface Science,* 86(1-4), pp. 310-316.

Laridjani , Amadeh & Kashani, 2010. Stellite 21 coatings on AISI 410 martensitic stainless steel by gas tungsten arc welding. *Materials Science and Technology*, 26(10), pp. 1184-1190.

**Leveque, 1995.** Données numériques sur les aciers à outils. *Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques,* Volume MB4, pp. M332.1-M332.37.

Lim, Ming & Chen, 1998. Microstructures of laser-clad nickel-based hardfacing alloys. *Surface and Coatings Technology*, 106(2-3), pp. 183-192.

Lin & Chen, 2006. Characteristics of thin surface layers of cobalt-based alloys deposited by laser cladding. *Surface and Coatings Technology*, 200(14-15), pp. 4557-4563.

**Liyanage, Fisher, & Gerlich, 2012.** Microstructures and abrasive wear performance of PTAW deposited Ni-WC overlays using different Ni-alloy chemistries. *Wear,* 274-275(0), pp. 345-354.

**Mathew**, **2010**. Evolution of creep resistant 316 stainless steel for sodium cooled fast reactor applications. *Transactions of the Indian Institute of Metals*, Volume 63, pp. 151-158.

**Ming, Lim & Chen, 1998.** Laser cladding of nickel-based hardfacing alloys. *Surface and Coatings Technology*, 106(2-3), pp. 174-182.

**Mol & Hosson, 1996.** Microstructure and abrasive wear of cobalt-based laser coatings. *Scripta Materialia,* Volume 36, pp. 239-246.

**Navas, Cadenas, Cuetos & Damborenea, 2006.** Microstructure and sliding wear behaviour of Tribaloy T-800 coatings deposited by laser cladding. *Wear,* 260(7-8), pp. 838-846.

**Nurminen J.I., 1983.** Parametric Evaluations of Laser/Clad Interactions for Hardfacing Applications. *Lasers in Materials Processing: Conference Proceedings,* pp. 94-106.

**Nurminen Janne, 2009.** Microstructure and properties of hard and wear resistant MMC coatings deposited by laser cladding. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials,* 27(2), pp. 472-478.

**Oberländer & Lugscheider, 1992.** Comparison of properties of coatings produced by laser cladding and conventional methods. *Materials Science and Technology,* Volume 8, pp. 657-665.

**Ocken, 1995.** The galling wear resistance of new iron-base hardfacing alloys: a comparison with established cobalt- and nickel-base alloys. *Surface and Coatings Technology,* 76-77, Part 2(0), pp. 456-461.

**Ollier, 1995**. Ein numerisches Modell zum einstufigen Laser strahlbeschichten. *Laser und Optoelektronik 27,* Volume 1, pp. 63-70.

**Oliveira, 2002.** High temperature behaviour of plasma transferred arc and laser Co-based alloy coatings . *Applied Surface Science , 201*, 154-160.

**Persson & Daniel, 2003**. Laser processed low friction surfaces. Uppsala University, Suède, ISSN 0346-8887.

**Persson, Jacobson, & Hogmark, 2003**. Effect of temperature on friction and galling of laser processed Norem 02 and Stellite 21. *Wear,* 255(1-6), pp. 498-503.

**Persson, Jacobson, & Hogmark, 2003.** The influence of phase transformations and oxidation on the galling resistance and low friction behaviour of a laser processed Co-based alloy. *Wear,* 254(11), pp. 1134-1140.

**Persson, 2005.** On the mechanisms behind the tribological performance of stellites. Uppsala University, Suède, ISSN 1651-6214.

**Persson, Coronel, Jacobson, & Hogmark, 2006.** Surface analysis of laser cladded Stellite exposed to self-mated high load dry sliding. *Wear,* 261(1), pp. 96-100.

**Planckaert, 2008.** Modélisation du soudage MIG/MAG en mode short-arc, *PhD Thesis*, Université Henri Poincaré, Nancy 1.

**Przybylowicz & Kusinski, 2000.** Laser cladding and erosive wear of Co-Mo-Cr-Si coatings. *Surface and Coatings Technology*, 125(1-3), pp. 13-18.

**Ramasubbu, 2011.** Effect of dilution on GTAW Colmonoy 6 (AWS NiCr–C) hardface deposit made on 316LN stainless steel. *Materials Science and Technology, 27*, 573-580.

**Rojas, 2011.** 9%Cr heat resistant steels: Alloy design, microstructure evolution and creep response at 650°C. *Materials Science and Engineering: A,* 528(15), pp. 5164-5176.

**S Schneider, 1998**. Laser cladding with powder. *Ph.D. Thesis*, University of Twente, Enschede, Pays-Bas, ISBN 90 365 1098 8.

**Schwartz, 2011.** Approche non locale en plasticité cristalline : application à l'étude du comportement mécanique de l'acier AISI 316LN en fatigue oligocyclique, *PhD Thesis*, Ecole Centrale Paris.

So & Chen, 1996. Wear behaviours of laser-clad stellite alloy 6. Wear, 192(1-2), pp. 78-84.

**Su & Chen, 1997.** The influence of niobium, chromium, molybdenum and carbon on the sliding wear behavior of nickel-base hardfacing alloys. *Wear*, 209(1-2), pp. 160-170.

**Shin, 2003.** Effect of molybdenum on the microstructure and wear resistance of cobalt-base Stellite hardfacing alloys . Surface and Coatings Technology , 166, 117-126.

Stott, 1998. The role of oxidation in the wear of alloys . *Tribology International*, 31, 61-71.

Stott, 2002. High-temperature sliding wear of metals . Tribology International , 35(8), 489-495.

**Tobar, 2008.** Characteristics of Tribaloy T-800 and T-900 coatings on steel substrates by laser cladding. *Surface and Coatings Technology,* 202(11), pp. 2297-2301.

**Xu, 2007.** Mechanical and tribological properties of newly developed Tribaloy alloys. *Materials Science and Engineering: A,* 452-453(0), pp. 427-436.

**Yao, 2006.** High temperature wear and corrosion resistance of a Laves phase strengthened Co-Mo-Cr-Si alloy. *Materials Science and Engineering: A,* 435-436(0), pp. 78-83.

**Zhang, 2010.** Laser cladding of Colmonoy 6 powder on AISI316L austenitic stainless steel. *Nuclear Engineering and Design,* 240(10), pp. 2691-2696.

[1] <u>http://igor.paoletti.free.fr/faq/page91.htm</u>

[2] <u>http://www.toumetal.fr/decoupe-laser-69.asp?idat=5</u>

[3] <u>http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/energies-th4/materiaux-conducteurs-et-plasmas-42251210/plasmas-thermiques-aux-puissances-inferieures-a-400-kw-applications-d2825/rechargement-par-plasma-pta-d2825niv10003.html</u>

[4] <u>http://www.blueshield.ca/fr/docs/pdf/marketingInfo/brochures/PlasmaTig\_Color\_F.pdf</u>

[5] http://www.ensam.fr

[6] <u>http://www.techniques-ingenieur.fr/base-documentaire/energies-th4/materiaux-conducteurs-et-plasmas-42251210/plasmas-thermiques-aux-puissances-inferieures-a-400-kw-applications-d2825/rechargement-par-plasma-pta-d2825niv10003.html</u>

[7] http://www.calphad.com/iron-nickel.html, http://www.calphad.com/iron-chromium.html

- [8] <u>http://stellite.co.uk/Portals/0/Stellite%206%20Final.pdf</u>
- [9] http://www.geocities.jp/ohba\_lab\_ob\_page/structure5.html