



**HAL**  
open science

# Contribution à la maîtrise de l'application du procédé de projection thermique arc-fil rotatif en environnement confiné

Jean-Baptiste Devillers

## ► To cite this version:

Jean-Baptiste Devillers. Contribution à la maîtrise de l'application du procédé de projection thermique arc-fil rotatif en environnement confiné. Mécanique [physics.med-ph]. Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2016. Français. NNT : 2016BELF0309 . tel-03510288

**HAL Id: tel-03510288**

**<https://theses.hal.science/tel-03510288>**

Submitted on 4 Jan 2022

**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.

# SPIM

## Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques

UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

Contribution à la maîtrise de  
l'application du procédé de  
projection thermique arc-fil rotatif en  
environnement confiné

■ JEAN-BAPTISTE DEVILLERS



# SPIM

## Thèse de Doctorat



école doctorale sciences pour l'ingénieur et microtechniques  
UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE BELFORT-MONTBÉLIARD

N° X | X | X |

THÈSE présentée par

**JEAN-BAPTISTE DEVILLERS**

pour obtenir le

Grade de Docteur de

l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard

Spécialité : **Matériaux**

## Contribution à la maîtrise de l'application du procédé de projection thermique arc-fil rotatif en environnement confiné

Unité de Recherche :

Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces

Soutenue publiquement le 16 décembre 2016 devant le Jury composé de :

LECH PAWLOWSKI	Rapporteur	Professeur à l'Université de Limoges
VINCENT GUIPONT	Rapporteur	Maître de Conférences HDR à MINES ParisTech
MANUEL FRANÇOIS	Examineur	Professeur à l'Université de Technologie de Troyes
CHRISTIAN CODDET	Directeur de thèse	Professeur à l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard
CHRISTIAN GRENTE	Superviseur industriel	Expert Renault SAS
HANLIN LIAO	co-Directeur de thèse	Professeur à l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard



*Les scientifiques d'aujourd'hui réfléchissent profondément au lieu de clairement.  
Il faut être sain d'esprit pour penser clairement,  
mais on peut penser profondément et être tout à fait fou.*

Nikola Tesla



---

## Remerciements

---

Les travaux présentés dans ce manuscrit ont été réalisés dans le cadre d'une convention CIFRE établies entre l'entreprise RENAULT SAS, le Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces (LERMPS) de l'Université de Technologie de Belfort-Montbéliard (UTBM) et l'Association Nationale de la Recherche et de la Technologie.

Je tiens avant tout à remercier M. Yvan CHASTEL ainsi que Mme. Catherine GUNET LESPINASSE pour leur accueil au sein du service DEA-TCM de RENAULT durant ces trois années de doctorat et le financement de ces recherches. Pour leurs contributions successives à l'encadrement de cette thèse, je remercie chaleureusement : M. Jean-Marie MALHAIRE, pour avoir œuvré à rendre cette thèse possible et pour la confiance qui m'a été accordée lors de la sélection du doctorant, Mme. Carolina SPECHT, pour le dévouement à maintenir des conditions adéquates au bon déroulement de la thèse et la bonne humeur permanente, M. Christian GRENTE, pour avoir assuré (avec quelques bribes d'humour !) la partie la plus ardue de la thèse pour un encadrant : les corrections du manuscrit.

Je remercie les Professeurs Christian CODDET et Hanlin LIAO pour l'encadrement de cette thèse particulièrement riche en enseignements, conseils et astuces. J'exprime à votre égard une profonde reconnaissance pour m'avoir guidé pendant ces trois années sur la voie de la Recherche, de la projection thermiques, des matériaux et de ce qui caractérise un chercheur, en laboratoire universitaire comme en industrie. Mes remerciements vont également au Professeur Cécile LANGLADE pour son accueil au sein du LERMPS.

Je remercie également le Professeur Manuel FRANCOIS, de l'Université de Technologie de Troyes, pour m'avoir fait l'honneur d'assurer la présidence du jury, le Professeur Lech PAWLOWSKI, de l'Université de Limoges, ainsi que Vincent GUIPON, Maître de Conférence HDR à MINES ParisTech, pour l'intérêt porté aux travaux de cette thèse et la réalisation des rapports.

Quelques mentions à toutes les personnes qui m'ont entouré et accompagné pendant cette aventure :

Merci à toute l'équipe DEA-TCMC (Odile, Valérie, Elodie, Gilles, Alain, James, Christophe, Clément, tout ceux que j'aurai pu oublié de citer ici, non par omission volontaire mais par méprise), merci pour cette ambiance exceptionnelle dans l'équipe ! Bien que le temps passé avec vous a été trop court, les activités et réunions d'UET ainsi que les petits-déj' ont été chaque fois plus agréables les uns que les autres. A Guillaume DESPERT, ancien Chef d'équipe de la DEA-TCMC, et véritable tuteur spirituel pour le doctorant en industrie que j'ai été pendant ces trois ans, j'exprime une gratitude particulière. Tes conseils et encouragements, notamment depuis le pays du soleil levant pendant ma période de rédaction, ont été un soutien des plus importants pour terminer ce travail à temps. A Florence LE-STRAT et Cécile PLOUZEAU, merci pour le temps consacré sur les phases cristallines, vos tuyaux sur la métallographie et toutes vos réponses à mes interrogations. Un grand merci également à toute l'équipe des Produits Plats de la DIMat, pour votre accueil lors de mon arrivée chez RENAULT. Un remerciement tout spécifique à Alain DEMOULIN. Plus qu'un collègue jamais réticent à offrir un café et de petites astuces en tous genres, c'est une véritable amitié qui s'est créée.

Merci également aux équipes RENAULT du projet BSC (Laurent C., David, Laurent A., Alin) et du DF3P (Alexandre, Yannick, Thomas) pour votre accueil sur le projet et le travail effectué à vos côtés. En particulier, un grand merci à Yannick et Thomas pour les heures passées sur le LDS, votre aide en toutes circonstances, souvent délicates, ainsi que votre bonne humeur constante !

J'adresse mes remerciements à Romain PETRE-BORDENAVE, Djemel LELLOUCHI et Patrick NGUYEN du Laboratoire ELEMCA au CNES Toulouse pour l'aide apportée à la compréhension et l'analyse des résultats obtenus au moyen de l'EBSO.

Aux collègues du LERMPS, j'adresse mes remerciements les plus chaleureux : Au premier plan, j'exprime un grand remerciement à Christian ADAM. Tes innombrables conseils sur les montages, la projection, la mécanique en générale, le ski, les heures supp' que je t'ai parfois réclamés le soir, tes mythiques hausses de ton en cas d'attaques contre l'Alsace, Peugeot ou un thermocouple mal-traité. En bref, on se serait presque ennuyés pendant mes manip' sans toi et la crainte d'une remontrance à chaque problème d'installation ! A tout le personnel des plates-formes (Pierre, Geoffrey, Christophe, David, Yoann, Lucas, Charly, Joël, Khalid, Christian, Emmanuelle), merci pour tous vos conseils, votre aide et les discussions hautement philosophiques autour des cafés/croissants. Sans vous, La thèse n'aura jamais pu avoir autant de contenance et l'ambiance serait loin d'être la même ! Pour finir avec le personnel de la plate-forme, mais pas avec les moindres, une pensée spécifique pour BV Proto. Merci à vous deux pour votre bonne humeur inconditionnel, vos souvenirs d'antan dans l'industrie et les pièces SLM !

Aux enseignants-chercheurs du LERMPS, j'adresse mes remerciements pour votre accueil et vos soutiens. En particulier, à Rodolphe BOLOT et Frédéric LAPOSTOLLE, vos innombrables blagues manqueront !

A tout ceux que j'aurai pu omettre, je présente d'avance mes excuses et vous invite à vous manifester pour réparer tout affront !

En dernier lieu, mais pas des moindres, un grand merci à mes proches. A mon frère, qui a du subir de passables sautes d'humeur lors de quelques soirée "décompression" de rédaction. A mes parents et à ma sœur, en qui j'ai pu trouver un soutien infaillible au son d'inlassables rappels à l'ordre : "T'as pas une thèse à écrire toi ? ?". A Émilie, t'avoir à mes côtés pendant cette expérience, ses hauts et ses bas, aura à coup sûr été une source d'évasion, de réconfort et de soutien salvatrice.

<b>Sommaire</b>	<b>ix</b>
<b>Nomenclature</b>	<b>xii</b>
<b>Glossaire</b>	<b>xiv</b>
<b>1 Introduction à la projection thermique et état de l'art</b>	<b>5</b>
<b>2 Comportement des particules</b>	<b>37</b>
<b>3 Mécanismes de dépôt des revêtements</b>	<b>77</b>
<b>4 Exploitation industrielle de la technologie arc-fil dans les cylindres</b>	<b>127</b>
<b>5 Ouverture sur une optimisation du procédé par gravure LASER</b>	<b>153</b>
<b>A Définition des nombres adimensionnés</b>	<b>167</b>
<b>B Introduction aux plans expérimentaux</b>	<b>171</b>
<b>C Microscopie Électronique à Balayage</b>	<b>179</b>
<b>D Analyse de granulométries</b>	<b>181</b>
<b>E Analyse de distributions statistiques par la méthode de Weibull</b>	<b>183</b>
<b>Table des figures</b>	<b>192</b>
<b>Liste des tableaux</b>	<b>193</b>
<b>Bibliographie</b>	<b>205</b>



### Plans Expérimentaux

$X_i$	Terme de premier ordre du facteur $i$
$X_i^2$	Terme de second ordre du facteur $i$
$X_i X_j$	Terme d'interaction entre les facteurs $i$ et $j$
$y_i$	Réponse du plan expérimental
$E_{X_i=x}$	Effet du facteur $i$ lorsque celui-ci prend la valeur $x$ (plans expérimentaux fractionnaires)
$a_{ij}$	Coefficient d'effet du terme d'indice $ij$ (plans expérimentaux pour surfaces de réponse)

### Grandeurs Physiques

$A$	Aire
$c$	Capacité calorifique
$C_p$	Capacité calorifique massique
$L$	Chaleur latente
$\xi$	Coefficient d'étalement
$\alpha$	Coefficient de dilatation thermique
$C_D$	Coefficient de trainée
$\lambda$	Conductivité thermique
$g$	Constante de gravitation ( $9.81 \text{ m}\cdot\text{s}^{-2}$ )
$D$	Diamètre
$a$	Diffusivité thermique
$q$	Flux de chaleur
$F$	Force
$f_v(D)$	Fraction volumique d'une distribution correspondant au diamètre $D$
$F_v(D)$	Fraction volumique cumulée d'une distribution correspondant au diamètre $D$
$I$	Intensité
$\rho$	Masse volumique
$E$	Module d'Young
$\sigma$	Tension superficielle

$W$	Travail
$v$	vitesse
$\nu$	Viscosité cinématique
$\mu$	Viscosité dynamique
$u$	Vitesse d'écoulement

### Unités

$g$	grammes
$h$	heures
$J$	Joules
$K$	Kelvin
$m$	mètres
$min$	minutes
$MPa$	Megapascal, équivalent à $1 \text{ N.mm}^{-2}$
$N$	Newton
$Nm^3$	Normaux-mètres cubes, unité de volume de gaz indiquant le volume équivalent sous conditions normales de température ( $15 \text{ }^\circ\text{C}$ d'après la norme ISO 2533) et de pression (1 atm soit 101 325 Pa)
$RPM$	Rotation Par Minute
$s$	secondes
$V$	Volts
$W$	Watts

APS	<i>Atmospheric Plasma Spraying.</i>
BED	<i>Backscattered Electrons Detection</i> (détection des électrons rétro-diffusés).
CFD	<i>Computational Fluid Dynamic.</i>
CS	<i>Cold Spray.</i>
D-Gun	<i>Detonation Gun.</i>
DRX	Diffraction des Rayons X.
EBSD	<i>Electron Back Scattering Diffraction</i> (diffraction des électrons rétro-diffusés).
EDS	<i>Energy Dispersive X-Ray Spectrometry</i> (Spectrométrie dispersive en énergie des rayons X).
GMP	Groupe Moto-Propulseur.
HVOF	<i>High-Velocity OxyFuel.</i>
lamelle	fragment de matière étalé sur un substrat.
LASER	<i>Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation.</i>
LDS®	(de l'allemand) Lichtbogendrahtspritzen - Littéralement "Pulvérisation de fil à l'arc", soit projection thermique arc-fil.
LERMPS	Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces (Sevenans, 90).
MEB	Microscope Électronique à Balayage.
MET	Microscope Électronique à Transmission.
MIG	<i>Metal Inert Gas.</i>
particule	fragment de matière résultant d'une atomisation, transporté par les flux de gaz.
PAT	<i>Portable Adhesion Tester</i> (DFD®, Kristiansand, Norvège).
PIV	<i>Particle Image Velocimetry.</i>
PTWA	<i>Plasma Transferred Wire Arc.</i>
PVD	<i>Physical Vapor Deposition.</i>

SPPS *Solution-Precursor Plasma Spraying.*  
SPS *Suspension Plasma Spraying.*

TRC *Transformation en Refroidissement Continu.*  
TWAS *Twin Wire Arc Spraying.*

### Contexte

Il y a de nos jours un mot présent dans tous les esprits, sans même que l'on y prête une attention particulière, transparent au travers de nombreux articles de presse, que l'on entend dans de nombreux débats qu'ils soient sur l'Industrie, la Société, l'Economie ou même la Politique, un mot mis en avant dans de nombreux spots publicitaires puisqu'il parle à la majorité des consommateurs, bien soucieux qu'est l'individu de savoir de quoi demain sera fait. Ce mot n'est autre que l'Ecologie.

La toute récente COP21 (tenue à Paris du 30 novembre au 12 décembre 2015) nous démontre à quel point cette notion de préservation de notre environnement est fédératrice et dans les mœurs de chacun, quelles que soient les origines et les cultures.

Cela se répercute notamment sur le monde des transports routiers : en portant attention aux gaz à effet de serre, des études démontrent que 26% des émissions de dioxyde de carbone (CO<sub>2</sub>) sont directement imputables aux transports. A l'intérieur de ce chiffre, 65% des émissions sont du fait des transports routiers, dont le transport de marchandises est responsable pour moitié. Cependant, en ne considérant que les modes de transport de personnes et en établissant un classement des émissions de CO<sub>2</sub> par personne et par kilomètre, les véhicules diesel pour particuliers ne font pas bonne figure face aux autres modes de transport, pour peu que le conducteur soit seul dans son véhicule. Quand l'aviation est indiquée comme étant le mode de transport le plus polluant (entre 100 et 150 grammes par personne par kilomètre), les véhicules équipés de moteurs diesel dernières générations sont annoncés entre 80 et 130 grammes par personne et par kilomètre, en fonction des modèles [1].

Les émissions de gaz à effet de serre ne sont cependant pas les seules émissions nocives : considérant cette fois les gaz (tels que le monoxyde de carbone CO et les oxydes d'azote NO<sub>x</sub>) et particules fines nocives pour la santé, les véhicules routiers sont pointés du doigt comme étant une des causes majeures de la dégradation de la qualité de l'air dans les métropoles [2]. Des données gouvernementales du début des années 90 indiquent qu'en Angleterre et Pays de Galles, près de 10 000 personnes décédaient chaque année d'intoxication aux particules fines (particules dont le diamètre est inférieur à 10 micromètres) [3].

En ajoutant à ces quelques chiffres un contexte de répression de plus en plus sévère vis-à-vis de la vitesse sur les routes françaises, il devient évident d'observer un changement de mentalité dans le choix des véhicules. Désormais, un véhicule ne s'acquière plus pour se glisser dans la peau de Juan Manuel Fangio le temps d'une fin de semaine, mais pour croiser le regard avec Nicolas Hulot en toute quiétude, sans remords. Ce changement de mentalité implique de nouvelles philosophies dans la conception des véhicules et de leurs composants. Dans le contexte de cette thèse, le changement de conception concerne en particulier les moteurs thermiques, optimisés pour diminuer la consommation et les émissions de gaz nocifs pour l'environnement.

D'un point de vue politique, l'Union Européenne fait évoluer régulièrement les réglementations sur les émissions polluantes devant être respectées par les constructeurs européens depuis les années 70. A l'heure actuelle, la norme Euro 6 définit les taux d'émissions de gaz polluants maximaux autorisés pour un

véhicule particulier, en fonction d'un cycle de conduite normé, appelé NEDC pour *New European Driving Cycle* [4].

En réponse à l'attente des particuliers, à l'émergence d'une concurrence sur tous les segments du marché automobile mondial, ainsi qu'à la sévérité croissante des normes de pollutions (à l'image du remplacement du cycle NEDC par le cycle WLTC-RDE, inclu dans la norme Euro 6 [5] et la révision planifiée pour 2020 des taux d'émissions de gaz maximaux autorisés), les constructeurs n'ont d'autre choix que de faire appel à de nouvelles technologies et matériaux pour faire évoluer l'automobile [6, 7].

L'un des axes d'amélioration trouve tout son sens dans une donnée sensible : un tiers de l'énergie de la combustion ne sert qu'à contrer les frottements entre les différents éléments d'un véhicule [8].

Les frottements étant des phénomènes de surface entre certaines pièces, une solution de plus en plus déployée est le recours aux revêtements. Les véhicules actuels en comportent à de multiples niveaux, pour de multiples applications [9] :

- Vitrages - réduction de la buée et des reflets, résistance aux rayures et à la lumière pour le contrôle de la température dans l'habitacle, détecteur de pluie pour le contrôle des essuies-glace
- Habitacle - décoration de certaines pièces, notamment au niveau du tableau de bord
- Caisse - protection contre la corrosion
- Rétroviseurs et optiques - miroirs et protections auto-nettoyants et anti-buée
- Transmission et roues - protection contre la corrosion
- Groupe Moto-Propulseur - résistance à l'usure et réduction des frottements

Dans ce contexte, l'objet des travaux présentés réside dans cette dernière application, à savoir les revêtements dans le Groupe Moto-Propulseur (GMP) pour la protection contre l'usure et l'amélioration des propriétés tribologiques. La focalisation sera portée en particulier sur l'ensemble piston/segment/fût de carter-cylindre : en souhaitant minimiser la masse des véhicules, les constructeurs emploient de plus en plus des alliages d'aluminium-silicium hypoeutectiques à la place de la fonte pour les blocs de carter-cylindre. Pour combler les faibles propriétés tribologiques de ces alliages face aux segments, des chemises en fonte sont insérées dans les fûts, lors de la coulée ou par usinage [10]. Toutefois, les constructeurs automobiles souhaitent aller encore plus loin dans le remplacement des éléments en fonte, en remplaçant ces chemises, épaisses de plusieurs millimètres, par des revêtements en acier de quelques centaines de micromètres d'épaisseur, bien plus légers [11, 12].

## Description des axes et objectifs du manuscrit

Le remplacement des chemises de carters-cylindre peut être réalisé en déployant des procédés de projection thermique [11, 13–15]. Ces procédés consistent à chauffer et accélérer de fines particules en direction de la paroi sur laquelle le revêtement doit être déposé [16]. L'impact des particules avec le substrat engendre un certain nombre de phénomènes physico-chimiques permettant aux particules de s'empiler et d'adhérer les unes sur les autres jusqu'à former un revêtement dont l'épaisseur peut varier de quelques micromètres à quelques millimètres [17].

L'un des procédés de projection thermique déployé pour la protection des fûts de carters-cylindres est la projection à l'arc-fil [18–21]. Ce procédé consiste à générer un arc électrique entre deux fils consommables composés de matériaux conducteurs de sorte à faire entrer en fusion leurs extrémités. Un flux de gaz dirigé vers l'extrémité de ces fils permet de transformer la matière fondue en fine particules qui sont ensuite dirigées et accélérées vers la paroi à revêtir [22, 23]. La projection à l'arc-fil étant usuellement appliquée sur des parois vastes et aisément accessibles, son adaptation aux parois internes de fûts de carters-cylindre implique une nouvelle conception des dispositifs [24]. Ces nouvelles conceptions influent sur les phénomènes de projection inhérents au procédé de projection à l'arc-fil.

En se basant sur une littérature riche concernant la projection thermique à l'arc-fil, ce manuscrit se propose de réaliser un tour d'horizon de cette littérature puis des investigations sur chacun des mécanismes principaux agissant lors des dépôts :

La base de la projection à l'arc-fil repose sur la génération de fines particules de matière fondue à partir de fils composés de matériaux conducteurs. Les mécanismes de cette transformation de bains de fusion en fines particules, appelée atomisation, ont été largement étudiés dans la littérature ces dernières décennies [25–33]. Les interactions entre les différents mécanismes (tels que la morphologie du flux de gaz, les instabilités au niveau des bains de fusion et la mécanique des fluides dans ces bains) font que chaque système se comporte d'une façon propre et directement dépendante de sa conception initiale [34–38]. Une fois les particules créées, celles-ci sont accélérées et peuvent subir de nouveau une atomisation réduisant leur granulométrie. Ces mécanismes de seconde atomisation font l'objet de multiples modélisations [39]. Ces mécanismes de génération des particules avant impact sur le substrat font l'objet des études proposées dans le second chapitre.

La formation des dépôts se fonde sur l'étalement, le refroidissement et l'empilement des particules précédemment décrites [40, 41]. La maîtrise des propriétés utiles des revêtements (propriétés mécaniques ou tribologiques, usinabilité, résistance à la corrosion) ne peut se faire que par une étude des mécanismes engendrant les lamelles composant les revêtements [42, 43]. Les interactions entre l'impact de particules fondues et un substrat solide constitue un autre sujet amplement couvert par la littérature scientifique [41, 44–49]. Ces interactions sont fortement conditionnées par le choix du couple matériau projeté/substrat et les conditions de projections [50–53]. Le troisième chapitre s'attèle ainsi à observer l'étalement des particules d'acier sur différents substrats aux propriétés proches de l'alliage d'aluminium AlSi9Cu3 et les phases métallurgiques résultant de l'empilement des particules.

L'objectif final de l'ensemble des études présentées dans ce manuscrit est d'établir les liens entre les paramètres de projection et les propriétés générales des revêtements. A cette fin les plans d'expérience constituent un outil d'une grande utilité [54]. Le quatrième chapitre reprend les résultats d'un plan d'expérience appliqué sur des tubes unitaires dont les analyses et les interprétations s'appuient sur les résultats des premiers chapitres.

Le dernier chapitre résume un ensemble d'investigations dont les résultats n'ont pas atteint la maturité suffisante pour pouvoir composer des études à part entière. Le premier chapitre souligne l'importance de l'adhérence dans la qualité des revêtements [55–59]. Dans cette optique des résultats d'essais de préparation de surface avant projection employant la technologie LASER sont présentés. Les résultats de ces essais sont notamment comparés aux adhérences observés avec d'autres méthodes de préparation de surface. Une optimisation de ce procédé est proposée en dernier lieu.

cis



---

## Introduction à la projection thermique et état de l'art

---

### Sommaire

---

<b>1.1 Historique de la projection thermique</b> . . . . .	<b>6</b>
1.1.1 Définition d'une surface et de l'ingénierie de surface . . . . .	6
1.1.2 Genèse et définition de la technologie . . . . .	6
<b>1.2 Les différents procédés de projection thermique</b> . . . . .	<b>7</b>
1.2.1 Les projections à la flamme . . . . .	9
1.2.2 La projection plasma atmosphérique . . . . .	10
1.2.3 Les déclinaisons de la projection plasma . . . . .	11
1.2.4 La projection à froid . . . . .	12
1.2.5 La projection arc-fil . . . . .	13
<b>1.3 Propriétés usuelles des revêtements</b> . . . . .	<b>17</b>
1.3.1 Microstructure . . . . .	17
1.3.2 Dureté . . . . .	20
1.3.3 Contraintes résiduelles . . . . .	21
<b>1.4 Adhérence et préparation de surface</b> . . . . .	<b>23</b>
1.4.1 Les mécanismes d'adhérence . . . . .	24
1.4.2 Influence des contraintes résiduelles sur l'adhérence . . . . .	26
1.4.3 Différents procédés de préparation de surface . . . . .	27
<b>1.5 Application de la projection thermique pour le dépôt de revêtements sur la paroi interne de cylindres</b> . . . . .	<b>29</b>
1.5.1 Plasma et HVOF . . . . .	29
1.5.2 Plasma Transferred Wire Arc - PTWA . . . . .	31
1.5.3 Adaptations du procédé Arc-Fil . . . . .	32

---

## 1.1 Historique de la projection thermique

Pour commencer, définissons la projection thermique comme un ensemble de procédés dont l'objet est de déposer de fins fragments de matériaux (notamment métalliques ou céramiques) sur un substrat préalablement préparé [41].

Il y a dans cette définition une notion implicite de surface, celle du substrat, sur laquelle les fragments vont venir se déposer. Ainsi, avant de se lancer dans l'exploration de l'histoire de la projection thermique, de ses différents procédés et des méthodes déployées par l'industrie automobile pour décliner ces techniques à leurs problématiques, il convient de se poser la question :

*Qu'est-ce qu'une surface ?*

### 1.1.1 Définition d'une surface et de l'ingénierie de surface

Bien qu'il soit relativement intuitif de définir ce qu'est un solide ou encore une pièce, la notion de surface est plus subtile à cerner : Quelles sont les limites d'une surface ? Devons-nous considérer un volume ou une forme plane ? Mécaniquement parlant, quelles sont les propriétés d'une surface ?

Le dictionnaire Larousse nous donne la définition générale suivante :

**Surface** - *Partie, face extérieure d'un corps, d'un liquide. Extérieur, apparence des choses.*

Il faut ici souligner le fait que l'on parle donc de l'extérieur d'un objet, ce que l'on voit, ce que l'on touche. Une définition plus spécifique aux revêtements indique :

*[...] si l'on considère que tout solide est systématiquement placé dans un environnement donné, au contact d'un autre milieu, la surface doit être plutôt considérée comme une interface : solide-gaz, solide-liquide, solide-solide. La surface d'un matériau est la partie qui 'travaille' : elle se corrode, elle s'use [60].*

Nous parlerons donc de l'interface entre une pièce et son environnement. Ce qui mène à considérer l'ingénierie de surface, pouvant se définir comme la conception d'un système composé d'une surface et d'un substrat réalisant, ensemble, une performance qui ne pourrait être atteinte par la surface ou le substrat seul [61].

Ici réside la notion fondamentale de la projection thermique, et même des revêtements d'une manière générale : il sera recherché de modifier les propriétés apparentes d'une pièce, en fonction de ce qu'elle subit à cause de son environnement, en ajoutant un nouvel élément sur cette pièce. Qu'il s'agisse de corrosion, d'efforts mécaniques, de propriétés électriques ou thermiques, un revêtement apporte à une pièce de nouvelles propriétés, en surface, afin que l'ensemble puisse remplir pleinement les fonctions recherchées, tout en se protégeant ou en améliorant sa compatibilité avec l'environnement [9].

Les procédés de projection thermique, en fonction des matériaux mis en jeu et du procédé sélectionné, sont dédiés à ces tâches.

### 1.1.2 Genèse et définition de la technologie

Le père de la projection thermique est un suisse du nom de Max Ulrich Schoop qui déposa, en 1909, un brevet décrivant un procédé nommé par la suite *Shoopage* [22]. Ce procédé consiste en une projection à la flamme de matériaux aux points de fusion bas, tels le zinc ou l'aluminium<sup>1</sup>, sur de l'acier afin de protéger ce dernier de la corrosion.

Depuis ces débuts, les évolutions technologiques et les recherches, particulièrement sur les plasmas, ainsi que les développements industriels, ont mené la projection thermique à devenir une famille relativement large de procédés, partageant des principes communs dans leur fonctionnement, permettant l'usage d'une gamme encore plus vaste de matériaux. Ci-après, une définition générale de la projection thermique :

---

1. 419,5°C pour le Zinc et 660,3°C pour l'aluminium, sous leurs formes pures et conditions atmosphériques

La projection thermique est un terme générique pour un groupe de procédés dans lesquels des matériaux métalliques, céramiques, cermets et certains polymères sous la forme de poudres, fils, ou baguettes servent à alimenter une torche ou un pistolet avec lequel ils sont chauffés jusqu'à une température proche ou légèrement supérieure au point de fusion. Les gouttelettes fondues ou quasiment fondues de matériau sont accélérées via un jet de gaz et projetées contre la surface à revêtir (i.e., le substrat). A l'impact, les gouttelettes s'étalent sous la forme d'épaisses particules lamellaires adhérant à la surface, s'imbriquant et se solidarissant via leur solidification<sup>2</sup> [17].

La figure 1.1 présente un schéma du fonctionnement d'une torche de projection thermique avec les principaux éléments du système.

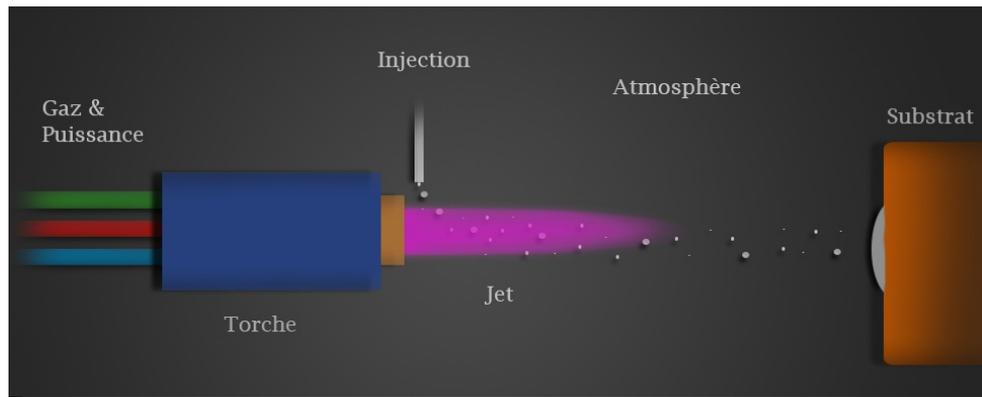


FIGURE 1.1 – Schéma du fonctionnement d'une torche de projection thermique

Sur cette dernière figure, les termes "injection" et "jet" sont des termes génériques pour illustrer l'injection de fragments de matière dans le système ainsi que le moyen de chauffage/accélération de ces fragments. Chacun de ces termes prend différentes formes selon le type de procédé dont il est question, comme il sera décrit dans la section suivante. La littérature considère que l'on peut décomposer les différents éléments de la figure 1.1 en plusieurs sous-systèmes, qui auront chacun une certaine influence sur les propriétés des dépôts [41]. Ceux-ci sont :

- Le jet, selon sa morphologie, sa vitesse, sa température, sa composition, etc ...
- La matière à projeter, selon la façon dont on l'injecte dans le système. La matière peut tout d'abord être injectée soit sous forme de poudre (avec une certaine morphologie et granulométrie) ou sous forme de fils (plein ou fourré) ou de baguettes. Elle peut ensuite être injectée de différentes façons en fonction des installations de projection : dans l'axe du jet ou avec un angle, avec différentes vitesses et flux.
- L'atmosphère environnante peut plus ou moins réagir avec les matériaux en jeu durant la projection et avec le jet.
- Le substrat, avec sa composition, morphologie, préparation de surface préalable et éventuel préchauffage.
- Les déplacements relatifs entre le système de projection et le substrat (trajectoire, vitesse).

## 1.2 Les différents procédés de projection thermique

Comme précédemment établi, la projection thermique comprend en réalité une famille de procédés. Chacun d'eux propose des principes de fonctionnement, des caractéristiques et ainsi des applications qui lui sont propres. Les différences résident principalement dans la source de chaleur utilisée et la méthode d'accélération des particules. Avant de détailler les principaux procédés de projection thermique, le tableau 1.1 ainsi que la figure 1.2 ci-après dressent un premier tour d'horizon de ces derniers [16, 62, 63].

2. En anglais dans le texte original

TABLE 1.1 – Comparaison des principaux procédés de projection thermique, d'après les indications de Davis et Pawlowski [16, 62]

Caractéristiques	Projection Flamme	HVOF	D-Gun	Arc Fil	APS	VPS
<b>Jet</b>						
Température (K)	3500	3000	4500	4000	15000	12000
Vitesses ( $m.s^{-1}$ )	50-100	300	700	50-100	300-1000	200-600
Débit de gaz ( $N.m^3.h^{-1}$ )	6-12	24-66	-	30-100	6-12	9-15
Types de Gaz	O <sub>2</sub> Acétylène	CH <sub>4</sub> , C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> H <sub>2</sub> , O <sub>2</sub>	O <sub>2</sub> Acétylène	Air N <sub>2</sub> , Ar	Ar, He H <sub>2</sub> , N <sub>2</sub>	Ar, He H <sub>2</sub>
Puissance (kW)	env. 20	150-300	-	2-5	20-100	40-120
<b>Flux de particules</b>						
Temp. max (K)	2500	3500	-	3000	>3800	>3800
Vitesses ( $m.s^{-1}$ )	50-100	700	750-900	50-200	200-1000	200-800
Débit ( $g.min^{-1}$ )	30-50	15-50	16-40	150-2000	50-150	25-150
<b>Dépôt</b>						
Densité (%)	85-90	>97	>95	80-95	90-99	90-99
Adhérence (MPa)	7-18	env. 65	env. 80	10 - 40	15-70	>68
Teneur en Oxydes	Haute	Modérée à disparate	Faible	Modérée à haute	Modérée à grossière	Aucune

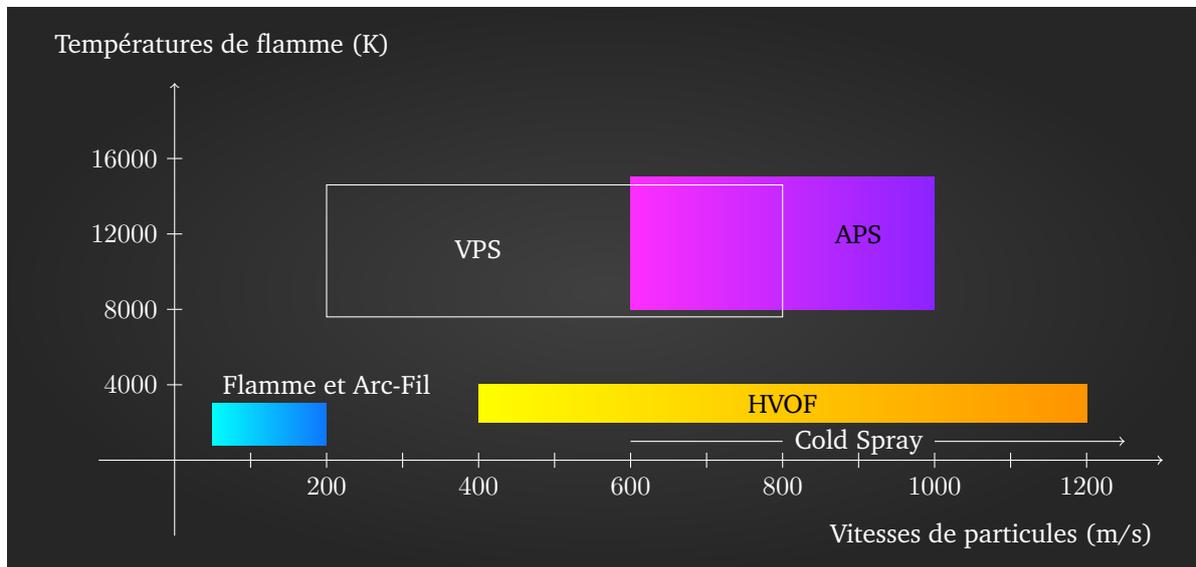


FIGURE 1.2 – Distribution des températures de flamme et vitesses de particules des principaux procédés de projection thermique, d'après Berndt et Berndt [63]

A noter que les chiffres du tableau 1.1 et du graphique de la figure 1.2 sont donnés à titre indicatif et ne constituent en aucune façon des niveaux absolus, chaque installation et méthode de mise en œuvre impliquant des variations de performances.

### 1.2.1 Les projections à la flamme

**Principe :** Dans cette section, le terme de projection à la flamme englobera l'ensemble des procédés dans lesquels les particules sont chauffées et accélérées au moyen d'une flamme obtenue par combustion d'un carburant (principalement des hydrocarbures) avec l'oxygène [16].

Dans sa forme la plus singulière, ce procédé est directement tiré de la conception initiale de Schoop : L'oxygène et le carburant, sous forme de gaz, sont injectés dans un chalumeau à l'extrémité duquel se déroule la combustion. L'énergie libérée doit être suffisante au chauffage d'une poudre ou d'un fil consommable. La détente de la flamme en sortie du chalumeau permet l'accélération du faisceau de particules en direction du substrat. La photo de la figure 1.3 donne un exemple de torche de projection à la flamme.



FIGURE 1.3 – Torche de projection thermique à la flamme CastoDyn DS 8000® (Castolin Eutectic, Lausanne, Suisse)

**Applications :** Bien que l'utilisation des torches flamme "classiques" soit de moins en moins fréquente du fait de la faible reproductibilité du procédé [64], leur champ d'applications demeure encore assez large avec notamment la métallisation de polymères [61, 65], la protection d'infrastructures contre le gel via le dépôt de polymères, le dépôt de sous-couches d'accroche [66] ou encore la coloration de verres via l'injection de solutions de nitrates de métaux [67].

**Améliorations du procédé :** L'évolution la plus répandue de la projection à la flamme est le procédé *High-Velocity OxyFuel* (HVOF). Dans ce cas, la combustion se produit dans une chambre conçue de façon à obtenir un jet supersonique en sortie de torche [68, 69]. La photo de la figure 1.4 présente une torche de projection HVOF de Praxair Inc. (Indianapolis, IN (USA)).

Du fait des vitesses de particules élevées obtenues avec ce procédé, son application principale réside dans le dépôt de revêtements résistant à l'usure [70]. En effet, avec des vitesses de particules pouvant atteindre les 1200 m/s d'après la littérature, les revêtements obtenus sont particulièrement denses, avec des taux de porosités inférieurs à 1 %. La résistance à l'érosion/abrasion du substrat s'en trouve drastiquement améliorée [71], notamment en permettant la projection de carbures [72]. Les dernières évolutions concernant ce procédé consistent en l'injection de suspensions (dispersions de poudres dans un liquide, type eau ou solvants organiques) directement dans la chambre de combustion, permettant la projection de particules de tailles micrométriques, submicrométriques voir nanométriques. Le gain attendu de cette évolution est de permettre l'obtention de revêtements nanostructurés aux propriétés physiques supérieures [73]. Une application dans le secteur automobile est possible sur certaines pièces de boîtes de vitesse et les segments de piston, afin de leur fournir des revêtements de protection à l'usure [11].



FIGURE 1.4 – Torche HVOF d'un système JP5000® PRAXAIR

Une autre technologie majeure impliquant une flamme est le *Detonation Gun* (D-Gun). Longtemps disponible uniquement sous forme de service auprès de la société Union Carbide Corp. pour les pays hors-URSS, la chute de l'union soviétique a permis de rendre publique un nombre conséquent de recherches et publications dans les années 90 [16] [41]. Le principe, comme le nom l'indique, est de créer la fusion et l'accélération de la poudre au moyen d'une série de détonations d'un mélange oxygène/combustible dans la torche, permettant d'atteindre des vitesses de particules de 700 m/s et des revêtements particulièrement denses [74].

### 1.2.2 La projection plasma atmosphérique

Le nom le plus commun de ce procédé provient de l'anglicisme *Atmospheric Plasma Spraying* (APS). Introduites pour la première fois en 1957 par la société Thermal Dynamic Corp. (Lebanon, NH, USA), ces torches ont recours à la génération d'un plasma afin de chauffer et accélérer les particules [41].

**Principe :** Plusieurs types de torches de projection plasma existent, en fonction de la gestion de la puissance électrique. Parmi ces différents types, peuvent être citées les torches à courant continu (représentant une très large majorité des installations industrielles) et les torches à fréquence radio. Le dessin de la figure 1.5 permet d'expliquer le fonctionnement d'une torche plasma dans les grandes lignes : une décharge d'arc électrique est créée entre deux électrodes (anode et cathode), cette décharge ionise et fait monter en température un mélange de gaz dits plasmagènes (majoritairement argon, dihydrogène, hélium et diazote, en proportions différentes selon les applications) à l'intérieur de la torche. L'expansion en sortie de torche du plasma ainsi formé permet de former un jet dans lequel les particules sont injectées, chauffées et accélérées [75].

**Applications :** Les températures extrêmes du plasma (supérieures à 12 000 K dans le cas d'une torche commerciale Sulzer-Metco F4 [76]) permettent de projeter des matériaux aux points de fusion nettement supérieurs aux premiers dépôts en zinc du Dr. Schoop, comme des céramiques. Parmi les applications les plus typiques de l'APS, peuvent être cités le dépôt de barrières thermiques à base de Zircône stabilisée ou de Lanthane [77], de revêtements bio-compatibles, notamment en hydroxyapatite [78], ou encore les revêtement abrasables pour turbines dans le domaine de l'aéronautique, obtenus au moyen de mélanges de poudres [79].

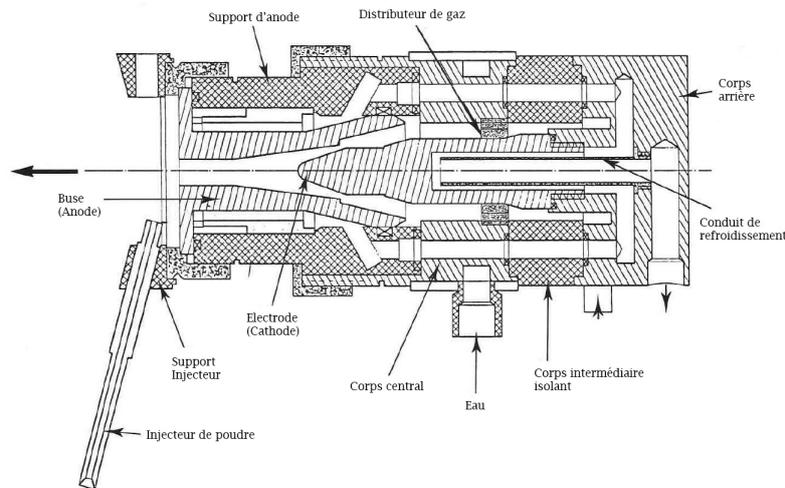


FIGURE 1.5 – Dessin technique : vue en coupe d'une torche de projection à plasma à courant continu de type F4 Plasma-Technik AG (Sulzer Metco, Wohlen, Suisse)

### 1.2.3 Les déclinaisons de la projection plasma

**La projection sous atmosphère contrôlée :** Lors de la projection d'une poudre au moyen d'une torche à plasma, l'environnement dans lequel le processus est réalisé joue un rôle non-négligeable sur le comportement du matériau et du plasma. A titre d'exemple, la mise en œuvre d'une torche à plasma dans un environnement sous basse pression (de l'ordre de 100 à 1000 Pa) permet de déposer la poudre non plus sous forme fondue ou semi-fondue, mais également par condensation de vapeurs. L'intérêt est d'obtenir des revêtements dont les propriétés s'approchent de ceux réalisés par des procédés de revêtements minces (telle la *Physical Vapor Deposition* (PVD)), avec le taux de dépôt d'un procédé de projection thermique plasma [80].

Un autre intérêt dans la maîtrise de l'environnement autour de la projection est de pouvoir créer des structures composites, en provoquant une réaction entre le matériau projeté et un gaz injecté dans le système de façon judicieuse. Pour citer un exemple : la projection d'un matériau particulièrement réactif, comme le titane, avec une injection d'azote à proximité du substrat permet d'obtenir des dépôts présentant une structure composite titane-nitride de titane, dont la dureté est très nettement supérieure à un dépôt de titane seul [81].

Ce type de projection peut être réalisé avec des installations spécifiques, comme l'une des enceintes de projection sous vide du LERMPS, présentée dans la photographie de la figure 1.6.

**La projection de suspensions et solutions :** A l'image de l'évolution du procédé HVOF, présenté un peu plus tôt dans ce chapitre, de plus en plus de recherches sont effectuées depuis quelques années sur l'utilisation de suspensions, et dans une moindre mesure de solutions, à la place de l'injection classique de poudres. L'avantage majeur du recours aux suspensions (procédé communément appelé *Suspension Plasma Spraying* (SPS)) par rapport à l'injection de poudres est de pouvoir utiliser des poudres aux granulométries plus fines (de l'ordre de 10 à 100  $\mu\text{m}$  en APS et de quelques nm à 10  $\mu\text{m}$  en SPS) [82]. En conséquence, les dépôts sont mieux maîtrisés dans leur homogénéité, les microstructures des revêtements sont plus fines, les porosités plus petites, pour au final obtenir des revêtements aux caractéristiques thermomécaniques supérieures [83, 84].

En ce qui concerne le procédé *Solution-Precursor Plasma Spraying* (SPPS), le principe est d'injecter une solution contenant un précurseur liquide, qui se décomposera grâce aux hautes températures du plasma, pour former un revêtement. Ces précurseurs peuvent être des mélanges de nitrates, citrates ou organométalliques (composés chimiques dont la base est une liaison covalente entre un atome de carbone



FIGURE 1.6 – Photographie d'une cuve de projection sous vide au LERMPS - UTBM Sevenans (90)

et un métal) avec divers solvants selon les recettes [85]. Ce procédé permet notamment de projeter des barrières thermiques dont les performances en cyclage thermomécanique et en conductivité thermique sont supérieures à celles pouvant être obtenues en APS ou par PVD [86].

#### 1.2.4 La projection à froid

La projection thermique à froid, le plus souvent désignée *Cold Spray* (CS), déroge légèrement à la définition de la projection thermique vue en section 1.1.2, décrivant la génération et l'accélération de fragments fondus puis la formation d'un revêtement par solidification des fragments suite à leur impact et étalement sur le substrat. En effet, dans ce procédé les matériaux demeurent à l'état solide dans l'ensemble du processus, en mettant en oeuvre des températures inférieures aux points de fusion des matériaux projetés [72, 87].

**Principe :** La poudre du matériau à déposer est accélérée au moyen d'une buse de type de Laval jusqu'à des vitesses de l'ordre de 300 à 1500 m/s. Ces vitesses permettent de fournir suffisamment d'énergie cinétique aux particules pour que, lors de l'impact avec la pièce à revêtir, des déformations plastiques se créent. Ces déformations plastiques des particules sur le substrat ou sur les particules précédentes engendrent l'adhérence et la croissance du revêtement [88]. Le fait de maintenir les matériaux dans un état solide et de ne pas utiliser de hautes température lors de la projection offre plusieurs avantages majeurs face aux autres procédés de projection thermique [72] :

- Les propriétés des revêtements peuvent être relativement proches de celles attendues pour le même type de matériau sous forme corroyée ;
- Les contraintes résiduelles étant en compression (à l'inverse des contraintes de traction résultant de la solidification des lamelles dans les autres procédés la plupart du temps), des épaisseurs de revêtement de plusieurs millimètres voir plusieurs dizaines de millimètres peuvent être obtenues ;
- Les températures particulièrement basses du cold-spray limitent les phénomènes d'oxydation liés à la réactivité de certains matériaux tel le cuivre, le titane ou l'aluminium.

Un schéma d'une installation cold-spray typique est donné dans la figure 1.7 suivante [87]. Un exemple de buse de projection cold-spray est montré dans la figure 1.8.

Une déclinaison du cold-spray "classique" a fait son apparition depuis quelques années, appelée cold spray basse pression. Bien que le principe de fonctionnement de cette déclinaison soit sensiblement le même que son procédé-ainé, la mention "basse pression" fait référence à des systèmes dont la pression du gaz-vecteur est usuellement inférieure à 10 bars. Le principal intérêt est ici de travailler avec des systèmes plus simples et compacts que les installations cold-spray traditionnelles [89].

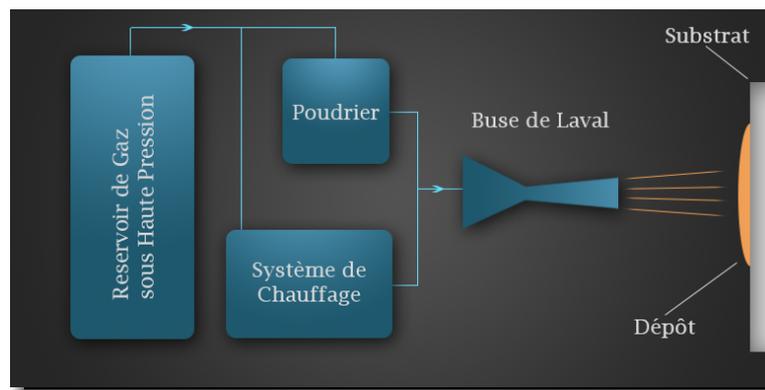


FIGURE 1.7 – Schéma d'un système de projection Cold Spray, d'après Ozdemir *et al.* [87]



FIGURE 1.8 – Exemple de buse d'un système de projection Cold Spray

**Applications :** La grande popularité du cold-spray acquise depuis quelques années tant du côté recherche académique que du côté industriel, ainsi que son principe unique parmi les procédés de projection thermique, en font un grand sujet de développement. De nombreuses applications lui ont été trouvées à ce jour, faisant intervenir un vaste domaine de couples de matériaux : la projection d'un métal sur un métal peut par exemple servir à réaliser des revêtements pour la réparation de pièces (alliages métalliques), de protection contre la corrosion (zinc, inox, alliages d'aluminium) ou encore d'amélioration des propriétés tribologiques (avec des composites à matrices métalliques renforcées de céramiques telles l'alumine). Il peut également être utilisé pour la métallisation de polymères (via la projection de métaux particulièrement ductiles) ou encore pour la réalisation de revêtements nanostructurés (poudres métalliques dont les microstructures sont nanocrystallines avant la projection) [90].

### 1.2.5 La projection arc-fil

Appelé *Twin Wire Arc Spraying* (TWAS) par les anglophones, l'arc-fil est le second procédé de projection thermique ayant été inventé par Schoop, en 1920 [35]. Ce procédé possède de nos jours la réputation d'être le procédé de projection thermique aux multiples qualités d'un point de vue industriel : globalement assez simple dans son fonctionnement, économiquement plus intéressant que l'ensemble des autres procédés de projection thermique (à l'exception de la flamme), permettant des débits de matière importants et flexibles. Enfin, il figure parmi les procédés les moins dangereux à mettre en œuvre (citons par exemple le fait qu'il n'y a aucun recours à des gaz inflammables, tels l'acétylène ou l'hydrogène).

**Principe :** Comme évoqué juste avant, le principe de l'arc-fil est relativement simple, très proche des phénomènes se produisant lors du soudage de type *Metal Inert Gas* (MIG), à la différence qu'un point de soudure ne sera pas produit à l'emplacement de l'arc, mais ce point sera projeté vers la surface à revêtir. Deux fils-consommables conducteurs électrique sont guidés dans un même plan, l'un vers l'autre avec un angle compris entre 35 et 60 degrés, de sorte à ce que leurs extrémités se retrouvent espacées de quelques dixièmes de millimètre. Un potentiel électrique est appliqué entre les fils, générant un arc entre les extrémités de chacun des fils. La température de l'arc crée ainsi une fusion de ces extrémités, sur lesquelles un flux de gaz est appliqué afin d'atomiser la matière fondue, i.e. transformer les bains de fusion en fines particules. Une fois les particules détachées des fils, celles-ci sont dirigées et accélérées vers la paroi à revêtir [26, 34, 91].

La figure 1.9 propose une représentation des éléments principaux composant un système de projection arc-fil :

- Le porte-bobine, comprenant également la gestion de la puissance électrique du système
- Le pistolet, comprenant
  - le système d'entraînement des fils (avec un moteur pilotant des systèmes de pignons)
  - Les guides fils, orientant les fils l'un vers l'autre et transmettant la puissance électrique (en jaune sur la figure 1.9)
  - Le flux de gaz principal (en vert sur la figure 1.9)
  - Certains systèmes arc-fil comportent des flux de gaz secondaires (en fuchsia sur la figure 1.9), servant à contraindre le flux de particules sur une zone plus restreinte

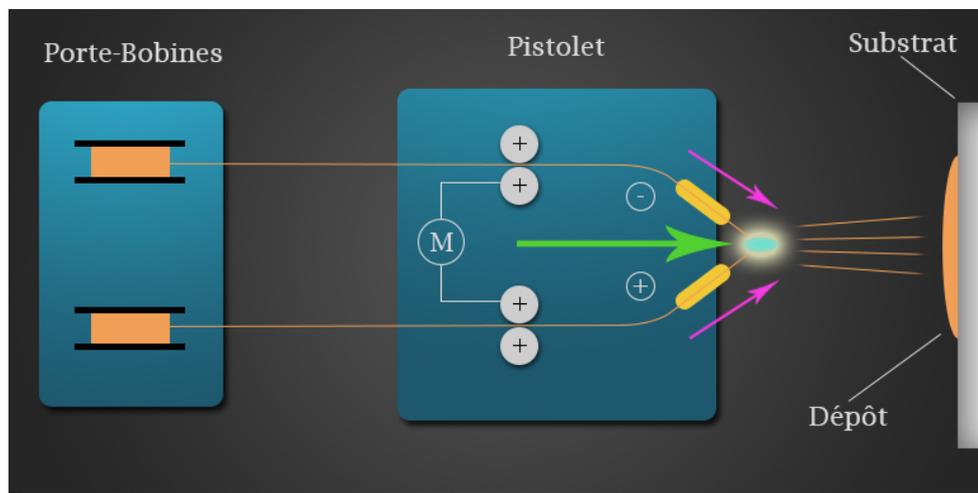


FIGURE 1.9 – Schéma d'un système de projection arc-fil, avec la représentation du système de porte-bobines et des éléments principaux composant le pistolet

**Paramètres du procédé** Toujours d'après le schéma 1.9, décrivant le principe de base de tout système arc-fil, les principaux paramètres du système sont [30, 92] :

- la composition des fils-consommables,
- La tension électrique appliquée entre les fils,
- L'intensité de l'arc électrique,
- La vitesse d'avance des fils,
- Le débit et la nature du gaz utilisé pour l'atomisation.

Une nuance est cependant à apporter à cette liste : bien que tous les systèmes arc-fil soient basés sur le même principe et ces mêmes paramètres principaux, tous ne sont pas maîtrisables de la même façon en fonction des installations. Ce point concerne en particulier la vitesse d'avance des fils et l'intensité :

Pendant une projection, afin de maintenir les extrémités des fils en fusion le plus constamment possible et donc de maintenir l'arc électrique dans un état stable, une plus grande vitesse d'avance de fil suggère une quantité de chaleur à apporter plus importante par unité de temps. Cette quantité de chaleur apportée par unité de temps est directement conditionnée par l'intensité fournie (traduisant la quantité d'électrons traversant le système par unité de temps). En conséquence un asservissement de l'intensité par la vitesse d'avance des fils, ou inversement, est nécessaire pour maintenir le système dans un état stable et fonctionnel. Pour cette raison, en fonction des choix de conception des différents fournisseurs, l'opérateur pilote soit la vitesse d'avance des fils, soit l'intensité exclusivement.

Cette relation directe entre quantité d'énergie à apporter par unité de temps (soit principalement l'intensité) en fonction de l'apport de matière par unité de temps se traduit mathématiquement par l'équation 1.1, reliant l'énergie à apporter par unité de débit de matière pour permettre à l'extrémité des fils d'atteindre une température cible [91].

$$\frac{\dot{E}}{\dot{m}} = c_{solide}(T_{fusion} - T_{ambient}) + L_f + c_{liquide}(T_{cible} - T_{fusion}) \quad (1.1)$$

Avec

$\dot{E}$	Quantité d'énergie fournie par unité de temps
$\dot{m}$	Quantité de matière fournie au système par unité de temps
$c_{solide}$	Chaleur spécifique moyenne du matériau des fils à l'état solide
$c_{liquide}$	Chaleur spécifique moyenne du matériau des fils à l'état liquide
$L_f$	Chaleur latente de fusion du matériau des fils
$T_{ambient}$	Température ambiante
$T_{fusion}$	Température de fusion du matériau composant les fils
$T_{cible}$	Température cible à atteindre à l'extrémité des fils

**Éléments d'une installation arc-fil :** Cette section donne une illustration des différents éléments d'une installation de projection arc-fil TAFA (Indianapolis, IN, USA) présente au LERMPS.

La figure 1.10 présente un pistolet de projection arc-fil TAFA 9000. Sur le côté du pistolet sont visibles les roues crantées (au centre de la photographie) permettant l'entraînement des fils vers l'extrémité du pistolet (sur la droite de la photographie). Sur la partie gauche peuvent être aperçues les gaines blanches apportant les fils dans le pistolet. Avec les gaines de fils arrivent également les conduites de gaz ainsi que les câbles de commande et de puissance électrique (non-visibles sur la photographie).

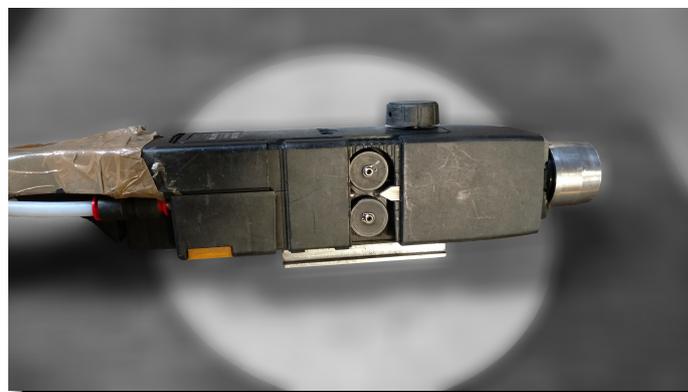


FIGURE 1.10 – Photographie d'un pistolet de projection arc-fil TAFA 9000

La figure 1.11 présente les différents éléments composant l'extrémité du pistolet de projection arc-fil Tafa 9000 : la buse d'atomisation permet de maîtriser la morphologie du jet de gaz afin d'optimiser les mécanismes d'atomisation des fils au niveau de l'arc, le capot conditionne le flux de gaz et de particules après l'atomisation (sa configuration se choisit fréquemment en fonction du type de matériau projeté et de l'application [93]), enfin le capot d'assemblage maintient l'ensemble pendant la projection et limite les reflux du jet avec l'environnement.

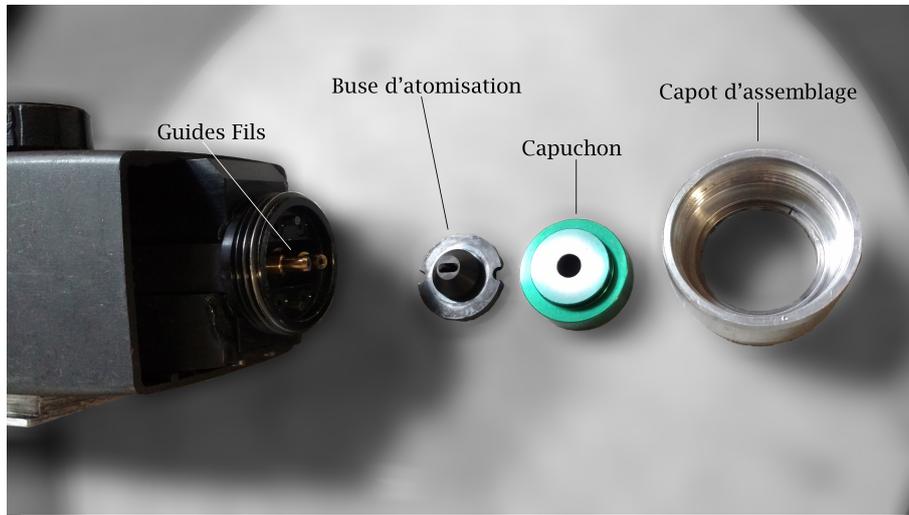


FIGURE 1.11 – Vue éclatée d'un pistolet de projection arc-fil Tafa 9000

Les pistolets dans le style du Tafa 9000 sont généralement fournis avec une poignée permettant la manutention directe par un opérateur. Cependant, dans le cadre des recherches menées au LERMPS, le pistolet est monté sur un robot 6 axes ABB (Zurich, Suisse), lui-même installé dans une cabine de projection, dotée d'une aspiration neutralisant les poussières générées par la projection, nocives pour la santé. Ainsi, les commandes du système ont été déportées sur un pupitre externe, permettant de gérer les paramètres de projection depuis l'extérieur de la cabine, en toute sécurité. Ce pupitre est dévoilé par la photographie de la figure 1.12.

**Applications :** Une des limitations majeures à l'emploi du procédé arc-fil est la nécessité de choisir des matériaux ductiles pour l'opération de tréfilage, et conducteurs électriques [94]. Ainsi, via l'emploi de fils en métaux tels que le zinc et l'aluminium, l'arc-fil est utilisé pour la protection contre la corrosion notamment en conditions atmosphériques et en milieu marin [95,96]. Le développement des techniques de production de fils, notamment avec l'arrivée des fils en acier inoxydable et la production de fils fourrés (composés d'une couche externe en métal conducteur, pour la génération de l'arc, et d'un cœur rempli de grains de matériaux tels que des céramiques, dont la figure 1.13 donne un exemple vu en coupe [94]), fait que ce procédé



FIGURE 1.12 – Pupitre de commande du système de projection arc-fil Tafa du LERMPS

est de plus en plus étudié pour la production de revêtements de protection contre l'érosion aux hautes températures [97,98]. De par son débit de matière important, l'arc-fil peut également servir au prototypage rapide de pièces minces, en projetant directement sur un moule puis en séparant la couche produite de ce dernier [26,99]. Des investigations sont également menées afin d'employer l'arc-fil pour la production de mousses métalliques, dont le taux de porosité élevé ainsi que le réseau ouvert qu'elles forment permettent de protéger certaines pièces critiques des hautes températures [100].

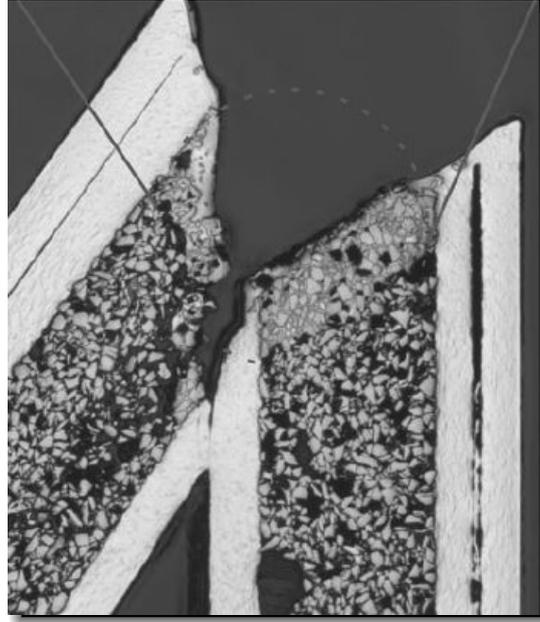


FIGURE 1.13 – Exemple de fils fourrés vus en coupe au moyen d'un microscope optique, d'après Tillmann [94]

### 1.3 Propriétés usuelles des revêtements

Déposer un revêtement avec le bon procédé et la bonne préparation de surface, en fonction de l'application, est un bon point de départ. Cependant, il est tout aussi important de savoir caractériser un revêtement afin de s'assurer que celui-ci a été correctement déposé et pourra remplir sa fonction lors de la mise en service de la pièce. Pour ce faire, une certaine connaissance des propriétés des revêtements est fondamentale. La section à suivre offre un tour d'horizon des propriétés usuelles des revêtements obtenus par projection thermique.

#### 1.3.1 Microstructure

Rappelons avant tout que la projection thermique consiste en l'obtention d'un revêtement par empilement de lamelles qui, elles-mêmes, résultent de l'étalement et du refroidissement de particules accélérées et chauffées. La figure 1.14 illustre la façon dont le revêtement se constitue avec l'impact de ces particules et les différentes phases pouvant composer un système revêtement/substrat.

Par ce principe, les micro-structures des revêtements forment des matériaux atypiques. Une description couramment admise dans la littérature indique :

*Une structure en couches à trois dimensions, composée de disques entrelacés formant un matériau de nature composite [...] hautement anisotrope<sup>3</sup> [101].*

3. En anglais dans le texte original

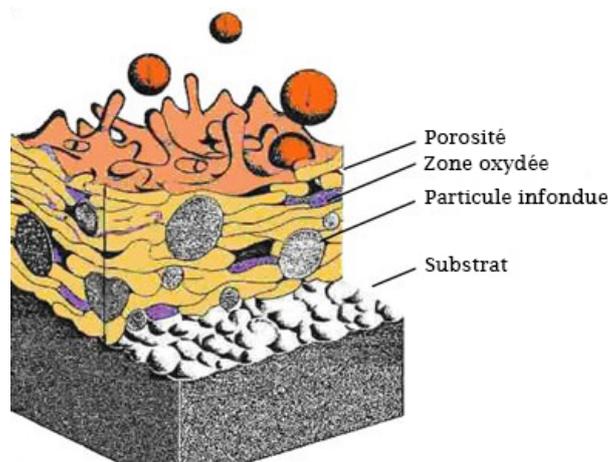


FIGURE 1.14 – Illustration de la formation d'un dépôt de projection avec les différentes phases pouvant composer le système, d'après Herman [102]

Pour comprendre l'origine du caractère composite des revêtements et ainsi leur comportement anisotrope, il faut rendre compte de la variabilité et de la complexité des phénomènes ayant lieu pendant une projection. En effet, selon le type de matériau projeté, le procédé utilisé et les conditions de réalisation de la projection, un nombre conséquent de paramètres entre en jeu, dont le temps peut lui-même faire partie. Pour citer l'exemple le plus évocateur dans le cadre de cette thèse, à savoir la projection par arc-fil, une liste de quelques facteurs influençant directement la microstructure peut prendre la forme suivante :

- Les particules générées peuvent couvrir une plage de dimensions relativement large, pouvant aller des poussières nanométriques jusqu'à des particules dont le diamètre dépasse la centaine de micromètres [35, 91, 103] ;
- En fonction des paramètres de l'arc électrique le comportement de ce dernier est différent sur chacun des fils. Cette différence provoque des particules aux caractéristiques (morphologie, température, vitesse) diverses selon qu'elles proviennent du fil jouant le rôle d'anode ou de celui réalisant la cathode [29, 32, 33] ;
- L'atomisation de l'extrémité des fils étant réalisée au moyen d'un flux de gaz, les caractéristiques de ce dernier jouent un rôle important dans la morphologie du jet de particules, impactant ainsi la façon dont celles-ci vont se déposer sur le substrat [27, 36, 37] ;
- Selon la nature du gaz utilisé, la composition des fils ou encore l'environnement dans lequel se produit la projection, il est possible de provoquer de l'oxydation sur les particules, lors du vol ou pendant le dépôt de la couche [42, 92, 104] ;
- Le substrat joue également un rôle majeur dans le comportement à l'étalement et au refroidissement des particules. Sa morphologie générale [105, 106], la préparation de surface [50, 55, 107, 108], la propreté de la surface [52, 53, 109], sa température de préchauffage sont autant de facteurs importants.

Tout ces phénomènes mènent à obtenir des revêtements dont la microstructure est similaire à celle présentée par la figure 1.15. Dans cette dernière, trois phases principales sont à noter : la matrice métallique projetée initiale (dont la composition est globalement celle des fils-consommables à l'évaporation de certains éléments près), des oxydes plus ou moins présents selon les matériaux et les conditions de projections, et des pores.

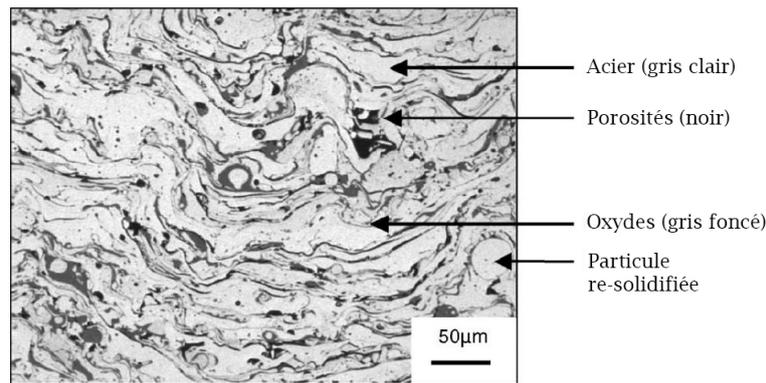


FIGURE 1.15 – Exemple de micro-structure d'un dépôt métallique obtenu par projection thermique arc-fil, avec les différentes phases pouvant être observées, d'après Hoile *et al.* [99]

Les variations des paramètres au cours d'une projection, que ce soit dans le temps ou dans l'espace (telles que des oscillations au niveau des paramètres électriques de la torche ou la morphologie particulière d'un flux de gaz), créent des disparités au niveau des caractéristiques des particules [23]. Ces disparités entraînent des comportements à l'étalement différents et impliquent des hétérogénéités dans les microstructures. A titre d'exemple, les micrographies de la figure 1.16 indiquent que le taux d'oxyde d'un revêtement peut localement varier à cause des éclaboussures et autres particules re-solidifiées [99].

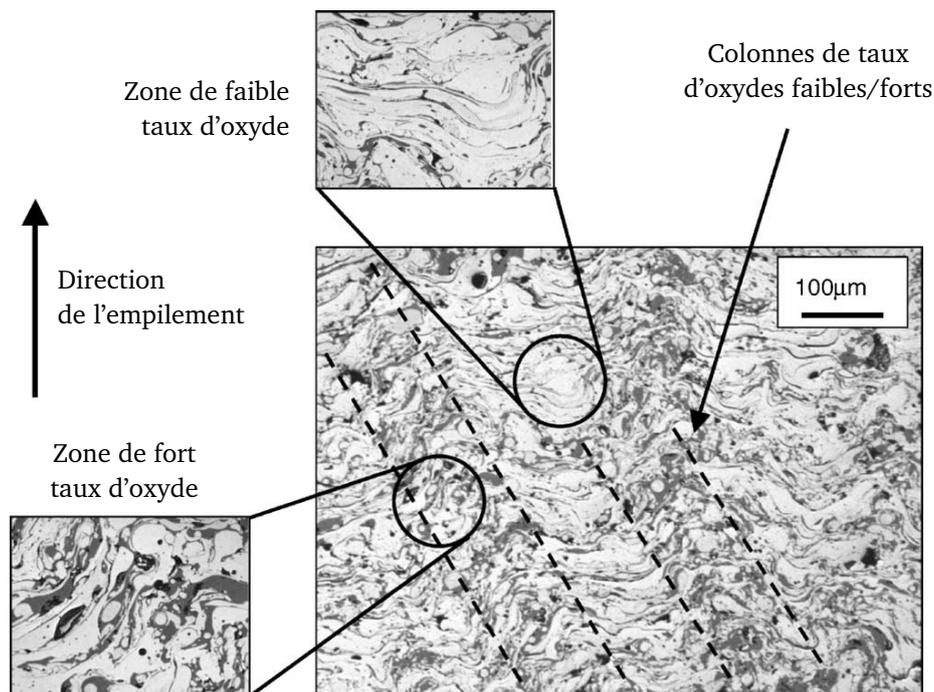


FIGURE 1.16 – Variations locales de taux d'oxydes dans une couche métallique obtenues par projection à l'arc-fil, d'après Hoile *et al.* [99]

En ce qui concerne les pores présents dans les structures des revêtements, il convient d'en distinguer principalement deux types, en fonction de leur origines. D'un côté, un comportement à l'étalement imparfait entre les couches de lamelles, ainsi que la présence de particules re-solidifiées en vol dans le faisceau de projection, engendrent des pores plutôt globulaires. D'un autre côté, des taux de solidification rapides et des vitesses élevées lors de l'étalement des lamelles pénalisent la cohésion entre les lamelles et entraînent des pores allongés, dits interlamellaires [110].

### 1.3.2 Dureté

Une des méthodes de base pour la caractérisation des propriétés mécaniques des revêtements réside dans les essais de dureté. Par exemple, lors des applications de revêtements de protection contre l'usure, il peut s'avérer nécessaire d'obtenir une dureté particulière du revêtement afin de s'assurer de sa conformité.

Une définition de la dureté indique : "La [...] dureté d'un corps correspond à la résistance à la pénétration locale de ce corps par un objet pointu." [111].

Il y a donc dans cet essai une volonté de caractériser la façon dont le matériau va réagir au contact d'un corps étranger.

Le principe des mesures de dureté, telles que couramment réalisées, est relativement simple : sur un échantillon (en surface ou sur une coupe préalablement préparée), une pointe de forme et dimensions prédéfinies, appelée indenteur, applique une charge donnée pendant un certain temps, laissant une empreinte après décharge. Cette empreinte est par la suite mesurée afin d'être comparée à des tables, indiquant un niveau de dureté. Différents types d'indenteur existent, dont la différence réside principalement dans leur forme : citons les plus courants que sont le Vickers, qui a une forme pyramidale à base carrée d'angle au sommet  $136^\circ$ , le Knoop, présentant également une forme pyramidale mais à base losange, le Brinell, en forme de sphère dont le diamètre s'étend de 1 à 10 mm, le Rockwell, pouvant être de forme conique d'angle au sommet à  $120^\circ$  ou une sphère de diamètre de 1/16 ou 1/8 de pouce [112]. La figure 1.17 illustre un essai de dureté Vickers, durant lequel l'empreinte laissée est un carré de diagonale  $D$ , cette diagonale étant la mesure réalisée pour établir le niveau de dureté équivalent.

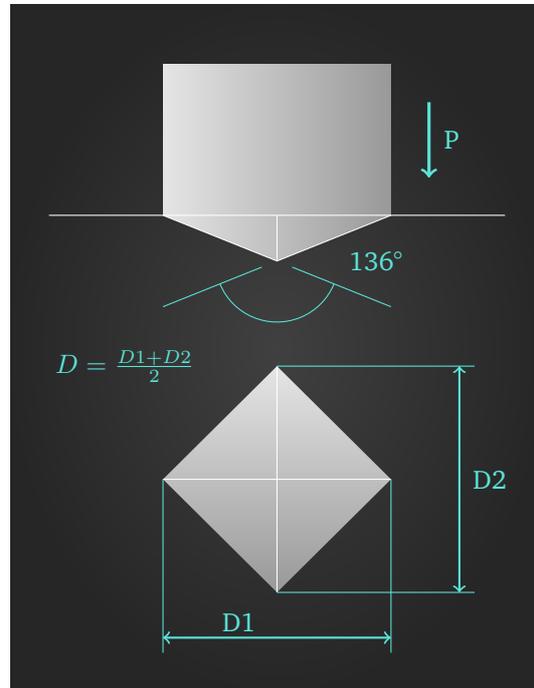


FIGURE 1.17 – Exemple d'un essai de dureté Vickers

En fonction de la caractérisation souhaitée, différentes gammes de charges peuvent être utilisées. Celle-ci est exprimée soit en kilogrammes-force (force correspondante à l'application d'une charge de X kilogrammes sur l'indenteur), soit en Newton. Ainsi, les mesures de dureté sont classées en trois groupes principaux que sont la macro-dureté, pour des charges typiquement supérieures à 10 N, la micro-dureté, pour des charges de l'ordre de 0.1 à 10 N, et la nano-indentation, pour des charge inférieure à 1 N [113].

Dans un essai de macro-dureté une portion conséquente de l'échantillon est mise en sollicitation, il s'agit donc de caractériser le comportement général de l'échantillon dans la masse.

En micro-indentation, la caractérisation sera plutôt portée sur les différentes phases présentes dans l'échantillon. A titre d'exemple, une filiation de micro-indentations sur une soudure peut permettre d'identifier successivement le comportement mécanique du point de soudure, de la zone affectée thermiquement puis de la zone non-affectée par la soudure [114].

Les mesures de nano-indentation quant à elles permettent également de quantifier les propriétés d'une phase en particulier, mais à l'échelle submicrométrique. Ces dernières mesures reposent sur un principe d'analyse différent des deux plus grandes échelles, dans le sens où elles sont réalisées de façon instrumentée. Cela signifie qu'étant donnée la taille de la trace laissée par l'indenteur, certaines difficultés apparaissent pour mesurer celle-ci de façon fiable. Ainsi, l'analyse des nano-indentations est rendue possible en employant des outils traçant une courbe de charge appliquée en fonction de la profondeur d'indentation. La figure 1.18 détaille un exemple de courbe obtenue lors d'un essai de nano-indentation. L'analyse de cette courbe permet d'obtenir la dureté et le module d'Young de la zone [115]. De récentes évolutions de la technique, employant notamment différents types d'indenteurs et des simulations, permettent même de

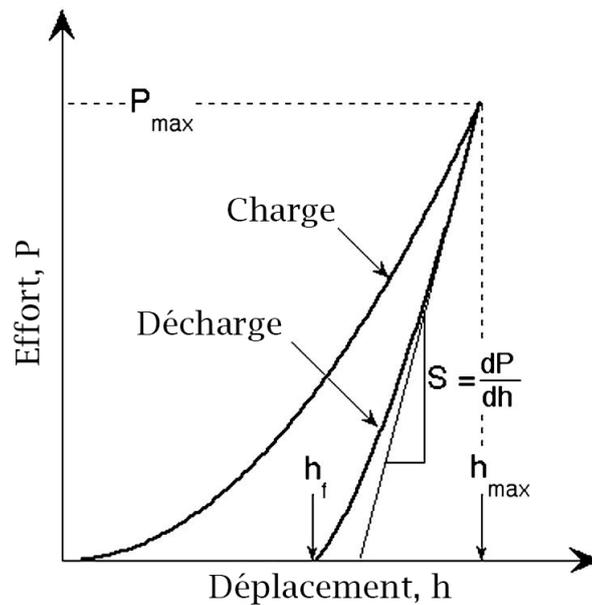


FIGURE 1.18 – Exemple de courbe de déplacement en fonction de l'effort d'un essai de nano-indentation

retrouver de plus amples informations sur le comportement mécanique de la zone indentée, telles que le comportement plastique voir l'intégralité de la courbe de traction du matériau [116].

Ce lien établi entre les dimensions de l'empreinte générée par l'essai de dureté et la structure de l'échantillon rend la dureté subjective. Dans la pratique, il est nécessaire de connaître les conditions dans lesquelles ont été réalisées les indentations pour pouvoir analyser les résultats (en particulier, le type d'indenteur et la charge appliquée).

Pour revenir sur les revêtements de projection thermique, le comportement anisotrope de ces derniers peut être caractérisé par le biais de mesures par micro-indentation. Bien qu'un certain nombre d'auteurs affirment que la seule lecture des valeurs de micro-dureté n'est pas d'un grand intérêt pour un cas d'ingénierie, leur interprétation au moyen d'outils statistiques tels que la méthode de Weibull permet de rendre compte de la disparité des propriétés mécaniques des revêtements [101]. Cette méthode est détaillée dans l'annexe E.

### 1.3.3 Contraintes résiduelles

Dans une optique de développement industriel, les contraintes résiduelles sont parmi les caractéristiques les plus judicieuses à maîtriser, dans le sens où elles vont être en mesure d'entraîner des déformations de la pièce finale et de jouer un rôle sur un certain nombre de propriétés des revêtements [117, 118].

Ces contraintes résiduelles sont définies comme les contraintes demeurant dans un matériau après fabrication et/ou utilisation, sans application de forces extérieures ou de gradient thermique [119].

D'un point de vue matériau, elles se décomposent en 3 types [117] :

- Les contraintes résiduelles macro, à l'échelle de la pièce ;
- Les contraintes résiduelles micro provenant des variations de microstructure au sein de la pièce ;
- Les contraintes résiduelles micro provenant de défauts dans la structure cristalline des grains.

En projection thermique, les revêtements sont composés de lamelles résultant de l'étalement, du refroidissement et de la solidification de particules fondues. Les contraintes résiduelles dans ces lamelles sont principalement des contraintes de trempe et de refroidissement [117]. L'addition de ces contraintes crée les contraintes macro des revêtements.

Les contraintes de trempe sont dues au maintien des lamelles pendant leur refroidissement. En parvenant à l'impact la particule chaude s'étale jusqu'à former une lamelle plane, transmettant rapidement sa chaleur (quelques microsecondes) à la couche inférieure par conduction [120]. En refroidissant, la lamelle voit sa contraction restreinte par son adhérence sur la couche inférieure, créant les contraintes de trempe. La formule 1.2 donne une estimation maximale théorique de ces contraintes, dans le cas d'une lamelle dont la contraction est bloquée lors de son refroidissement depuis la température de fusion jusqu'à une température d'équilibre du système [121].

$$\sigma_{q,max} = \int_{T_e}^{T_m} \bar{\alpha}_L \bar{E}_L dT \quad (1.2)$$

$\sigma_{q,max}$	Contrainte de trempe maximale (MPa)
$T_m$	Température de fusion de la lamelle (K)
$T_e$	Température d'équilibre du système (K)
$\bar{\alpha}_L$	Coefficient de dilatation thermique de la lamelle, fonction de la température ( $K^{-1}$ )
$\bar{E}_L$	Module d'Young de la lamelle, fonction de la température (MPa)

Les contraintes de refroidissement proviennent quant à elles de la différence de comportement thermo-mécanique entre la lamelle et le substrat. Après l'impact de la particule et la transmission de sa chaleur vers le substrat, l'ensemble refroidit depuis une température moyenne jusqu'à la température ambiante. Les différences de coefficients de dilatation entre le matériau de la lamelle et celui du substrat vont entraîner des contraintes, pouvant être définies par l'équation 1.3 suivante [121].

$$\sigma_{th} = \frac{E_L}{1 - \nu_L} (\alpha_S - \alpha_L) \Delta T \quad (1.3)$$

$\sigma_{th}$	Contrainte de refroidissement (MPa)
$E_L$	Module d'Young de la couche mince (MPa)
$\nu_L$	Coefficient de Poisson de la couche mince
$\alpha_L$	Coefficient de dilatation thermique de la couche mince ( $K^{-1}$ )
$\alpha_S$	Coefficient de dilatation thermique du substrat ( $K^{-1}$ )

L'équation 1.2 faisant intervenir une notion de température d'équilibre du système lamelle-substrat, la température des particules pendant la projection ainsi que le préchauffage du substrat ont une influence significative sur ces contraintes [117, 122].

A une échelle macro, les contraintes présentes dans les revêtements sont la somme des contraintes vues précédemment. La figure 1.19 présente un exemple d'addition des contraintes dans l'épaisseur du revêtement pour former l'état de contrainte global [123, 124].

Cette dernière figure dévoile une certaine corrélation entre l'épaisseur du revêtement et son état de contrainte. Celle-ci a été établie en fonction de différents couples de matériaux revêtement/substrat et analysée de différentes façons (directes ou au moyen d'autres caractérisations telle qu'au travers de l'adhérence). La conclusion générale est qu'il existe un lien selon lequel l'augmentation de l'épaisseur augmente ou diminue l'état de contrainte général ou à l'interface, selon les conditions [120, 123, 125]. L'histoire thermique du substrat au cours de la projection (depuis le préchauffage jusqu'au refroidissement à température ambiante de l'ensemble du système) influence également le niveau de contraintes thermiques au sein même des lamelles [124].

Enfin, les contraintes résiduelles jouent un rôle dans la résistance à l'usure des revêtements, dans le sens où leurs efforts vont s'additionner aux sollicitations extérieures. En fonction de l'état de contrainte du revêtement (compression ou traction), ces premières vont avoir un effet positif ou négatif sur la résistance du revêtement [120, 126].

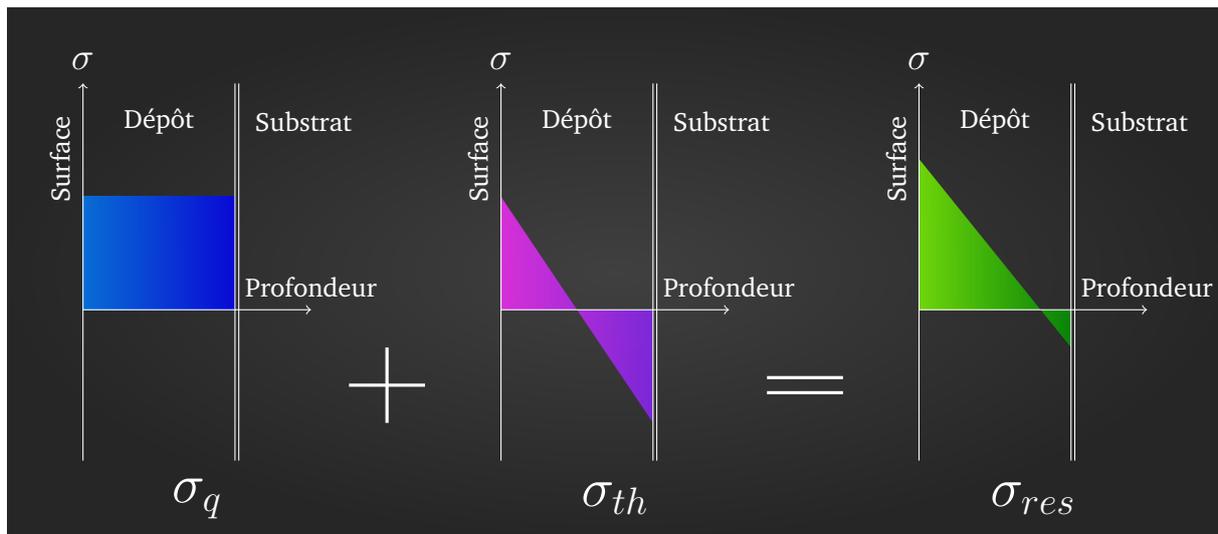


FIGURE 1.19 – Schéma des distributions de contraintes résiduelles dans un dépôt de projection thermique, d'après Araujo *et al.* [123]

Il apparaît donc important de pouvoir déterminer le niveau de contraintes des revêtements. Pour ce faire, plusieurs techniques existent :

Par exemple, la projection d'un revêtement sur un substrat sous forme de plaques d'épaisseur suffisamment faible permet d'obtenir une courbure de ces plaques sous l'effet des contraintes résiduelles présentes dans le revêtement. La détection du sens de la courbure (côté revêtement dans le cas d'un revêtement en compression ou inversement) et de son amplitude permettent d'analyser l'état de contrainte du revêtement [126, 127].

La méthode du trou incrémental consiste en une succession de perçages, au moyen d'un foret de petit diamètre, perpendiculairement à la surface du revêtement, de plus en plus profondément. Ces perçages relâchent les contraintes résiduelles, déformant le trou et son voisinage par rapport à l'état initial sous contraintes. Ces déformations sont mesurées pendant la manipulation au moyen de jauges de déformation, positionnées de façon à pouvoir déterminer le tenseur des contraintes [120, 128].

Les spectres obtenus par Diffraction des Rayons X (DRX) peuvent également renseigner sur l'état de contrainte des revêtements. Lorsqu'un matériau cristallin est soumis à contraintes, les pics du spectre correspondant se trouvent décalés ou déformés par rapport au spectre du même matériau à l'état libre de toutes contraintes. L'analyse de ces décalages et/ou déformations des pics permet de déterminer l'état de contrainte du matériau [122].

## 1.4 Adhérence et préparation de surface

S'il est une autre propriété des plus importantes pour un revêtement, c'est l'adhérence [48]. Ce fait est régulièrement souligné dans la littérature depuis plusieurs décennies, tel que James le décrit dès le début des années 80 [55] :

*Il est évident que pour être efficace un revêtement doit rester en place : indépendamment des propriétés souhaitées dans sa conception, le dépôt ne sera d'aucune valeur à moins qu'il adhère de façon adéquate sur le substrat*<sup>1</sup>.

En associant cette citation à la définition de la surface proposée précédemment, il apparaît nécessaire de cerner les liens et les mécanismes intervenant à l'interface entre le revêtement et le substrat lors du dépôt pour maîtriser la qualité du revêtement.

Cependant cette maîtrise de l'adhérence comporte une difficulté, introduite avec la suite de la citation de James :

*Il est clair que l'adhérence est, par conséquent, la propriété singulière la plus importante d'un revêtement, mais avec une connaissance du processus d'adhérence, au mieux, imparfaite*<sup>1</sup>.

Il est relativement peu aisé de déterminer, lors d'une application en particulier, quelle est la part portée par chacun des mécanismes d'adhérence dans l'accroche générale du revêtement sur son substrat. Néanmoins, malgré ces imperfections admises dans la connaissance de l'adhérence, des préconisations de bon augure sont fréquemment dispensées par les équipes de recherche. Ces préconisations passent notamment par l'importance du choix d'une préparation de surface adéquate pour une application. Retour au début des années 90 où Comyn préconisait pour l'application de certains adhésifs [56] :

*[Le recours à] un traitement de surface impropre ou inadéquat est l'une des causes les plus communes de défaillance au niveau de l'adhérence*<sup>1</sup>.

Ce sont là les deux principaux points qui vont être abordés dans cette section : une revue des connaissances sur les mécanismes d'adhérence est tout d'abord dressée, puis l'enchaînement sera fait sur les différentes méthodes de préparation de surface fréquemment mises en œuvre en projection thermique.

### 1.4.1 Les mécanismes d'adhérence

Il est important de noter que la littérature décrit parfois les mécanismes qui vont être abordés dans cette section comme des théories. En réalité, la projection thermique et les revêtements en règle générale étant des systèmes composés d'un matériau aux caractéristiques spécifiques, adhérant sur un autre matériau aux caractéristiques également propres, chaque cas implique un mélange aux proportions uniques des mécanismes de cette section.

Avant de se lancer dans les interactions pouvant avoir lieu entre une particule et le substrat, il est important de détailler les conditions dans lesquelles peuvent se dérouler l'impact, l'étalement et le refroidissement d'une particule. La figure 1.20 donne quelques indications concernant les conditions d'étalement d'une particule lors de son impact sur le substrat [55] :

- La partie A de cette figure présente l'état de la surface du substrat avant l'impact : suite à la préparation du substrat avant projection, la surface peut contenir un certain nombre de phases diverses. Tout d'abord, la préparation aura créé une rugosité, à différentes échelles. Elle aura également pu modifier la structure du substrat par des déformations plastiques ou encore de l'oxydation. Enfin, certains polluants peuvent avoir été piégés dans le substrat, comme du gaz dans les porosités ou des poussières, des huiles, de l'humidité, etc ...
- La partie B montre que la particule va subir de fortes vitesses d'écoulement latérales lors de son impact, sous l'effet de l'énergie cinétique emmagasinée en vol. Les contaminants et différentes phases vues précédemment vont potentiellement se retrouver emprisonnées sous la particule. Les transferts thermiques entre la particule et son environnement seront principalement de la conduction entre sa partie en cours de solidification et le substrat lui-même ; sur les autres zones aura lieu de la convection avec l'atmosphère [117].
- Les parties C et D dévoilent l'effet que peuvent avoir les aspérités locales du substrat sur l'étalement et le refroidissement de la particule. Lors du premier cas, où la particule vient s'écraser sur un pic d'aspérité, la couche d'oxyde pouvant s'être générée autour de la particule lors du vol, vient se rompre localement. La matière ainsi mise à nue va permettre un contact intime avec le substrat, bénéfique aux interactions chimiques. Tandis que dans le second cas, où la particule vient à se trouver bloquée dans une vallée entre deux aspérités, celle-ci ne peut s'étaler dans des conditions adéquates. Cela étant sans compter qu'une couche d'oxydes peut demeurer à l'interface. Cependant, la plus grande surface de contact entre la lamelle en cours de refroidissement et le substrat reste intéressante vis-à-vis des transferts thermiques.

---

1. En anglais dans le texte original

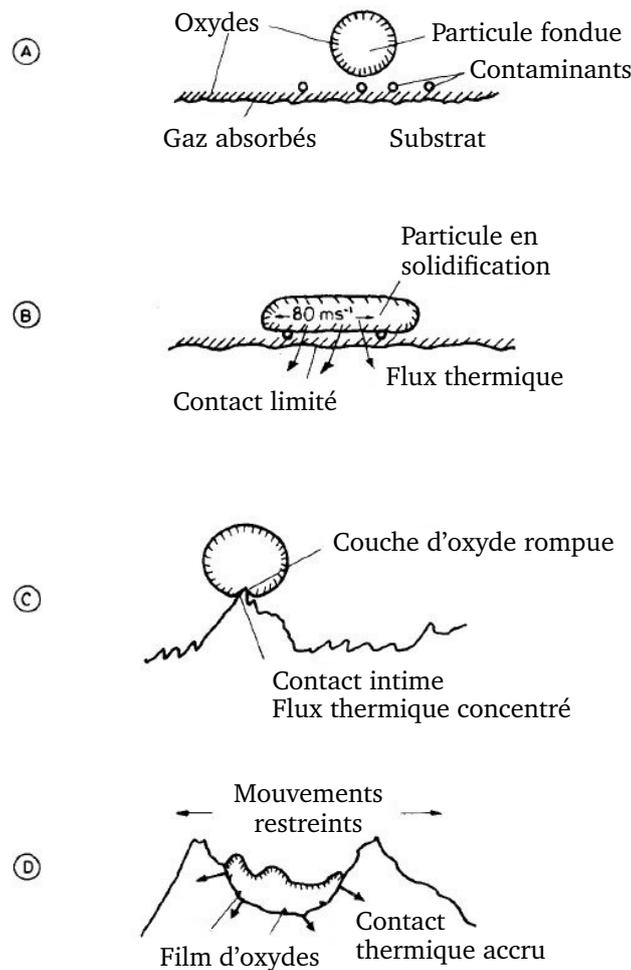


FIGURE 1.20 – Conditions d'étalement d'une particule lors de son impact sur le substrat, d'après James [55]

Ces conditions permettent de créer certains liens entre la lamelle et le substrat. Dans le cadre de la projection thermique, ces liens sont principalement [49, 101] :

- L'ancrage mécanique, qui se produit lorsque le substrat possède une rugosité suffisante et que les particules parviennent à s'étaler de façon à épouser la topographie du substrat. Comme vu précédemment, les lamelles encore chaudes peuvent voir leurs mouvements contraints par le substrat au cours du refroidissement. Ces restrictions entraînent des contraintes résiduelles dans les lamelles et les revêtements. Cet état de contraintes fait en sorte que le revêtement s'accroche sur les aspérités (à l'échelle du revêtement global comme à l'échelle de la seule lamelle), créant une adhérence mécanique.
- La formation de liaisons chimiques, notamment au travers des forces de Van der Waals. Lorsque les structures cristallines des matériaux ou les conditions électrostatiques à l'interface sont dans des configurations présentant une certaine affinité, des liaisons chimiques peuvent se créer entre la lamelle et le substrat. Ces liaisons se retrouvent lorsque les lamelles ont une surface de contact avec le substrat particulièrement importante.
- La diffusion, consistant en la formation d'une phase dont la composition est un mélange d'éléments présents dans le revêtement et le substrat. Cette phase peut être engendrée lorsque la température à l'interface est suffisamment importante pour entraîner la fusion du substrat et le mélange des éléments avant que la lamelle ne soit refroidie. La présence d'oxydes à la surface du substrat est un frein à cette interaction.

Il est à noter que le préchauffage du substrat joue une nouvelle fois un rôle sur l'adhérence des revêtements. Bien que ce point sera développé plus en détails dans la section 3.2, il peut déjà être évoqué le rôle de décapage que peut avoir le préchauffage sur le substrat. A titre d'exemple, une température de préchauffage suffisante permet de débarrasser la surface à revêtir de certains polluants et autres gaz adsorbés décrits dans la figure 1.20 [49].

En ce qui concerne l'évaluation de l'adhérence d'un dépôt sur le substrat, plusieurs philosophies existent. Impliquant différents aspects de la mécanique des dépôts ainsi que plusieurs modes de sollicitations en fonction des applications, un tour d'horizon des méthodes mécaniques est publié par Chen *et al.* [129].

### 1.4.2 Influence des contraintes résiduelles sur l'adhérence

L'examen de la littérature montre qu'il existe un lien entre l'état de contrainte d'un revêtement et son adhérence. A titre d'exemple, Araujo *et al.* ainsi que Lesage et Chicot démontrent une corrélation relativement directe entre l'état de contrainte à l'interface d'un revêtement et sa ténacité à l'interface [118, 123].

Pour établir une explication à ce phénomène, il convient de séparer les effets de chaque type de contraintes résiduelles, en se basant sur la discrimination précédemment établie dans la section 1.3.3 [125].

En admettant que le niveau des contraintes de trempe dans une lamelle ne peut dépasser l'adhérence de celle-ci sur la couche inférieure (substrat ou couche de revêtement), il apparaît que le niveau de contraintes sera dépendant des conditions d'étalement de la lamelle. En se limitant ensuite à un comportement à l'étalement idéal (sans éclaboussures), ces conditions à l'étalement dépendent principalement de la thermique à l'interface entre la lamelle et son support dans le sens où une thermique plus haute rendra une interface plus propre et présentant une plus grande surface de contact. Ainsi, une interface plus chaude engendrera un plus haut niveau de contraintes de trempe dans la lamelle. Un lien peut ainsi être réalisé avec l'épaisseur déposée par passe de projection. En accroissant le débit de matière, les conditions thermiques entre les lamelles s'étalant successivement les unes sur les autres sont plus conséquentes, augmentant ainsi le niveau de contraintes dans chacune des lamelles [124]. De leur côté Greving *et al.* ont réalisé une étude sur l'influence de l'épaisseur générale du revêtement sur le profil de contraintes et sur l'adhérence. Tel que le montre la figure 1.21, en réalisant un plus grand nombre de passes aux conditions toutes identiques, l'épaisseur croît mais le niveau de contraintes demeure similaire, s'étalant sur une plage de profondeur plus ou moins large suivant l'épaisseur. Les auteurs démontrent que la répartition de ces contraintes conditionne l'équilibre des moments dans le revêtement, créant des efforts de traction sur les bords libres du revêtement. En conclusion, une plus grande épaisseur entraîne de plus grands efforts de traction, dégradant par la même occasion l'adhérence du dépôt [130].

Les contraintes de refroidissement provenant quant à elles des différences de comportement thermomécanique entre le revêtement et le substrat, celles-ci entraînent des états de contraintes divergents entre les deux milieux, tout particulièrement au niveau de l'interface. Cet écart est également néfaste à l'adhérence dans le sens où il fragilise la cohésion à l'interface en additionnant des efforts aux sollicitations externes que peut subir le revêtement lors de son service [124].

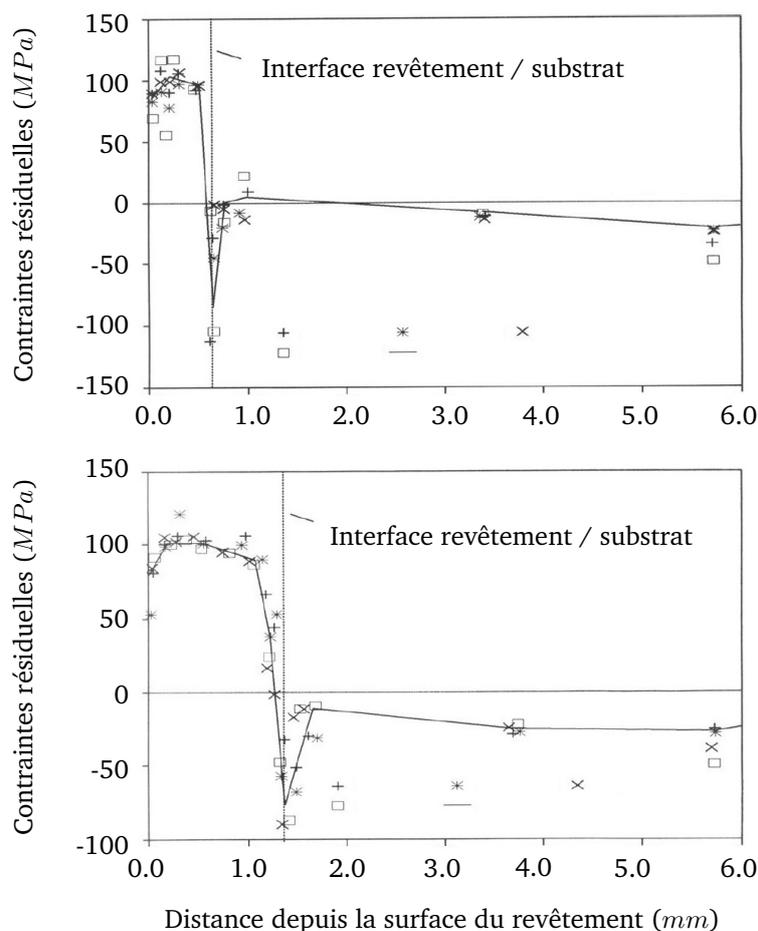


FIGURE 1.21 – Répartitions des contraintes selon l'épaisseur de deux dépôts aux épaisseurs respectives de 0,762 mm et 1,524 mm en haut et en bas, composés de 95 % massiques de Nickel et 5 % massiques d'Aluminium sur des substrats en acier AISI 1018, obtenus par projection à l'arc-fil, d'après Greving *et al.* [130]

La section 5.3.1 propose quelques éléments supplémentaires sur les relations établies dans la littérature entre la préparation de surface du substrat et les propriétés des revêtements.

### 1.4.3 Différents procédés de préparation de surface

La littérature considère souvent que les mécanismes engendrant les adhérences les plus fortes sont l'ancrage mécanique et la diffusion, tout particulièrement lorsque sont considérés des systèmes métal/métal [131]. En ce qui concerne la diffusion, les paramètres contrôlant l'apparition de ce phénomène sont à rechercher du côté des conditions thermodynamiques à l'interface, du couple de matériaux ainsi que dans la propreté de la surface [49]. En revanche, l'ancrage mécanique est rendu possible par la topographie du substrat, à l'échelle macroscopique comme microscopique. Cette topographie peut être réalisée et maîtrisée préalablement à la projection par un choix et une application judicieuse d'un procédé de préparation de surface [132].

Parmi les procédés de préparation de surface les plus courants en projection thermique, citons :

**Le sablage :** Le sablage consiste à propulser des particules abrasives, de plusieurs centaines de micromètres voire de l'ordre du millimètre, présentant une dureté élevée (alumine, alumine avec zircon, acier trempé, ...) en direction de la surface du substrat à préparer. L'impact de ces particules déforme plastiquement la surface du substrat jusqu'à créer des aspérités aléatoirement réparties, offrant autant de points d'accroche au revêtement déposé. Bien que le sablage soit le procédé le plus utilisé en projection

thermique, celui-ci souffre de plusieurs défauts : tandis que les paramètres influents du procédé sont connus (pression de gaz porteur, distance et angle entre l'échantillon et la buse, taille des particules), les relations entre ces paramètres et l'état de surface final du substrat ne sont investigués que depuis récemment. Le même commentaire peut être fait concernant le lien entre l'état de surface créé et l'adhérence finale du revêtement [131]. Un autre défaut est qu'il est possible de retrouver des particules de sablage enchâssées à la surface du substrat suite à l'opération, pouvant altérer localement l'adhérence du revêtement [108].

**Les préparations de surface par LASER :** Le recours à la technologie *Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation* (LASER) permet de réaliser un nettoyage (ablation) ou une rugosité (texturation).

Dans le premier cas, des impulsions LASER sont dirigées vers la surface du substrat afin de nettoyer les éventuels polluants tels que les oxydes. Les impulsions, à l'impact avec la surface, engendrent des ondes de chocs, lesquels ont l'énergie nécessaire pour éliminer les impuretés présentes [133].

Dans le second cas, le terme "texturation" est un abus de langage dans le sens où il n'est pas imposée une texturation au sens cristallographique du terme mais la création de motifs en surface du substrat. Pour ce faire des impulsions d'une durée de quelques picosecondes aux nanosecondes sont envoyés vers la surface à traiter. L'interaction entre ces impulsions et la matière parvient à mettre localement le matériau en fusion voir en état d'évaporation. Les motifs générés permettent l'ancrage mécanique du revêtement [59].

**Le décapage par pellets :** La technique est similaire au sablage ; il s'agit de propulser des pellets de glace (par exemple de CO<sub>2</sub>) en direction de la surface du substrat qui sera revêtue. A l'impact, l'énergie cinétique des pellets ainsi que le choc thermique qu'ils imposent au substrat permettent de décapier les poussières, oxydes et polluants présents. A noter qu'il s'agit ici plus d'une opération de nettoyage, à l'image de l'ablation LASER précédente, dans le sens où la rugosité est peu modifiée, voire adoucie [132].

**Jet d'eau haute pression et usinage :** Dans un contexte industriel, la préparation de surface peut être réalisée avec des appareils fréquemment utilisés sur les chaînes de production, à savoir le jet d'eau haute pression et l'usinage.

Le jet d'eau haute pression se présente sous la forme d'une buse, que l'on présente face à la surface à traiter, dirigeant un flux d'eau à haute pression. Sous l'impact de ce jet, la surface est déformée plastiquement, de façon similaire au sablage, sans l'inconvénient des particules pouvant rester coincées sur la zone à revêtir. L'inconvénient de la préparation au jet d'eau réside dans les coûts d'exploitation jugés nettement supérieurs à d'autres procédés tels que l'usinage [58]

L'usinage possède quant à lui l'avantage de pouvoir être réalisé sur un centre d'usinage, sur lequel d'autres opérations de la gamme opératoire sont potentiellement déjà réalisées. Sont ainsi attendus des gains en termes de coûts et de simplicité de manipulation des pièces sur la chaîne de production. L'usinage consiste à graver un motif sur l'ensemble de la surface à revêtir, au moyen d'outils comportant une ou plusieurs plaquettes en fonction du motif à usiner [58]. Un exemple de substrat préparé au moyen d'un usinage est présenté par la figure 1.22 ci-après, dont le motif est connu dans la littérature sous le nom *Dove Tail* (queue d'aronde en français) en lien avec sa forme caractéristique.

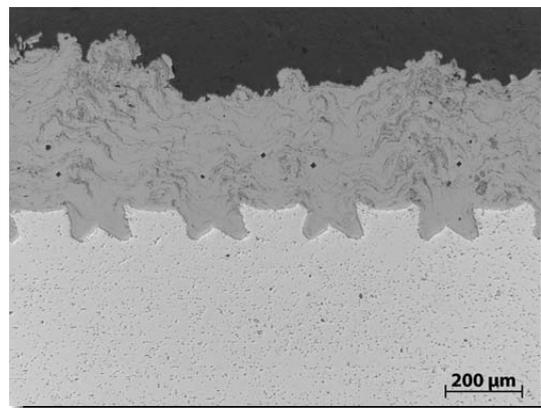


FIGURE 1.22 – Exemple de préparation de surface par usinage du motif *Dove Tail*, d'après Bobzin *et al.* [15]

## 1.5 Application de la projection thermique pour le dépôt de revêtements sur la paroi interne de cylindres

Les revêtements sont de plus en plus utilisés au sein de l'industrie automobile, pour de plus en plus d'applications. Il n'en demeure pas moins que l'industrie automobile est une industrie de production de masse. Les volumes sont énormes et les cadences d'autant plus rapides (plus d'un million de moteurs sont produits par an rien que sur l'usine Renault de Cléon (76)). Dans ce contexte, les procédés de projection thermique adaptés à une application pour l'industrie automobile doivent être capables de répondre à ces contraintes de volumes et de cadences.

Certains auteurs considèrent, en ce qui concerne la production de pièces à une échelle industrielle, que les performances des pièces massives sont matures et plus ou moins maîtrisées par le plus grand nombre [134]. L'innovation et l'atteinte d'un nouveau palier de performances doivent donc passer par la conception de pièces ayant notamment recours à l'ingénierie des surfaces et à l'assemblage de plusieurs matériaux sur une même pièce afin d'améliorer ses performances. A titre d'exemple, Barbezat estimait dans les années 2000 que le remplacement des chemises en fonte de carter-cylindre par un revêtement de projection thermique permettrait de réduire la consommation de carburant de 2 à 4 % en améliorant le coefficient de frottement face aux segments [11].

A ce titre, il y a une nécessité d'investissement en recherche et développement pour ajuster certains procédés de projection thermique aux contraintes de la production industrielle automobile. Les systèmes de projection thermique se présentent la plupart du temps sous la forme de torches conçues pour être mises en œuvre en environnements ouverts, permettant des distances de projection jusqu'à plusieurs dizaines de centimètres.

En regard, l'application de la projection thermique dans les fûts de carters-cylindres impose un certain nombre de contraintes [11] : les fûts ayant des diamètres de quelques dizaines de millimètres, les distances de projection possibles sont particulièrement courtes. De plus, les alliages aluminium-silicium hypoeutectiques<sup>4</sup> présentent une certaine sensibilité à la chaleur en termes de déformation et de changements de phases. Ces contraintes imposent un certain nombre de précautions à respecter dans la conception et l'emploi des torches.

Cette section s'attèle donc à présenter les différents systèmes envisagés ou déployés par les fournisseurs de moyens de projection ou les constructeurs automobiles eux-même, afin de les confronter aux spécificités de l'application dans les fûts de carters-cylindres.

### 1.5.1 Plasma et HVOF

L'un des premiers procédés de projection thermique à avoir atteint la maturité nécessaire dans cette application industrielle est le procédé plasma [11].

L'illustration de la figure 1.23 présente une installation de projection APS en environnement confiné, tel que les fûts de carters-cylindre [135]. Le fonctionnement est similaire à celui de l'APS, décrit dans la section 1.2.2 : un plasma est généré à l'extrémité de la torche (partie basse de l'installation sur la figure 1.23, à proximité du carter-cylindre), via une puissance électrique de l'ordre de 10 à 20 kW et un mélange de gaz plasmagènes. La poudre est injectée juste au dessus du plasma à la sortie de la torche afin d'être projetée vers la paroi interne des fûts. L'ensemble est ensuite mis en rotation autour de l'axe du système. Un système de translation de la torche ou du carter-cylindre permet de revêtir l'intégralité de la surface interne du fût.

4. Teneur en silicium inférieure à 12.6 % en masse



FIGURE 1.23 – Illustration d'une installation de projection APS Oerlikon Metco SM-F210 lors d'une application pour le dépôt de revêtements sur la paroi interne de fûts d'un carter-cylindre, extrait de la documentation technique de l'installation SM-F210 [135]

Un avantage de cette technologie est de pouvoir fournir une grande quantité de chaleur aux particules et ainsi de bénéficier d'une large gamme de matériaux projetables. Peuvent par exemple être cités l'application de revêtements composites à matrice nickel renforcée de particules céramiques, ou encore différents alliages métalliques apportant des propriétés particulières en terme de résistance à la corrosion pouvant être utiles dans les moteurs diesel, utilisant un carburant à haute teneur en soufre [136, 137].

Dans le cas d'une projection de poudre d'acier faiblement allié, la microstructure des dépôts est proche de celle présentée dans la figure 1.15. Les hautes températures du plasma tendent à créer des phases d'oxyde de fer Wuestite ( $FeO$ ), parfois reconnu pour son rôle de lubrifiant solide.

En termes d'applications à un niveau industriel, Barbezat rapportait au milieu des années 2000 plusieurs exemples de déploiement de la technologie plasma pour la protection de fûts de carters-cylindres, rapportés par le tableau 1.2 [11]

A l'opposé des hautes températures mais vitesses de particules relativement faibles obtenues avec l'APS, le procédé HVOF a également été adapté pour l'application, permettant cette fois des vitesses de particules élevées et des températures plus basses [11, 138, 139]. Considérant le magnésium comme candidat potentiel pour remplacer l'aluminium dans une optique de diminution de la masse des composants d'un véhicule [140], Parco *et al.* sont notamment parvenus à déposer des revêtement denses de cobalt chargé de particules de carbure de tungstène sur des substrats en magnésium en bénéficiant des hautes vitesses de particules pouvant être obtenues lors d'une projection avec un HVOF [141].

TABLE 1.2 – Exemples de déploiement du procédé de projection à plasma pour la protection de fûts de carters-cylindres à un niveau industriel dans le milieu des années 2000, d'après Barbezat [11]

Moteur	Nombre de cylindres	Début de production	Véhicule	Puissance (kW)
<b>Essence</b>				
LUPO FSI 1.4 L	4	2000	Volkswagen LUPO	77
SWISS AUTO Biland 0.25 L	2	2000	Go-Kart Racing	20
BUGATTI W 16	16	2003	Véhicules Supercar	> 700
V 10 Racing	10	1999	Formule 1	> 550
V 8 Racing	8	2004	Formule 2	> 400
V 4 Racing	4	2004	Moto de courses	> 150
<b>Diesel</b>				
V 10 TDI	10	2002	VW Touareg et Phaeton	230
L 5 EA 115	5	2003	VW Touareg et Van T 5	130

### 1.5.2 Plasma Transferred Wire Arc - PTWA

La torche à plasma vue dans la section précédente requiert l'utilisation de poudres pour le dépôt du revêtement. De fait, une plus grande commodité et des débits de matière supérieurs peuvent être obtenus en ayant recours à des fils consommables au lieu de la poudre, pourvu que le matériau à projeter remplisse les conditions nécessaires et que le procédé soit adapté à l'utilisation de fils.

L'invention sortie des bureaux de R & D du constructeur automobile Ford, à la fin des années 90, utilise le plasma tel que décrit dans la section précédente tout en modifiant légèrement son fonctionnement pour y inclure une injection de matière par un fil [142, 143]. La figure 1.24 permet d'expliquer le fonctionnement d'une torche *Plasma Transferred Wire Arc* (PTWA) [14], tel que décrit dans les brevets :

Un mélange de gaz plasmagènes est injecté autour de la cathode, laquelle est connectée à la polarité négative d'une source de puissance électrique continue. La polarité positive est quant à elle connectée sur la buse afin de créer l'arc électrique nécessaire à la génération du plasma. Un fil consommable est guidé jusqu'à proximité de la sortie de la buse ; il est également connecté à la polarité positive de la source de puissance électrique. Ce système parvient à mettre en fusion l'extrémité du fil et à atomiser la matière fondue afin de générer les particules nécessaires à la construction du revêtement sur la paroi du fût.

La rotation du système est réalisée autour du fil pour des raisons pratiques. Une translation relative entre la torche et le carter-cylindre, selon l'axe du fût, permet là encore de réaliser le dépôt du revêtement sur l'ensemble de la paroi.

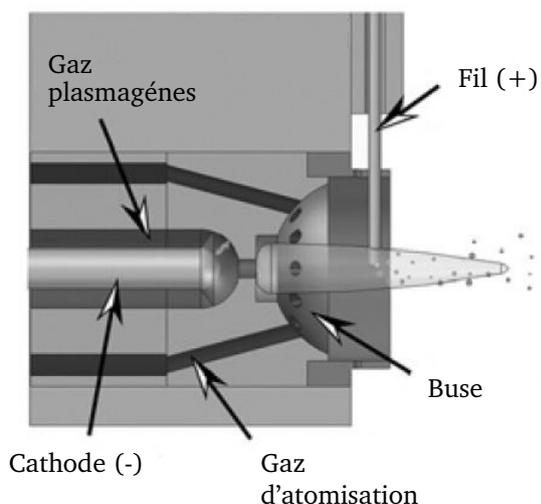


FIGURE 1.24 – Vue en coupe de l'extrémité d'une torche PTWA, d'après Bobzin *et al.* [15]

Les microstructures des revêtements d'acier obtenues sont réputées particulièrement fines, grâce aux vitesses de particules élevées induites par le plasma ; elles comprennent un certain taux de différentes phases d'oxydes de Fer [144]. Un exemple de microstructure typique est indiqué par la figure 1.25, sur laquelle les parties en gris clair sont la matrice d'acier et les zones en gris foncé sont les parties oxydées du revêtement [15].

Des études sur les structures des revêtements en acier obtenus avec un PTWA et un HVOF sont publiées depuis le début des années 2000. A titre d'exemple peuvent être cités les travaux d'Edrisy, dont les problématiques s'articulent autour des structures de revêtements en acier avec un faible taux de carbone ainsi que leur comportement sous différentes sollicitations lors d'essais pions-disque. Ses études démontrent en particulier le rôle des oxydes de fer sur les propriétés tribologiques des revêtements et les changements de phases que ceux-ci peuvent subir lors des sollicitations [145, 146]. Un autre aspect de ses études concerne l'analyse des modes d'endommagement des revêtements lors d'essais sur banc-moteur [147].

Toujours sur les applications de revêtements au moyen d'un PTWA, Bobzin et Hahn ont également réalisé un nombre conséquent de publications depuis la fin des années 2000 jusqu'à aujourd'hui. En particulier, leurs études concernent les microstructures des revêtements en fonction de la composition du fil [14, 15], la caractérisation des microstructures des revêtements avant et après un essai sur banc moteur [148], l'influence des microstructures sur le comportement des revêtements en fonction des conditions de projection (en ayant recours à différents procédés et compositions chimiques) [149, 150]

Le PTWA implique cependant quelques contraintes lors de son utilisation dans un contexte industriel ; notamment le recours à des gaz plasmagènes. Ces gaz étant principalement l'hélium, l'argon et le dihydrogène, ceux-ci présentent soit un coût non-négligeable lorsqu'il est question de production en grandes séries, soit certaines précautions d'usage à cause de leur comportement inflammable.

### 1.5.3 Adaptations du procédé Arc-Fil

Le système de projection à l'arc-fil présente les bénéfices pour une application industrielle d'être le plus simple et le plus productif des systèmes de projection thermique qui soit. Néanmoins les systèmes arc-fil les plus courants, tels que décrits dans la section 1.2.5, comprennent des torches conçues pour des projections en environnement ouvert, avec des distances de projection relativement importantes, permettant aux opérateurs de profiter des débits de matières importants de l'arc-fil pour recouvrir rapidement de grandes surfaces.

Pour cette raison, plusieurs voies ont été explorées ces deux dernières décennies pour adapter ce système à la problématique de la projection sur les parois internes de cylindres. Seront abordées en particulier les différentes solutions technologiques conçues pour répondre aux deux contraintes que sont :

- Le guidage des fils dans le cylindre et l'orientation du faisceau de particules vers la paroi à revêtir
- La rotation du système pour couvrir l'intégralité de la circonférence du cylindre

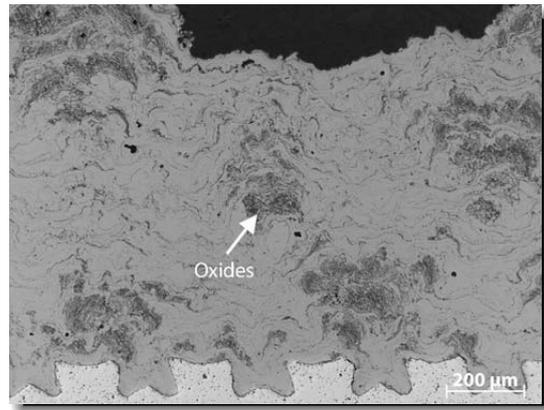


FIGURE 1.25 – Exemple de microstructure d'un revêtement en acier à 0.82 % C obtenue avec le PTWA, d'après Bobzin *et al.* [15]

### 1.5.3.1 Adaptations commerciales

Le premier système capable d'une telle application a été élaboré par la société Tafa Inc. (Concord, NH, USA) [24].

Tel que le présente la figure 1.26, la projection est réalisée en guidant les deux fils-consommables dans le cylindre parallèlement à l'axe de ce dernier, afin de les faire converger et les atomiser dans cette même direction au moyen d'un premier flux de gaz, dit "d'atomisation". Les particules sont ensuite déviées de leur trajectoire par un second flux de gaz, dit de "déviations", apporté par une buse fixée en extrémité de torche, à proximité de la zone d'atomisation. La rotation du faisceau permettant de couvrir l'ensemble de la circonférence du cylindre est obtenue avec la rotation de la buse de déviation autour du système de guidage des fils et d'atomisation [151].

Une autre piste développée par Benary pour le compte de la société Sulzer Metco Inc. reprend les éléments principaux de la torche Tafa précédemment présentée, à la différence que les particules ne sont plus déviées pendant leur vol mais directement atomisées en direction de la paroi du cylindre [24, 152].

La figure 1.27 propose une illustration de la buse conditionnant les flux de gaz selon la solution développée par Sulzer Metco. Un premier flux de gaz d'atomisation est dirigé vers la zone de l'arc électrique par l'orifice central en forme de croix. Une fois les particules générées par ce premier flux, le faisceau est concentré sur une zone plus restreinte au moyen d'un second flux de gaz engendré par les orifices circulaires disposés autour du premier.

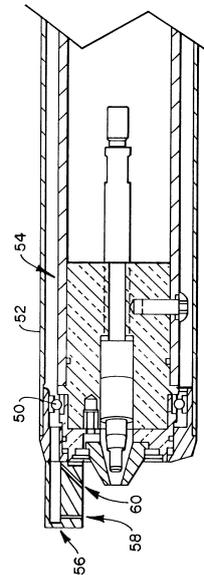


FIGURE 1.26 – Schéma de la torche arc-fil rotatif Tafa, extrait du brevet déposé par Dunkerley *et al.* [151]

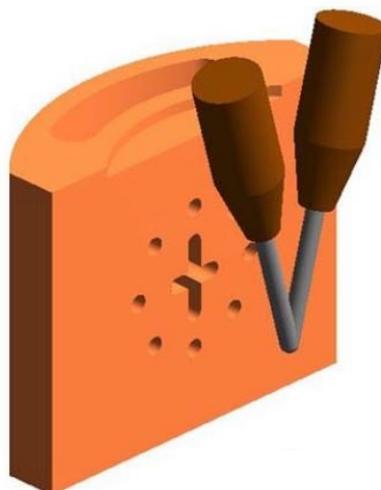


FIGURE 1.27 – Illustration de la buse développée par Sulzer Metco, d'après Bolot *et al.* [24]

### 1.5.3.2 Torche de projection Arc-Fil rotatif LERMPS

Basé sur le fonctionnement de la torche développée par Tafa, le Laboratoire d'Etudes et de Recherches sur les Matériaux, les Procédés et les Surfaces (Sevenans, 90) (LERMPS) a également déposé plusieurs brevets concernant une extension de torche arc-fil permettant de réaliser des dépôts sur la paroi interne des fûts de carters-cylindres [18,19].

La figure 1.28 présente les différents éléments composant l'extrémité de la torche LERMPS.

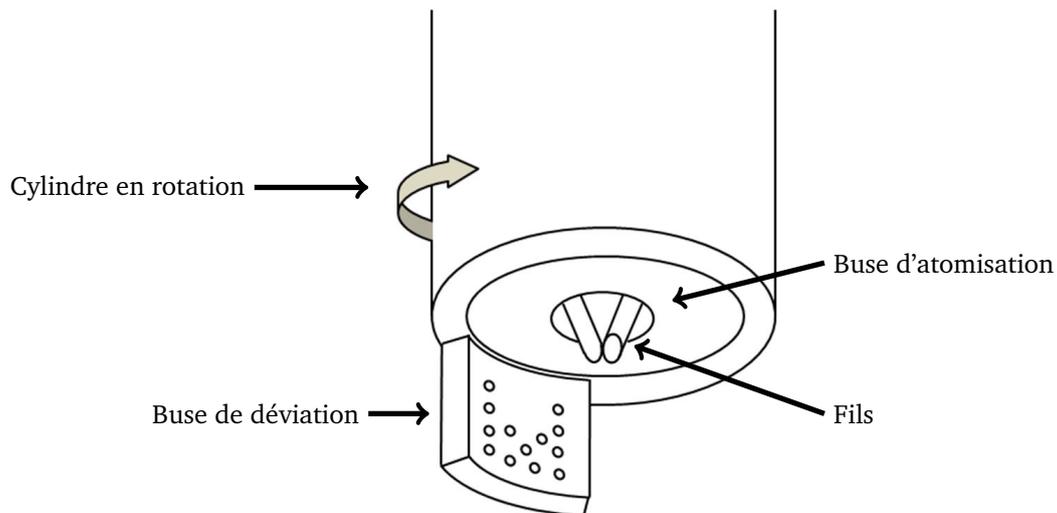


FIGURE 1.28 – Schéma de l'extrémité de la torche de projection LERMPS pour revêtir les parois internes des fûts de carters-cylindres

Le cylindre extérieur, entraînant la buse de déviation dans sa rotation autour de la torche, est lui-même mis en mouvement par une courroie reliée à un moto-réducteur. L'ensemble est fixé sur un robot 6 axes ABB (ASEA Brown Boveri, Zurich, Suisse) afin de pouvoir être mis en mouvement au cours des projections.

En particulier, les études publiées sur cette extension par l'équipe du LERMPS concernent l'optimisation de la partie "déviation" permettant d'orienter et d'accélérer les particules en direction de la surface du cylindre, notamment au moyen de simulations [24].

### 1.5.3.3 Lichtbogendrahtspritzen - LDS®

Une des adaptations les plus récentes mais également la plus déployée à l'heure de la rédaction de ces lignes provient du constructeur Daimler (Stuttgart, Allemagne), appelée Lichtbogendrahtspritzen (LDS®) dont une traduction littérale donne "pulvérisation de fil à l'arc".

A l'instar des solutions précédemment présentées, le LDS® guide les fils dans le cylindre de façon parallèle à l'axe de ce dernier. La différence se situe à l'extrémité de la torche où les fils sont courbés par le système de guidage afin d'orienter leurs extrémités, et ainsi l'atomisation, directement vers la paroi du fût. La figure 1.29 présente ce principe de courbure des fils. La partie 1 de la figure représente l'ensemble apportant la puissance électrique, nécessaire à la génération de l'arc entre les fils, le gaz ainsi que les fils vers l'extrémité de la torche. La partie 2 constitue la tête de la torche, où les flux de gaz sont orientés pour l'atomisation et la constriction du jet de particules. Enfin, la partie 3 représente l'extrémité des fils tels qu'ils sont courbés afin d'orienter l'atomisation et la projection directement vers la paroi du fût [20,21].

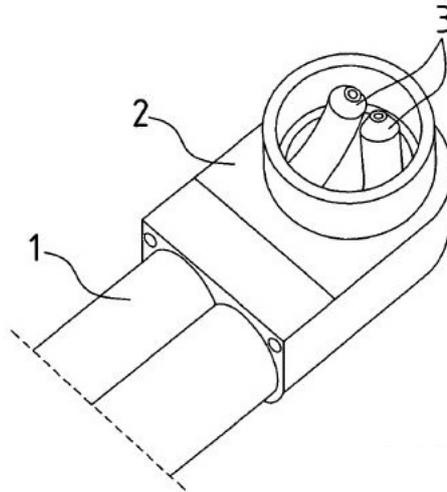


FIGURE 1.29 – Illustration du principe de courbure des fils dans le LDS

Il est à noter que cette solution apporte une nouvelle contrainte technique au système, en faisant l'un des plus imposants de nos jours sur le marché : bien que le déplacement relatif du carter-cylindre par rapport à la torche puisse toujours être réalisé en installant la pièce sur un système à trois axes des plus classiques pour un fabricant de centres d'usinage, la rotation de la torche permettant de déposer le revêtement sur l'ensemble de la périphérie du fût est plus complexe. En guidant deux fils dans l'axe de ce dernier, il n'est plus possible d'effectuer la rotation autour de l'un des deux, à l'image de la solution du PTWA, sous peine de voir le second s'enrouler dans le système. En conséquence, l'ensemble de la torche doit tourner autour de l'axe du fût, et avec elle l'ensemble des systèmes de porte-bobines et de transport de l'énergie électrique vers les contacts se trouvant à proximité des extrémités des fils.

Le premier déploiement à l'échelle industrielle de ce procédé a débuté en 2005 avec son application sur un moteur diesel AMG 8 cylindres en V [153].

#### 1.5.3.4 Microstructures des revêtements obtenus par projection à l'arc-fil rotatif

Les températures de fonctionnement plus froides de l'arc-fil par rapport au PTWA ainsi que la possibilité de n'utiliser que du diazote avec les procédés arc-fil rotatifs résultent en des microstructures aux taux d'oxydes significativement plus faibles que dans la microstructure de la figure 1.25, à l'image de la microstructure proposée dans la figure 1.30. Néanmoins, en fonction des essais effectués, il est démontré que les dépôts obtenus au moyen de l'arc-fil présentent des performances en usure aussi bonnes que ceux projetés en HVOF, à composition identique, et que le PTWA [149].

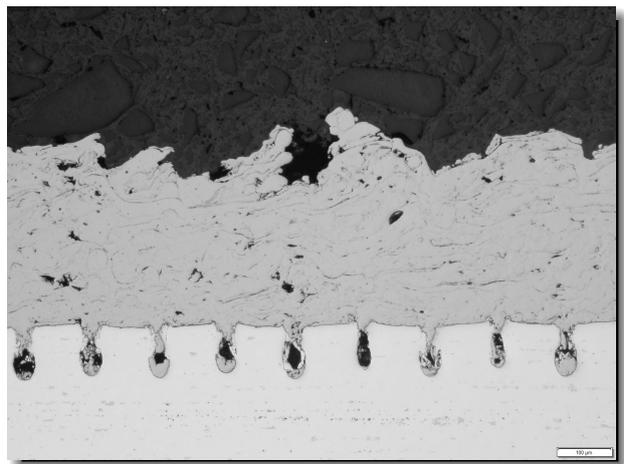


FIGURE 1.30 – Exemple de microstructure d'un revêtement obtenu par projection à l'arc-fil rotatif LERMPS, en utilisant du diazote pour le flux de gaz de déviation

#### 1.5.3.5 Emploi des adaptations de la technologie arc-fil dans les travaux présentés

Les conditions de réalisation des travaux proposés dans ce manuscrit ont imposé l'emploi de deux des adaptations présentés précédemment.

Les investigations proposées dans le chapitre 3 ont été menées dans le cadre ou en parallèle du déroulement du projet industriel interne RENAULT. Dans un souci de représentativité des pièces produites sur chaînes et lorsque cela est précisé, les résultats présentés dans ce chapitre ont été obtenus à partir d'échantillons réalisés avec le dispositif LDS®.

En revanche, le caractère plus exploratoire des investigations proposées dans les chapitres 2, 4 et 5 a imposé une réalisation dans les locaux du LERMPS. A ce titre, le dispositif arc-fil rotatif du LERMPS a été utilisé pour obtenir les résultats présentés dans ces chapitres.

**Sommaire**

<b>2.1</b>	<b>Introduction</b> . . . . .	<b>38</b>
<b>2.2</b>	<b>Bibliographie sur les mécanismes de génération du faisceau de particules</b> . . . . .	<b>38</b>
2.2.1	L'atomisation primaire . . . . .	38
2.2.2	Interactions flux de gaz-particules . . . . .	40
2.2.3	Forces mises en jeu lors de l'atomisation primaire . . . . .	41
2.2.4	L'atomisation secondaire . . . . .	42
2.2.5	Oxydation des particules en vol . . . . .	43
2.2.6	Morphologie du faisceau de particules . . . . .	43
<b>2.3</b>	<b>Méthodes Expérimentales</b> . . . . .	<b>44</b>
2.3.1	Modification de la torche de projection arc-fil pour cylindres LERMPS . . . . .	45
2.3.2	Observation du comportement de l'atomisation primaire . . . . .	45
2.3.3	Mise en évidence des phénomènes de seconde atomisation . . . . .	48
<b>2.4</b>	<b>Mécanismes d'atomisation primaire - Atomisation des fils</b> . . . . .	<b>49</b>
2.4.1	Observations des clichés SprayCam . . . . .	49
2.4.2	Influences des paramètres - Analyse du plan d'expérience . . . . .	52
2.4.3	Conclusions sur les mécanismes d'atomisation primaire . . . . .	63
<b>2.5</b>	<b>Mécanismes d'atomisation secondaire</b> . . . . .	<b>63</b>
2.5.1	Résultats expérimentaux . . . . .	64
2.5.2	Analyse des résultats . . . . .	65
2.5.3	Influences des paramètres opératoires . . . . .	70
2.5.4	Observation des oxydes dans les particules . . . . .	73
2.5.5	Conclusions sur les mécanismes d'atomisation secondaire . . . . .	76
<b>2.6</b>	<b>Conclusion</b> . . . . .	<b>76</b>

## 2.1 Introduction

Comme évoqué dans le premier chapitre, les revêtements obtenus par projection thermique, et en particulier par projection arc-fil, présentent des propriétés dépendant d'un nombre conséquent de paramètres. Chacun conditionne à sa façon les caractéristiques des particules, à différents niveaux et à différentes échelles. La détermination de l'histoire des particules, de l'atomisation des fils jusqu'au refroidissement du dépôt, revêt une importance fondamentale pour comprendre les revêtements et leurs comportements [40].

Ainsi, les deux chapitres à suivre sont consacrés à l'observation de chacune des étapes de la projection. Dans ce chapitre, l'accent sera mis sur les caractéristiques des particules, depuis l'étude de l'atomisation primaire jusqu'aux granulométries composant le faisceau de projection.

## 2.2 Bibliographie sur les mécanismes de génération du faisceau de particules

Le point de départ de la projection arc-fil réside dans l'atomisation. Une définition de l'atomisation appliquée à la projection thermique arc-fil consiste en la séparation de fragments de matière initiaux (un fil ou une particule) en plusieurs particules de dimensions inférieures, sous l'effet d'efforts externes.

Cette définition est importante dans le sens où il est souvent considéré qu'il existe deux phénomènes d'atomisation en arc-fil : le premier se déroule lorsque le flux de gaz arrache des fragments de matière à l'extrémité des fils mis en fusion par l'arc-électrique. Le second a lieu lorsque les particules créées par la première atomisation sont accélérées par le flux de gaz, jusqu'à atteindre un niveau de turbulence interne suffisamment important pour générer une nouvelle fragmentation en particules plus fines.

### 2.2.1 L'atomisation primaire

Deux phénomènes majeurs conditionnent les mécanismes de première atomisation. D'un côté les zones de fusion sont générées par l'arc électrique établi au moyen d'un générateur de courant continu. Le comportement de ce premier est asymétrique selon la polarité des fils. De l'autre la séparation des fragments de matière fondue est réalisée sous l'effet de l'interaction entre le flux de gaz et les zones de fusion.

Hussary *et al.* ont observé le comportement de l'arc électrique au moyen d'une caméra rapide et de différents montages optiques pour compenser la haute intensité lumineuse de l'arc. De même, Steffens a étudié les conséquences des paramètres de projection sur les modes d'atomisation de chacun des fils. Il a par ailleurs émis quelques observations sur les oscillations de la tension pendant les projections. Au moyen d'un oscillographe, deux fréquences d'oscillations peuvent être déterminées, dépendant du comportement à l'atomisation de chacun des fils. Leurs observations sont résumés par la figure 2.1 [27, 34] :

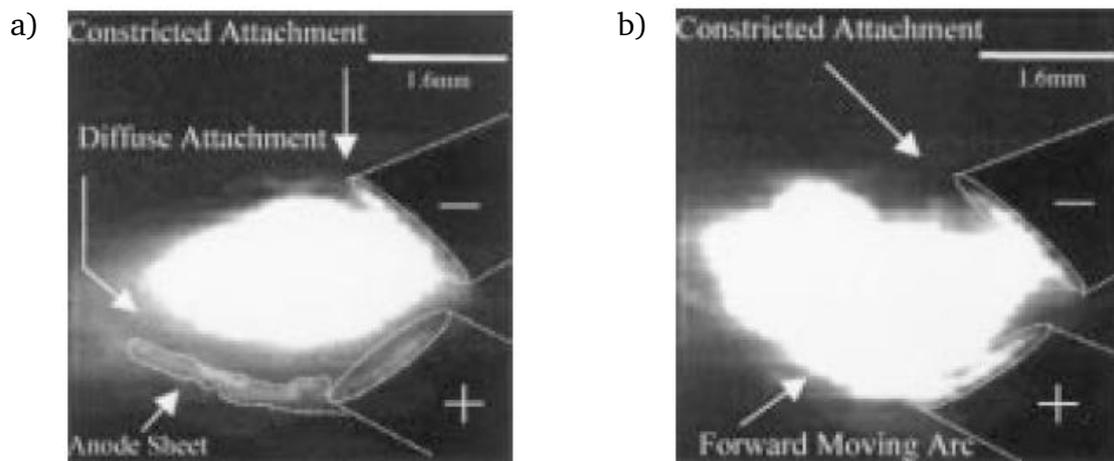


FIGURE 2.1 – Mise en évidence de la différence de comportement de l’arc électrique au moyen d’une caméra rapide, selon les observations de Hussary *et al.* [27]

Au niveau de la cathode (polarité négative), le pied de l’arc est plus restreint, se déplaçant sur la section de fil exposée. Les efforts électromagnétiques imposés sur le bain de fusion tendent à repousser la matière sur les bords du fil, formant une extrusion se voyant elle-même entraînée par le flux de gaz. Les particules générées par ces extrusions prennent la plupart du temps la forme de fins filaments de matière fondue. Au moment de l’éjection, l’arc électrique est à son maximum d’extension et la tension est ainsi à sa valeur maximale. Cette variation de longueur au niveau de la cathode est la cause des oscillations de tension de basse fréquence relevées par Steffens.

Au niveau de l’anode (polarité positive), le pied de l’arc est plus diffus sur la section exposée. En conséquence, les efforts du flux de gaz sur ce bain de fusion plus large forment des vagues propulsées en direction du bord du fil. Les particules arrachées par le flux de gaz sont des filaments de matière plus volumineux que les particules générées à la cathode, tel que le dévoile la photographie a) de la figure 2.1. A ce niveau l’arc présente une seconde tendance à suivre les mouvements du bain de fusion, comme montré par la photographie b) de la figure 2.1. Lors du détachement de la matière, l’arc s’éteint, soufflé par le flux de gaz, puis se reforme sur le fil au niveau du point le plus proche de la cathode.

La présence de particules générées par cette première atomisation dans l’arc rend la conductivité électrique de l’atmosphère variable entre les deux fils. Cette variation de propriété est la cause de la seconde fréquence plus rapide d’oscillation de la tension relevée par Steffens.

Cette différence de taille de particules entre anode et cathode a également été démontrée par Liao *et al.* au moyen de collectes de particules. En ayant recours à deux fils de compositions différentes, comme le montre le graphique de la figure 2.3, les auteurs ont également démontré que les faisceaux de particules provenant de chacun des fils peuvent se croiser dans le jet de projection [29]. Concrètement, en utilisant deux fils de compositions différentes, afin de pouvoir déterminer aisément la provenance des lamelles dans le revêtement selon qu’elles résultent de l’atomisation de l’anode ou de la cathode, il est montré que les particules se croisent et s’étalent de façon asymétrique pendant la projection. L’étude de la microstructure des revêtements ainsi obtenus (porosités et taux d’oxydes) démontre également qu’il existe une influence de la provenance des particules, à l’image de

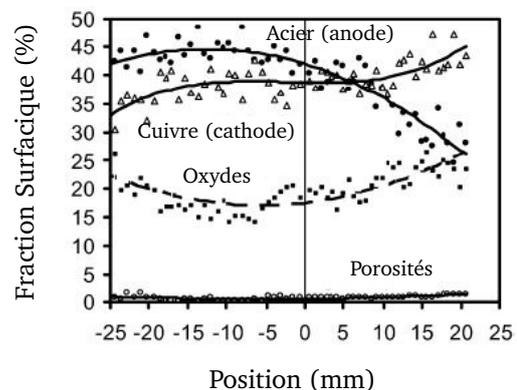


FIGURE 2.2 – Fraction surfacique et propriétés d’un revêtement obtenu avec deux fils de compositions différentes, d’après Zhu *et al.* [154]

la figure 2.2 [154]. Tillmann *et al.* ont démontré pour leur part que cette hétérogénéité dans le jet de particules influence les propriétés des revêtements, au moyen de projections selon différentes trajectoires de torche par rapport au substrat [155].

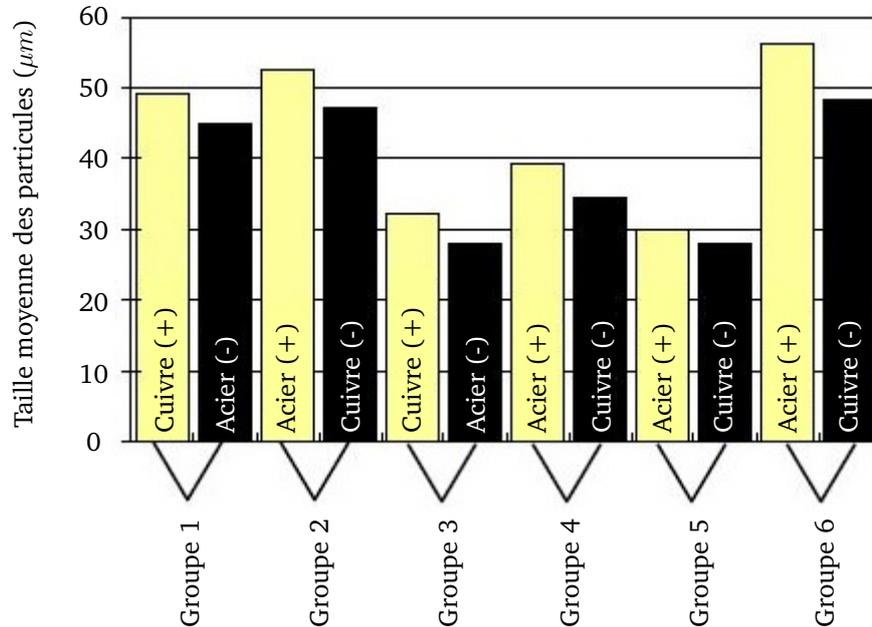


FIGURE 2.3 – Différences de taille moyenne de particules entre anode et cathode observées au moyen de deux fils de compositions différentes, sous différentes configurations de flux de gaz, d'après Liao *et al.* [29]

### 2.2.2 Interactions flux de gaz-particules

La description du flux de gaz permettant l'atomisation en arc-fil s'apparente à la superposition de deux instabilités. La première réside dans l'instabilité de Kelvin-Helmholtz. En considérant deux flux parallèles dont les fluides présentent des densités et des vitesses différentes, ces instabilités décrivent la formation de vortex au niveau de l'interface entre les fluides. La seconde consiste en une modélisation simplifiée d'un flux contournant un obstacle, soient les fils [27]. Dans cette optique, différents cas de figures peuvent se présenter pendant une projection, en fonction de la turbulence et de la composition du flux de gaz [42].

La description du niveau de turbulence d'un flux de gaz se fait au travers de la détermination du nombre de Reynolds, dont l'annexe A rappelle la définition. Dans ce cas, la longueur caractéristique dans l'équation 2.1 est le diamètre du flux de gaz.

$$Re = \frac{\bar{v}_d L_c}{\nu} \quad (2.1)$$

Le comportement de l'atomisation est en revanche décrit par le nombre de Weber, également défini dans l'annexe A. L'équation 2.2 rapporte l'expression de ce nombre adimensionné. Reprenant la littérature sur l'atomisation d'un jet de fluide par un flux de gaz, Hussary *et al.* décrivent quatre modes d'atomisation en fonction des modes d'atomisation d'un jet liquide décrits par Lord Rayleigh et du nombre de Weber [32, 156] :

$$We = \frac{\rho v^2 L_c}{\sigma} \quad (2.2)$$

$We < 15$	Atomisation axisymétrique de Rayleigh
$15 < We < 25$	Atomisation non-axisymétrique de Rayleigh
$25 < We < 70$	Atomisation en membranes
$100 < We < 500$	Atomisation de type fibres

En projection thermique arc-fil, les particules générées par l'atomisation primaire peuvent être cataloguées en fonction des trois premiers modes. La figure 2.4 donne une illustration de ces modes d'atomisation. L'illustration (a) montre une atomisation axisymétrique, dans laquelle les particules arrachées aux extrémités des fils s'envolent dans l'axe du système et suivent une granulométrie fonction de la longueur d'onde de la perturbation les ayant engendrées [156]. L'illustration (b) considère cette fois que le flux de gaz est perturbé au point de contenir des turbulences. Celles-ci peuvent avoir deux conséquences en fonction de l'intensité des turbulences qui sont d'une part de dévier les particules de l'axe de la projection (atomisation non-axisymétrique) et d'autre part d'augmenter la longueur maximale des filaments avant la séparation avec le fil (atomisation en membranes).

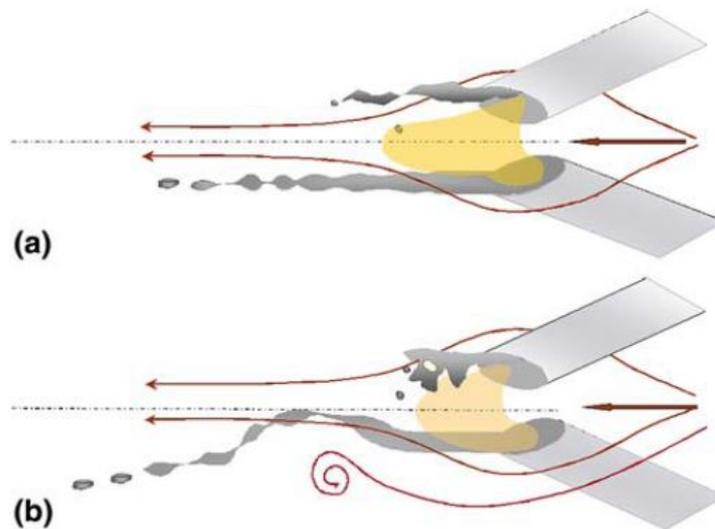


FIGURE 2.4 – Illustration des modes d'atomisation primaire en projection thermique arc-fil, d'après Hussary *et al.* [32]

### 2.2.3 Forces mises en jeu lors de l'atomisation primaire

Les principaux phénomènes régissant l'atomisation primaire ayant été abordés, une équation d'équilibre des forces agissant sur la particule juste avant sa séparation avec l'un ou l'autre des fils peut être proposée.

L'équation la plus communément admise dans la littérature provient d'une étude de Amson concernant les particules générées en extrémité d'une baguette-électrode lors du soudage à l'arc [157].

Cette équation considère quatre efforts agissant sur le maintien ou l'évacuation de la particule à l'extrémité du fil :

- La tension de surface du métal en fusion, tendant à retenir la particule attachée à l'extrémité du fil ;
- Le poids de la particule, allant le plus souvent à l'encontre du maintien de celle-ci (ce terme est négligé dans la plupart des études) ;
- Les forces électromagnétiques dues à l'arc ayant une tendance à attirer la matière vers le centre du fil ou à la repousser vers l'extérieur selon l'électrode considérée ;
- Les efforts d'entraînement appliqués par le flux de gaz.

L'équation 2.3 donne un expression analytique de cet équilibre des forces, en considérant une particule sphérique sur le point de se détacher de l'extrémité d'un fil cylindrique, tel qu'illustré par la figure 2.5.

$$\frac{\mu_0}{4\pi} \left(\frac{a}{b}\right)^4 I^2 + \frac{1}{2} C_D \rho_g (v_{rel})^2 A_p \cos(\theta) + \frac{4}{3} \pi a^3 \rho_p g = \pi a \sigma \quad (2.3)$$

Avec

$a$	Rayon de la particule sphérique
$b$	Rayon du fil
$A_p$	Surface de contact entre la particule et le flux de gaz
$\theta$	Angle formé par le fil avec le flux de gaz
$\mu_0$	Perméabilité magnétique du matériau
$I$	Intensité de l'arc électrique
$C_D$	Coefficient de trainée de la particule
$\rho_g$	Densité du gaz
$\rho_p$	Densité de la particule
$v_{rel}$	Vitesse relative entre le flux de gaz et la particule
$g$	Constante de gravitation
$\sigma$	Tension de surface de la particule

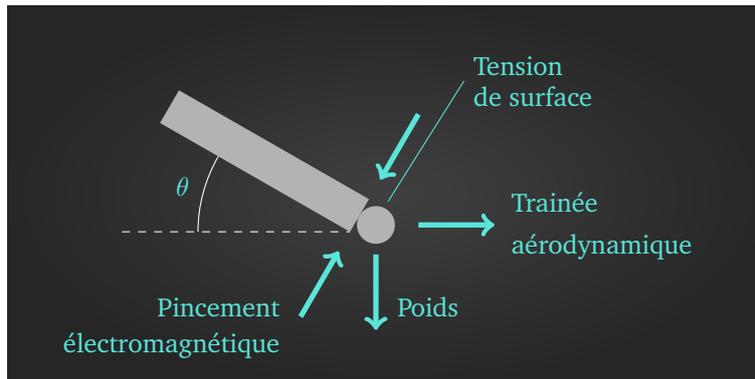


FIGURE 2.5 – Forces agissant sur une particule sur le point de se détacher de l'extrémité du fil, d'après Kelkar *et al.* [25]

### 2.2.4 L'atomisation secondaire

Une fois les particules séparées des fils, celles-ci sont accélérées par le flux de gaz par la force de trainée. Dans le cas de particules sphériques présentes au sein d'un gaz en écoulement, Rudinger ré-écrit la seconde loi de Newton pour définir l'accélération d'une particule avec l'équation 2.4 ci-après [158].

$$\frac{1}{6} \pi D^3 \rho_p \frac{du_p}{dt} = C_D \cdot \frac{1}{2} \rho_p (u_g - u_p) |u_g - u_p| \cdot \frac{1}{4} \pi D^2 \quad (2.4)$$

$D$	Diamètre de la particule sphérique
$\rho_g$	Densité du gaz
$\rho_p$	Densité de la particule
$u_g$	Vitesse d'écoulement du gaz
$u_p$	Vitesse de la particule
$C_D$	Coefficient de trainée de la particule

## Chapitre 2. Comportement des particules

Le coefficient de traînée de la particule est fonction du nombre de Reynolds, tel que Rudinger l'exprime avec l'équation 2.5. Dans ce cas, celui-ci s'établit au moyen de la différence des vitesses entre la particule et l'écoulement ainsi qu'à partir de la viscosité du gaz.

$$Re = \frac{\rho D |u - u_p|}{\mu} \quad (2.5) \quad \left| \begin{array}{l} \mu \text{ Viscosité dynamique du gaz} \end{array} \right.$$

Le phénomène d'atomisation secondaire consiste en la séparation des fragments de liquide résultant de l'atomisation primaire en goutellettes plus petites. Selon Dombroski et Johns, cette séparation intervient sous l'effet des turbulences engendrées par le mouvement relatif du gaz par rapport à la particule en fonction de la tension de surface de cette dernière [159].

Dans leurs travaux de modélisation de la projection arc-fil Kelkar et Heberlein ont repris un certain nombre de ces derniers travaux pour identifier les caractéristiques des particules à chacune des étapes de la projection. Pour l'atomisation secondaire, les auteurs ont repris une formule permettant de prédire la granulométrie finale. Cette formule prend la forme de l'équation 2.6 définissant le *MMD*, soit le diamètre moyen massique [25, 28]. En établissant une granulométrie en fraction massique en fonction du diamètre des particules, le *MMD* correspondant au diamètre de particule sous lequel réside 50 % de la masse totale des particules. L'annexe D donne plus d'informations concernant l'analyse des granulométries.

$$MMD = 7.44 \left( \frac{\rho_p}{\rho_g} \right)^{0.25} \left( \frac{\mu_p d}{\rho_p v_{rel}} \right)^{0.5} \quad (2.6) \quad \left| \begin{array}{l} MMD \text{ Mass Mean Diameter} \\ \mu_p \text{ Viscosité cinématique de la particule} \end{array} \right.$$

### 2.2.5 Oxydation des particules en vol

Durant une projection, la présence d'oxygène dans l'environnement autour des particules d'acier peut générer des oxydes de fer. Les particules possédant généralement des températures supérieures à la température de fusion de l'acier, une phase FeO dénommée Wuestite peut être engendrée par la réactivité accrue du fer dans ce domaine. Cette phase d'oxyde de fer est la plus stable pour les températures supérieures à 570 °C [160]. Newberry et Grant ont cependant identifié la présence d'oxyde de fer de phase Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, phase la plus stable dans les conditions atmosphériques, lors d'une analyse des poussières générées par une projection à l'arc-fil dans une enceinte close [104].

Le point de fusion de la wustite, inférieur à celui de l'acier (1377 °C) maintient cet oxyde dans un état liquide pendant le vol de la particule [161]. L'oxyde liquide se créant en surface tend à être entraîné par les turbulences au sein des particules jusqu'à former une émulsion d'acier et d'oxyde de fer. L'oxyde de fer n'étant pas passivant, la couche formée à l'extérieur ne protège pas la particule de l'oxydation, résultant en des taux d'oxydes plus ou moins importants en fonction des conditions de projection [104].

### 2.2.6 Morphologie du faisceau de particules

Le procédé arc-fil étant basé sur la génération d'un faisceau de particules par atomisation de fils consommables, puis sur l'accélération de ces particules au moyen d'un flux de gaz, une différence majeure de morphologie du faisceau est à noter par rapport aux autres procédés de projection thermique fonctionnant par injection de poudres.

Les sections précédentes ont fait état de l'atomisation hétérogène entre les deux fils ainsi que du croisement à l'intérieur du jet des particules provenant de chacun des fils. Dans cette optique, Newberry *et al.* ont relevé des différences de vitesse et de température des particules en fonction de leur position dans le jet. La figure 2.6 présente les variations relevées par les auteurs le long de l'axe de projection en utilisant de l'air ou du diazote en gaz d'atomisation. La figure 2.7 présente ces mêmes variations en fonction de la position radiale par rapport à l'axe du jet de particules, à différentes distances de projection [23].

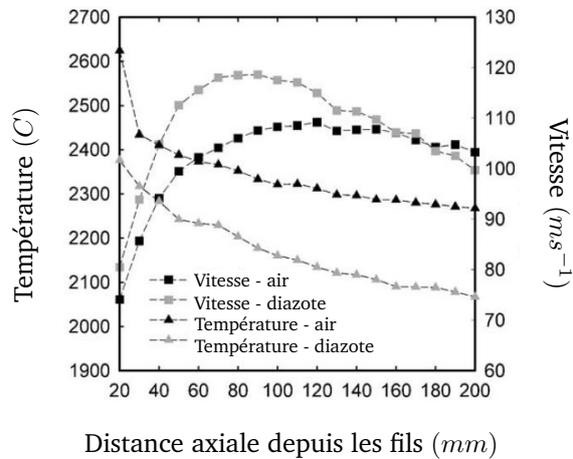


FIGURE 2.6 – Variations de température et de vitesse le long de l'axe de projection d'un système arc-fil, d'après Newberry *et al.* [23]

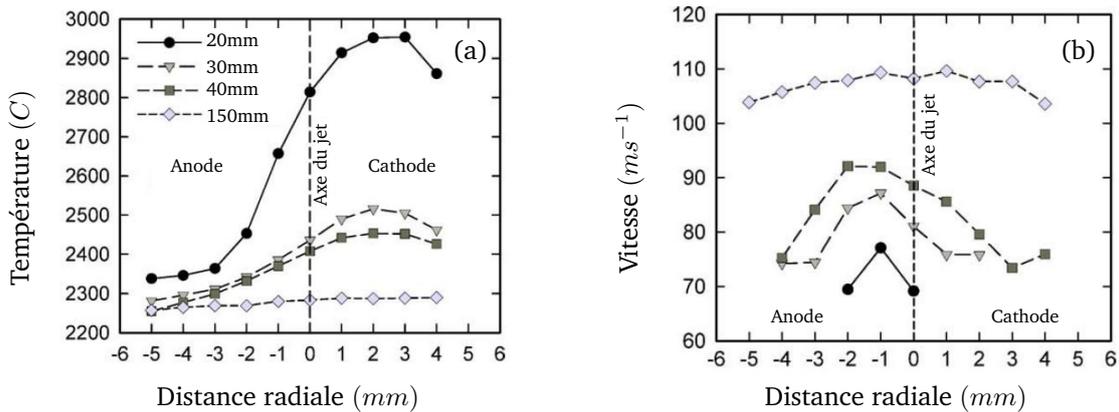


FIGURE 2.7 – Variations de température (a) et de vitesse (b) de particules selon la distance radiale par rapport à l'axe de projection, à différentes distances axiales par rapport aux fils, dans un système arc-fil, d'après Newberry *et al.* [23]

### 2.3 Méthodes Expérimentales

La détermination de l'histoire des particules, depuis leur création lors de l'atomisation jusqu'à la formation d'un revêtement, impose un certain nombre d'expérimentations, a minima une pour chaque stade de la vie de la particule.

Les expérimentations présentées dans ce chapitre ont été réalisées avec la torche de projection arc-fil pour parois internes de cylindres développée au LERMPS. Seront proposés les montages et procédures mises au point pour analyser les particules, en commençant par leur genèse avec une visualisation de l'atomisation des fils, puis en mettant en évidences les phénomènes de seconde atomisation au moyen de collectes de particules.

### 2.3.1 Modification de la torche de projection arc-fil pour cylindres LERMPS

Les expérimentations présentés dans cette section ont été réalisées avec la torche de projection à l'arc-fil rotative présentée en section 1.5.3.2. Les fils utilisés sont en acier  $\zeta$  faible taux de carbone (référence "Nertalic 70s" dont la composition est indiquée en section 4.3.2.1) de diamètre 1.6 mm.

La conception initiale de la buse de déviation présentait des soucis de colmatage sur la surface faisant face à l'arc électrique. La photographie de la figure 2.8 permet de visualiser le défaut.

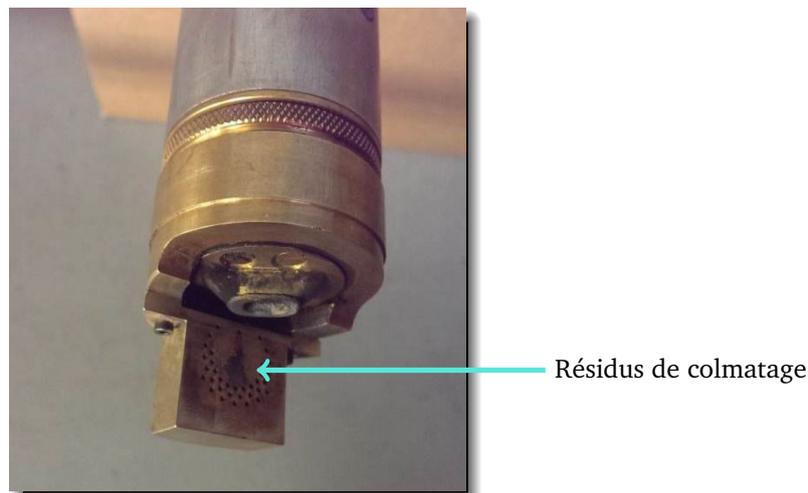


FIGURE 2.8 – Photographie de la buse de déviation dans sa conception initiale

L'origine du problème se trouve dans l'agencement des trous permettant d'orienter le flux de déviation : leur disposition en arc de cercle tend à créer une dépression en son centre. Cette dépression attire ainsi les particules vers cette zone spécifique et entraîne du colmatage du fait de la proximité avec l'arc. Ce colmatage, par accumulation d'un amas de plus en plus conséquent, peut à terme perturber dramatiquement le flux de déviation, jusqu'à mener à un comportement altéré de la torche.

Le remède a pris la forme d'une conduite, reliant l'arrière de la buse à la zone où le colmatage avait lieu, afin que la dépression soit compensée par la pression se trouvant sur la partie arrière de la buse.

### 2.3.2 Observation du comportement de l'atomisation primaire

#### 2.3.2.1 Dispositif expérimental

Il a précédemment été évoqué le comportement dissymétrique de l'arc électrique et les conséquences que cela peut entraîner sur la morphologie, la taille et le comportement des particules résultant de l'atomisation primaire.

Il existe principalement deux méthodes pour observer le comportement de l'arc électrique : par des moyens optiques plus ou moins directs ou par analyse du signal électrique entre les fils.

L'une des premières équipes à s'être penchée sur les corrélations entre le comportement du signal électrique et l'arc en lui-même est celle de Steffens [34]. En équipant un système arc-fil d'un oscillographe, cette équipe est parvenue à déterminer deux fréquences distinctes, à différentes amplitudes, sur la tension appliquée entre les fils. De leurs observations, ils ont tiré les conclusions citées dans la section 2.2.1 précédente.

Les observations optiques sont quant à elles fréquemment réalisées au moyen de caméras rapides, dont les fréquences d'acquisition peuvent aller jusqu'aux 40 000 images par seconde. Afin de s'affranchir de la forte luminosité dégagée par l'arc électrique, des filtres sont le plus souvent nécessaires. Une autre méthode consiste à placer un système d'éclairage en opposition de la caméra lui permettant de capturer l'ombre du système [27, 32, 42].

Dans le cadre des travaux présentés ici, l'observation du comportement de l'atomisation primaire a été réalisée au moyen d'un dispositif SprayCam (Control Vision Inc., Green Valley, USA) fonctionnant sur le principe de l'ombroscopie [83].

La figure 2.9 dévoile le montage réalisé pour l'opération : la torche de projection, dépouillée de sa buse de déviation, est positionnée dans le plan focal du système SprayCam, composé d'une caméra et d'un LASER faisant face l'un à l'autre. Le LASER émettant en direction de la caméra, cette dernière visualise l'ombre des fils, ici orientés de sorte à ce que les deux se trouvent l'un au dessus de l'autre, toujours dans le plan focal de la caméra. La fréquence d'acquisition de la caméra est de 20 images par secondes, avec un temps d'acquisition pour chaque image de 50 nanosecondes.

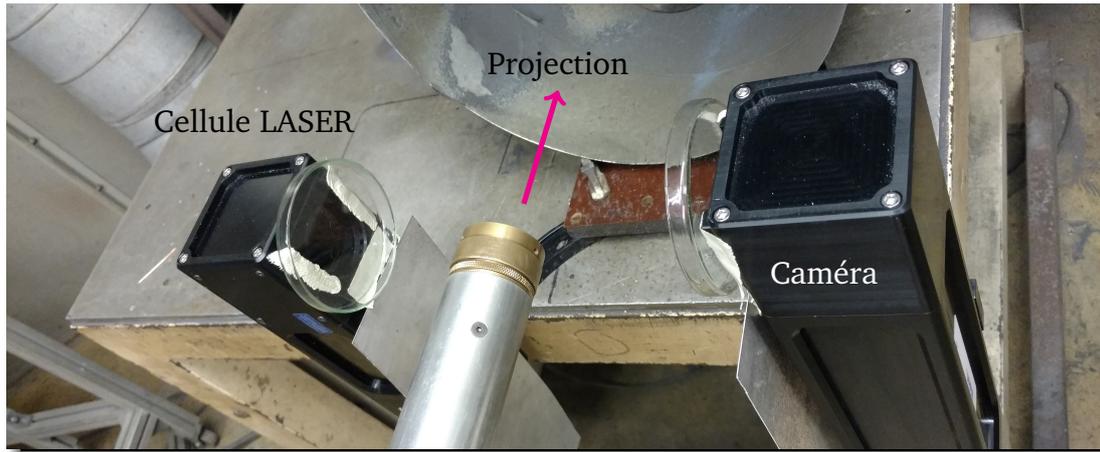


FIGURE 2.9 – Montage réalisé pour l'observation des mécanismes d'atomisation primaire au moyen d'une SprayCam

### 2.3.2.2 Définition du plan d'expérience

**Choix du plan d'expérience :** L'intention étant de visualiser l'influence des paramètres du procédé (tension électrique, intensité et débit de gaz d'atomisation) sur le comportement de l'atomisation primaire, un plan expérimental de type Box-Behnken a été mis en place avec ces trois paramètres. Le débit d'atomisation est piloté par la pression en entrée de torche, Bolot démontrant la corrélation directe existant entre les deux grandeurs [24]. Le tableau 2.1 indique les différentes conditions observées sous forme condensée. L'annexe B donne plus d'informations concernant les plans expérimentaux. A noter que le point central a été relevé au début, au milieu ainsi qu'à la fin des expérimentations afin de vérifier si une dérive a eu lieu pendant les opérations.

Les conditions aux points extrêmes du plan d'expérience pouvant mener la torche à présenter un comportement à la limite de la stabilité, des protections ont été fixées sur les parties les plus sensibles de la SprayCam pour sécuriser le montage.

TABLE 2.1 – Conditions de projection du plan d'expérience Box-Behnken avec la caméra SprayCam

Expérimentations	Pression Atomisation	Tension	Intensité
	<i>Bars</i>	<i>Volts</i>	<i>Ampères</i>
# 01 - 04	4 - 6	32 - 38	175
# 05 - 08	4 - 6	35	150 - 200
# 09 - 12	5	32 - 38	150 - 200
Points Centraux	5	35	175

A partir des observations de l'atomisation au moyen de la SprayCam, 100 images ont été analysées pour chaque condition de projection. Les analyses ont été réalisées avec le logiciel ImageJ afin d'estimer les dimensions, la forme et la position des particules par rapport à l'axe de projection. Ainsi, environ 2 500 particules ont été détectées et analysées pour chaque condition. A noter toutefois que seules les particules dont l'aire est supérieure à 50 pixels, soit l'équivalent d'une particule ronde d'un diamètre approximatif de  $60 \mu m$ , ont été prises en compte par l'algorithme de traitement des images. Ce choix a été fait afin d'éviter que les particules les plus petites, nécessairement rondes sous les effets de la tension de surface, n'influence exagérément l'analyse et la comparaison des particules.

**Définition du critère de diamètre équivalent :** La taille des particules a été estimée à partir de l'aire reconnue par ImageJ pour chaque particule. Ce logiciel permet en effet de mesurer le nombre de pixels couverts par une particule. En établissant l'échelle des images grâce à l'ombre des fils (de diamètre  $1.6 mm$ ) et en faisant l'approximation que toutes les particules sont rondes (uniquement pour ce critère), un diamètre de particule équivalent a été déterminé au moyen de l'équation 2.7.

$$D_{eq} = \sqrt{Aire_{pixels} * \left( \frac{D_{fil \text{ en } \mu m}}{D_{fil \text{ en } pixels}} \right)^2 * \left( \frac{4}{\pi} \right)} \quad (2.7)$$

**Définition du critère de répartition spatiale :** La section 2.2.2 précédente indique, selon les modes d'atomisation en présence, que les particules peuvent présenter des trajectoires dans l'axe de la projection ou formant un angle avec celui-ci. Afin de rendre compte de ce comportement, la répartition spatiale des particules a été estimée. Celle-ci a été traduite au moyen de la distance par rapport à l'axe de projection. Le logiciel ImageJ sachant déterminer la position du centre de chacune des particules dans le repère des images selon des coordonnées cartésiennes, et la projection étant réalisée horizontalement, soit selon l'axe  $x$  des images, la distance par rapport à l'axe de projection de chaque particule est déterminée avec l'équation 2.8.

$$Distance_{axe} = |Y_{centre \text{ particule}} - Y_{axe \text{ projection}}| \quad (2.8)$$

**Définition du critère de circularité :** La section 2.2.2 indique que les différents modes d'atomisation primaires peuvent être classés en fonction du nombre de Weber. Ce dernier établi un rapport des forces entre l'inertie et la tension superficielle des particules (cf. annexe A). Dans le cas où la tension superficielle est élevée (correspondant à de faibles nombres de Weber), la particule a une tendance à être ronde. Ainsi, le critère de circularité d'ImageJ, défini par l'équation 2.9, a été relevé pour chaque particule [162].

$$Cir = 4\pi \frac{Aire}{Perimetre^2} \quad (2.9)$$

Selon cette équation, une particule parfaitement ronde rendra une circularité de 1, tandis qu'une particule grandement déformée (présentant un nombre de Weber élevé) rendra une faible circularité.

**Définition du critère de forme :** Afin de caractériser les filaments pouvant se trouver dans le faisceau de particules, un ratio de forme a été relevé. ImageJ définit ce ratio de forme, dénommé  $AR$ , avec l'équation 2.10, en estimant pour chaque particule la plus petite ellipse pouvant encadrer celle-ci [162].

$$AR = \frac{\text{Axe Majeur}}{\text{Axe Mineur}} \quad (2.10)$$

**Application d'une pondération :** Il est à noter qu'il convient de ne pas considérer toutes les particules de la même façon, du fait des dimensions respectives de celles-ci. Bien que seules les particules couvrant un nombre de pixels minimum aient été relevées par ImageJ, il convient de considérer le flux de matière général plutôt que chaque particule indépendamment. Ce dernier point revient à considérer non pas un nombre de particules impactant le substrat par unité de temps mais un flux de matière se déposant sur le substrat par unité de temps. Ainsi, une pondération correspondant à la fraction volumique de chaque particule a été appliquée sur les trois critères que sont la répartition spatiale, la circularité et le ratio de forme des particules, telle que définie par l'équation 2.11.

$$\text{Critere}_{particule} = \text{Critere} * f_{vol\ particule} \quad (2.11)$$

En dernier lieu, les données récupérées de l'analyse des images SprayCam ont été traitées au moyen du logiciel MODDE (Umetrics, Umea, Suède) pour l'interprétation des résultats du plan d'expérience.

### 2.3.3 Mise en évidence des phénomènes de seconde atomisation

Afin de quantifier les granulométries de particules générées par la torche, la méthode la plus simple est de collecter ces particules. Une méthode pour réaliser ces collectes est décrite par Liao *et al.* ainsi que par Pourmousa [29, 91] :

Une projection est réalisée en direction d'un conteneur d'eau, permettant aux particules de refroidir et ralentir sans subir d'écrasement. L'eau est ensuite évacuée pour récupérer les particules, les nettoyer au moyen d'un solvant puis les sécher. La poudre ainsi obtenue peut par la suite être observée et éventuellement mesurée au moyen d'un appareil adapté.

Dans le cadre des expérimentations ici proposées, trois techniques ont été confrontées pour la collecte des particules, au moyen d'eau, de glace et de paraffine.

Dans le cas de la collecte dans l'eau, une méthodologie similaire à celles de Pourmousa et de Liao est utilisée. Après projection dans l'eau, la boue est récupérée au moyen d'un filtre. Ce dernier est ensuite rincé avec de l'éthanol. Les particules collectées sont finalement séchées dans une étuve à 80 °C.

La première méthode avec l'eau imposant des distances de projection peu représentatives de celles mises en œuvre lors de la projection dans les fûts de carter-cylindre, la paraffine a été testée pour servir de média de collecte. L'avantage supposé de la méthode est de pouvoir observer des phases d'oxydes dans les particules plus fidèles vis-à-vis de celles devant se former dans les particules en vol, telles que décrites dans la section 2.2.5.

Ainsi, en orientant la torche en direction d'un récipient contenant la paraffine, les particules se retrouvent enchâssées dans la cire sous l'action de l'énergie cinétique et thermique qu'elles possèdent. Ensuite, la paraffine avec les particules est fragmentée en morceaux pouvant être dissouts à l'éther de pétrole.

Pendant, la séparation des particules de la paraffine n'est pas aussi franche que dans le cas de la projection dans l'eau, générant des amas de particules (cf. section 2.5.4.4). La représentativité des mesures n'est donc pas suffisante pour pouvoir comparer les granulométries entre conditions opératoires.



FIGURE 2.10 – Montage réalisé pour la collecte de particules au moyen de glace

Toujours dans l'optique de réduire la distance de projection par rapport aux expérimentations avec de l'eau liquide, une dernière piste envisagée a été de recourir à de la glace d'eau, bien moins sensible aux turbulences des jets de gaz et de laquelle les particules peuvent être aisément séparées. Un comparatif des différents médias de collecte est proposé en fin de chapitre.

La figure 2.10 présente le montage utilisé pour collecter les particules dans la glace : sur une potence un récipient contenant de la glace d'eau a été fixé, avec une légère orientation donnée en direction du sol. La torche est positionnée de façon à ce que le flux de particules venant se piéger dans la glace en liquéfaction sous l'effet de la chaleur puisse couler dans le conteneur vide placé sous l'ensemble. Une fois la collecte effectuée, les particules ont été récupérées en positionnant un aimant dans un sac en plastique, dénué d'électricité statique. Ce sac, avec l'aimant à l'intérieur, a été plongé dans l'eau afin que les particules s'agglomèrent sur sa surface. Puis le sac est positionné au-dessus d'un bûcher vide dans lequel les particules tombent en enlevant l'aimant du sac et après rinçage à l'éthanol. L'éthanol a par la suite été évacué par évaporation.

Une fois les particules récupérées, les granulométries sont mesurées au moyen d'un granulomètre LASER Malvern MASTERSIZER 2000 (Malvern, UK), utilisé avec sa sonde de détection par voie sèche. Les résultats proposés sont la moyenne de trois mesures consécutives que réalise le dispositif.

## 2.4 Mécanismes d'atomisation primaire - Atomisation des fils

### 2.4.1 Observations des clichés SprayCam

En premier lieu les observations avec la SprayCam permettent de rendre compte des fluctuations de l'arc électrique pendant les projections. Comme l'ont expliqué plusieurs équipes de recherche jusqu'à présent l'arc présente une tendance à se déplacer au gré de l'atomisation de l'extrémité des fils [27, 34, 163] :

Dans un premier temps, l'arc s'initialise au niveau de la plus courte distance entre les deux fils, respectant la loi d'Ohm, tel que le présente la photographie de gauche de la figure 2.11 où l'arc correspond à la zone blanche entre les deux fils.

Par la suite, l'arc suit les mouvements de la matière fondue sous l'effet des différents efforts s'appliquant sur les baignoires de fusion. L'apogée de son extension se produit au moment de l'éjection de la matière lorsque l'équilibre des forces est rompu et que l'atomisation se produit. La photographie de droite de la figure 2.11 propose un exemple d'arc à son extension maximale.

Enfin, l'éjection de matière rompant la continuité du circuit électrique, l'arc s'éteint après avoir atteint sa longueur maximale, puis se régénère tel que décrit précédemment, formant ainsi un cycle et se traduisant par des fluctuations de la tension électrique entre les fils.

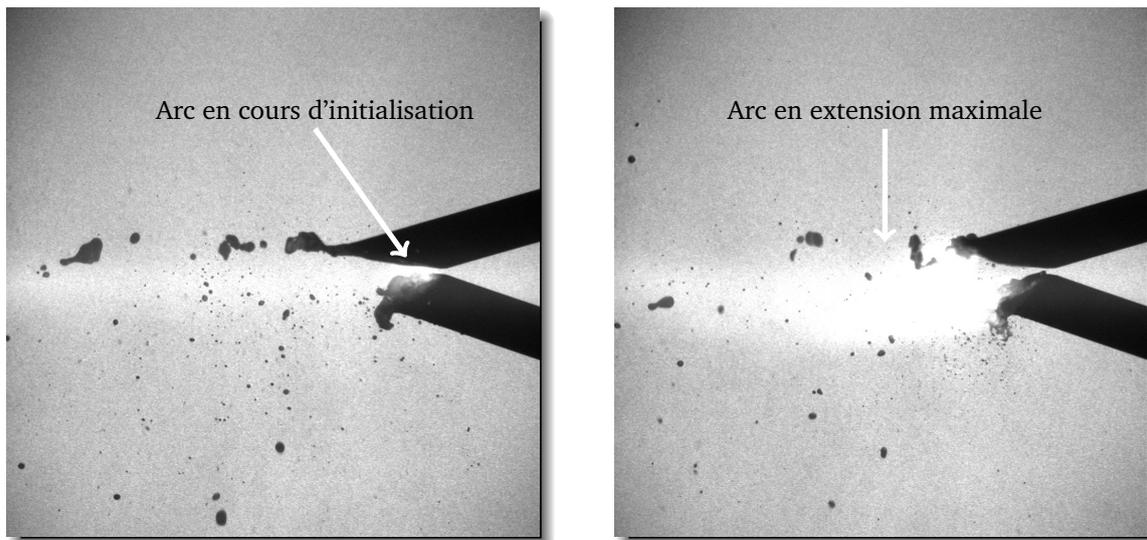


FIGURE 2.11 – Visualisation au moyen d’une SprayCam de la variation de l’arc électrique au cours d’une projection. A gauche, l’arc en cours d’initialisation. A droite, l’arc à son extension maximale.

Le temps d’acquisition de la SprayCam ainsi que les faibles vitesses atteintes par les particules juste après l’atomisation permettent également d’observer certaines étapes de l’atomisation primaire. En particulier, apparaissent nettement sur les clichés la différence de comportement entre l’anode et la cathode, ainsi que le cycle d’atomisation des filaments provenant de l’anode.

Concernant ce dernier point les photographies de la figure 2.12 présentent, dans l’ordre :

- La génération d’un filament de matière sur l’extrémité de l’anode. Le bain de fusion, engendré par le pied d’arc plus large sur cette électrode, se retrouve expulsé par les efforts de cisaillement du flux de gaz ;
- La séparation du filament du reste de l’extrémité de l’anode ;
- La seconde atomisation d’un filament sous les effets conjugués des turbulences dans la particule et des efforts appliqués par le flux de gaz.

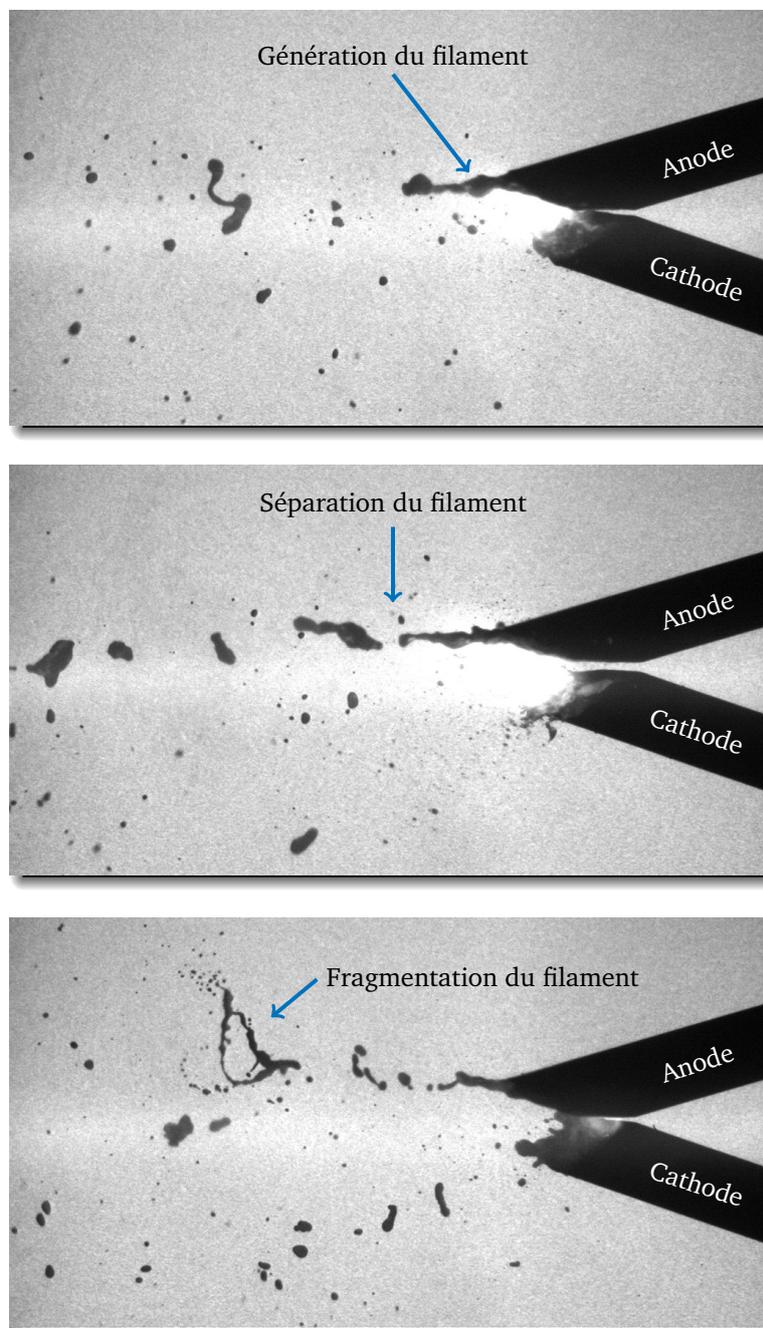


FIGURE 2.12 – Photographies SprayCam des étapes d’atomisation des filaments générés par l’anode. De haut en bas, la génération du filament, son détachement de l’anode et son atomisation secondaire

En ce qui concerne la différence de comportement entre l'anode et la cathode, la photographie de la figure 2.13 donne un exemple des comportements à l'atomisation différents entre l'anode et la cathode.

Comme la littérature l'indique au travers des différences de pied d'attache de l'arc électrique entre l'anode et la cathode (cf. section 2.2.1), la photographie de la figure 2.13 montre la tendance de l'anode à former de longs filaments de matière tandis que la cathode s'atomise en générant des particules plus fines. Cette différence se constate encore au niveau du faisceau de particules, juste après cette atomisation primaire. La partie haute du faisceau se compose de grosses particules, aux formes accidentées, alors que la partie basse est composée de particules plus petites et rondes.

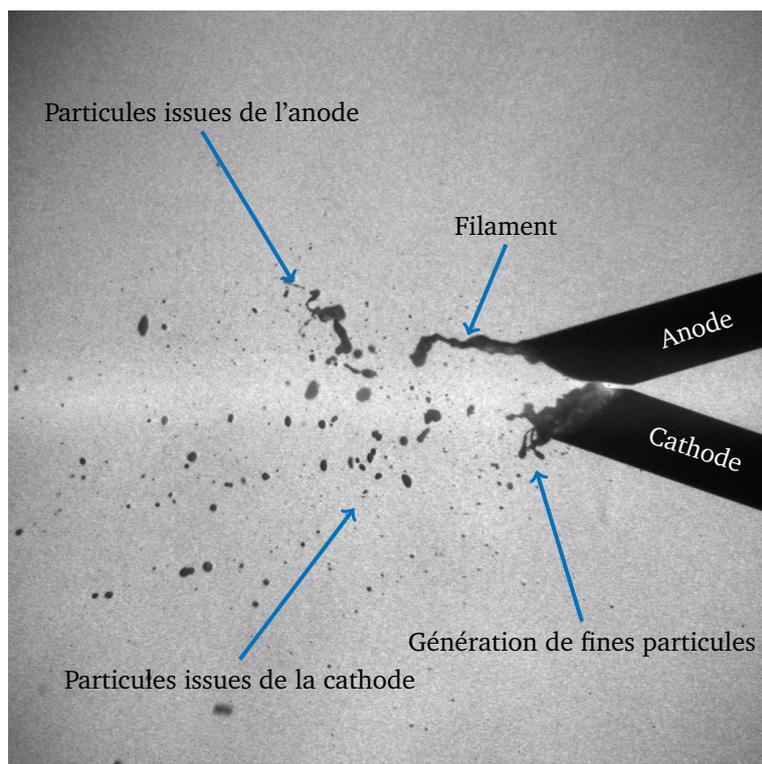


FIGURE 2.13 – Photographies SprayCam montrant la différence de comportement à l'atomisation entre l'anode (en haut) et la cathode (en bas)

## 2.4.2 Influences des paramètres - Analyse du plan d'expérience

### 2.4.2.1 Méthode d'analyse des résultats

Bien que la méthodologie des plans d'expérience permette théoriquement de calculer des effets pour l'ensemble des facteurs sur l'ensemble des réponses, une analyse statistique supplémentaire est nécessaire pour évaluer la pertinence des résultats. Cette analyse statistique passe en particulier par la détermination, pour chaque effet calculé, d'un critère noté P. Ce critère, établi sur une plage de 0 à 1, donne un seuil de confiance vis-à-vis du rejet de l'hypothèse statistique selon laquelle l'effet calculé ne serait pas significativement différent de 0. Dans le cas présent, en définissant un seuil de confiance à 95 % (valeur la plus couramment admise dans les cas d'ingénierie), cela implique que la valeur P d'un effet calculé doit être inférieure à 0.05 pour que l'on puisse rejeter l'hypothèse statistique nulle.

Deux autres critères sont calculés par le logiciel pour quantifier la qualité du modèle : les  $R^2$  et  $Q^2$ . Tout deux rendent des valeurs comprises entre 0 et 1 (le  $Q^2$  peut cependant prendre des valeurs négatives pour des modèles de très maigre qualité). Le critère  $R^2$  est calculé à partir de l'écart entre le modèle obtenu par régression et chacun des points expérimentaux. Un critère  $R^2$  proche de 1 signifie que le modèle offre une bonne correspondance avec les points expérimentaux. Le critère  $Q^2$  permet quant à lui

de jauger le potentiel de prédiction du modèle. Un critère  $Q^2$  proche de 1 indique que le modèle propose des prédictions de résultats justes pour des conditions non réalisées expérimentalement.

Pour expliciter ce point, l'analyse des diamètres équivalents des particules sera plus détaillée que les analyses des autres critères.

### 2.4.2.2 Résultats sur le diamètre équivalent

La figure 2.14 montre les résultats bruts tirés du logiciel d'analyse en ce qui concerne les effets des paramètres de projection sur le diamètre équivalent des particules. Sur cette figure, les mentions *facteur\*facteur* indiquent les effets quadratique dudit facteur, tandis que les mentions *facteur1\*facteur2* indiquent les effets des interactions entre les deux facteurs nommés. Les barres de l'histogramme indiquent les valeurs des coefficients du modèle correspondant à chaque terme, centrés et mis à l'échelle (cela signifie que l'on ne considère pas les niveaux réels des paramètres mais leurs niveaux codés). Les plages proposées sur chaque barre de l'histogramme indiquent l'incertitude sur les coefficients déterminés. Ces incertitudes sont directement basées sur les critères P, reportés en haut de la figure, dans le sens où dans le cas d'un critère P inférieur à 0.05 (indiquant que l'on peut rejeter l'hypothèse nulle), l'incertitude ne croise pas l'axe  $y = 0$  et donc le coefficient est digne de confiance au seuil défini.

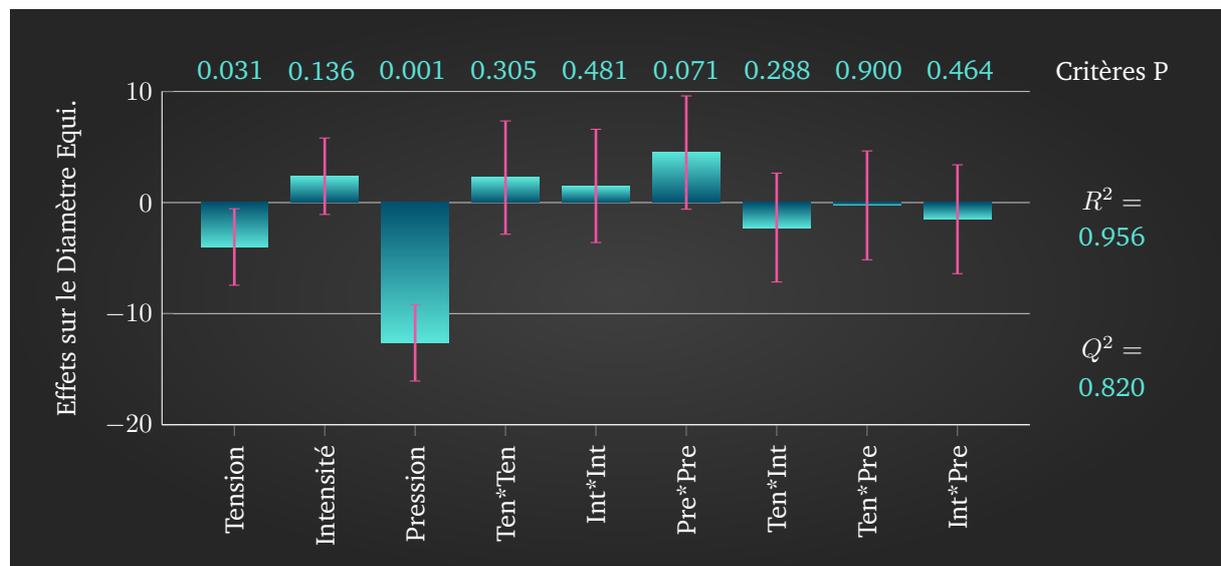


FIGURE 2.14 – Effets bruts des paramètres de projection sur le diamètre équivalent des particules après atomisation primaire

En premier aperçu, le modèle sous cette forme contient plusieurs termes dont les coefficients ne sont pas statistiquement valables (critères P nettement supérieurs au seuil 0.05 choisi). Pour affiner le modèle, ces termes peuvent être supprimés de l'étude, le but étant d'accroître la justesse du modèle. Bien que le  $R^2$  diminue nécessairement en supprimant des termes (diminution des degrés de liberté du modèle), le  $Q^2$  peut en revanche croître et décroître en fonction des termes supprimés. Le bénéfice de cet ajustement est également de pouvoir améliorer la pertinence des termes dont le critère P est proche mais supérieur à 0.05 et d'estimer plus précisément la valeur des coefficients statistiquement représentatifs.

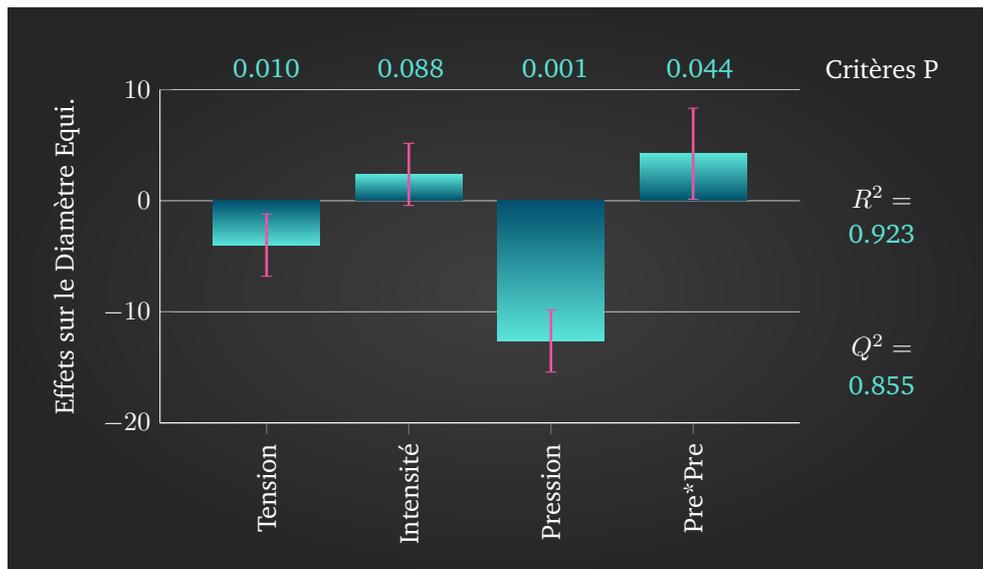


FIGURE 2.15 – Effets ajustés des paramètres de projection sur le diamètre équivalent des particules après atomisation primaire

Une fois les ajustements réalisés au niveau du choix des termes à inclure dans le modèle final, les résultats de l'analyse sont résumés sur la figure 2.15. Dans le cas de l'intensité, bien que l'incertitude de l'effet croise l'axe des Y, le critère P demeure au voisinage du seuil des 0,05. Celui-ci est donc conservé dans l'étude. Une retenue devant tout de même être de rigueur lors de l'interprétation de cet effet dans le sens où l'hypothèse nulle ne peut être rejetée dans ce cas qu'avec un seuil de confiance inférieur à 95 %. L'équation 2.12 du modèle ajusté reprend les coefficients sous leur forme initiale sans mise à l'échelle.

$$D_{eq} = 439.1 - 1.333*{Tension} + 0.095*{Intensite} - 54.95*{Pression} + 4.23*{Pression}*{Pression} \quad (2.12)$$

Afin de traduire concrètement ces différents effets sur le diamètre équivalent moyen des particules, la figure 2.16 présente les valeurs prises par la réponse en fonction des niveaux des paramètres de projection. Les trois graphiques correspondent aux niveaux bas, médian et haut de l'intensité (de gauche à droite), avec pour chaque graphique la pression en abscisse et la tension en ordonnée.

Il peut être d'ores et déjà souligné l'effet prédominant de la pression sur le diamètre équivalent des particules, dont le terme quadratique se traduit par la courbure de certaines lignes de niveau sur les graphiques de la figure 2.16.

### 2.4.2.3 Interprétation des résultats sur le diamètre équivalent

**Effets de la pression :** Une explication de l'effet majeur de la pression du flux de gaz sur le diamètre équivalent des particules peut se trouver au niveau des efforts appliqués par le flux de gaz sur les bains de fusion à l'extrémité des fils :

Reprenant l'équation d'Amson (cf. section 2.2.3), quatre forces sont considérées dans les mécanismes d'atomisation des fils dont l'un des termes dépend en particulier des paramètres du flux de gaz. Celui-ci est repris dans l'équation 2.13. Ce terme, correspondant à un effort de cisaillement du flux de gaz sur les bains de fusion, est principalement dépendant de la vitesse relative entre les deux milieux ainsi que de la taille de la particule considérée.

$$F_{cisaillement} = \frac{1}{2} C_D \rho_g (v_{rel})^2 A_p \cos(\theta) \quad (2.13)$$

Rappelons que l'équation d'Amson est une équation d'équilibre, soit une équation s'appliquant dans un régime statique [25]. De plus, la pression et la vitesse d'un flux de gaz sont étroitement liées, tel que Wang *et al.* le détaillent au moyen de l'équation de Bernoulli [51]. Or une augmentation de la pression et donc de la vitesse du flux de gaz a pour conséquence d'accroître la valeur de la force de cisaillement. En considérant que l'intensité demeure constante ainsi que la tension de surface de la particule, l'équilibre de l'équation d'Amson ne peut se faire que par la diminution du diamètre  $a$  de la particule.

**Effets de l'intensité :** Bien que ces résultats soient statistiquement moins fiables que pour les cas de la pression et de la tension, le diamètre équivalent des particules augmente lorsque l'intensité augmente. Les sections 2.2.1 et 2.4.1 indiquent que les fragments de matière se détachant des fils ont une tendance à prendre la forme de filaments, tout particulièrement au niveau de l'anode. En ce sens, l'intensité influence la longueur de ces filaments avant qu'ils ne se détachent des fils [32]. Or, le diamètre équivalent décrit dans cette étude étant basé sur l'évaluation du volume des particules (cf. section 2.3.2.2) dans lequel la longueur des filaments intervient, une augmentation de l'intensité accroît de fait le diamètre équivalent des particules.

**Effets de la tension :** L'origine des effets de la tension est cette fois à chercher du côté de la température des particules. Newbery *et al.* ont démontré qu'une augmentation de la tension entre les fils entraîne une augmentation de la température des particules de façon quasi-linéaire [23]. Or, un certain nombre de travaux ont également démontré que la tension superficielle de l'acier en fusion dépend de la température du matériau dans le sens où la tension superficielle diminue lorsque la température croît [164]. En conclusion, l'augmentation de la tension électrique entre les fils présenterait une tendance à faire diminuer la tension superficielle des bains de fusion à l'extrémité des fils.

Dans ce contexte, l'équation d'Amson voit ainsi son terme de maintien de la particule sur le fil, terme dépendant de la tension superficielle, décroître lorsque la tension électrique augmente. Pour satisfaire la condition d'équilibre, à paramètres de projection constants, la taille de la particule doit ainsi décroître lorsque la tension électrique augmente.

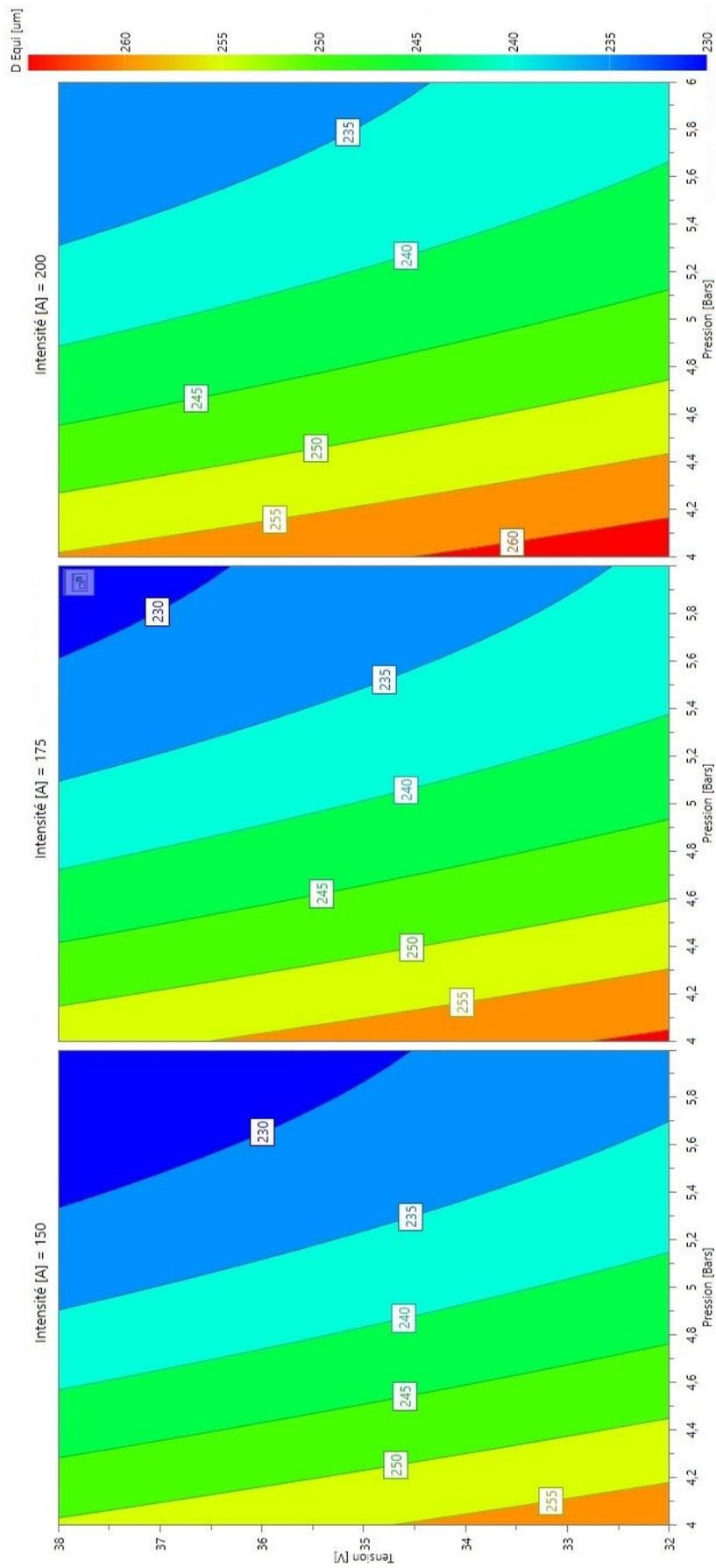


FIGURE 2.16 – Graphiques d'influence des paramètres de projection sur le diamètre équivalent des particules après atomisation primaire

#### 2.4.2.4 Résultats sur la répartition spatiale des particules

Après ajustement des termes du modèle comme pour le cas précédent, la figure 2.17 résume les résultats de l'analyse.

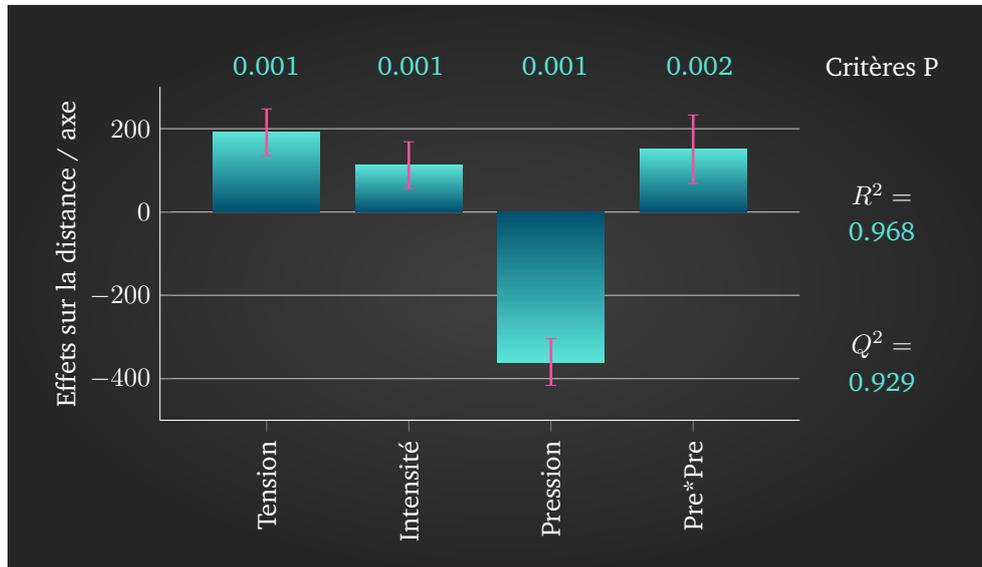


FIGURE 2.17 – Effets ajustés des paramètres de projection sur la répartition spatiale des particules après atomisation primaire

L'équation 2.14 indique la forme finale du modèle concernant la distance moyenne des particules par rapport à l'axe de projection. Une représentation de ce modèle, selon le même schéma que la figure 2.16 précédente, est donnée dans la figure 2.18.

$$Distance_{axe} = 3874 + 63.8 * Tension + 4.5 * Intensite - 1867 * Pression + 150.7 * Pression * Pression \quad (2.14)$$

Dans le cas présent, bien que la pression présente une nouvelle fois une influence plus importante que la tension et l'intensité, les effets de ces deux derniers facteurs ne sont pour autant pas négligeables.

#### 2.4.2.5 Interprétation des résultats sur la répartition spatiale des particules

**Effets de la pression :** La section 2.2.2 indique que la littérature catégorise les différents modes d'atomisation primaire par rapport au nombre de Weber  $We$  du flux de gaz. Ce nombre adimensionné fait intervenir la vitesse du flux de façon quadratique. La pression et la vitesse du flux étant liés (cf. section 2.4.2.3), l'augmentation de la pression augmente le nombre de Weber. La conséquence est de rendre le mode d'atomisation plus proche du mode non-axisymétrique, dispersant plus largement les particules par rapport à l'axe de projection.

**Effets de l'intensité :** Deux études menées par Hussary et Heberlein indiquent que :

- l'augmentation de l'intensité augmente la longueur des filaments de matière à l'extrémité des fils avant que ceux-ci ne se détachent [32] ;
- en considérant que le flux d'atomisation est modélisé par un cas de flux contournant un obstacle (*i.e.* les fils et l'arc), celui-ci génère des tourbillons sous la forme de tourbillons dans la zone située après l'arc. Ces tourbillons entraînent les filaments demeurant maintenus aux extrémités des fils de sorte à leur imposer des mouvements de battement provoquant l'atomisation de particules selon des directions plus ou moins aléatoires par rapport à l'axe de projection [27].

Un parallèle peut être tracé avec un cas de mécanique des fluides bien documenté qui est l'étude bidimensionnelle de battement d'un drapeau soumis à un flux de gaz unidirectionnel. Michelin *et al.* indiquent que l'angle formé par le drapeau en un point est lié à la courbure de celui-ci, implicitement liée à sa longueur [165]. En introduisant que les particules se détachant de l'extrémité des filaments (position où les efforts de tension sont les plus importants) sont libérées dans la direction pointée par cette extrémité (soit l'angle formée avec l'axe de la projection), une plus grande longueur de filament obtenue avec une plus grande intensité implique une plus grande disparité spatiale des particules.

**Effets de la tension électrique :** Hussary et Heberlein notent, au travers d'observations des mécanismes d'atomisation primaire, qu'une augmentation de la tension électrique tend à accroître la longueur maximale de l'arc en extension (ayant lieu lors de la génération des filaments à l'extrémité des fils tel que rapporté par la section 2.2.1) [32]. Leurs expérimentations les poussent à observer que cette augmentation de la longueur maximale de l'arc limite les effets des tourbillons se trouvant en aval de celui-ci. Les résultats obtenus dans le cas présent tendent à démontrer le phénomène inverse puisqu'une augmentation de la tension électrique augmente la disparité spatiale des particules. En revanche, les auteurs rapportent également la présence plus marquée d'un mode d'atomisation en membrane en augmentant la tension électrique. En établissant que, dans le cas présent, la tension électrique et la longueur des filaments sont liés, un raisonnement similaire à celui détaillé dans les effets de l'intensité peut être mené.

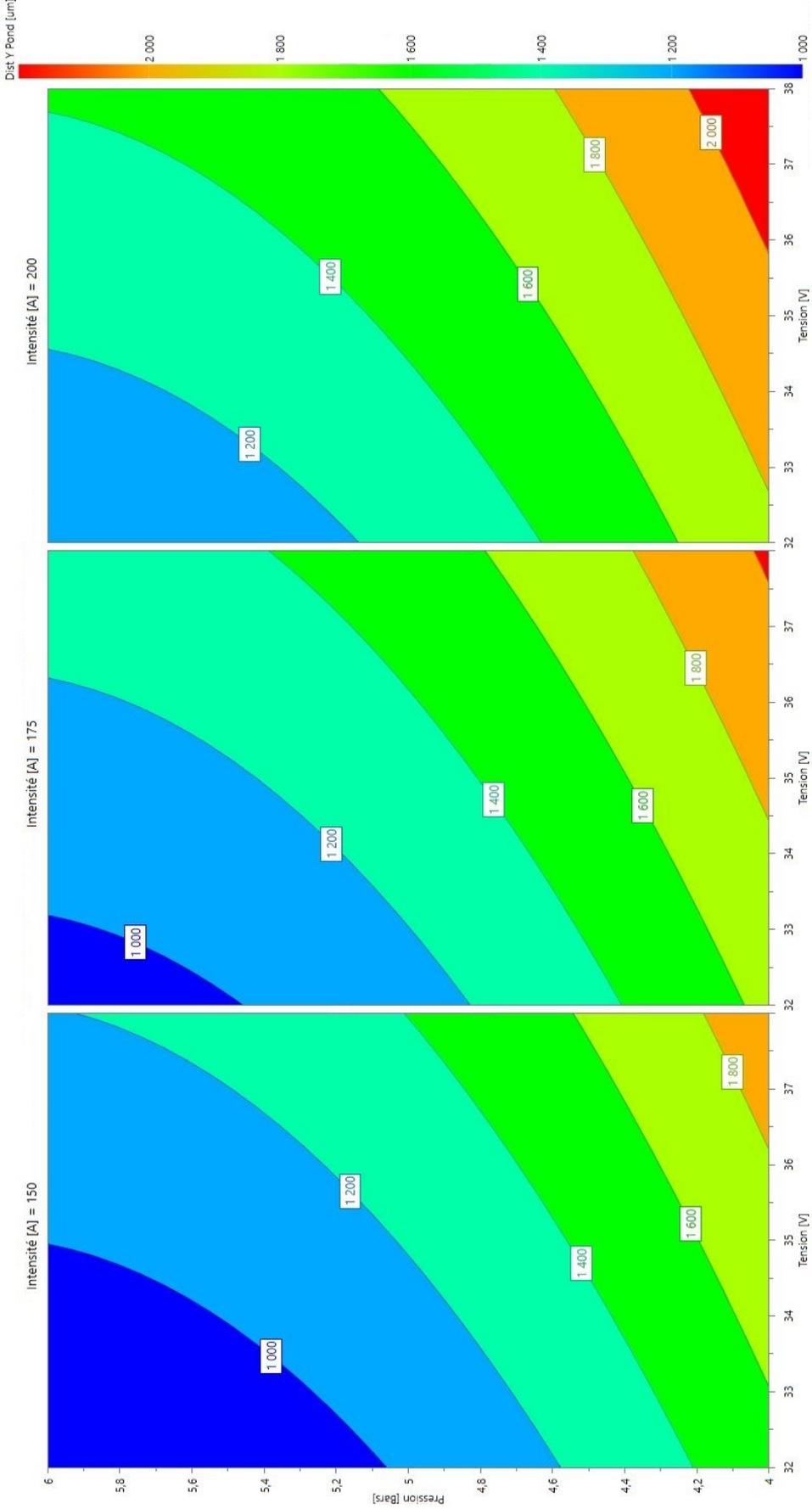


FIGURE 2.18 – Graphiques d’influence des paramètres de projection sur la répartition spatiales des particules après atomisation primaire

**Résultats sur les critères de description de forme des particules :** Après ajustement des termes du modèle, les figures 2.19 et 2.20 présentent les résultats de l'analyse concernant la circularité et le ratio de forme des particules respectivement.

Dans le cas de la circularité, bien que l'incertitude sur le terme linéaire de la tension indique que celui-ci aurait dû être supprimé de l'étude, celui-ci a été conservé afin de ne pas faire sombrer les capacités de prédiction du modèle. Une attention particulière sera cependant de mise à son sujet lors des interprétations.

Dans le cas du ratio de forme, le terme linéaire de l'intensité est conservé afin de respecter la hiérarchie du modèle car l'intensité apparaissant au travers de deux termes du second ordre (l'effet quadratique de l'intensité et une interaction avec la pression), l'effet de premier ordre de l'intensité doit être conservé dans le modèle.

De façon similaire aux cas précédents, les équations 2.15 et 2.16 indiquent respectivement la forme finale des modèles concernant les effets des paramètres opératoires sur la circularité et le ratio de forme des particules. La figure 2.22 présente une représentation du modèle concernant la circularité. A la différence des autres représentations de modèles de cette section, la figure 2.21 illustre la surface de réponse du ratio de forme des particules en fonction des seules paramètres que sont l'intensité et la pression. La tension n'ayant aucune influence significative du point de vue statistique, il n'est pas pertinent de l'inclure dans la représentation de ce modèle.

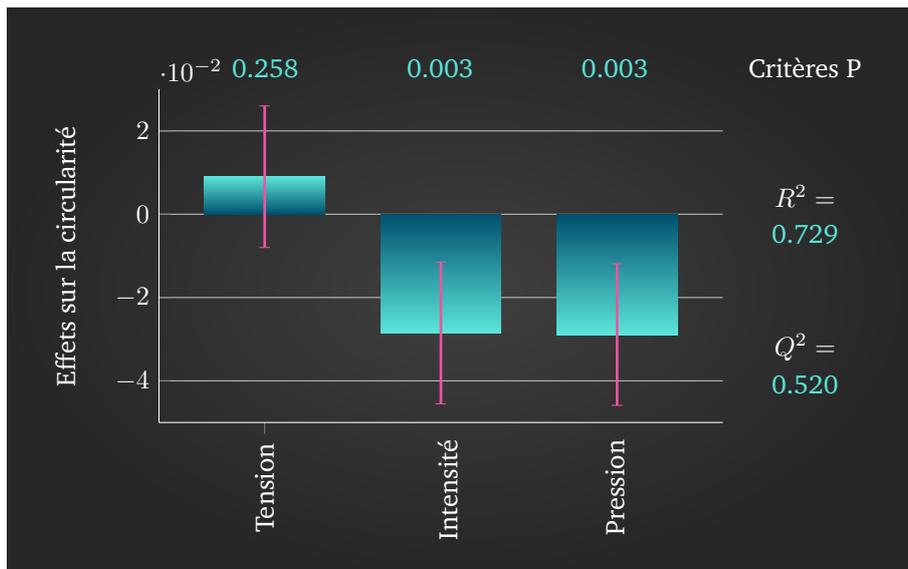


FIGURE 2.19 – Effets ajustés des paramètres de projection sur la circularité des particules après atomisation primaire

$$Cir = 0.803 + 0.003 * Tension - 0.001 * Intensite - 0.029 * Pression \quad (2.15)$$

$$AR = 2.188 - 0.02 * Intensite + 0,5 * Pression + 9.5e^{-5} * Intensite * Intensite - 0,002 * Intensite * Pression \quad (2.16)$$

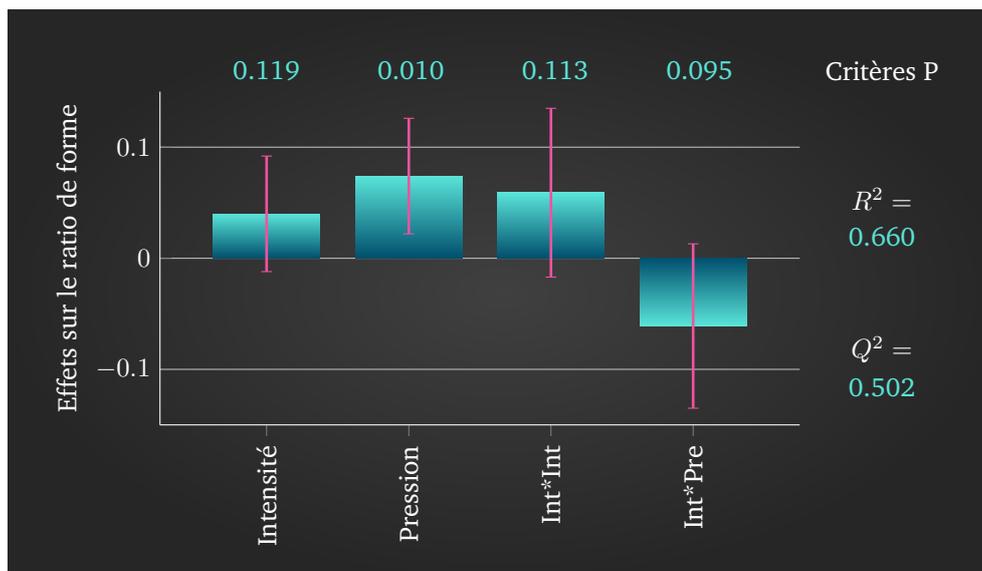


FIGURE 2.20 – Effets ajustés des paramètres de projection sur le ratio de forme des particules après atomisation primaire

Ces résultats viennent confirmer les interprétations énoncées dans les sections 2.4.2.3 et 2.4.2.4 précédentes concernant la morphologie des particules :

D'une part, l'augmentation de l'intensité crée des filaments de matière plus longs à l'extrémité des fils (augmentation du ratio de forme sur la figure 2.20). D'autre part, ces filaments se trouvent entraînés dans des mouvements de battement avant détachement de plus en plus amples (augmentation du ratio de forme sur la figure 2.20) en augmentant la pression et donc la vitesse du flux de gaz. Ces phénomènes tendent à engendrer des particules au sein desquelles les flux de matière sont plus importants, entraînant des nombres de Weber plus élevés. Ce nombre de Weber appliqué ici aux particules caractérise le rapport des efforts de fragmentation sur la tension de surface [166]. La littérature indique que des particules présentant de telles conditions sont plus susceptibles de subir des déformations élevées au cours de leur vol. Ces déformations se traduisent par une surface apparente plus importante. En conséquence, la circularité de ces particules s'en trouve réduite avec l'augmentation de l'intensité ou de la pression du gaz, tel qu'illustré par la figure 2.19.

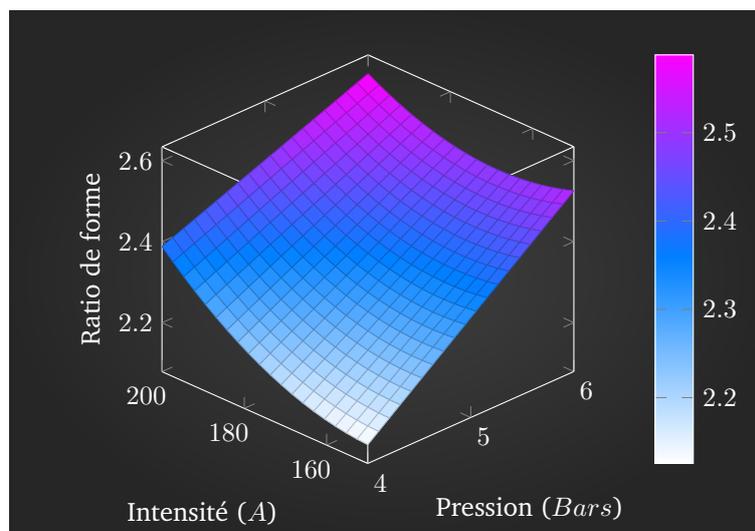


FIGURE 2.21 – Surface de réponse du ratio de forme des particules en fonction de l'intensité et de la pression

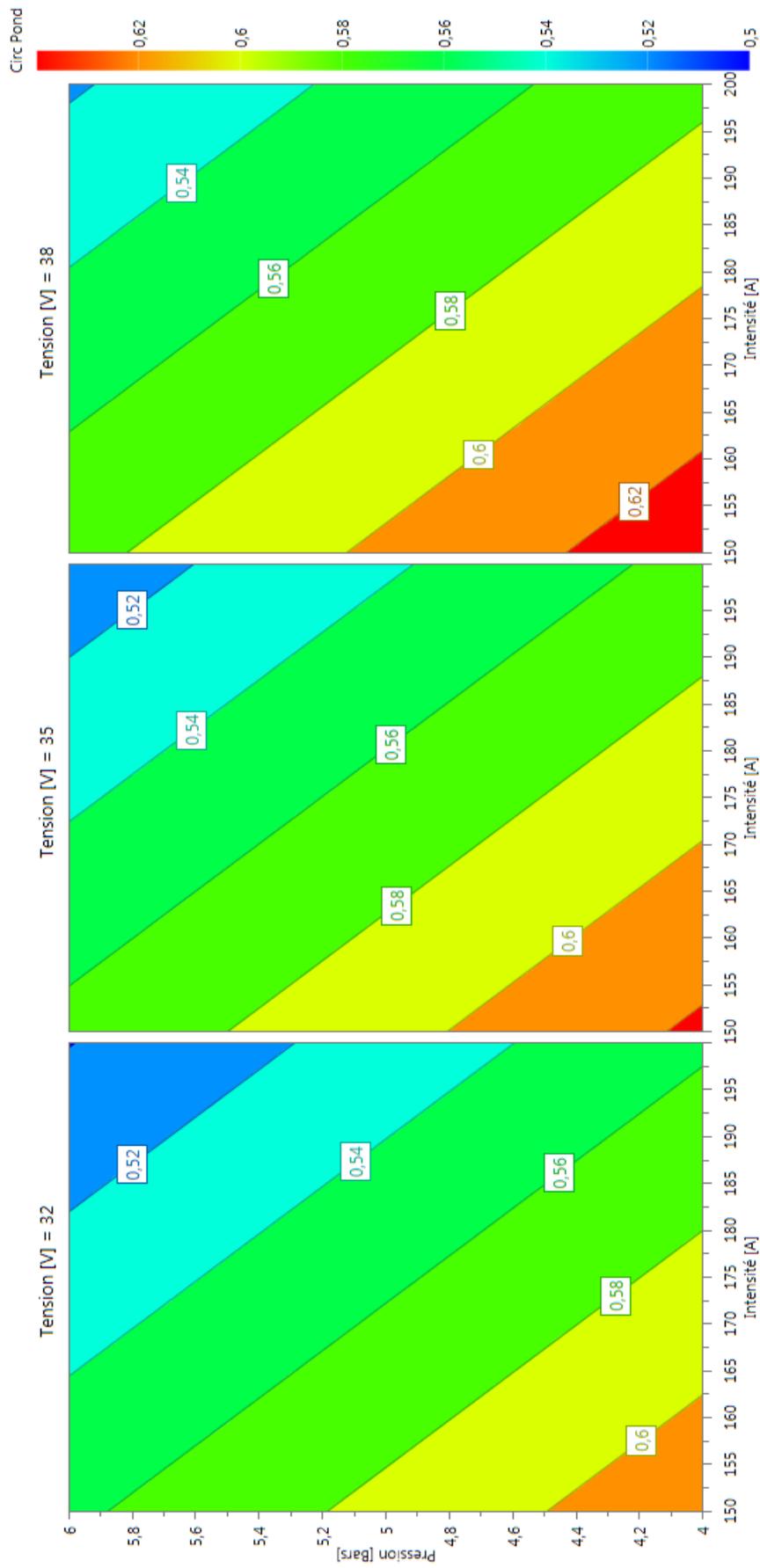


FIGURE 2.22 – Graphiques d'influence des paramètres de projection sur la circularité des particules après atomisation primaire

### 2.4.3 Conclusions sur les mécanismes d'atomisation primaire

Cette section a présenté les observations des mécanismes d'atomisation primaire réalisées avec un dispositif SprayCam. Un plan expérimental a été mené dans le but de cerner les influences des paramètres opératoires que sont la tension électrique, l'intensité et le débit de gaz (au travers de la pression) sur les propriétés des particules.

Il s'avère que l'outil SprayCam offre un moyen efficace d'observer la génération des particules en extrémité des fils. Sont notamment identifiables les filaments se générant sous les effets combinés de l'arc électrique et du flux de gaz, mais également les particules en cours de fragmentation en vol.

L'analyse des images de la SprayCam avec le logiciel ImageJ a permis d'interpréter les influences des paramètres opératoires. Il a été identifié que le diamètre équivalent des particules évolue en fonction des termes de l'équation d'Amson, la pression et la tension électrique conditionnant respectivement les efforts de cisaillement et la tension de surface des particules en formation. L'intensité conditionne la longueur des filaments avant détachement. La répartition spatiale des particules a permis d'identifier les influences des paramètres opératoires sur le comportement de ces filaments de matière. Les différents modes d'atomisation décrits par la littérature ont été observés et interprétés au travers des interactions entre les turbulences du flux de gaz et les filaments de matière. La pression de gaz étant liée à sa vitesse et les paramètres électriques conditionnant la longueur des filaments de matière, un parallèle est tracé avec les instabilités d'un drapeau soumis à un flux unidirectionnel pour décrire les trajectoires d'envol des particules en fonction des paramètres opératoires. L'analyse des critères de description de forme des particules confirme les interprétations précédentes. Une augmentation de l'intensité entraîne des particules plus étirées, soient des filaments plus longs. Tandis que l'augmentation de la pression augmente les turbulences se traduisant par des particules offrant des surfaces spécifiques plus importantes.

## 2.5 Mécanismes d'atomisation secondaire

Tel que décrit dans la section 2.2.4, les particules résultant de l'atomisation primaire subissent un raffinement de leur granulométrie durant leur vol. La section précédente ayant proposé une étude sur les mécanismes d'atomisation primaire, et en particulier sur l'influence qu'ont les paramètres de projection sur les propriétés des particules, l'étape suivante consiste à étudier les mécanismes d'atomisation secondaire.

Ainsi cette section se focalise sur la granulométrie des particules en vol, suite aux phénomènes d'atomisation. Dans un souci de représentativité, ces granulométries ont été obtenues au moyen de mesures réalisées sur des poudres collectées dans la glace, tel que précédemment évoqué dans la section 2.3.3.

Cinq conditions de projection différentes ont été mises en œuvre pour cette étude : la section précédente sur les propriétés des particules dans les premiers instants du vol ayant démontré des influences prépondérantes du débit de gaz et de l'intensité, ces deux paramètres ont été modifiés dans les différentes conditions pour établir leur influence sur les granulométries finales. A noter que le dispositif de gestion du flux de déviation étant différent de celui du flux d'atomisation, le débit a été piloté directement cette fois. Néanmoins, Pourmoussa et Bolot ont tous deux démontré qu'il existe une relation directe entre pression et débit d'un flux de gaz, respectivement sur un système arc-fil commercial et sur la torche de projection arc-fil rotative du LERMPS [91] [24]. La tension ayant quant à elle une influence prononcée sur la disparité des particules par rapport à l'axe d'atomisation, une valeur faible lui a été attribuée afin de tenter d'obtenir un faisceau de particules le plus concentré possible. Le tableau 2.2 résume les conditions de projection.

TABLE 2.2 – Conditions de projection pour les collectes de particules réalisées dans la glace

Expérimentation	Tension	Débit de gaz	Intensité
	$V$	$Nm^3.h^{-1}$	$I$
# 01	32	70	175
# 02	32	80	150
# 03	32	80	200
# 04	32	60	200
# 05	32	60	150
Pression du gaz d'atomisation			4 bars
Nature du gaz de déviation			N <sub>2</sub>
Distance de projection			50 mm

### 2.5.1 Résultats expérimentaux

Les graphiques des figures 2.23 et 2.24 présentent respectivement les granulométries en fractions volumiques et en fractions volumiques cumulées obtenues à partir des particules collectées dans la glace avec la torche de projection rotative LERMPS.

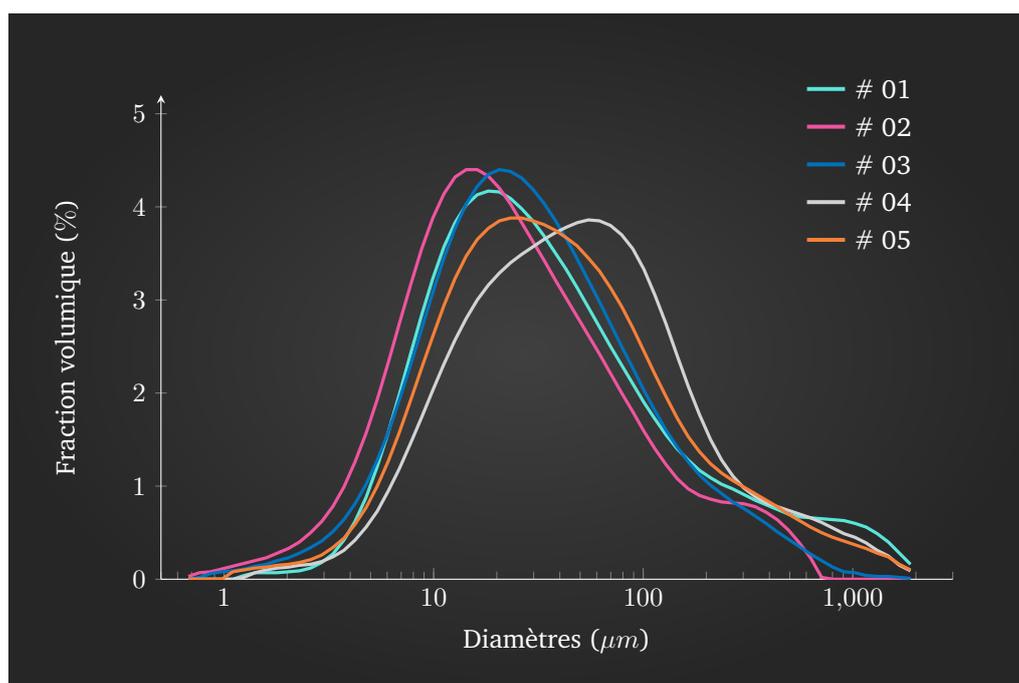


FIGURE 2.23 – Granulométries en fractions volumiques des particules collectées dans la glace avec la torche de projection arc-fil rotative LERMPS

Comme le souligne Pourmoussa, la difficulté avec la poudre d'acier est qu'il peut survenir des agglomérations de particules lors des collectes par magnétisme due à la friction entre les particules durant les manipulations [91]. L'accès à un dé-magnétiseur n'ayant été possible au moment des expérimentations, une solution aurait pu consister à chauffer les particules collectées au-delà du point de Curie du matériau<sup>1</sup> afin de réduire le nombre et la taille de ces agglomérats. L'acier utilisé étant toutefois faiblement allié, le risque de corrosion a été jugé non-négligeable en soumettant les particules à une telle température, avec un risque d'altérer les mesures de granulométrie.

1. 1 043 K pour le Fer pur

Ainsi, pour tenter de séparer les éventuels agglomérats, l'appareil de mesure de granulométrie MALVERN utilisé permet d'appliquer un flux de gaz avec une certaine pression lors de l'aspiration de la poudre. Malgré cela, il peut être supposé que des agglomérats ont tout de même été observés par les capteurs du granulomètre, comme le laissent présager les bosses sur les parties les plus à droite des courbes de la figure 2.23.

Le tableau 2.3 indique les déciles des granulométries obtenues de l'analyse des poudres.

TABLE 2.3 – Déciles des granulométries observées lors des collectes de particules

Expérimentation	d10	d50	d90
	$\mu m$		
# 01	8.188	29.58	273.5
# 02	5.809	21.13	130.7
# 03	7.320	27.20	145.3
# 04	10.16	46.44	249.6
# 05	8.563	35.04	233.8

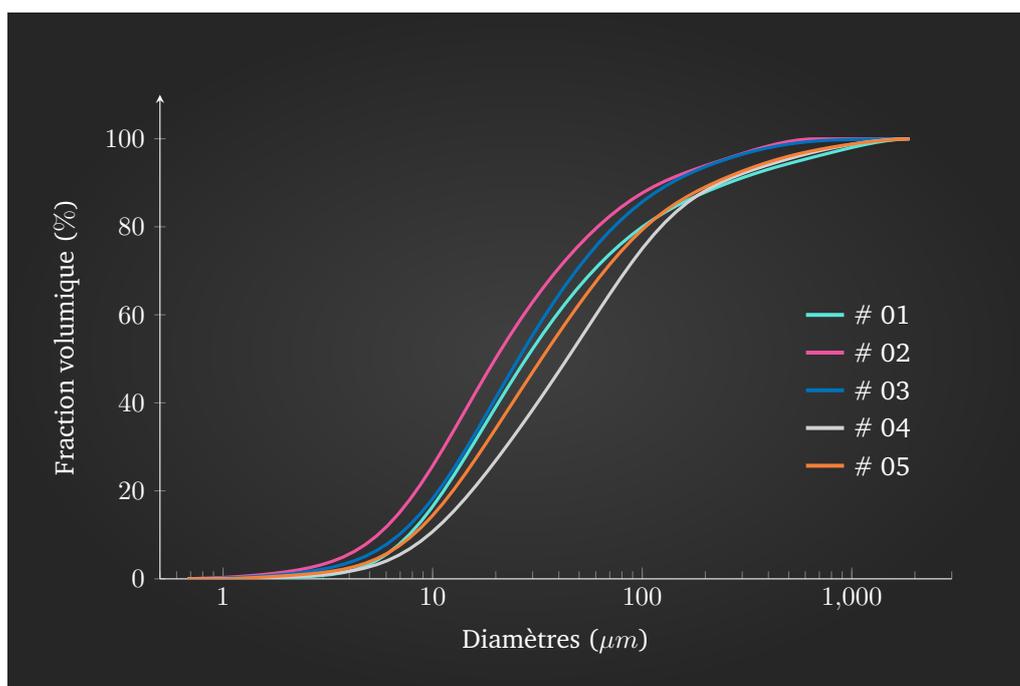


FIGURE 2.24 – Granulométries en fractions volumiques cumulées des particules collectées dans la glace avec la torche de projection arc-fil rotative LERMPS

## 2.5.2 Analyse des résultats

### 2.5.2.1 Observations

En première approche, deux catégories de granulométries ont été relevées. D'un côté se trouvent les granulométries présentant une distribution mono-modale (conditions # 01 à # 03). De l'autre se trouvent les granulométries présentant une distribution bi-modale (conditions # 04 et # 05).

Il est à noter que ces deux dernières conditions comportent des débits de gaz de déviation plus faibles que dans les autres conditions. Ce type de distribution a été précédemment observé à plusieurs reprises. Tout d'abord par Kelkar et Heberlein, dans le cadre de simulations des mécanismes de génération des particules et des phénomènes d'atomisation d'un système arc-fil. Les auteurs ont couplé les équations de la littérature pour tenter de prédire la granulométrie finale [28]. Un résultat de leurs simulations est proposé par la figure 2.25.

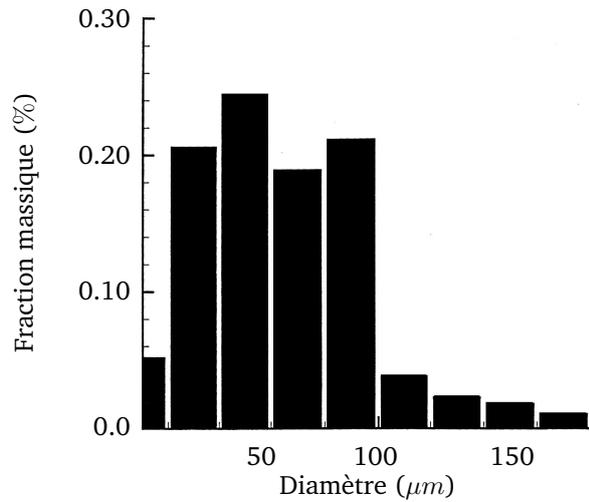


FIGURE 2.25 – Granulométrie bi-modale obtenue au terme de simulations par Kelkar et Heberlein [28]

En observant le diamètre des particules générées par un système arc-fil au moyen d'un dispositif DPV 2000 (Tecnar, Saint-Bruno, Canada), Pourmoussa a également relevé des granulométries suivant des distributions bi-modales. A ce titre, l'auteur considère que ce type de distribution résulte de mécanismes d'atomisation secondaire insuffisamment conséquents pour confondre les granulométries générées par chacun des fils.

Afin d'estimer la contribution de chacun de ces derniers sur la distribution globale, Pourmoussa a utilisé la méthode des moindres carrés pour déterminer les paramètres de deux distributions log-normales dont la somme correspond à la granulométrie observée [91]. La figure 2.26 reprend certains de ses résultats en indiquant les données expérimentales, les deux lois log-normales estimées et la somme de ces lois.

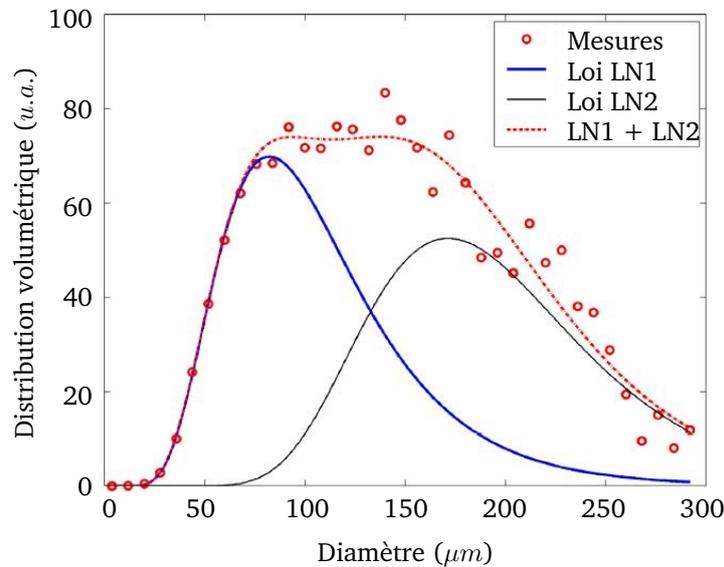


FIGURE 2.26 – Ajustement d'une somme de lois log-normales pour coller à une granulométrie observée par DPV 2000 selon une distribution volumétrique à l'unité arbitraire, d'après Pourmoussa [91]

### 2.5.2.2 Détermination de la contribution de chacun des fils aux granulométries observées

Une méthodologie similaire à celle de Pourmoussa a été mise en œuvre sur les granulométries des conditions # 4 et # 5 précédemment présentées afin de déterminer les contributions des granulométries de chacun des fils. Quelques modifications ont été apportées à la démarche initiale.

En premier lieu, Pourmoussa impose que l'aire sous la courbe de chacune des distributions log-normales soit égale à la moitié de l'aire sous la distribution observée. Ainsi, l'auteur s'assure que la contribution de chacune des distribution est identique. Cependant, certains modèles de fragmentation des particules sous l'effet d'un flux de gaz indiquent que le mode d'atomisation secondaire d'une particule dépend de son nombre de Weber ainsi que de son nombre d'Ohnsorge, défini par l'équation 2.17, dépendant tous deux du diamètre initial ainsi que de la dynamique des particules.

$$Oh = \frac{\mu_L}{(\rho_L d_0 \sigma)^{0,5}} \quad (2.17)$$

D'une part, la définition de la littérature des modes d'atomisation des particules sous l'effet d'instabilités de Kelvin-Helmholtz en fonction de ces nombres tend à indiquer que les particules les plus volumineuses sont plus sujettes à subir des mécanismes d'atomisation secondaire. Dans le cas présent, les particules provenant de l'anode étant plus volumineuses que celles provenant de la cathode, ces premières sont donc plus sensibles aux mécanismes de seconde atomisation. D'autre part, les modes d'atomisation décrits indiquent que la fragmentation d'une particule volumineuse peut, dans certaines conditions, résulter en une particule principale avec de fines particules satellites [39]. Dans ce contexte, de la fragmentation des particules provenant de l'anode peut résulter une population suivant une distribution elle-même bi-modale, dont la population la plus fine se confond avec les particules provenant de la cathode. Dans son étude, Pourmoussa démontre que la granulométrie après atomisation secondaire provenant de chacun des fils suit bel et bien une distribution mono-modale en utilisant deux fils de compositions différentes et en séparant les particules provenant de chacun de fils après collecte. Cependant, des compositions de fils et donc des propriétés thermo-électriques différentes entre les fils peuvent s'ajouter au comportement asymétrique naturel de l'arc. Dans l'étude ici présente, cette contrainte d'égalité des aires couvertes par chacune des distributions n'est pas retenue.

En second lieu, le rejet de la contrainte précédente rend la détermination des paramètres des deux lois log-normales plus difficile en ajoutant des degrés de liberté au problème. En conséquence la description de Rosin-Rammler a été utilisée pour déterminer l'apport de chacun des fils dans la granulométrie globale. Cette description porte l'avantage de proposer une loi à deux paramètres dont la manipulation est aisée : cette description sous forme de fraction volumique cumulée est définie par l'équation 2.18 avec le paramètre  $\bar{D}$  indiquant la moyenne de la distribution, et donc la position de la distribution sur l'axe des diamètres de particules, tandis que le paramètre  $q$  indique sa répartition [39]. Gonzalez-Tello *et al.* soulignent notamment que cette loi présente une bonne aptitude à l'ajustement avec des granulométries provenant du procédé *Spray Dryer* [167].

$$F_v(D) = 1 - \exp \left\{ - \left( \frac{D}{\bar{D}} \right)^q \right\} \quad (2.18)$$

La démarche consiste donc à déterminer les paramètres  $\bar{D}_i$  et  $q_i$  de deux distributions de Rosin-Rammler, aux contributions respectives  $a_i$  sur les granulométries observées de sorte que l'équation 2.19 soit minimisée. Les indices de corrélation entre la distribution observée et la somme des lois théoriques sont pondérés par les écarts-types  $\sigma_D$  afin de donner plus de poids aux plages de la première distribution les plus fiables statistiquement.

$$S = \sum_{D=D_{min}}^{D_{max}} \left[ \frac{F_v(D) - (1 - a_1 \exp \left\{ - \left( \frac{D}{\bar{D}_1} \right)^{q_1} \right\} - a_2 \exp \left\{ - \left( \frac{D}{\bar{D}_2} \right)^{q_2} \right\})}{\sigma_D} \right]^2 \quad (2.19)$$

Pour pouvoir déterminer ces paramètres, différentes contraintes ont été formulées :

- L'équation 2.20 impose la normalité de la somme des deux distributions de Rosin-Rammler ;
- La relation 2.21 limite le champ d'investigation des paramètres  $\bar{D}_i$  par rapport aux granulométries observées et impose une hiérarchie entre les distributions dans le sens où la distribution 2 représente les particules provenant de l'anode ;
- La relation 2.22 limite le champ d'investigation des paramètres  $q_i$  par rapport aux données de la littérature.

$$a_1 + a_2 = 1 \quad (2.20)$$

$$10 \leq \bar{D}_1 \leq \bar{D}_2 \leq 1000 \quad (2.21)$$

$$0 \leq q_i \leq 10 \quad (2.22)$$

Les paramètres des distributions de Rosin-Rammler déterminés à partir des contraintes précédentes sont listés dans le tableau 2.4 ainsi que le  $d_{50}$  de chacune de ces distributions. Les figures 2.27 et 2.28 présentent respectivement les granulométries en fraction volumique des collectes # 4 et # 5 avec les lois de Rosin-Rammler déterminées et les sommes de ces lois.

TABLE 2.4 – Paramètres des distributions de Rosin-Rammler (notées RR) dont les sommes s'ajustent aux distributions des collectes de particules des conditions # 4 et # 5

Paramètre	Condition # 04		Condition # 05	
	RR 1	RR 2	RR 1	RR 2
$a$	0.6596	0.3404	0.6139	0.3861
$\bar{D}$	37.06	200.4	29.28	167.96
$q$	1.497	1.228	1.501	1.014
$d_{50}$ ( $\mu m$ )	29.01	148.7	22.94	117

Les paramètres  $a_i$  déterminés sont sensiblement différents de 0.5, ce qui indique que chacune des lois de Rosin-Rammler ne présente pas les mêmes contributions aux distributions des granulométries. Ces résultats confortent le choix précédemment explicité de ne pas retenir l'hypothèse d'égalité des aires et ainsi la présence de phénomènes d'atomisation secondaire fragmentant les particules volumineuses provenant de l'anode en une nouvelle particule principale avec un ensemble de particules-satellites fines.

De plus, puisque la contrainte d'égalité des aires a été rejetée, les distributions de Rosin-Rammler couvrant les diamètres de particules les plus importants (référencées *Rosin-Rammler 2* sur les figures 2.27 et 2.28) ne correspondent pas à la contribution totale de l'anode à la granulométrie globale. Celle-ci représente plutôt la population de particules provenant de l'anode sur lesquelles les mécanismes de seconde atomisation ont été insuffisamment conséquents pour ne pas se confondre en une distribution mono-modale.

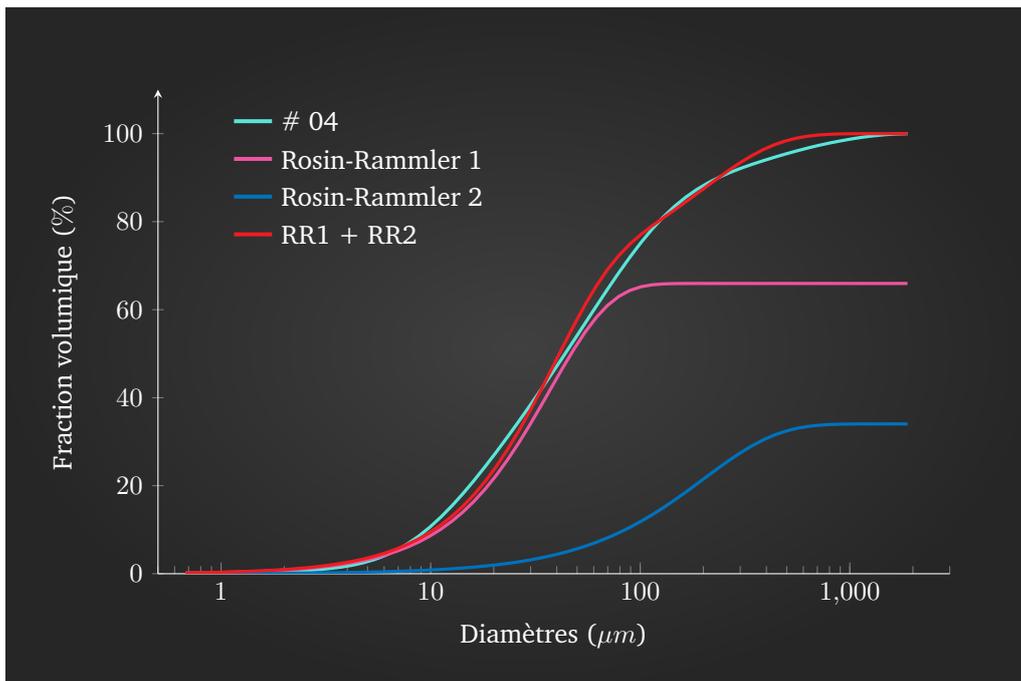


FIGURE 2.27 – Fractions volumiques cumulées des particules de la condition # 4 collectées avec les lois de Rosin-Rammler déterminées par la méthode des moindres carrés et somme de ces lois

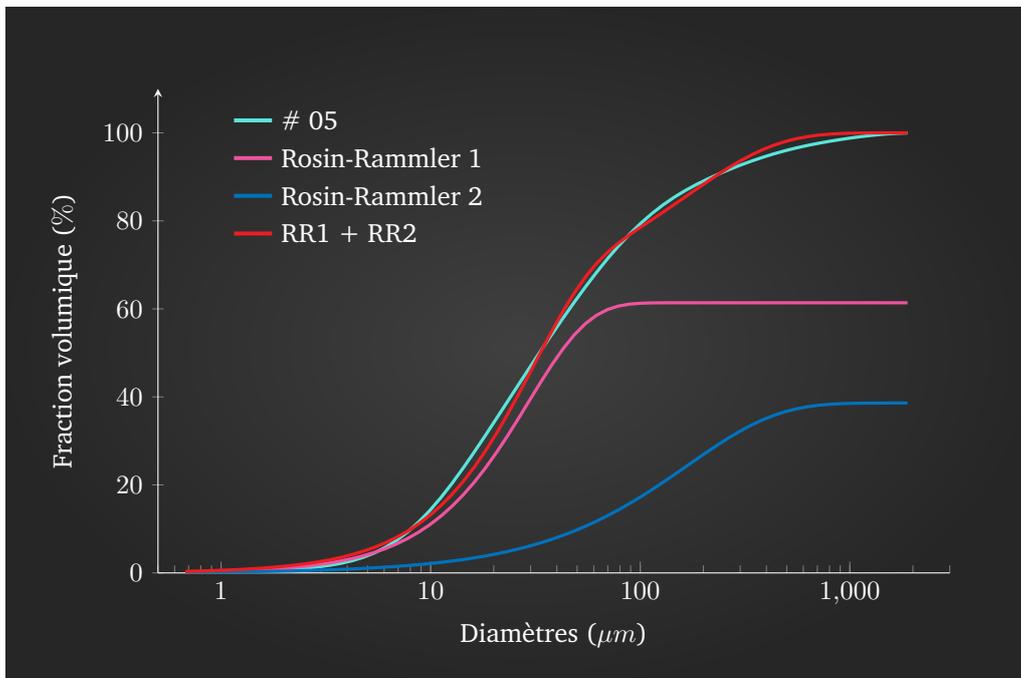


FIGURE 2.28 – Fractions volumiques cumulées des particules de la condition # 5 collectées avec les lois de Rosin-Rammler déterminées par la méthode des moindres carrés et somme de ces lois

### 2.5.3 Influences des paramètres opératoires

**Sur la morphologie des distributions :** Tel que souligné précédemment, une différence de morphologie notable est établie entre les distributions des granulométries # 02 et # 03 (conditions avec un débit de flux de déviation élevé) et celles des granulométries # 04 et # 05 (conditions avec un débit de flux de déviation bas), avec d'un côté des distributions mono-modales et de l'autre des distributions bi-modales. En reprenant le principe de certains modèles de fragmentation des gouttelettes établissant que ce phénomène se produit sous l'effet d'instabilités de Kelvin-Helmholtz [39], les résultats présentés ici démontrent que la vitesse relative entre les particules et le flux de gaz est un critère prépondérant sur l'amplitude du phénomène. Cela se traduit par le fait que lorsque le débit de gaz est suffisamment élevé, les particules de l'anode et de la cathode sont atomisées une seconde fois selon des mécanismes similaires pour ne former qu'une seule distribution, quelles que soient leurs caractéristiques imposées par l'atomisation primaire. De plus, la comparaison de la granulométrie de la condition # 01, dont les conditions opératoires sont au centre du domaine, avec les autres granulométries renseigne sur la linéarité des phénomènes observés. Tandis que les  $d_{10}$  et  $d_{50}$  du tableau 2.3 indiquent que la granulométrie de la condition # 01 se situe globalement à mi-chemin entre les autres granulométries, la morphologie de la distribution est quant à elle mono-modale. La transition entre les deux types de morphologies doit ainsi se réaliser sur une valeur définie, passant rapidement d'un modèle mono-modal à un modèle bi-modal en augmentant le débit de gaz aux environs de cette valeur critique. Cependant, l'existence de ce débit de transition ne transparaissant pas dans les données publiées dans la littérature, la source de ce phénomène réside assurément dans la morphologie particulière des débits de gaz de la torche de projection à l'arc-fil rotative du LERMPS. Le flux de déviation est ici pratiquement perpendiculaire au flux d'atomisation et donc à la trajectoire des particules provenant de l'atomisation des fils. La notion de vitesse relative entre les particules et le flux de gaz prend donc une forme bidimensionnelle, à la différence des systèmes arc-fil usuels où l'atomisation et l'accélération des particules sont réalisées dans le même axe.

En ce qui concerne l'influence de l'intensité, Pourmoussa énonce que la granulométrie après atomisation secondaire est fonction de la granulométrie provenant de l'atomisation primaire [91]. Les résultats de l'étude ici proposée tendent à corroborer cet énoncé. En comparant les granulométries des conditions # 02 avec # 03 et # 04 avec # 05, chaque couple présente des débits de flux de déviation identiques mais des intensités différentes. La première comparaison indique que l'augmentation du débit de matière entraîne un décalage de la distribution vers une plage de diamètres de particules plus élevés, sans modifier la forme de façon significative. La seconde comparaison requiert d'observer les résultats de la section 2.5.2.2. Bien que la forme des distributions des conditions # 04 et # 05 présentées dans la figure 2.23 semblent différentes, l'analyse des paramètres des lois de Rosin-Rammler indique que l'effet principal de l'augmentation du débit de matière réside dans un décalage de ces lois vers une plage de diamètres de particules plus large :

- Les répartitions entre les deux lois, renseignées par les paramètres  $a$ , sont similaires entre les deux conditions ;
- L'écart séparant les moyennes des deux lois sur l'axe logarithmique des diamètres de particules est similaire dans les deux conditions. L'application de l'équation 2.23 rend des résultats similaires ( $dD_{moyens}$  est respectivement égale à 2.21 et 2.14 pour les conditions # 4 et # 5) ;
- Les largeurs de distribution des lois de Rosin-Rammler correspondant au mode de plus petits diamètres de particules (paramètre  $q_1$  des références *Rosin-Rammler 1* dans les figures 2.27 et 2.28) sont similaires dans les deux conditions.

$$dD_{moyens} = \text{Log}(\bar{D}_2 - \bar{D}_1) \quad (2.23)$$

La différence majeure entre les deux conditions réside dans les plages de diamètres de particules couvertes par les lois de Rosin-Rammler correspondant aux particules de plus grands diamètres (paramètres  $q$  des lois référencées *Rosin-Rammler 2*). Dans le cas de la condition # 4, dans laquelle le débit de matière est le plus important, cette loi est plus large que dans la condition # 5. En conséquence, l'augmentation du débit de matière implique une augmentation de la taille des particules les plus volumineuses pouvant être observées dans la granulométrie.

**Sur les déciles des distributions :** En utilisant les déciles déterminés pour chaque granulométrie, des surfaces de réponses ont été tracées en fonction de l'intensité et du débit du flux de déviation (figure 2.29). Quand les surfaces correspondant aux d10 et d50 présentent des effets similaires, traduisant les analyses faites précédemment sur les influences de chacun des paramètres, la surface du d90 indique que l'intensité a une influence très limitée sur ce décile.

Il est à noter que l'étude présentée précédemment en section 2.4.2.2 démontre que l'effet de l'intensité sur le diamètre équivalent des particules générées par l'atomisation primaire est linéaire (effet nul du terme quadratique de l'intensité). Or la figure 2.29 tend à pointer un seuillage sur l'effet de l'intensité sur les granulométries observées après atomisation secondaire. Une approche basée sur l'interprétation des nombres de Weber et d'Ohnesorge (conditionnant les modes de fragmentation) indique que l'intensité peut jouer sur le diamètre des particules. La littérature indiquant que plus une particule est volumineuse plus celle-ci est sensible aux instabilités, il doit ainsi exister une taille de particule critique au-delà de laquelle la fragmentation est systématique sous l'effet du flux de déviation.

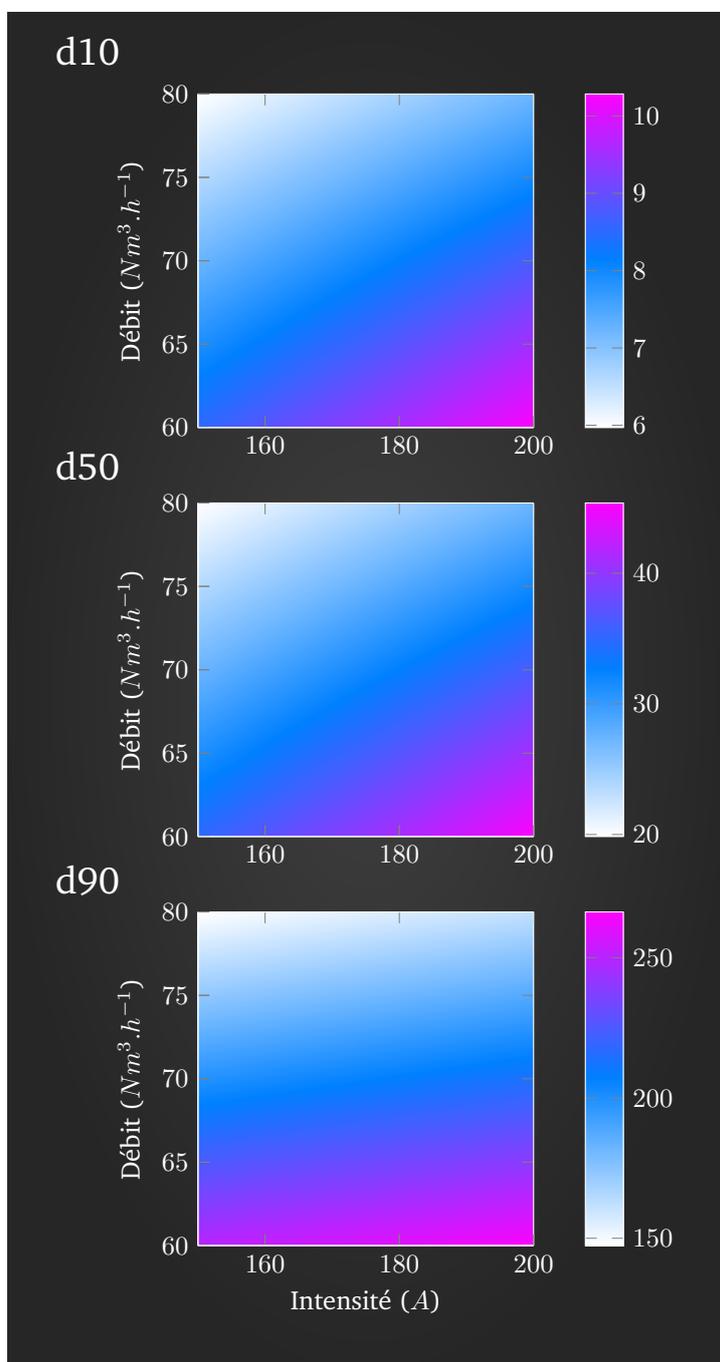


FIGURE 2.29 – Surfaces des déciles des granulométries observées sur les particules collectées, en fonction de l'intensité et du débit de gaz

## 2.5.4 Observation des oxydes dans les particules

Dans le but d'apporter un point de vue critique sur la représentativité des particules collectées, des observations de la morphologie des phases d'oxydes dans les particules ont été menées.

### 2.5.4.1 Observations des phases d'oxydes dans les particules collectées dans l'eau

La figure 2.30 présente un cliché pris avec un Microscope Électronique à Balayage (MEB) configuré dans un mode *Backscattered Electrons Detection* (détection des électrons rétro-diffusés) (BED) avec lequel la nuance de gris affichée dépend du numéro atomique des éléments présents au niveau du pixel correspondant (cf. annexe C). La figure 2.31 indique les variations de concentration des éléments fer et oxygène obtenues par *Energy Dispersive X-Ray Spectrometry* (Spectrométrie dispersive en énergie des rayons X (EDS) sur des particules collectées vues en coupe. Bien que l'oxygène soit un élément particulièrement difficile à quantifier par la technique EDS du fait de son faible numéro atomique, ces cartographies démontrent que celui-ci se concentre particulièrement sur les phases les plus sombres des particules observables dans la figure 2.30. Cela démontre que ces phases correspondent à des portions particulièrement oxydées des particules.

La section 2.2.5 indique que, durant le vol des particules d'acier, les oxydes sont entraînés par les flux de matière fondue. En conséquence, les oxydes créent des nodules répartis dans la particule.

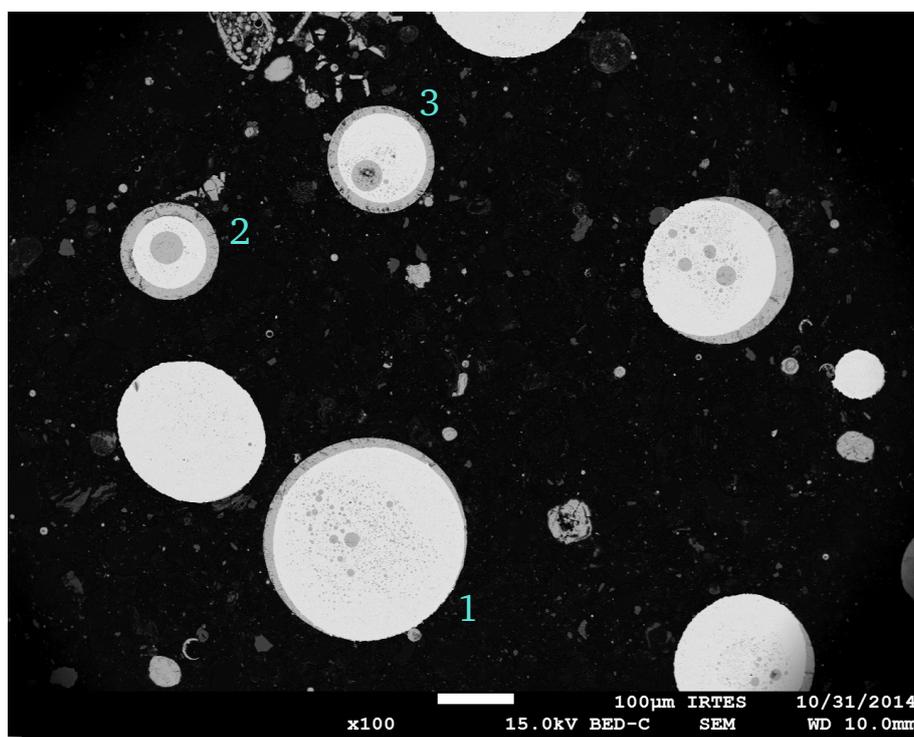


FIGURE 2.30 – Cliché MEB en mode BED de particules d'acier collectées dans l'eau, vues en coupe

Les particules dans la figure 2.30 contiennent différentes morphologies d'oxydes. La particule 1) présente une répartition des phases d'oxydes sous forme de fins nodules dispersés dans la matrice de fer. La particule 2) présente quant à elle un nodule massif d'oxyde au centre de la matrice de fer. Les particules 1), 2) et 3) présentent toutes des périphéries oxydées, d'épaisseurs apparentes variables.

### 2.5.4.2 Mécanismes de refroidissement des particules

En rappelant que les collectes effectuées dans l'eau sont réalisées avec une distance de projection conséquente (cf. section 2.3.3), la répartition des nodules entre la dispersion de la particule 1) et l'agglomération de la particule 2) se différencie par deux aspects : premièrement, la phase d'oxyde de fer

FeO et le fer ayant des températures de fusion différentes (cf. section 2.2.5), l'oxyde se trouve repoussé vers le centre de la particule dans le cas où celle-ci possède un temps de vol suffisamment long pour se solidifier lentement. Deuxièmement, un temps de vol conséquent permet aux turbulences de se stabiliser sous les effets de la viscosité et de l'affaiblissement des interactions entre le flux de gaz de la torche et les particules au-delà d'une certaine distance de projection [23]. Ainsi, dans le cas où la particule s'est solidifiée pendant son vol, les phases d'oxyde se trouvent agglomérées, comme dans le cas de la particule 2). Tandis que dans le cas où la particule subit une trempe lors de l'impact avec l'eau, les phases d'oxyde demeurent dispersées.

L'oxydation en périphérie ne peut quant à elle se produire que sous les effets des interactions avec l'eau pendant la phase de refroidissement à l'état solide de la particule, la couche d'oxyde de fer n'étant pas passivante.

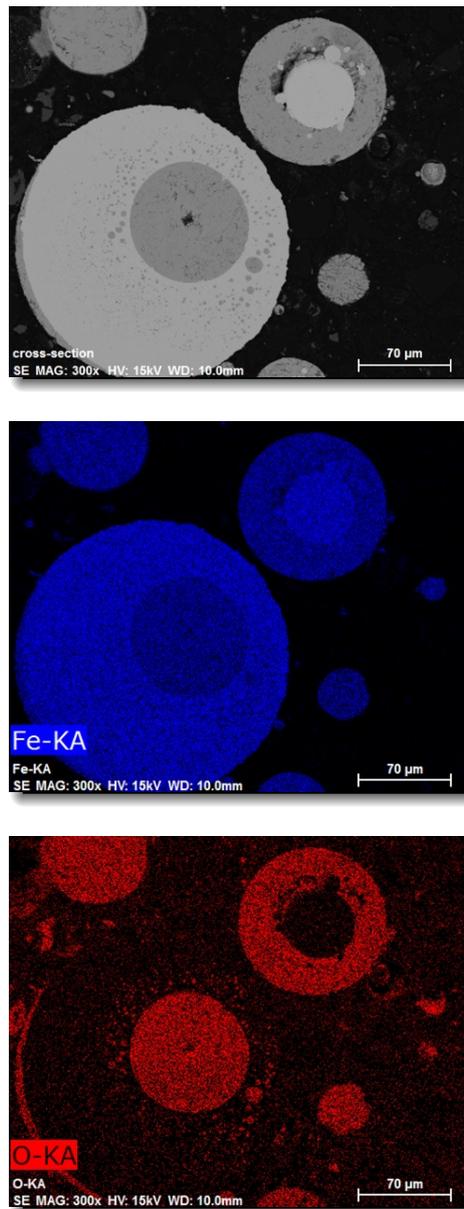


FIGURE 2.31 – Cartographies obtenues par EDS des concentrations des éléments fer et oxygène sur des vues en coupe de particules collectées dans l'eau. En haut le cliché original, au centre la cartographie de concentration du fer, en bas la cartographie de concentration de l'oxygène

### 2.5.4.3 Observation des phases d'oxydes dans les particules collectées dans la paraffine

La figure 2.32 propose un cliché réalisé au moyen d'un MEB avec un mode d'observation BED d'un amas de particules collectées dans un bloc de paraffine.

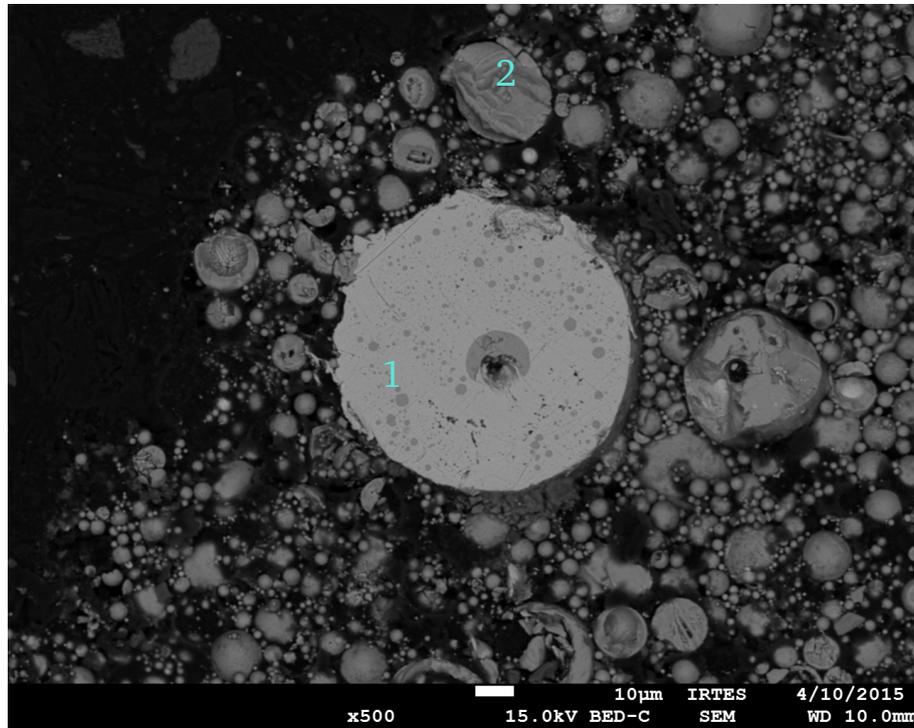


FIGURE 2.32 – Amas de particules collectées au moyen d'un bloc de paraffine

La particule 1) du cliché dans la figure 2.32 démontre que les phases d'oxydes sont similaires à celles observées dans le cas d'une particule se refroidissant rapidement tel que décrit précédemment.

La particule 2) possède un état d'oxydation complet, comme le démontre son apparence plus sombre que les phases de fer de la particule 1). Une grande majorité des particules présentes sur le cliché se trouvent dans un état d'oxydation similaire à la particule 2).

L'amas de particules de la figure 2.32 est donc composé essentiellement de particules d'oxydes, soit de poussières de projection parfois appelées *overspray*. Ce type de particules a été observé par Newberry *et al.* au cours d'une expérimentation mettant en œuvre une torche de projection à l'arc-fil dans une enceinte close. Celles-ci possédant de faibles vitesses en vol du fait de leur décentrage avec le flux de projection, leur proportion d'oxyde est nettement supérieure à celle des particules du faisceau de projection qui subissent les flux de gaz se trouvant autour de la projection. En l'occurrence, Newberry *et al.* ont pu collecter ces particules sur les parois de leur enceinte s'en trouvant tapissé.

### 2.5.4.4 Influences sur les mesures de granulométries

En conclusion de ces observations, les deux médias de collectes que sont l'eau liquide et la paraffine impliquent tout deux des biais dans la détermination des granulométries des poudres collectées. Dans le cas de l'eau, la couche d'oxyde créée en surface des particules rend les analyses bruitées par la présence de cette phase. Son hétérogénéité et son indice de réflexion de la lumière différent de celui du fer perturbent les mesures réalisées par le dispositif utilisé lors des expérimentations de ce chapitre, celui-ci exploitant un faisceau LASER. Le plus dommageable est la disparité d'état d'oxydation des particules. Les distances de projection étant conséquente lors de collectes dans l'eau, les différences de vitesses entre les particules entraîne des temps de vol, des températures et ainsi des comportements à l'oxydation significativement différents. Dans le cas de la paraffine, les agglomérations de poussières demeurant collées autour des

particules rend les mesures inexploitable car non représentatives des particules composant le faisceau de projection.

### 2.5.5 Conclusions sur les mécanismes d'atomisation secondaire

Dans cette section, les mécanismes d'atomisation secondaire ont été mis en lumière. En premier lieu, l'influence du média de collecte des particules a été observée. Trois médias différents ont été utilisés pour ce faire : de l'eau liquide, de la glace d'eau et de la paraffine. L'objectif était de permettre de réaliser des collectes de particules dont la granulométrie puisse être analysée de façon reproductible et représentative des particules composant le faisceau de projection. L'eau liquide requiert des distances de projection bien supérieures aux distances de projection possibles lors de dépôts de revêtements. Des observations au MEB en mode BED indiquent que les états d'oxydation des particules diffèrent drastiquement, pénalisant les mesures de granulométrie réalisées au moyen d'un dispositif LASER. La paraffine rend la séparation de chaque particule difficile. Il a été observé que des amas de poussières de projection peuvent rester collés autour des particules. Les collectes dans la glace d'eau ont présenté la plus grande représentativité lors des mesures de granulométries.

Des collectes de particules ont été réalisées dans la glace d'eau en faisant varier l'intensité et le débit du flux de déviation de la torche de projection à l'arc-fil rotatif du LERMPS. En fonction des paramètres opératoires, deux types de distributions ont été observés. Lors de débits de déviation importants, les distributions présentent une forme mono-modale. Lors de débits de déviation faibles, les distributions présentent une forme bi-modale. Chaque fil du procédé arc-fil générant des granulométries particulières, ce dernier type de distribution a été analysé en adaptant une méthode des moindres carrés pour déterminer l'apport de chacun des fils. Il a été déterminé que ces distributions bi-modales correspondent assez bien avec des sommes de deux lois de Rosin-Rammler. L'interprétation des paramètres de ces lois apporte plusieurs enseignements. Il est identifié que l'atomisation secondaire des particules les plus grandes résulte en une particule principale associée à des particules satellites. L'augmentation de l'intensité a pour conséquence d'augmenter la taille des particules. Il est même souligner que l'augmentation de ce facteur augmente particulièrement la taille des particules les plus grosses.

## 2.6 Conclusion

Ce chapitre présente les investigations menées pendant la thèse sur les mécanismes d'atomisation se produisant pendant une projection à l'arc-fil. Il a été souligné l'influence des paramètres opératoires sur les caractéristiques des particules produites à différents niveaux.

La tension électrique, l'intensité et le débit d'atomisation jouent chacun un rôle sur la taille, la morphologie et le comportement à l'envol des particules issues des fils. En fonction des conditions, les particules suivent différents modes d'atomisation décrits par la littérature. La conséquence est d'obtenir des particules plus ou moins aptes à subir des mécanismes de seconde atomisation, suivant des trajectoires plus ou moins divergentes par rapport à l'axe de projection.

L'intensité et le débit de déviation influent par la suite sur la distribution des tailles de particules composant le faisceau de projection. L'adéquation des deux paramètres permet d'obtenir des granulométries suivant des distributions mono-modales, où les mécanismes d'atomisation secondaire sont suffisamment conséquents pour ne former qu'une population de particules, ou des distributions bi-modales, où les conséquences du comportement asymétrique de l'arc persistent.

**Sommaire**

---

<b>3.1 Introduction</b> . . . . .	<b>78</b>
<b>3.2 Bibliographie sur les interactions particules-substrat</b> . . . . .	<b>78</b>
3.2.1 Définition du coefficient d'étalement . . . . .	78
3.2.2 Échanges thermiques et solidification . . . . .	80
3.2.3 Réaction du substrat et interface . . . . .	81
<b>3.3 Méthodes expérimentales</b> . . . . .	<b>82</b>
3.3.1 Étalement et refroidissement des particules . . . . .	82
3.3.2 Phases métallurgiques des revêtements . . . . .	84
3.3.3 Propriétés mécaniques locales des revêtements . . . . .	87
<b>3.4 Comportement à l'étalement des particules</b> . . . . .	<b>89</b>
3.4.1 Résultats des simulations . . . . .	89
3.4.2 Observations des lamelles . . . . .	90
3.4.3 Conclusions sur le comportement à l'étalement des lamelles . . . . .	94
<b>3.5 Phases cristallines des dépôts</b> . . . . .	<b>95</b>
3.5.1 Analyse de composition . . . . .	95
3.5.2 Observations métallographiques des revêtements . . . . .	99
3.5.3 Analyses complémentaires . . . . .	116
3.5.4 Variation des propriétés mécaniques . . . . .	119
3.5.5 Conclusions sur les phases cristallines et propriétés mécaniques des revêtements . .	121
<b>3.6 Observations de l'interface dépôt - substrat</b> . . . . .	<b>122</b>
<b>3.7 Conclusion</b> . . . . .	<b>126</b>

---

### 3.1 Introduction

Le chapitre précédent présente les mécanismes de génération des particules à partir des fils et les caractéristiques qu’acquière ces particules pendant leur vol.

Chacune de ces particules constitue un élément fondamental du revêtement une fois que celle-ci impacte le substrat, s’étale et se refroidit. Les conditions dans lesquelles ces étapes se déroulent et les ordres de grandeurs caractéristiques des phénomènes agissant sur ces étapes sont autant de facteurs influençant directement les propriétés mécaniques du revêtement. Ce chapitre a pour vocation de proposer un ensemble d’études sur ces mécanismes de dépôt des revêtements.

### 3.2 Bibliographie sur les interactions particules-substrat

Les interactions entre les particules et le substrat constituent un sujet largement couvert par la littérature scientifique depuis près d’un demi-siècle. Les influences des phénomènes en jeu pendant l’étalement et la solidification des lamelles sur le substrat sont cependant propres à chaque application [44, 49].

Pour re-situer le contexte, cette section se focalise sur des particules fondues, possédant certaines tailles, vitesses et températures, venant impacter un substrat présentant une certaine morphologie, température et composition. Dans un premier temps, la particule s’écrase sur la surface du substrat sous l’effet de son énergie cinétique. Une fois le contact établi, des transferts thermiques ont lieu entre les différents protagonistes jusqu’à ce que la particule se solidifie et que l’ensemble atteigne une température d’équilibre. La réaction du substrat face à ces phénomènes sera abordée avec la présentation de quelques notions concernant l’interface ainsi engendrée.

#### 3.2.1 Définition du coefficient d’étalement

Au cours de son impact avec le substrat la particule liquide perd son énergie cinétique au profit de pressions importantes dans la matière fondue. Ces pressions créent des déformations de la particule, sous la forme d’un étalement se faisant de façon latérale, suivant la topographie du substrat [50].

Une première notion à explorer est le comportement à l’étalement de la particule. En fonction de ses caractéristiques, une particule présentera différents comportements à ce niveau. Les prémices des études portant sur l’étalement des particules sur une surface proviennent des travaux de Madejski. Il a notamment défini l’équation 3.1 du coefficient d’étalement, faisant intervenir le diamètre de la particule et l’aire couverte par la lamelle résultant de l’étalement de cette première. Ce coefficient, encore largement utilisé dans la littérature pour analyser le phénomène, est schématisé par la figure 3.1 avec l’équation du coefficient sous la forme 3.2 [44].

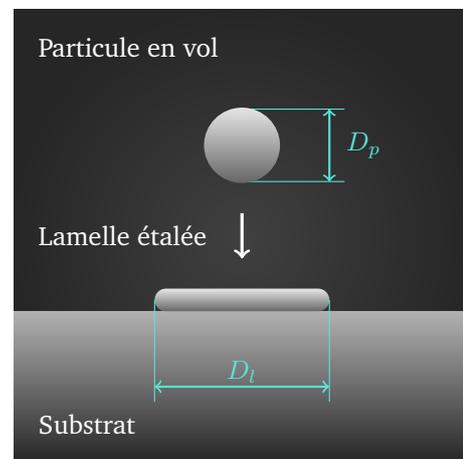


FIGURE 3.1 – Illustration de l’étalement d’une particule sur un substrat plan

$$\xi = \frac{2}{D_p} \sqrt{\frac{A}{\pi}} \quad (3.1)$$

$$\xi = \frac{D_l}{D_p} \quad (3.2)$$

$\xi$	Coefficient d’étalement
$D_p$	Diamètre de la particule
$A$	Aire couverte par la lamelle
$D_l$	Diamètre de la lamelle

Le cas le plus simple dans la description de l'étalement est obtenu lorsque la particule possède une faible vitesse avant l'impact. Dans ce cas la lamelle s'étale tout d'abord en forme de disque, avant de se retracter légèrement puis de s'aplanir définitivement. En revanche, lorsque la vitesse de la particule est conséquente, les vitesses d'étalement et les turbulences peuvent être telles que la tension de surface ne suffit plus à garantir l'intégrité de la lamelle. Ainsi, il peut se produire des phénomènes d'éclaboussures voire de fragmentation de la lamelle. Un critère basé sur le nombre de Weber semble exister indiquant si la lamelle est susceptible de se fragmenter ou non. Cependant, il convient de considérer également la mouillabilité et les forces à l'interface pouvant nuancer l'effet des turbulences [40].

Ainsi, en négligeant le processus de solidification de la lamelle, une description de l'étalement est formulée par Madejski au travers de l'équation 3.3.

$$\frac{3\xi^2}{We} + \frac{1}{Re} \left( \frac{\xi}{1.29} \right)^5 = 1 \quad (3.3)$$

Le premier terme de cette équation est négligeable dans les conditions de la projection thermique et l'équation 3.3 peut ainsi se réécrire sous la forme de l'équation 3.4 en isolant le coefficient d'étalement.

$$\xi = 1.29 \left( \frac{\rho d v}{\nu} \right)^{0.2} \quad (3.4)$$

Il est à noter que les coefficients de l'équation 3.4 varient en fonction des conditions expérimentales et selon les études [48, 168].

La température de préchauffage du substrat joue un rôle non-négligeable sur le comportement à l'étalement des particules. Dans une étude sur la projection plasma basse pression d'une poudre de fonte sur un substrat en aluminium, Morks *et al.* ont noté la formation de trois types de lamelles en fonction de la température de préchauffage du substrat. Ces types de lamelle sont présentés par la figure 3.2 avec, de gauche à droite, une forme éclaboussée, une forme de disque et une forme en étoile [169].

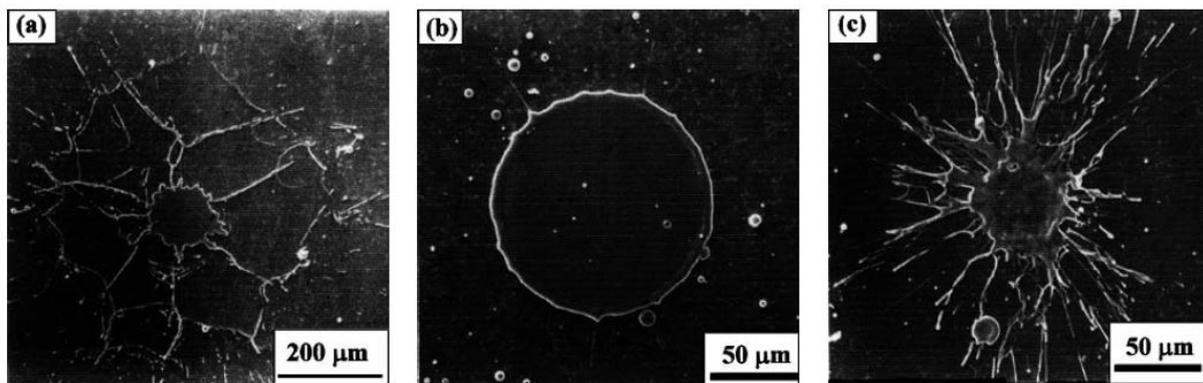


FIGURE 3.2 – Différentes morphologies de lamelles de fonte projetées en plasma basse pression sur un substrat en aluminium préchauffé à différentes températures, d'après Morks *et al.* [169]

Les auteurs établissent une corrélation entre la morphologie des lamelles et la température de préchauffage du substrat au travers de la détermination de la température de transition, notée  $T_t$ . La figure 3.3 reprend les résultats de leurs études. Les lamelles prennent ainsi une forme éclaboussée lorsque la température de préchauffage du substrat est inférieure à la température de transition. Tandis que les deux autres formes de lamelles apparaissent au-delà de cette température.

En ce sens, la température de préchauffage du substrat a une importance significative sur les propriétés mécaniques du revêtement : non seulement cette première permet d'améliorer l'adhérence des dépôts, mais elle permet également de limiter les phénomènes d'éclaboussure liés au mouvement d'étalement [107, 170]. Ces éclaboussures peuvent en effet impliquer principalement deux types de défauts. Le premier réside dans le cas où ces éclaboussures se retrouvent enchassées dans la structure des revêtements, créant des défauts locaux. Le second provient de l'oxydation plus prononcée que ces éclaboussures peuvent subir en n'adhérant pas directement sur le substrat, pouvant accroître le taux d'oxydes dans les revêtements [46].

L'influence de la température de préchauffage est reportée comme étant liée à la vaporisation des gaz adsorbés ou des condensats potentiellement présents à la surface du substrat. Un nettoyage de la surface à revêtir permet donc d'améliorer les conditions d'étalement ainsi que les transferts thermiques, en modifiant la mouillabilité entre le substrat et le matériau projeté [49].

### 3.2.2 Échanges thermiques et solidification

#### 3.2.2.1 Échanges thermiques

Suite à l'impact, le contact entre la lamelle et le substrat entraîne des échanges thermiques, jusqu'à ce que la lamelle se solidifie et que l'ensemble atteigne un point d'équilibre thermique. La solidification pouvant commencer avant que l'étalement ne soit complètement terminé, les changements de viscosité et de densité des lamelles influencent altèrent le comportement à l'étalement de la lamelle [48]. Plusieurs descriptions des échanges thermiques entre la lamelle et le substrat sont proposées dans la littérature. Les points de vue se répartissent notamment entre une orientation sur la conservation de l'énergie à l'interface ou sur la conduction de la chaleur [43, 48, 49, 171].

Dans le cas d'une lamelle cylindrique en contact avec la surface plane d'un substrat, l'équation de conduction de la chaleur dans la lamelle est donnée par l'équation 3.5 en coordonnées cylindriques ( $r, z$ ).

$$(\rho c)_j \frac{\partial T_j}{\partial t} = \lambda_j \left[ \frac{\partial^2 T_j}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \left( \frac{\partial T_j}{\partial r} \right) + \frac{\partial^2 T_j}{\partial z^2} \right]_{j=liq,sol,sub} \quad (3.5)$$

$\rho$	Densité
$c$	Capacité calorifique
$\lambda$	Conductivité thermique

L'indice  $j$  désigne la phase d'application de l'équation 3.5 (particule liquide, solide ou substrat).

Cependant cette équation considère que l'interface entre la lamelle et le substrat est parfaite, soit que la chaleur ne rencontre aucune difficulté à traverser l'interface pour diffuser depuis la lamelle vers le substrat. Dans les faits, cette assertion est erronée : des études démontrent que les lamelles, en s'étalant, parviennent à emprisonner des gaz au niveau de l'interface et que l'adhérence avec le substrat n'est pas parfaite sur l'ensemble de la surface. Des observations au moyen d'un Microscope Électronique à Transmission (MET) permettent en effet de détecter des porosités de l'ordre de 10 à 100 nm d'épaisseur au niveau des interfaces lamelles - substrat. La surface réelle de contact est ainsi estimée comme étant 10 à 60% de la surface totale de la lamelle, en fonction des conditions [48, 117, 122]. Une estimation de la

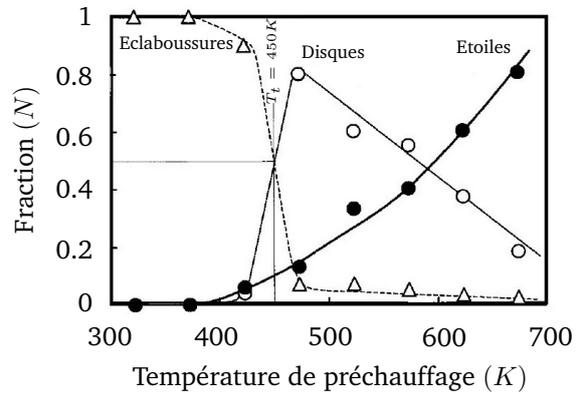


FIGURE 3.3 – Fractions de morphologies de lamelles en fonction de la température de préchauffage du substrat, d'après Morks *et al.* [169]

perturbation des transferts thermiques liée à ces imperfections à l'interface se traduit par une résistance de contact. L'équation 3.6 définit cette résistance [49].

$$R_c = \frac{T_L - T_S}{q} \quad (3.6)$$

$R_c$	Résistance de contact
$T_L$	Température de la lamelle
$T_S$	Température du substrat
$q$	Flux de chaleur

La solidification de la particule est, quant à elle, parfois caractérisée au moyen du nombre de Steffens, reporté par l'équation 3.7 et dont l'annexe A précise la définition.

$$Ste^j = c_p^j \frac{|T_m - T_j|}{L} \quad (3.7)$$

$j$	Indice définissant indiquant la phase liquide ou solide de la lamelle
$c_p$	Capacité calorifique ( $J.K^{-1}$ )
$L$	Chaleur latente ( $J/kg$ )
$T_m$	Température de fusion ( $K$ )
$T_j$	Température du substrat si $j = solide$ Température de la particule à l'impact si $j = liquide$

L'enchaînement des phénomènes entre l'étalement et la solidification des lamelles est sujet à débat dans la littérature : certains auteurs tendent à considérer (notamment pour la simplification des modélisations) que la solidification ne commence qu'à partir du moment où l'étalement est à son stade final, alors que d'autres considèrent que la solidification commence avant que l'étalement ne soit complètement terminé, de sorte que la solidification et donc le changement de viscosité dans la lamelle conditionne le comportement à l'étalement [48].

Il est à souligner que les ordres de grandeurs des phénomènes sont peu communs avec des vitesses de refroidissement pouvant dépasser les  $10^8 K/s$  dans certaines conditions alors que l'étalement et la solidification sont de l'ordre de quelques microsecondes [45, 48].

### 3.2.3 Réaction du substrat et interface

Dans le cas d'une projection sur un substrat présentant un point de fusion bas, un certain nombre de publications mettent en avant la fusion superficielle du substrat qu'entraîne l'étalement des particules. A titre d'exemple, Dallaire utilise une méthode analytique unidimensionnelle sur un ensemble de couples de matériaux projetés/substrat afin de déterminer les conditions thermiques dans lesquelles la fusion du substrat peut avoir lieu. Il en ressort que dans une majorité de cas la fusion du substrat est obtenue, parfois au moyen d'une température de préchauffage [50].

Cependant ce phénomène peut avoir pour effet de restreindre l'étalement des particules. Comme l'ont noté Morks *et al.* au cours d'une étude sur le comportement à l'étalement de particules de fonte en projection plasma sous basse pression sur un substrat en alliage Al-Si-Cu, la température de préchauffage favorise la fusion superficielle du substrat sur une profondeur fonction de ce préchauffage. Ils notent en particulier qu'au-delà de la température de transition le coefficient d'étalement des particules diminue légèrement, comme l'indique la figure 3.4. L'explication est que l'énergie cinétique des particules est évacuée sous la forme de friction lors de l'étalement sur le substrat. En augmentant la température de préchauffage, l'épaisseur de substrat atteignant la température de fusion est de plus en plus grande, créant des crêtes de plus en plus hautes autour du point d'impact de la particule qui retiennent l'étalement de cette dernière [169].

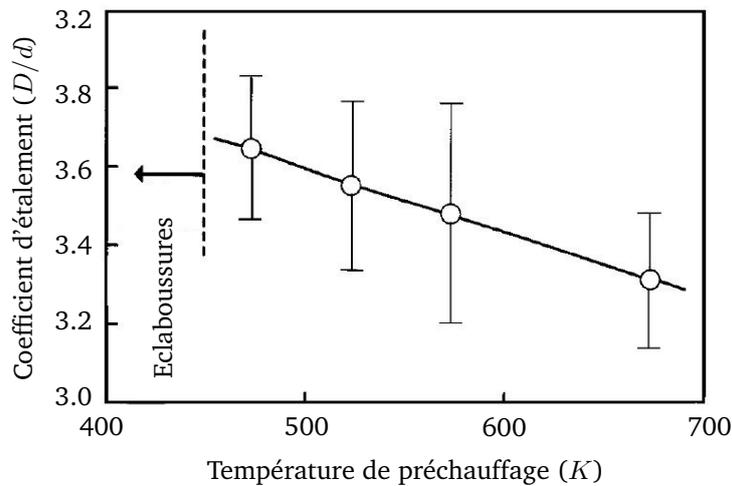


FIGURE 3.4 – Influence de la température de préchauffage, au-delà de la température de transition, sur le coefficient d'étalement de particules de fonte projetées sur des substrats en alliage Al-Si-Cu, d'après Morks *et al.* [169]

En dernier lieu, Matejcek souligne l'importance de prendre en compte un nombre adéquat de paramètres lors de la mise au point d'un revêtement. Ceci dans le sens où l'adaptation d'un paramètre dans un but précis (tel que la modification de la température de préchauffage du substrat pour améliorer l'adhérence des lamelles) peut entraîner des modifications conséquentes sur d'autres propriétés des revêtements (une thermique trop importante peut améliorer l'adhérence mais également engendrer de l'oxydation ou des contraintes résiduelles impactant les propriétés mécaniques) [124].

### 3.3 Méthodes expérimentales

#### 3.3.1 Étalement et refroidissement des particules

L'étude de la littérature concernant les propriétés mécaniques des revêtements indique que celles-ci sont directement conditionnées par les mécanismes de solidification des particules sachant que celles-ci sont indépendantes les unes des autres. Une particule se solidifie avant que les suivantes ne parviennent à l'impacter [169]. Dans ce contexte, les propriétés thermomécaniques du substrat jouent un rôle non négligeable sur les propriétés du revêtement. La littérature invoque notamment la mouillabilité (*wetting* dans les publications anglophones) entre le matériau projeté et le substrat, la température de fusion, la conductivité et la diffusivité thermique (définie par l'équation 3.8) du substrat en tant que propriétés parmi les plus influentes [48].

$$a = \frac{\lambda}{\rho c} \quad (3.8)$$

La campagne de collectes de lamelles a été réalisée au moyen de substrats composés de cinq matériaux : l'alliage de fonderie AlSi9Cu3 (représentatif de la matière des carters-cylindre), l'aluminium pur, l'alliage de corroyage 2017A (la section 4.3.1 explique les raisons de ce choix), le cuivre pur et le laiton.

Le tableau 3.1 indique les propriétés utiles à cette étude de chacun de ces matériaux, tirées de la base de données CES Selector (Granta Design Ltd, Cambridge, Royaume-Uni) ainsi que de données fournisseurs.

La littérature indique que le substrat peut subir une fusion locale sous l'impact des particules. Ces matériaux couvrent ainsi des gammes de propriétés thermiques relativement larges, notamment en ce qui concerne la température de fusion et la diffusivité thermique. L'objectif est de pouvoir observer cette re-fusion et son éventuel effet sur l'étalement des lamelles, au travers de bains de fusion présumément plus ou moins conséquents en fonction des substrats. L'intérêt de présenter différentes diffusivités thermiques

TABLE 3.1 – Propriétés des matériaux utilisés comme substrat pour les collectes de lamelles

Matériau	Masse Volumique	Point de fusion	Conductivité Thermique	Capacité Calorifique	Diffusivité Thermique	Chaleur Latente
	$kg.m^{-3}$	$K$	$W.m^{-1}.K^{-1}$	$J.kg^{-1}.K^{-1}$	$.10^{-6}m^2.s^{-1}$	$.10^3 J.kg^{-1}$
Aluminium	2700	933	230	900	95	390
AlSi9Cu3	2780	853	100	963	37	390
2017A	2790	918	135	873	55	390
Cuivre	8900	1356	370	380	109	204
Laiton	8350	1170	120	377	38	230

se trouve en ré-écrivant l'équation 3.5 de la conduction en la formulant sous la forme de l'équation 3.9. Le coefficient du terme de droite de cette dernière équation n'est autre que la diffusivité telle que définie par l'équation 3.8.

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{\lambda}{\rho c} \left[ \frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \left( \frac{\partial T}{\partial r} \right) + \frac{\partial^2 T}{\partial z^2} \right] \quad (3.9)$$

Ainsi, les substrats sélectionnés offrent aux lamelles des taux de transfert thermique différents, conditionnant la vitesse de solidification des lamelles.

### 3.3.1.1 Simulations des échanges thermiques

Au moyens de simplifications, Dallaire parvient à estimer analytiquement les échanges thermiques se faisant entre une lamelle et son substrat pour plusieurs couples de matériaux [50]. Le but de son investigation est de déterminer les conditions nécessaires menant à une mise en fusion du substrat sous la lamelle. Son étude fait intervenir l'équation sur une dimension de conduction de la chaleur avec changement de phase pour le substrat (mise en fusion) et la lamelle (solidification). Les conditions aux limites choisies par l'auteur consistent en une lamelle uniforme liquide possédant une certaine température mise en contact subitement (à  $t = 0$ ) avec un substrat possédant une température initiale uniforme de préchauffage.

Dans l'étude proposée ici, des simulations de transferts thermiques de conduction avec changements de phase 1D ont été menées au moyen du logiciel COMSOL Multiphysics® (COMSOL Inc., Stockholm, Suède). A l'image des travaux de Dallaire, les simplifications suivantes ont été retenues :

- la lamelle est modélisée par un segment d'une hauteur de  $11 \mu m$ , correspondant à une particule possédant un diamètre de  $150 \mu m$  ayant présenté un taux d'étalement de 3, avec une température initiale de  $2800 K$  (cf. section 4.4) ;
- le substrat est modélisé par un segment de  $500 \mu m$  possédant une température de préchauffage de  $120, 160$  ou  $200 \text{ }^\circ C$  ( $393, 433$  ou  $473 K$ ) ;
- la chaleur latente est intégrée comme étant une variation locale de la capacité thermique à la température de transition de phase ;
- l'interface ne présente aucun défaut et donc aucune résistance thermique n'altère le transfert thermique.

### 3.3.1.2 Montage expérimental pour la collecte des lamelles

Des coupons rectangulaires ont été usinés à partir de chacun des matériaux du tableau 3.1. Étant donné que la température de préchauffage est également étudiée, chacun de ces coupons présente une épaisseur constante de plusieurs millimètres permettant une certaine inertie et homogénéité thermique pendant la manipulation. La rugosité de surface ayant son influence sur le mode d'étalement des particules, chacun des coupons a été poli au moyen de papiers abrasifs chargés de particules de SiC ainsi que sur des draps de polissage chargés de diamants de  $1 \mu m$ .

L'analyse des lamelles impose que ces dernières soient isolées sur les substrats. Les systèmes arc-fil ayant des débits de matière élevés, il est nécessaire de donner aux coupons une vitesse transversale relative élevée par rapport à la torche. Des essais réalisés préalablement aux opérations ont permis de déterminer qu'une vitesse de  $10 \text{ m.s}^{-1}$  est adéquate.

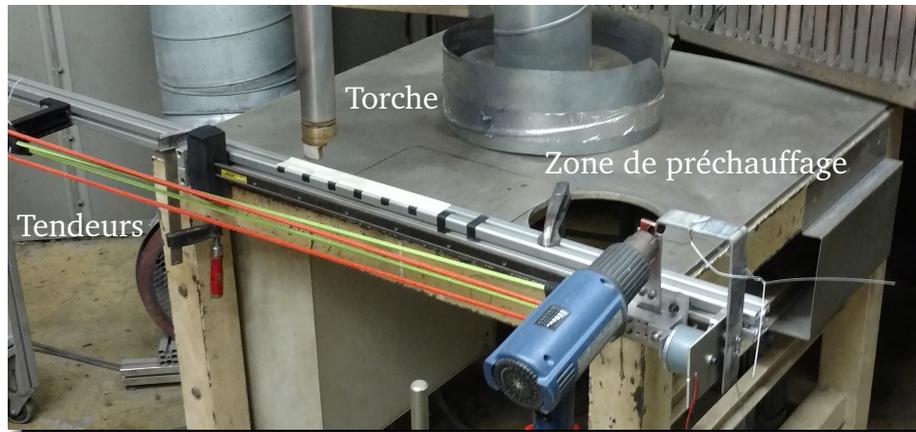


FIGURE 3.5 – Montage réalisé pour la collecte de lamelles

Le montage de la figure 3.5 a été assemblé pour ce faire : un chariot, sur lequel est fixé le coupon, est monté sur un rail. Celui-ci est maintenu sur la partie droite de la photographie où un système de chauffage par convection d'air chaud transmet une température de préchauffage. La variation de la température du coupon est contrôlée au moyen d'un thermocouple de diamètre  $0.9 \text{ mm}$  inséré dans un perçage effectué sur le côté des coupons, à proximité de la surface sur laquelle les particules vont s'écraser. Une fois la température de préchauffage souhaitée atteinte, l'électroaimant maintenant le chariot en position de préchauffage est alimenté, libérant le chariot alors tracté par quatre tendeurs en direction de la torche. La vitesse instantanée du chariot aux différents points du parcours du chariot a été estimée au moyen d'une caméra rapide permettant de positionner la torche en un point où la vitesse du chariot atteint les  $10 \text{ m.s}^{-1}$ . Un matelas de mousse freine et arrête le chariot sans endommager la plaquette ni les lamelles collectées.

### 3.3.2 Phases métallurgiques des revêtements

Contrairement au reste du chapitre, les revêtements analysés dans cette section sont issus de la machine LDS®, présentée en section 1.5.3.3.

#### 3.3.2.1 Observation par attaque métallographique

Les phases métallurgiques des revêtements étant relativement fines comparativement à celles typiquement présentes dans les matériaux massifs [148, 150, 172], celles-ci ont été rendues observables au moyen d'un réactif Nital (éthanol -  $C_2H_6O$  et acide nitrique -  $HNO_3$ ) avec une concentration en acide de 0,25 à 1 %. Le réactif est appliqué en surface des échantillons pendant 5 à 20 secondes selon les concentrations, après un polissage tel que décrit dans le tableau 3.2. Pour les plus faibles concentrations du Nital, la gravure des phases ainsi effectuée est difficilement observable au moyen d'un microscope optique (des traces peuvent être aperçues avec un mode d'observation par contraste interférentiel avec un grandissement suffisant, comme le montrent les micrographies de la figure 3.6). Ces phases sont en revanche identifiables sur un MEB.

Les phases cristallines attendues étant majoritairement bainitique et martensitique, une technique d'attaque colorante a également été expérimentée. La recette de l'attaque est basée sur la solution Beraha : 3g de metabisulfite de potassium ( $K_2S_2O_5$ ) et 10g de thiosulfate de sodium anhydre ( $Na_2S_2O_3$ ) dilués dans 100 mL d'eau distillée [173, 174].

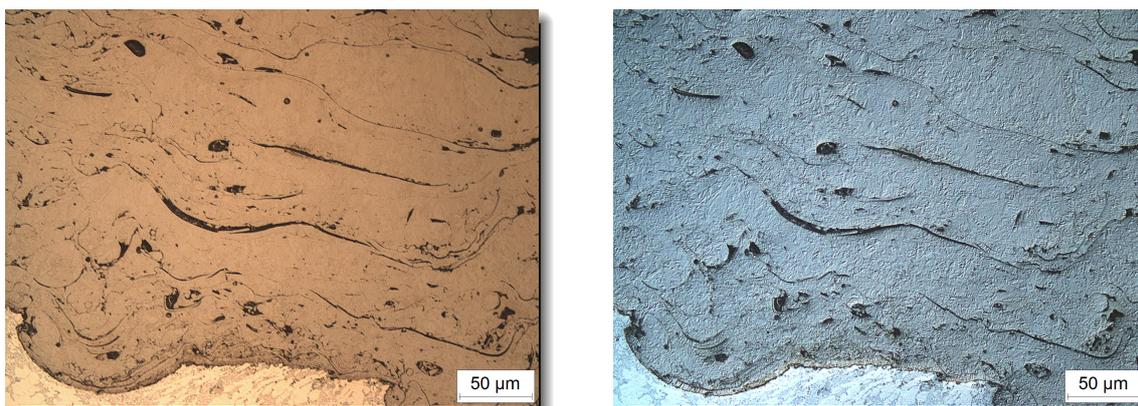


FIGURE 3.6 – Observation au moyen d’un microscope optique d’un échantillon après une attaque au réactif Nital à 0.25 % pendant 20 secondes, à gauche avec un mode d’observation sans filtre, à droite en réglant le microscope sur un mode de contraste interférentiel

TABLE 3.2 – Gamme de polissage des échantillons de revêtements pour caractérisation fine

Phase Polissage	Media	Taille de particules $\mu m$	Support	Rotation du Support <i>RPM</i>	Charge Unitaire <i>N</i>	Durée <i>min : sec</i>
# 1	Papier SiC # 320	46	-	150 I	30	Planéité
# 2	Diamants	9	Ultra-Pad	120 C	26	6 :00
# 3	Diamants	3	Trident	120 I	26	4 :00
# 4	Diamants	1	Chemomet	120 C	17	6 :00
# 5	Alumine/OPS	0.05	Chemomet	120 C	17	2 :30

Légende sur le sens de rotation du support par rapport au porte échantillon

I - Sens identique

C - Sens contraire

Ces attaques fonctionnent par dépôt d’une couche de sulfures dont l’épaisseur et donc les propriétés optiques locales dépendent de la phase cristalline du revêtement sous-jacent. De cette façon, les cristaux de martensite doivent se couvrir d’une couche présentant des teintes bleutées sous l’objectif d’un microscope optique. A l’opposé, les phases de bainite doivent apparaître sous des teintes jaunâtres.

Bien que des couches d’attaques aient pu être déposées sur des revêtements avec des précautions particulières (il est notamment impératif d’effectuer une ultime phase de super-finition avec une suspension de silice colloïdale lors du polissage des échantillons), leur analyse s’est avéré critique. Les dimensions des dépôts et de leurs phases cristallines, les porosités ainsi que la ténacité parfois altérée entre certaines lamelles de revêtement, sont autant d’obstacles aux mécanismes d’une attaque. La tension de surface complexifie l’interprétation des couleurs dans le sens où les épaisseurs déposées ne sont plus seulement fonction des phases cristallines sous-jacentes mais également de la microstructure environnante.

### 3.3.2.2 Cartographies de phases par la technique EBSD

Une seconde méthode d’identification et de cartographie des phases cristallines a été utilisée, plus fine et fiable que l’observation par attaques métallographiques : l’analyse *Electron Back Scattering Diffraction* (diffraction des électrons rétro-diffusés) (EBSD). Les explications données sont inspirées des informations diffusées par Baudin [175].

Technique employée au moyen d’un MEB, l’EBSD permet d’établir des cartographies des orientations cristallines locales d’un matériau. Ces cartographies sont tracées en balayant la surface de l’échantillon avec un faisceau d’électrons puis en cherchant à détecter une partie des électrons renvoyés par les structures

cristallines de ce dernier. Le résultat brut de l'analyse consiste ainsi en une cartographie de la zone étudiée où les paramètres de mailles cristallines sont déterminés en chaque point. Avec un post-traitement des informations renvoyées par l'appareillage, il est possible d'établir des cartographies de multiples propriétés des structures cristallines. Parmi ces propriétés peuvent être déterminées les phases en présence, les tailles et morphologies des grains ainsi que des estimations des niveaux de déformations et donc de contraintes internes.

La figure 3.7 présente le principe de fonctionnement de la technique :

Un faisceau d'électrons disposant d'une énergie suffisante (typiquement de 15 à 30 keV) est envoyé par le MEB sur la surface de l'échantillon à analyser, avec un angle de 70 degrés. Les interactions entre les électrons et les structures cristallines de l'échantillon (plus amplement détaillés dans l'annexe C) engendrent un rayonnement d'électrons rétro-diffusés, imprimant eux-même des motifs particuliers sur un écran fluorescent positionné à proximité, capturés par une caméra.

Parmi la grande population d'électrons renvoyés par l'échantillon, il y a une nécessité statistique qu'une partie de ces électrons possède une longueur d'onde du même ordre de grandeur que l'un des paramètres de maille de la structure cristalline. Ce phénomène est appelé "conditions de Bragg", tel que décrit par la figure 3.8 et l'équation 3.10. Ces électrons, renvoyés par un plan cristallin donné, forment dans l'espace des motifs géométriques particuliers (des cônes à grands angles). L'intersection de ces motifs avec l'écran fluorescent compose deux lignes parallèles, caractéristiques du plan cristallin en question. Ces lignes sont appelées lignes de Kikuchi et permettent, via leur indexation, de déterminer les caractéristiques des plans cristallins du point correspondant de l'échantillon.

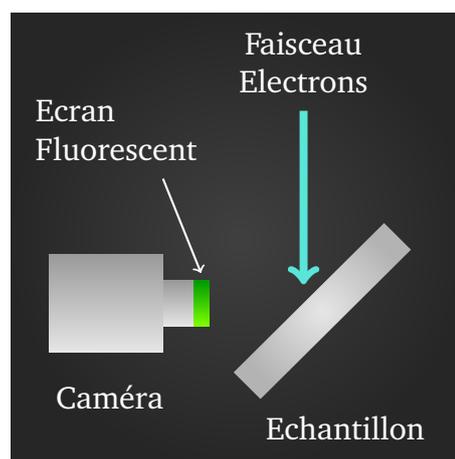


FIGURE 3.7 – Schéma du fonctionnement d'un système EBSD

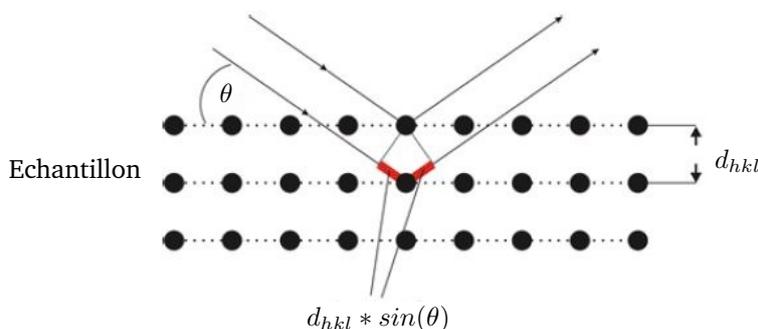


FIGURE 3.8 – Schéma représentant l'interaction entre un électron et un plan cristallin selon la condition de Bragg

$$2 * d_{hkl} * \sin(\theta) = n * \lambda \quad (3.10)$$

$d_{hkl}$	distance inter-atomique caractéristique
$\theta$	Angle d'incidence des électrons
$\lambda$	Longueur d'onde des électrons

La figure 3.9 donne un exemple de motifs composant un diagramme de Kikuchi. L'indexation n'est cependant valable que pour un point de l'échantillon testé, correspondant à la zone physique d'interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon. Lors de la réalisation d'une cartographie, chaque pixel de la cartographie est donc un point de diffraction différent, dépendant de la résolution du système EBSD. Cette résolution peut aller de 500 *nm* sur un MEB traditionnel, jusqu'à 20 *nm* sur un MEB équipé d'un canon à émission de champ, couramment appelés MEB-FEG.

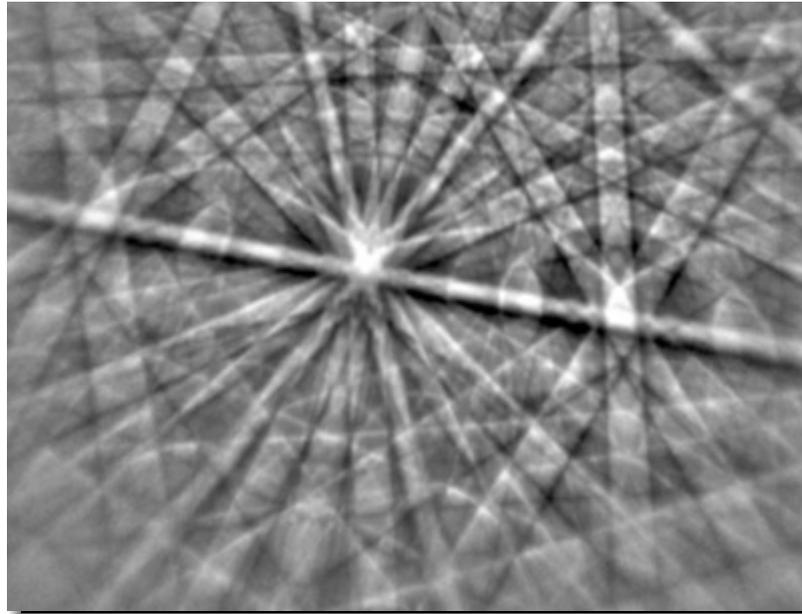


FIGURE 3.9 – Exemple de diagramme de Kikuchi, servant de base à l'analyse EBSD pour la caractérisation des structures cristallines

L'indexation de l'ensemble des diagrammes obtenus en balayant un échantillon rend ainsi une cartographie dont chaque pixel comporte une orientation cristalline donnée. L'identification des joints de grains de la structure cristalline passe par la détermination d'un critère de différence d'orientations entre deux pixels adjacents. En effet, deux grains adjacents possèdent des orientations spatiales propres ainsi que des déformations internes liées à d'éventuelles contraintes résiduelles. La détermination des joints de grains est donc obtenue en comparant la différence d'orientation cristalline entre deux pixels adjacents à un angle critique. Si la différence d'orientation cristalline est

- inférieure à l'angle critique, alors les pixels font parties du même grain
- supérieure à l'angle critique, alors les pixels font parties de deux grains différents et un joint de grain est identifié

### 3.3.3 Propriétés mécaniques locales des revêtements

Les propriétés mécaniques locales des revêtements ont été observés dans les revêtements au moyen de filiations de dureté à une échelle nanométrique avec un appareil Nanoindentation tester (CSM Instruments, Peseux, Suisse).

Cette technique, telle que présentée dans la section 1.3.2, réside dans l'interprétation de courbes de charge appliquée en fonction de la profondeur d'indentation, obtenues par instrumentation, tel que présentée par la figure 3.10. Au moyen de la méthode définie par Oliver et Pharr, plusieurs propriétés ont été déterminées pour chaque point d'indentation [115, 116] :

- La dureté  $H$ , définie comme le ratio de la charge maximale appliquée sur l'aire maximale de contact entre l'indenteur et le matériau analysé. La géométrie particulière de l'indenteur Berkovich (indenteur pyramidal à base triangulaire) permet de plus de connaître l'aire de contact entre celui-ci et le matériau, directement à partir de la profondeur d'indentation grâce à la fonction de forme ;

- Le module d'Young  $E$ , déterminé à partir de la rigidité  $S$  du système, elle-même calculée à partir de la tangente à la courbe de décharge au point de profondeur d'indentation maximale ;
- Le travail plastique  $W_{plas}$  de l'indenteur sur le matériau analysé, défini par l'aire couverte par la courbe d'indentation ;
- Le travail élastique  $W_{elas}$  de l'indenteur sur le matériau analysé, défini par l'aire se situant sous la courbe de décharge, bornée par la droite verticale se situant à la profondeur d'indentation maximale.

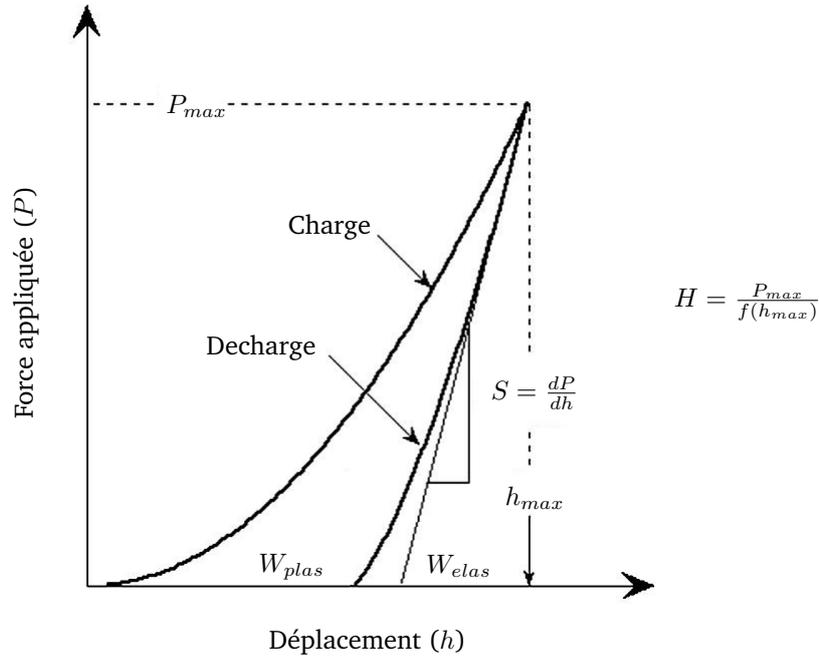


FIGURE 3.10 – Exemple de courbe de charge appliquée en fonction de la profondeur d'indentation obtenue lors d'un essai de nanoindentation

Afin d'obtenir la résolution la plus fine possible sur les propriétés en fonction de la position de chaque indentation dans l'épaisseur du revêtement, environ 250 points d'indentations ont été réalisés. Chaque point a été espacé de  $30 \mu m$  du point précédent, la filiation formant un angle avec le revêtement de sorte à ce que l'ensemble des points résident dans l'épaisseur, de l'interface avec le substrat jusqu'à la surface du revêtement. Les points ont été pilotés en charge maximale, définie à  $3 mN$ , correspondant à une profondeur d'indentation maximale approximative de  $150 nm$ . Après application de différents filtres dans le but de supprimer les points jugés non-conformes (principalement lorsque les indentations ont été appliquées sur des porosités ou rendant des courbes aux allures atypiques), une centaine de points ont été conservés pour tracer les graphiques présentés à la fin de ce chapitre.

## 3.4 Comportement à l'étalement des particules

### 3.4.1 Résultats des simulations

La figure 3.11 présente les résultats des différentes simulations de conduction thermique dans le substrat suite à l'étalement d'une particule. L'objet de l'étude étant d'estimer la proportion de substrat mis en fusion sous la diffusion de l'énergie thermique apportée par la particule, les données reportées indiquent la position du front de fusion par rapport à l'interface entre le substrat et la lamelle (profondeur = 0  $\mu\text{m}$ ) en fonction du temps à partir du contact de la particule ( $t = 0 \mu\text{s}$ ). Les graphiques reprennent respectivement les résultats concernant l'aluminium pur, les alliages d'aluminium AlSi9Cu3 et 2017A ainsi que le laiton. Il est à noter que, dans le cas du cuivre, aucune mise en fusion du substrat n'a été relevé sur les simulations, quelle que soit la température de préchauffage sur la plage établie (cf. section 3.3.1.1. Les trois styles de marqueurs que sont les ronds bleus, les carrés magenta et les triangles gris représentent les résultats pour des températures de préchauffage du substrat respectivement de 120, 160 et 200 °C.

Il est important de noter qu'aucune résistance thermique de contact n'a été intégrée aux modèles. McPherson estime pourtant au moyen du nombre de Biot appliqué à une lamelle, tel que défini par l'équation 3.11, que la résistance thermique de contact est prépondérante sur les propriétés intrinsèques des lamelles [40]. Les flux de chaleur calculés entre la lamelle et le substrat sont donc nettement sur-estimés.

$$Bi = \frac{he}{\lambda} \quad (3.11)$$

$h$	Coefficient de transfert thermique à l'interface
$e$	Épaisseur de la lamelle
$\lambda$	Conductivité thermique de la lamelle

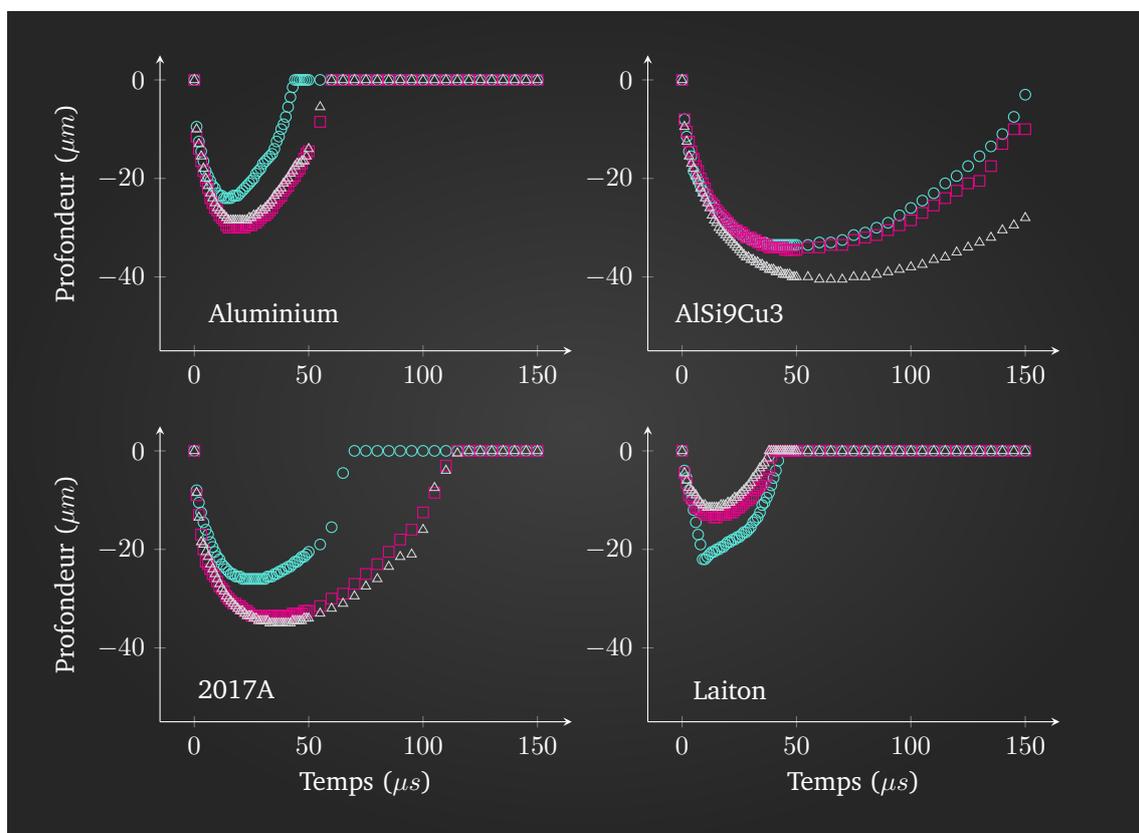


FIGURE 3.11 – Fronts de fusion des substrats obtenus par simulation. De haut en bas, sont présentés l'aluminium pur, les alliages AlSi9Cu3 et 2017A et le laiton. Les ronds bleus représentent une température de préchauffage de 120 °C, les carrés magenta 160 °C et les triangles gris 200 °C.

Le laiton possédant une capacité calorifique plus faible que les trois matériaux à base d'aluminium, celui-ci évacue plus facilement la chaleur dans son épaisseur. De plus, son point de fusion plus haut et sa chaleur latente plus faible réduisent la dimension du bain de fusion engendré.

A l'opposé, le point de fusion bas de l'alliage AlSi9Cu3 et sa capacité calorifique élevée impliquent un bain de fusion demeurant le plus longtemps de tous les matériaux testés. La différence principale entre l'aluminium et l'alliage 2017A se situe au niveau de la conductivité thermique, plus élevée dans le cas de l'aluminium. En conséquence, la chaleur de la lamelle se transfère plus rapidement dans l'aluminium que dans l'alliage 2017A. Les deux matériaux répartissant la chaleur dans leur épaisseur de façon similaire du fait de leurs capacités calorifiques proches, le bain de fusion demeure plus longtemps dans le cas de l'alliage 2017A.

### 3.4.2 Observations des lamelles

Cette section présente des clichés obtenus au MEB des lamelles collectées sur les différents substrats. Certains clichés ont été obtenus en configurant le MEB sur son mode BED permettant d'obtenir des nuances de gris correspondant aux numéros atomiques des éléments détectés en chaque point (l'annexe C donne plus de précisions sur ce point). Une mention est portée dans le cas de clichés pris en BED.

#### 3.4.2.1 Sur substrat en aluminium

La figure 3.12 présente les clichés des lamelles collectées sur des substrats en aluminium.

La lamelle de grande taille observée sur un substrat préchauffé à 120 °C présente un ensemble de bulles au centre. Sa morphologie comporte de nombreuses éclaboussures sur la périphérie. Avec une température de préchauffage de 160 °C, le comportement à l'étalement des lamelles de grande taille est similaire à celui présenté sur un substrat préchauffé à 120 °C, signe que la température de transition se situe au-delà de cette température. En revanche, les aspérités observables au centre des lamelles se font plus marquées. Avec une température de préchauffage de 200 °C, le centre des lamelles se fragmente en laissant apparaître le substrat. Peu de différence est constatée sur le comportement des lamelles de petite taille.

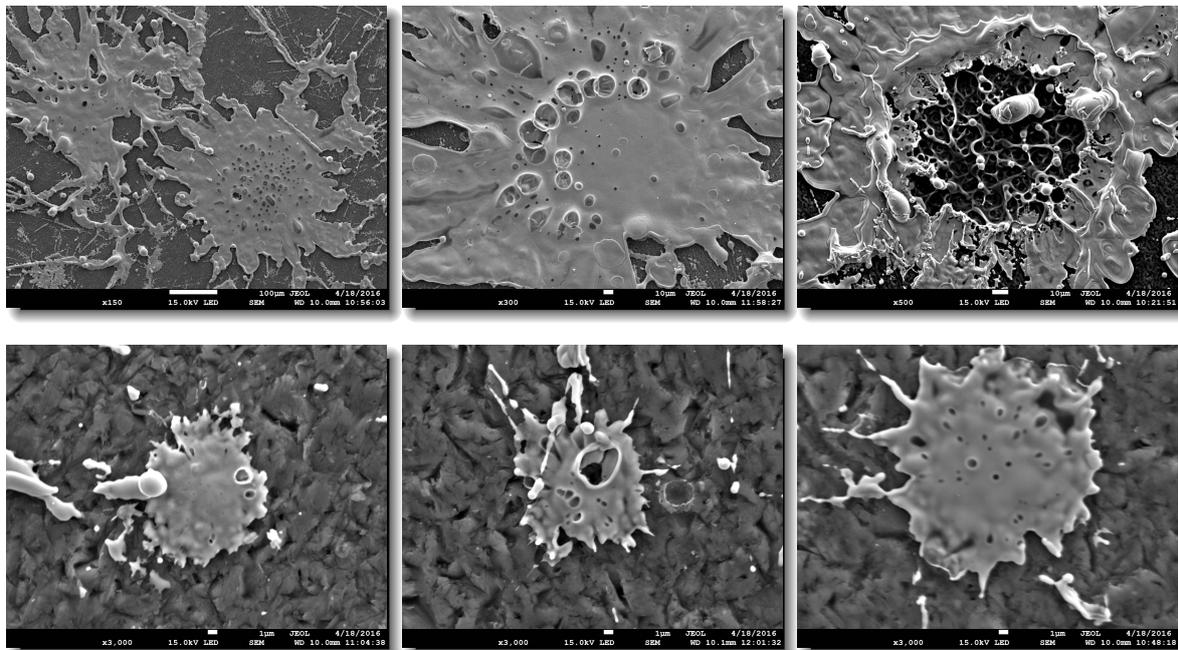


FIGURE 3.12 – Lamelles collectées sur substrat en aluminium. De gauche à droite, la température de préchauffage est de 120, 160 et 200 °C. En haut sont présentées des lamelles de grande taille (diamètre appr. 150  $\mu\text{m}$ ), en bas, des lamelles de petite taille (diamètre appr. 15  $\mu\text{m}$ )

### 3.4.2.2 Sur substrat en AlSi9Cu3

La figure 3.13 présente les clichés des lamelles collectées sur un substrat en alliage AlSi9Cu3.

La transition de comportement à l'étalement des lamelles de grande taille est ici flagrante. Avec une température de préchauffage de 120 °C, les lamelles présentent des éclaboussures conséquentes. A 160 °C, les éclaboussures sont toujours présentes mais les lamelles sont globalement plus intègres. A 200 °C, la température de transition est dépassée tel que le démontre la présence de lamelles rondes. Les particules de petite taille présentent une périphérie moins nette avec une température de préchauffage de 120 °C, tandis qu'elles apparaissent bien rondes avec une température de préchauffage au-delà des 160 °C. Le cliché pris en BED de la lamelle en bas à droite de la figure 3.13 indique que la périphérie de la lamelle est oxydée.

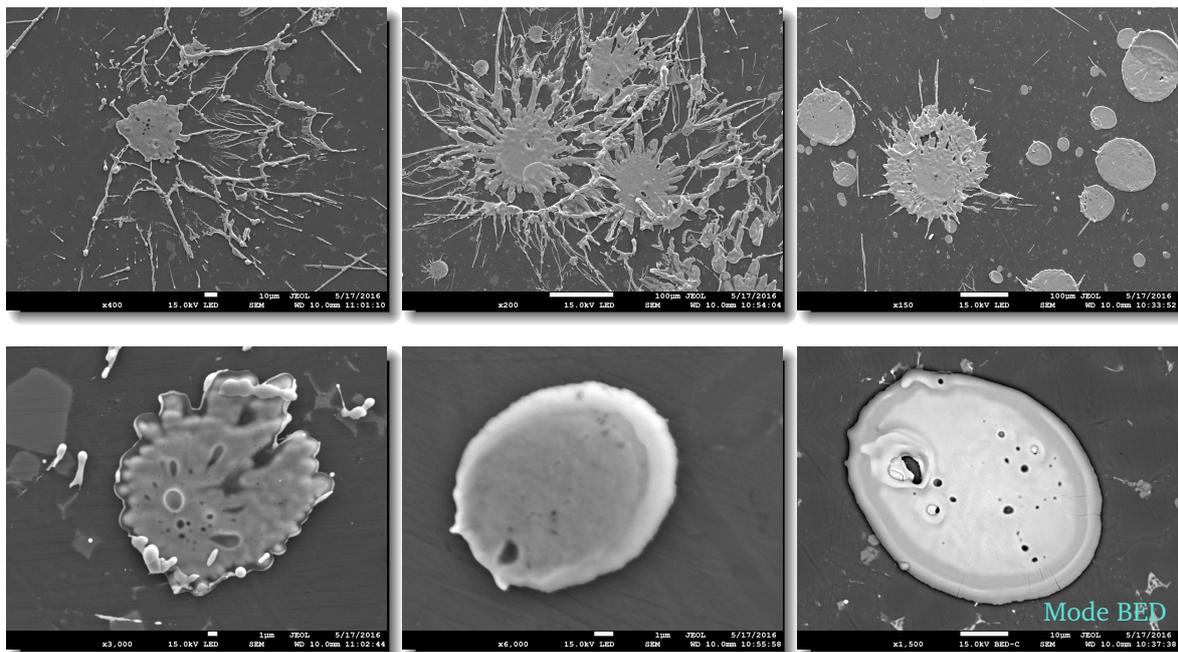


FIGURE 3.13 – Lamelles collectées sur substrat en AlSi9Cu3. De gauche à droite, la température de préchauffage est de 120, 160 et 200 °C. En haut sont présentées des lamelles de grande taille (diamètre appr. 150  $\mu\text{m}$ ), en bas, des lamelles de petite taille (diamètre appr. de 15 à 30  $\mu\text{m}$ )

### 3.4.2.3 Sur substrat en 2017A

La figure 3.14 présente les clichés des lamelles collectées sur un substrat en alliage 2017A.

Le comportement des lamelles collectées sur le substrat en alliage 2017A est globalement similaire à celui constaté sur les lamelles collectées sur un substrat en alliage AlSi9Cu3.

### 3.4.2.4 Sur substrat en Cuivre

La figure 3.15 présente les clichés des lamelles collectées sur un substrat en cuivre.

Les lamelles collectées sur du cuivre présentent des morphologies d'étalement variant relativement peu avec la température de préchauffage. Il est tout de même à noter que les lamelles se soulèvent sur la périphérie de façon plus importante que sur les substrats à base d'aluminium. Les lamelles de petite taille présentent en revanche des niveaux d'oxydation pouvant aller de l'oxydation en périphérie (image de centre droit sur la figure 3.15) à totalement oxydé (lamelle en haut de l'image en bas à droite de la figure 3.15).

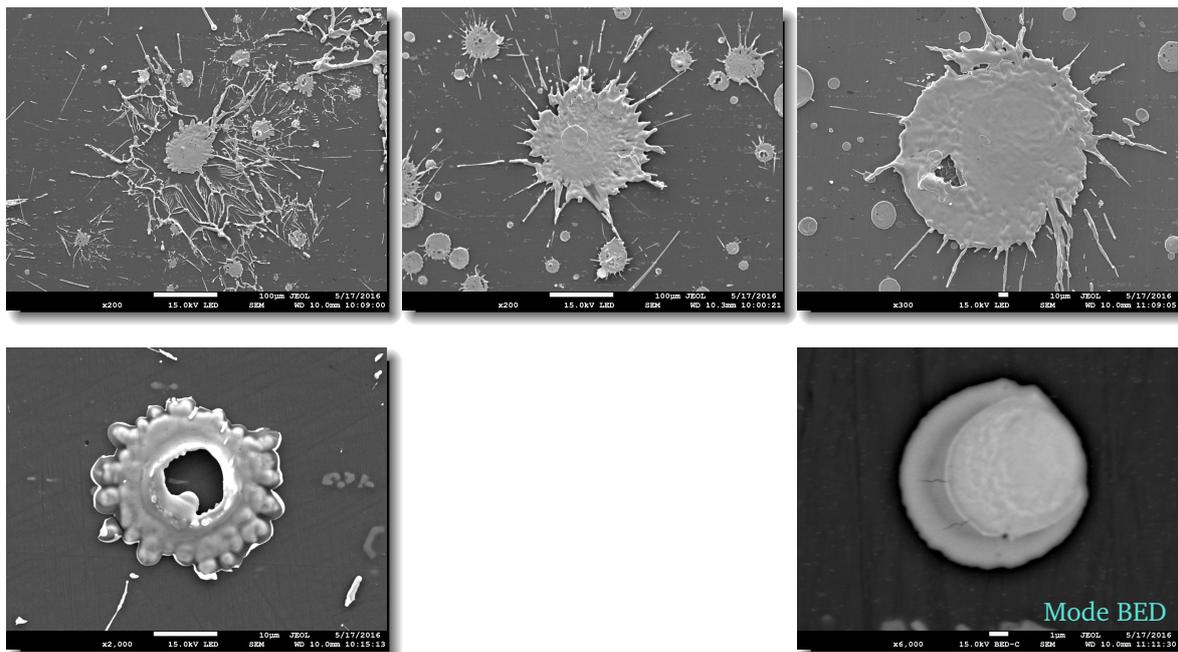


FIGURE 3.14 – Lamelles collectées sur substrat en 2017A. De gauche à droite, la température de préchauffage est de 120, 160 et 200 °C. En haut sont présentées des lamelles de grande taille (diamètre appr. 150  $\mu\text{m}$ ), en bas, deux lamelles de petite taille (diamètre appr. 15  $\mu\text{m}$ )

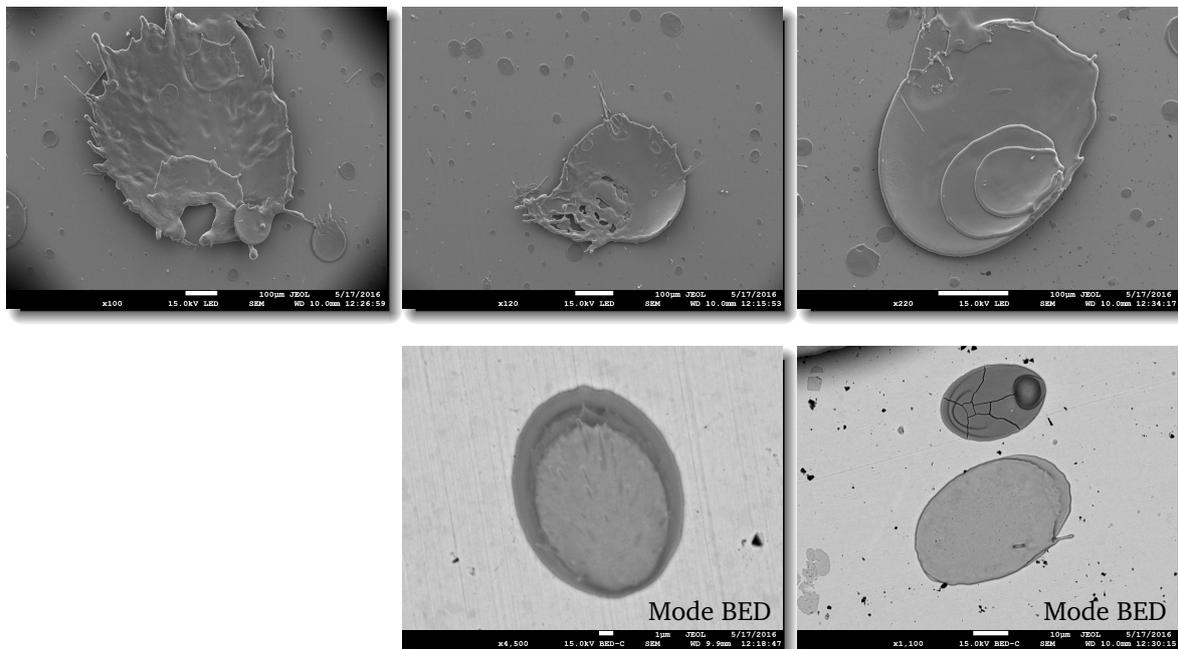


FIGURE 3.15 – Lamelles collectées sur substrat en cuivre. De gauche à droite, la température de préchauffage est de 120, 160 et 200 °C. En haut sont présentées des lamelles de grande taille (diamètre appr. de 150 à 300  $\mu\text{m}$ ), en bas, des lamelles de petite taille (diamètre appr. 15  $\mu\text{m}$ )

### 3.4.2.5 Sur substrat en Laiton

La figure 3.16 présente les clichés des lamelles collectées sur un substrat en laiton.

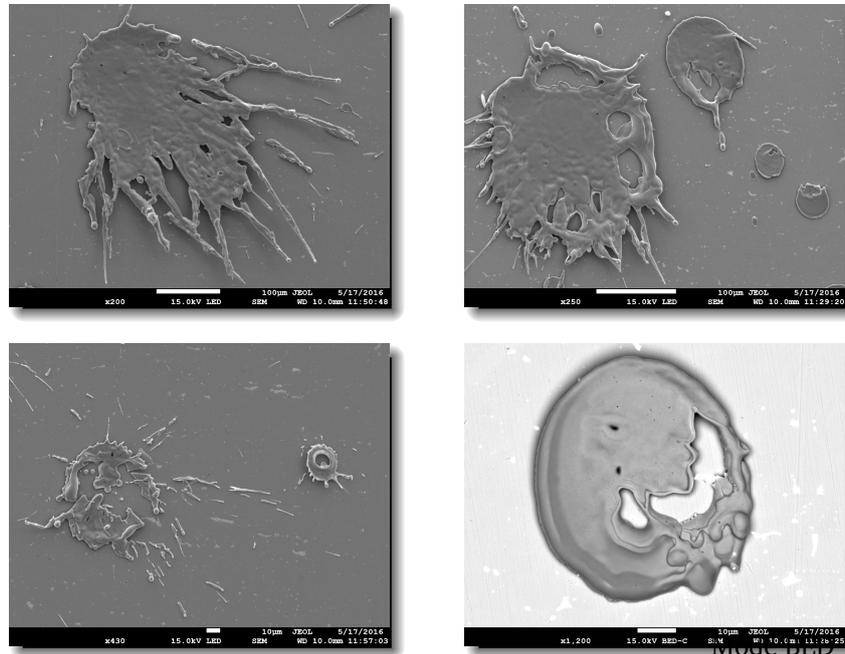


FIGURE 3.16 – Lamelles collectées sur un substrat en laiton. De gauche à droite, la température de préchauffage est de 120 et 200 °C. En haut sont présentées des lamelles de grande taille (diamètre appr. de 150  $\mu m$ ), en bas, des lamelles de petite taille (diamètre appr. de 15 à 40  $\mu m$ )

A l'image des observations réalisées sur les lamelles collectées sur du cuivre, peu de différences de comportement sont à noter sur les lamelles collectées sur le laiton. Également, les lamelles les plus massives se soulèvent sur leurs bords. Une exception est à souligner dans le cas d'une température de préchauffage du substrat à 120 °C où peu de lamelles de petite taille ont été repérées.

### 3.4.2.6 Discussions sur les collectes de lamelles

**Lamelles collectées sur l'aluminium :** Ces lamelles sont les seules à présenter de façon récurrente des bulles en surface pour les températures de préchauffage de 120 et 160 °C et une rupture au centre des lamelles avec une température de préchauffage de 200 °C. Yang *et al.* indiquent au moyen d'observations de la face inférieure de lamelles collectées que ce phénomène est dû aux gaz adsorbés se trouvant piégés à l'interface entre la lamelle et le substrat au niveau de la zone d'impact. Ce gaz se trouvant brusquement chauffé par la lamelle se dilate et tend à s'évacuer à mesure que l'épaisseur de la lamelle décroît pendant son étalement, créant des bulles lorsque le taux de solidification est suffisamment rapide [176]. Cette observation motive la différence de taille des bulles entre les températures de préchauffage de 120 et 160 °C, une plus grande température de préchauffage améliorant les transferts thermiques entre une lamelle et son substrat [49]. De son côté, Chandra reprend différents travaux pour expliquer que la quantité de gaz adsorbée en surface d'un substrat peut dépendre de son taux d'oxydation [49]. L'aluminium étant un matériau particulièrement réactif avec l'oxygène, une température de préchauffage plus importante entraîne une couche d'oxyde d'aluminium plus importante en surface. Considérant que cette quantité de gaz adsorbée est plus importante lorsque le substrat est préchauffé à 200 °C, l'évacuation des gaz suite à l'impact de la particule permettrait de rompre la partie centrale de la particule pendant son étalement.

**Lamelles collectées sur les alliages AlSi9Cu3 et 2017A :** Premièrement, l'influence de la température de transition sur la morphologie des lamelles est ici clairement observable (cf. section 3.2.1). Il est à noter que, malgré les différences de propriétés thermiques et de composition, la température de transition se situe dans les deux cas entre 160 et 200 °C. Deuxièmement, l'oxydation observée sur certaines particules, notamment de petite taille, ne peut provenir que de l'oxydation de la particule après impact. D'après Steffens, les hautes températures des particules en vol engendrent des phases de wuestite (FeO) dont la tension de surface est très inférieure à celle de l'acier initial. Lors de l'étalement, cet oxyde s'échappe de la particule sous la forme d'éclaboussures [34]. L'oxydation ne peut ainsi se réaliser avec l'acier qu'après étalement, sur les zones les plus lentes à refroidir soit la périphérie des lamelles. Cette analyse est confortée par la présence de lamelles présentant des fissures dues à une oxydation après étalement, tel que sur l'image en bas à droite de la figure 3.15.

**Lamelles collectées sur le laiton et le cuivre :** La différence principale entre les substrats en cuivre et en laiton par rapport aux autres matériaux réside dans la capacité calorifique, les points de fusion et la chaleur latente de fusion. Les simulations indiquent que ces deux matériaux sont moins sujets à subir une fusion superficielle sous l'effet de la chaleur apportée par une lamelle que les autres matériaux. Les observations de lamelles pointent des phénomènes d'éclaboussure en 3 dimensions quasi-exclusivement sur ces deux types de substrats. En conclusion, la faible épaisseur de fusion superficielle allée à la capacité accrue de ces matériaux à évacuer la chaleur reçue de la lamelle dans leur épaisseur et l'énergie moindre nécessaire au changement de phase accentue la vitesse de formation et de solidification de crêtes autour du point d'impact comme rapporté par Morks [169]. Ces crêtes parvenant à se former et se solidifiant rapidement pendant que les particules les plus massives sont toujours en cours d'étalement orientent le flux de matière de sorte à créer ces éclaboussures en 3 dimensions.

### 3.4.3 Conclusions sur le comportement à l'étalement des lamelles

Des simulations d'échanges thermiques et des collectes de lamelles ont été réalisées sur des substrats présentant des caractéristiques proches de l'alliage d'aluminium AlSi9Cu3. Les simulations consistent en l'application de l'équation de conduction de la chaleur avec changement de phase pour estimer l'évacuation de la chaleur de la lamelle dans le substrat telle que décrite par Dallaire [50]. Les résultats montrent différentes cinétiques de dissipation de la chaleur dans l'épaisseur du substrat ainsi que de profondeur de zone de fusion en fonction de la composition.

Les collectes de lamelles démontrent trois tendances en fonction des compositions et des propriétés thermiques des substrats. Dans le cas d'un matériau particulièrement sensible à la corrosion tel que l'aluminium, les lamelles prennent difficilement une forme ronde. La cause est à imputer aux gaz adsorbés présents en surface du substrat se libérant à travers la lamelle sous l'effet de l'augmentation subite de température. Dans le cas de substrats dont les propriétés thermiques font que la couche de fusion à l'interface avec la lamelle demeure limitée en profondeur et en temps d'existence, les lamelles présentent une forte tendance aux éclaboussures. La cause de ces éclaboussures réside dans la formation de crêtes autour du point d'impact des particules empêchant un étalement intime sur la surface du substrat. Dans le cas des alliages d'aluminium AlSi9Cu3 et 2017A, les différents modes d'étalement correspondant aux températures de préchauffage inférieures et supérieures à la température de transition sont observés. La similarité de comportement à l'étalement des particules sur ces deux substrats indique que la structure du matériau apporte peu de différences à ce niveau. La périphérie des particules a été observée comme étant particulièrement oxydée, signe de vitesses d'évacuation de la chaleur plus faibles.

## 3.5 Phases cristallines des dépôts

### 3.5.1 Analyse de composition

Une première approche dans l'analyse des phases des revêtements consiste à déterminer les phases les plus susceptibles de se présenter à partir de la composition de l'acier projeté.

Les fils utilisés sur le LDS® sont des fils d'acier de nuance 13Mn6. La composition standard de cet alliage est décrite dans le tableau 3.3.

TABLE 3.3 – Composition standard de l'alliage des fils 13Mn6

%	Fe	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni	Cu	Ti	N	Al	V
Min	Reste	0.1	1.6	0.25										
Max		0.13	1.8	0.4	0.015	0.1	0.05	0.1	0.1	0.01	0.008	0.01	0	

Plus précisément, des analyses ont indiquées que la composition réelle des fils se rapproche le plus souvent des résultats du tableau 3.4.

TABLE 3.4 – Composition analysée des fils en alliage 13Mn6

	C	Mn	Si	P	S	Cr	Mo	Ni	Ti	Al
%	0.12	1.705	0.278	0.011	0.004	0.046	0.005	0.018	<0.001	<0.001

Cependant, les hautes températures atteintes par le métal lors des projection génèrent notamment une certaine décarburation de l'alliage. Ce phénomène a été observé en évaluant la teneur en carbone d'échantillons de revêtements.

Des mesures ont été réalisées en effectuant une pyrolyse de fragments de revêtements, dont les vapeurs sont ensuite mises en réaction avec du dioxygène pur afin de former des molécules carbonées (CO ou CO<sub>2</sub>). Des cellules infrarouge détectent ces composés et permettent la quantification du taux de carbone dans les échantillons.

Ce procédé impose de disposer d'échantillons exclusivement composés de fragments de revêtement, sans résidus de substrat pouvant altérer la mesure. Ainsi, des échantillons de revêtement ont été découpés dans des carters-cylindres et placés dans des bains de soude (NaOH). Celle-ci permet de dissoudre l'aluminium sans réagir avec l'acier des dépôts. La figure 3.17 ci-contre présente un fragment avec son substrat (à droite) et après bain de soude (à gauche).

Les résultats indiquent un taux de carbone dans les revêtements de 0,111 % ± 0,001, soit une décarburation d'environ 7,5 %.

Une difficulté dans l'analyse des phases de l'acier 13Mn6 en fonction des vitesses de refroidissement réside dans l'absence de documentation technique détaillée à ce sujet. En conséquence, les investigations qui vont être présentées dans cette section s'appuient des éléments de caractérisation des aciers généraux et la documentation de nuances d'acier proches.

Les éléments d'alliage ayant des incidences différentes sur la stabilisation des différentes phases des aciers, Schaeffer *et al.* ont établi des formules rapportant ces incidences à des taux de chrome et de nickel équivalents afin de tracer des diagrammes de phases pour les aciers inoxydables. Les formules respectives sont indiquées par les équations 3.12 et 3.13 et un diagramme est donné par la figure 3.18 [177].

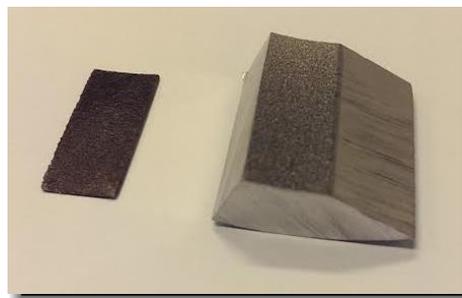


FIGURE 3.17 – Fragment de revêtement avec son substrat (à droite) et un échantillon pour mesure de taux de carbone sans substrat (à gauche)

$$(Cr)_{eq} = (\%Cr) + 1.5(\%Si) + (\%Mo) + 0.5(\%Nb) \quad (3.12)$$

$$(Ni)_{eq} = (\%Ni) + 0.5(\%Mn) + 30(\%C) \quad (3.13)$$

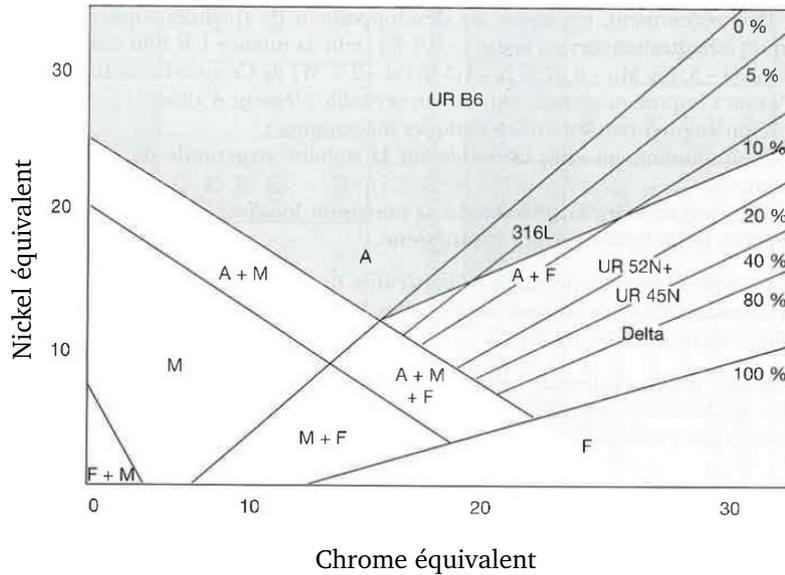


FIGURE 3.18 – Diagramme de Schaeffer/Espy, d'après Auclair *et al.*. A = Austénite, F = Ferrite, M = Martensite

L'application de ces formules avec les données du tableau 3.4 rend des taux de chrome et de nickel équivalents de 0.468 % et 4.2005 %. Ces teneurs correspondent à la partie en bas à gauche du diagramme de Schaeffer, indiquant des compositions attendues de type ferrite et martensite.

Toutefois, le faible taux de carbone de l'acier 13Mn6 et les teneurs en manganèse et silicium rapprochent également cet alliage des compositions des aciers usuellement élaborés pour le tréfilage à froid ou encore les aciers dits "carbone manganèse", dont les structures sont le plus souvent un mélange de bainite et de martensite. La figure 3.19 donne deux exemples de structures bainitiques d'aciers au manganèse [177].

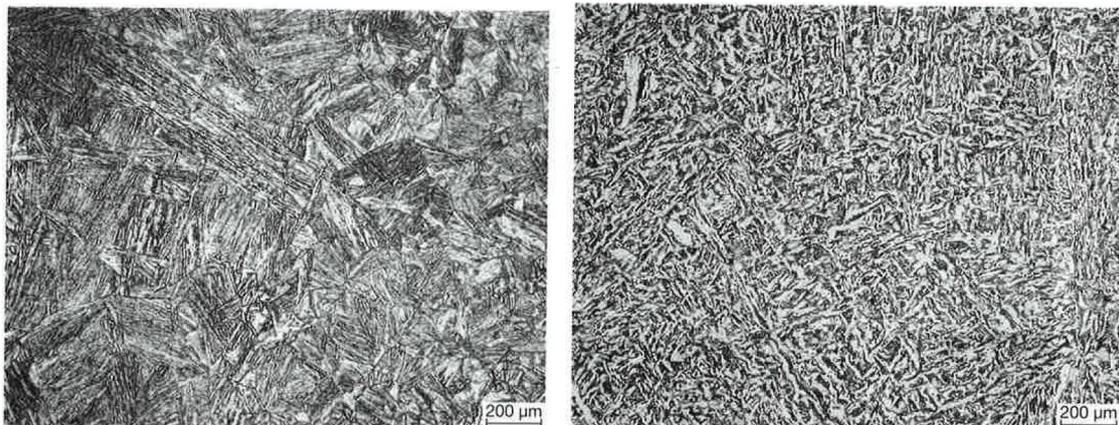


FIGURE 3.19 – Exemples de structures bainitiques, d'après Auclair *et al.* [177]. A gauche, un acier 6MnCrB5 après une trempe à l'eau, à droite un acier 35MnV7 refroidi à l'air après une forge à chaud.

Du point de vue du traitement thermique, la détermination de la vitesse critique de refroidissement permet de jauger le potentiel d'apparition de cette phase. Cette vitesse correspond au temps maximum requis à un acier pour passer de sa température d'austénitisation à une température spécifique dénommée *Martensite Start* ( $M_s$ ), correspondant à la température de transformation de l'austénite en martensite, pour que le carbone n'ait pas la liberté de réagir avec le fer pour passer d'un état de solution solide à un état de précipités. Dans le cas des aciers présentant un faible taux de carbone, une valeur approchée peut être obtenue avec une certaine fiabilité pour cette valeur  $M_s$  au moyen de la formule d'Andrews indiquée par l'équation 3.14 [178]. L'application de cette formule avec les données du tableau 3.4 donne une  $M_s$  égale à 436,2 °C.

$$M_s = 539 - 423(\%C) - 30.4(\%Mn) - 17.7(\%Ni) - 12.1(\%Si) - 7.5(\%Mo) \quad (3.14)$$

Andrews propose également une formule afin de déterminer la température eutectoïde  $Ac_3$  au moyen de l'équation 3.15. La composition des revêtements rend un température  $Ac_3$  de 858.9 °C.

$$Ac_3 = 910 - 203\sqrt{C} - 15.2Ni + 44.7Si + 104V + 31.5Mo + 13.1W - 30Mn - 11Cr - 20Cu + 700P + 400Al + 120As + 400Ti \quad (3.15)$$

A partir de ces informations, les diagrammes Transformation en Refroidissement Continu (TRC) permettent de déterminer les phases pouvant se présenter dans l'acier en fonction de la cinétique du refroidissement. Ces diagrammes indiquent des domaines renseignant sur les différentes phases composant une pièce en fonction du temps de refroidissement depuis une température d'austénitisation (usuellement légèrement supérieure à la température  $Ac_3$ ).

Les figures 3.20 et 3.21 présentent respectivement les diagrammes TRC des aciers 21Mn6 et 30Mn5 fournis par SECOSAR (Paris, France). Le paramètre de refroidissement indiqué pour les vitesses de refroidissement les plus rapides correspondent à un centième du temps en secondes pour un refroidissement de 800 à 500 °C [179]. L'acier 21Mn6 porte l'intérêt de posséder une composition proche de la nuance 13Mn6 des revêtements mais avec un taux de carbone plus élevé. La nuance 30Mn5 comporte une teneur en carbone encore plus élevée. Son intérêt est de présenter l'influence de l'augmentation de la teneur en carbone sur la disposition des domaines par rapport à l'acier 21Mn6 et ainsi d'estimer la disposition des domaines dans le cas de l'acier 13Mn6. En passant du diagramme TRC de l'acier 21Mn6 à celui de l'acier 30Mn5, les domaines de formation de la bainite et de la ferrite sont décalés vers la droite. En conséquence le domaine de stabilité de l'austénite est accrue et la martensite peut être obtenue avec des vitesses de refroidissement plus faibles. L'acier 21Mn6 présentant une courbe de refroidissement résultant en la formation de martensite pour un paramètre de refroidissement de 0.006 (soit 0.6 secondes pour refroidir la pièce de 800 à 500 °C), ce paramètre apparaît donc comme étant une limite haute pour l'obtention de martensite dans les lamelles de revêtement en acier 13Mn6.

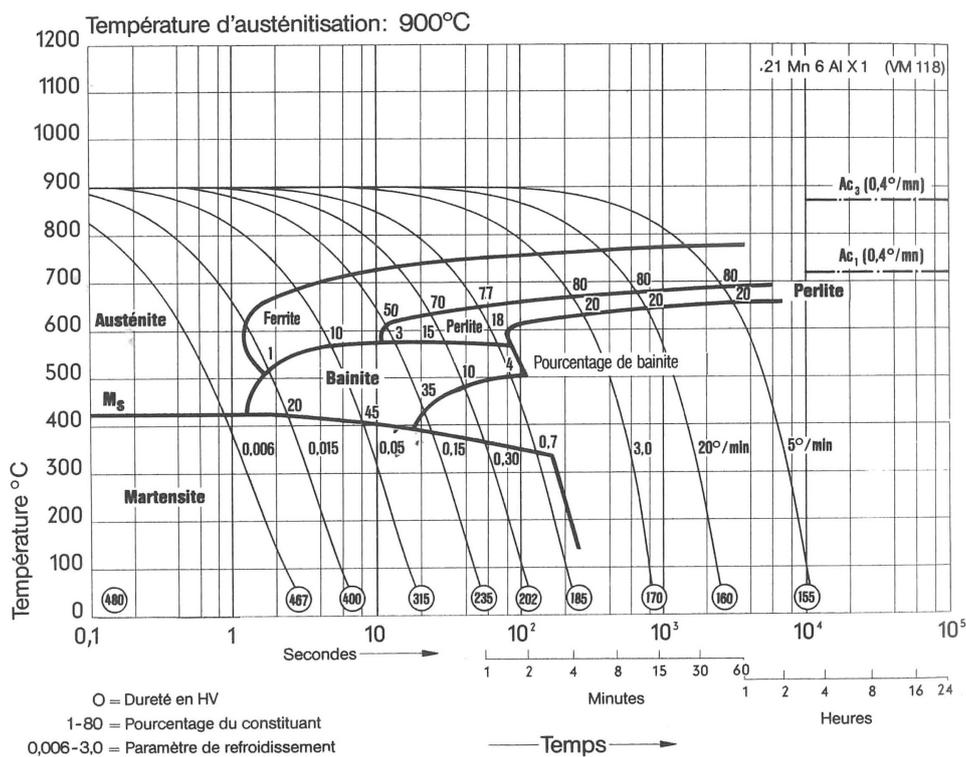


FIGURE 3.20 – Diagramme TRC de l'acier 21Mn6, d'après la documentation du fournisseur SECOSAR [179]

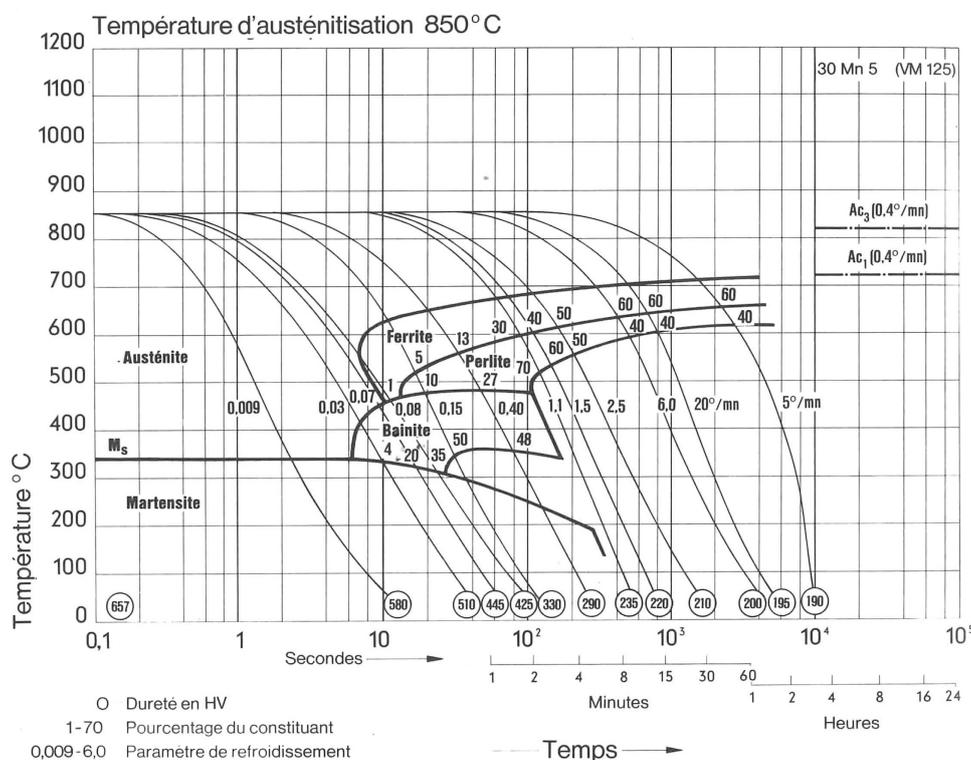


FIGURE 3.21 – Diagramme TRC de l'acier 30Mn5, d'après la documentation du fournisseur SECOSAR [179]

### 3.5.1.1 Analyse de phases par Diffraction des rayons X

En première approche, un scan DRX a été effectué afin de tenter de cerner les phases en présence dans le revêtement. Le scan réalisé est présenté par la figure 3.22.

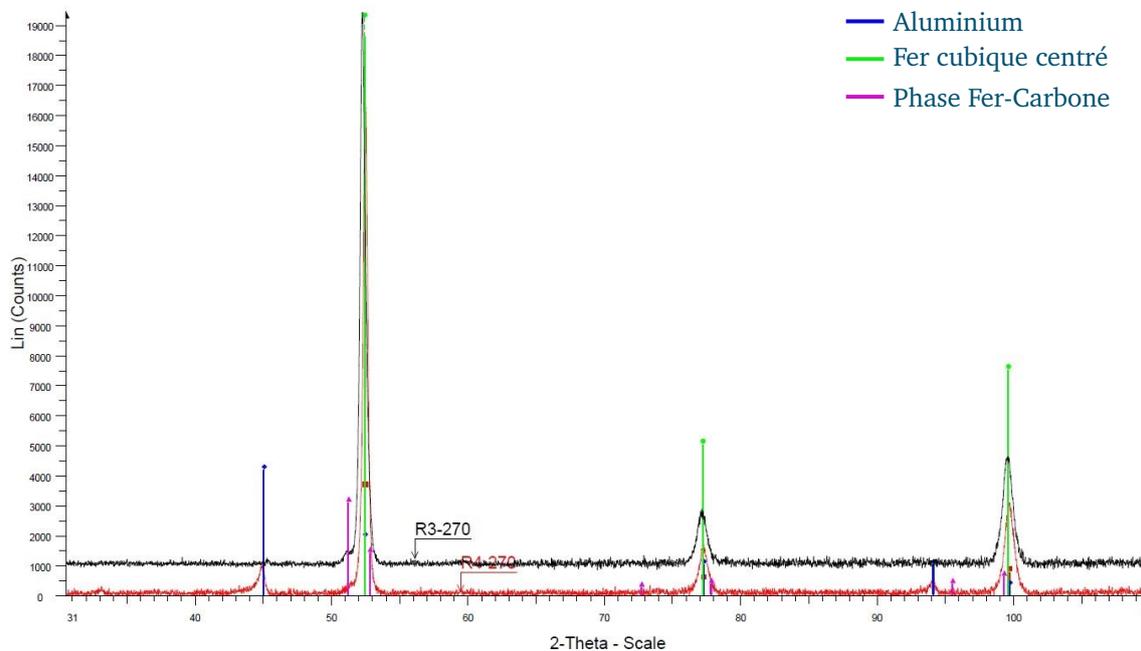


FIGURE 3.22 – Analyse par DRX de la surface de deux échantillons de revêtement obtenus avec le LDS®

Deux problèmes sont posés par cette analyse :

- Les paramètres de mailles de la ferrite et de la martensite sont très proches, pratiquement inséparables sur ce type d'identification
- Les pics apparaissant en violet sur la figure 3.22 peuvent être interprétés à la fois comme des traces de cémentite ou d'austénite résiduelle, les deux apparaissant à quelques dixièmes de degrés près sur le type d'appareillage utilisé pour l'étude. Puisqu'il est également connu que les revêtements contiennent certains niveaux de contraintes résiduelles non-négligeables, ces dernières peuvent avoir une tendance à décaler les pics sur une analyse DRX. Ainsi, peu de crédit peut être accordé à ces pics dans l'identification formelle des phases.

## 3.5.2 Observations métallographiques des revêtements

### 3.5.2.1 Variations de structures cristallines dans l'épaisseur

Des attaques métallographiques au Nital 1 % ont été effectuées sur des coupes polies de revêtements. L'objectif est de rendre un premier aperçu de l'agencement des phases cristallographiques dans les revêtements.

Ainsi, sur l'assemblage de micrographies de la figure 3.23, peuvent être observées à la fois la dimension générale des structures cristallines et les contours des lamelles composant le revêtement.

En première observation, les structures du revêtement semblent former un gradient dans l'épaisseur de celui-ci. Partant de l'interface avec le substrat jusqu'à la surface du revêtement, peuvent être identifiées :

- Des lamelles et structures fines ;
- Des lamelles plus massives, aux structures aciculaires ;
- Des couches composées de lamelles aux morphologies et structures variées.

Dans une étude sur les microstructures de revêtements obtenus par solidification rapide, Sampath souligne le lien entre les différents types de microstructures observables dans les lamelles, le gradient thermique et la vitesse de flux à l'interface. Notamment, l'auteur indique que dans le cas d'un gradient thermique élevé celui-ci stabilise le front de solidification des lamelles, tandis que dans le cas d'une vitesse d'écoulement élevée, les structures engendrées présentent des ségrégations. Une zone de structure dite cellulaire peut être trouvées entre les deux extrêmes [180]. Un parallèle peut être établi avec les structures observables sur la figure 3.23 :

- Les lamelles fines présentes à proximité de l'interface semblent proposer un agencement de microstructures ordonnées, formant des motifs perpendiculaires à l'interface, signe d'un gradient thermique prédominant ;
- Les lamelles grossières au centre des revêtements ne font pas état de vitesses d'écoulement élevées du fait de leur formes peu allongées. Ces microstructures se situent plus probablement dans la zone de microstructures cellulaires ;
- Les structures chaotiques à proximité de la surface sont quant à elles également observées par Newberry dans une étude relevant notamment des éclaboussures de projection [46]. Ces lamelles, provenant de particules éloignées du faisceau de projection principal et de particules engendrées par les éclaboussures de premières particules, subissent des conditions d'étalement et de refroidissement très variées, impliquant des structures tout aussi hétérogènes.

Dans une étude sur les microstructures de dépôts d'acier à 0,8 % de carbone obtenus par arc-fil sous atmosphère contrôlée, Newberry et Grant ont déjà pu relever ce type de gradient de microstructure mais sans la présence de la couche hétérogène à proximité de la surface [104]. Cette absence tend à corroborer l'origine ici supposée de cette couche, les expérimentations de Newberry ayant été réalisées sur des pièces "ouvertes" à la différence de l'environnement confiné des fûts.

Des analyses effectuées sur des échantillons projetés dans des conditions identiques, à l'exception de la vitesse d'avance de fils, présentent des gradients similaires quelle que soit l'épaisseur du revêtement. Les trois assemblages de micrographies de la figure 3.24 présentent des revêtements en coupe, attaqués avec un réactif Nital à 1 % , dont les vitesses d'avance de fil ont été fixées entre 5.5 et 9  $m.min^{-1}$ , donnant des épaisseurs de 355 à 556  $\mu m$ .

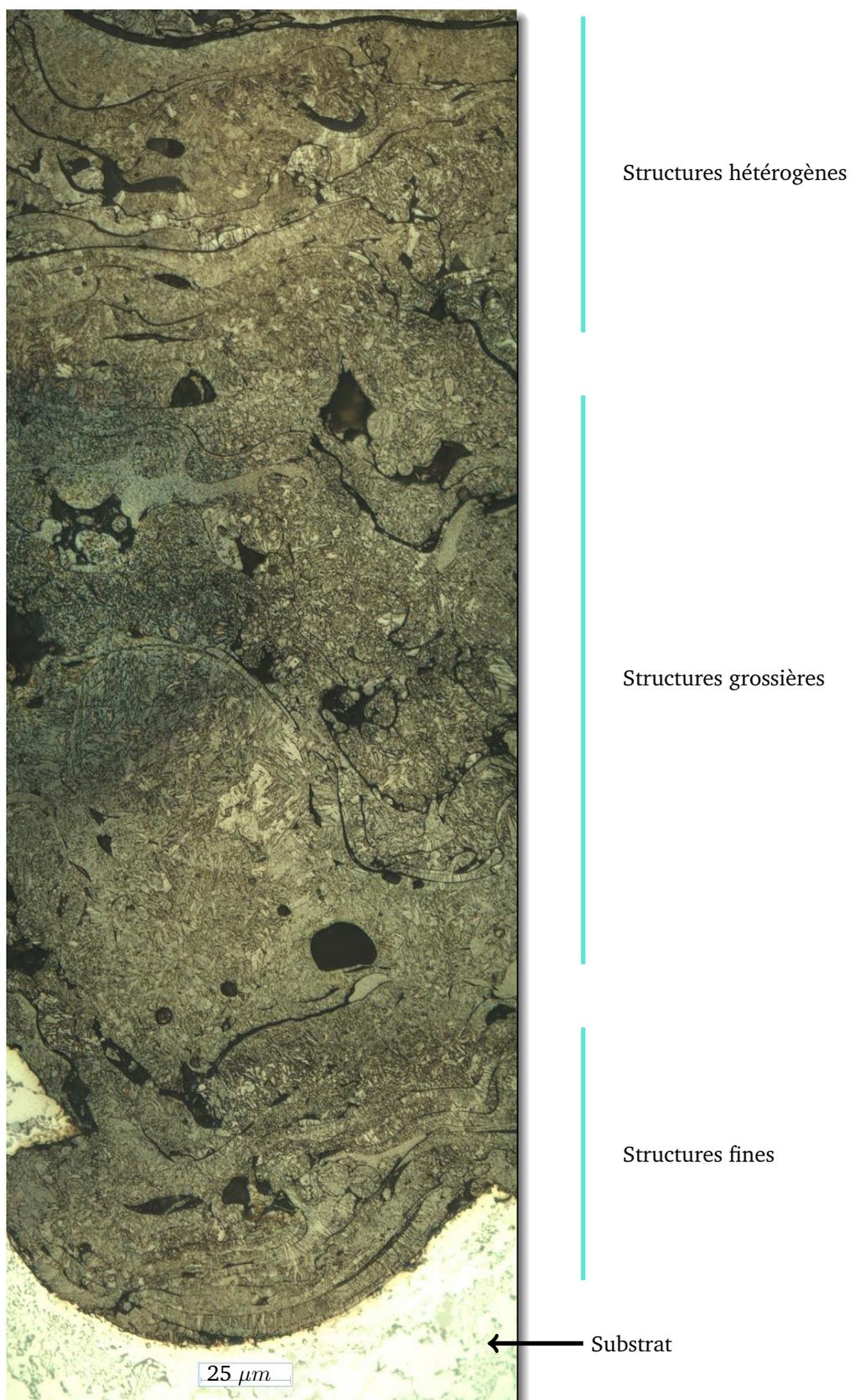


FIGURE 3.23 – Revêtement vu en coupe, attaqué avec un réactif Nital 1 %, présentant un gradient de structures cristallines, de l'interface avec le substrat jusqu'à la surface.

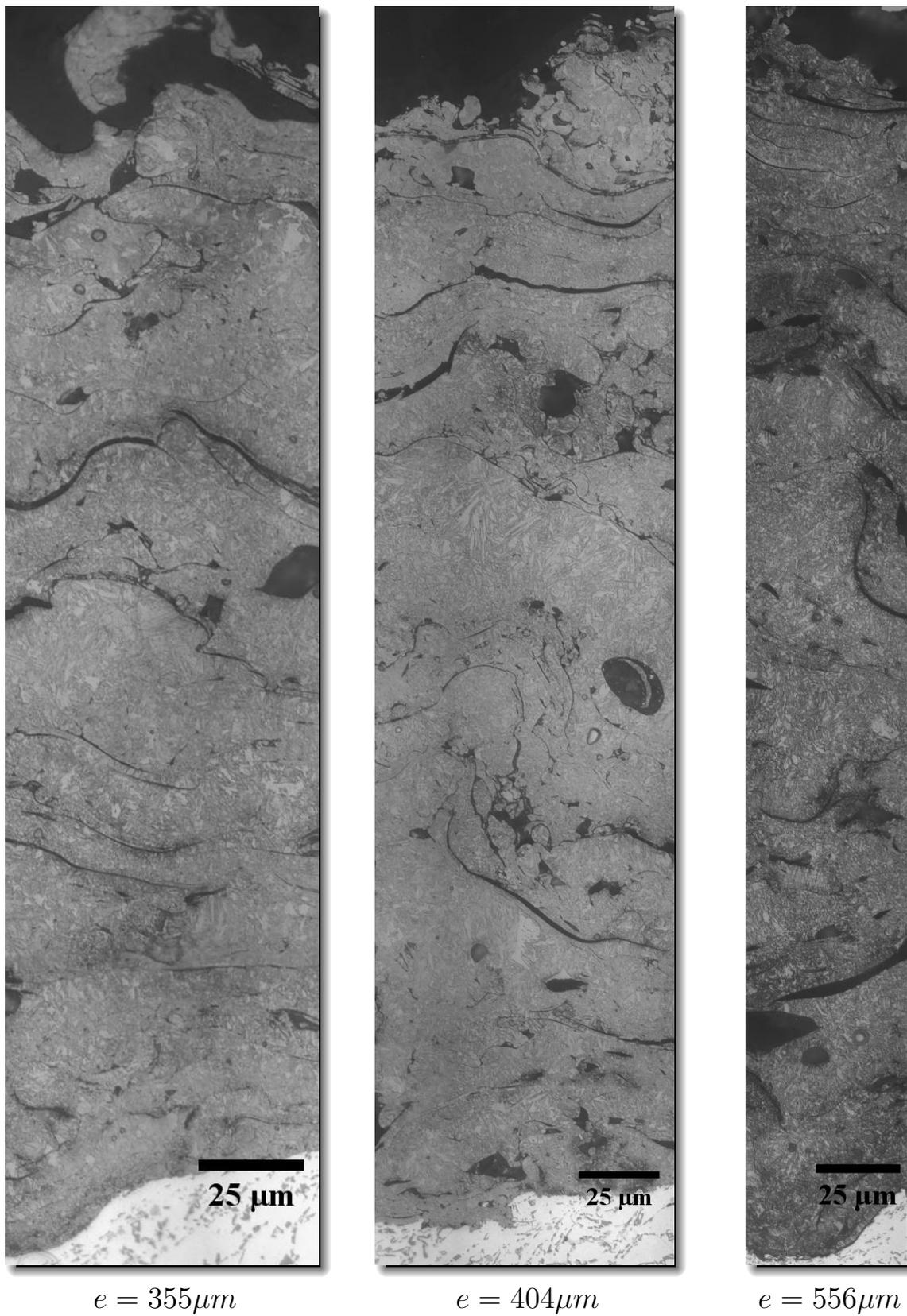


FIGURE 3.24 – Gradients de structures cristallines observés sur trois échantillons de revêtements, projetés avec différentes vitesses d’avance de fil. De gauche à droite, les vitesses d’avance de fils sont de  $5,5 m.min^{-1}$ ,  $7 m.min^{-1}$  et  $9 m.min^{-1}$

### 3.5.2.2 Analyse des phases à proximité de l'interface

Suite aux observations de la section 3.5.2, deux microstructures différentes ont été révélées à l'échelle de l'épaisseur du revêtement. L'étape suivante consiste à observer plus finement chacune de ces phases dans le but de les identifier.

**Observations au MEB :** les structures cristallines des revêtements étant particulièrement fines (Newberry et Grant estiment que la taille des grains va de quelques centaines de nanomètres à quelques micromètres [104]), des observations ont été réalisées au MEB. Dans le but d'affiner la morphologie des structures observables, la concentration de la solution de Nital a été diminuée à 0.25 %.

Le cliché de la figure 3.25 présente les différentes structures observables au MEB sur une zone du revêtement proche de l'interface :

- Des structures aciculaires au niveau des lamelles les plus massives ;
- Des structure colonnaires le long des lamelles les plus fines ;
- Des structures présentant des agglomérats.

Tandis que les structures aciculaires, les plus massives, sont aisément observables à ce niveau de grandissement, les deux autres structures apparaissent plus fines. Afin d'observer avec plus de précision ces dernières, la figure 3.26 effectue un zoom à plus fort grandissement sur cette zone.

En se référant de nouveau aux indications de Sampath, il peut être noté que les différences de structure observables à l'échelle de l'épaisseur du revêtement se retrouvent une nouvelle fois à l'échelle des lamelles : les lamelles les plus fines, soit les mieux étalées, font de nouveau état d'une structure colonnaire indiquant la présence d'un gradient thermique conséquent lors du refroidissement. Tandis que les lamelles aux morphologies les plus aléatoires présentent des structures aciculaires.

Pendant, l'assertion établie concernant la présence de phases spécifiques en fonction de la morphologie des lamelles ne fait pas l'objet d'une règle absolue, en particulier en ce qui concerne les lamelles les plus fines. Comme le montrent les clichés de la figure 3.27, des gradients de structure peuvent être observés à proximité de l'interface entre le revêtement et son substrat :

- Le cliché A présente 3 lamelles fines, superposées les unes sur les autres mais aux microstructures différentes
- Le cliché B présente une configuration de lamelles similaire au premier cliché à la différence qu'une structure colonnaire est partiellement identifiable sur la lamelle la plus volumineuse à l'interface entre les deux lamelles
- Le cliché C semble quant à lui présenter plusieurs lamelles étant parvenues à se souder les unes aux autres, l'ensemble présentant une structure de type colonnaire

La différence entre les trois conditions réside dans l'interface entre les lamelles. Sur le cliché A une quantité non-négligeable de défauts se trouve au niveau de l'interface entre les lamelles, tout comme sur celle du cliché B. Tandis que le cliché C propose un agencement entre les lamelles quasi-idéal. En considérant qu'il est fréquemment considéré qu'au moment où une particule s'étale sur une lamelle précédente, cette dernière est déjà à un stade avancé de son refroidissement, il y a dans ces clichés une démonstration d'une histoire thermique non-linéaire entre les particules. Cette non-linéarité parvient même, lorsque les conditions sont adéquates, à engendrer une continuité entre les phases des lamelles [75].

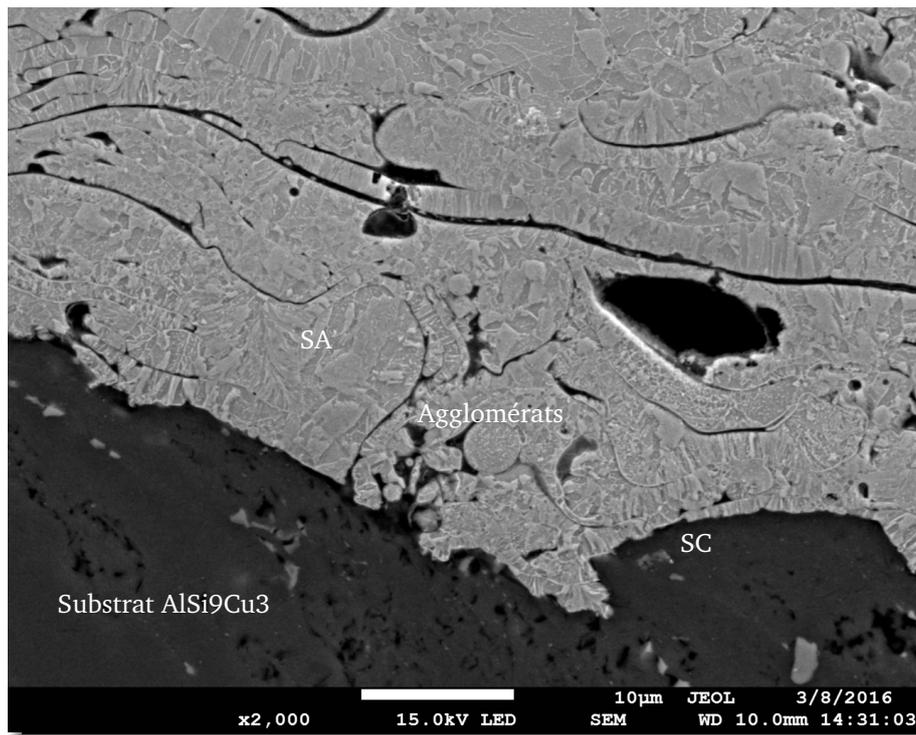


FIGURE 3.25 – Observation au MEB des structures cristallines obtenues par attaque au Nital 0.25% sur une zone proche de l'interface avec le substrat, SA = Structure Aciculaire, SC = Structure Colonnaire

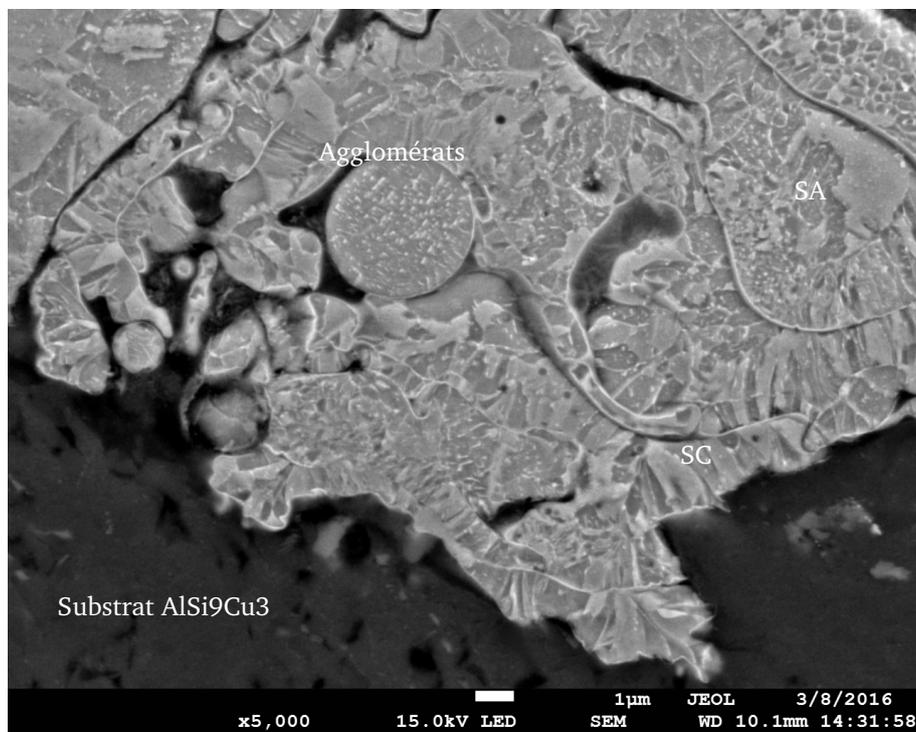


FIGURE 3.26 – Observation à fort grandissement au MEB des structures cristallines obtenues par attaque au réactif Nital 0.25% sur une zone proche de l'interface avec le substrat, SA = Structure Aciculaire, SC = Structure Colonnaire, SR = Structure Re-solidifiée

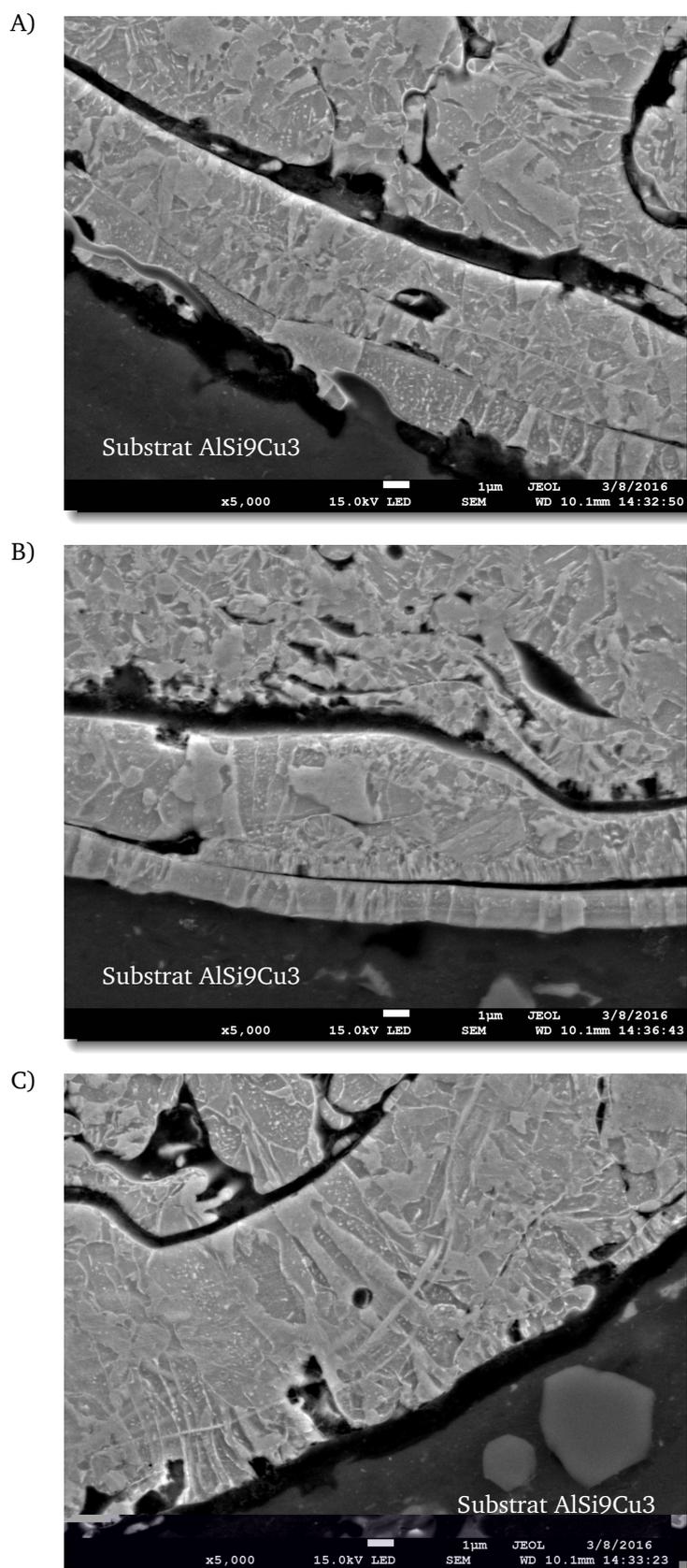


FIGURE 3.27 – Gradients de structures observés au MEB, à proximité de l’interface entre un revêtement et son substrat, après attaque au réactif Nital à 0.25 %

Toujours pour illustrer les gradients de structure observables dans les lamelles à proximité de l'interface entre le revêtement et le substrat, le cliché de la figure 3.33 présente un zoom sur une lamelle de faible épaisseur en contact avec le substrat.

**Identification des phases par EBSD :** D'un point de vue général, l'hétérogénéité des structures révélées par les attaques métallographiques, tant à l'échelle du revêtement qu'à l'échelle des lamelles, rend difficile l'identification des phases métallurgiques de façon formelle. Quand certains faciès, notamment ceux présentant des aiguilles, font pencher la balance vers la piste d'une structure martensitique, l'agencement général des grains, la présence locale de points blancs dans certaines zones et la tendance des attaques colorantes à virer au brun mènent plutôt vers la piste d'une structure bainitique.

Pour parvenir à une identification des phases cristallines des revêtements, la méthode EBSD a été déployée sur un fragment de revêtement en coupe, au laboratoire ELEMCA-CNES de Toulouse. Certains des éléments détaillés dans cette section proviennent ainsi des informations et explications fournies par le laboratoire. L'épaisseur du revêtement étant trop importante pour pouvoir tracer des cartographies de l'ensemble du revêtement avec une résolution satisfaisante vis-à-vis de la finesse des structures, une première zone a été sélectionnée pour effectuer des analyses cristallographiques, présentées par la figure 3.28.

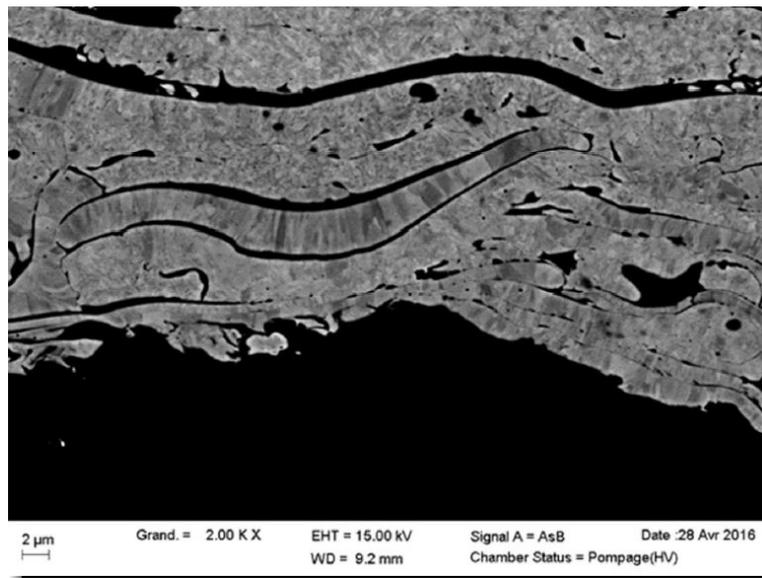


FIGURE 3.28 – Clichés au MEB de la zone sélectionnée à proximité de l'interface entre le revêtement et le substrat pour analyses EBSD

La première approche réside dans l'étude du *Band Slope*. Cette caractéristique est basée sur les diagrammes de Kikuchi (cf. section 3.3.2.2) : le *Band Slope* consiste à définir, pour chaque point de la cartographie, une différence de nuance entre le bruit de fond et les bandes composant le diagramme, caractérisant le niveau de diffraction des structures cristallines locales (plus un réseau est clairement défini, meilleure sera la qualité de diffraction). Cette technique permet de tracer de premières cartographies des éléments. Pour l'exemple, des joints de grains ou des mailles particulièrement contraintes auront une tendance à présenter des lignes estompées et donc des nuances de gris sombres. La figure 3.29 présente une cartographie correspondant à la zone sélectionnée.

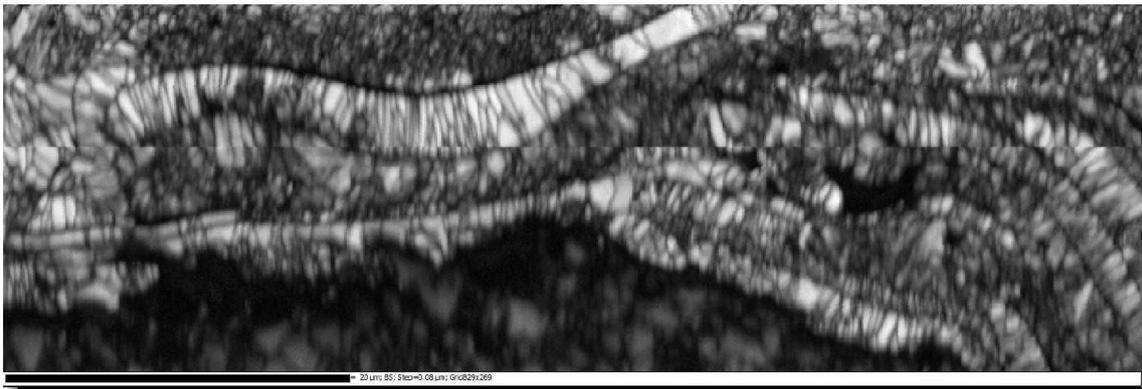


FIGURE 3.29 – Cartographie de Band Slope de la zone analysée par EBSD à proximité de l’interface

Un contraste notable apparaît sur la figure 3.29 entre les *Band Slope* des différents types de grains retournés :

- Les lamelles présentant des structures de type colonnaires sont assez précisément définies, proposant des nuances de gris claires, signe que les structures sont distinctement définies
- Les lamelles présentant des structures plus granulaires possèdent des grains plus sombres et nuancés. Les structures à ce niveau sont soit plus diffuses soit contraintes

A partir des informations collectées sur l’agencement cristallin de chacune des zones, une indexation automatique a été effectuée à partir d’une base de donnée et de la composition du revêtement. La figure 3.30 présente la cartographie obtenue.

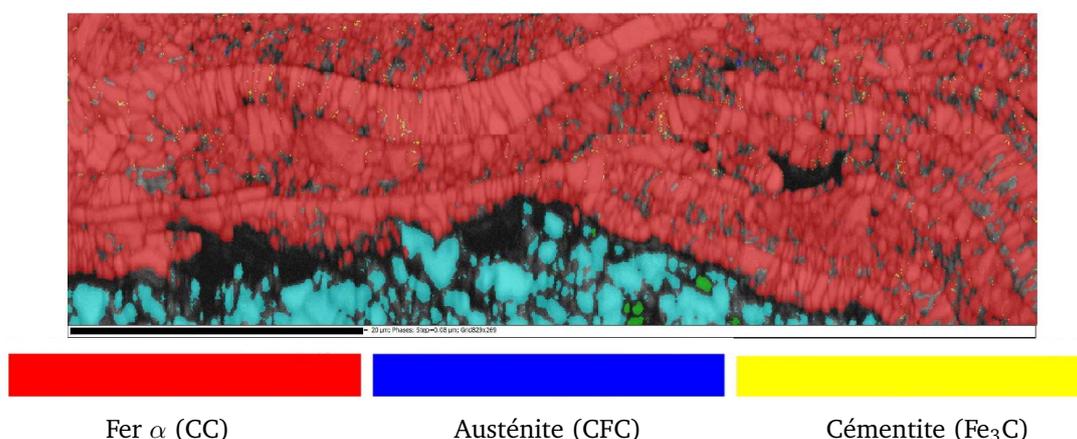


FIGURE 3.30 – Cartographie des phases déterminées par indexation automatique de l’installation EBSD sur la zone à proximité de l’interface

L’indexation automatique détermine une grande majorité de phase de fer  $\alpha$ , apparaissant en rouge sur la cartographie. De façon plus disparate, bien qu’en nombre suffisant pour ne pas être considérées comme faisant partie du bruit de fond, des traces d’austénite résiduelle (réseau cubique faces centrées - en bleu sur les cartographies) et de cémentite ( $Fe_3C$  - en jaune sur les cartographies) peuvent être détectées.

Cependant, tel que précédemment évoqué lors de l’analyse par DRX, les réseaux cristallins de la ferrite, de la bainite et de la martensite sont difficilement identifiables du fait de leurs paramètres de maille très proches. Un autre critère de description des réseaux cristallins se doit donc d’être déterminé afin de pouvoir identifier les phases en présence.

Une étude bibliographique tend à orienter les investigations vers la détermination des distributions de désorientations des mailles aux joints de grains [181, 182]. Un joint de grain est une délimitation entre deux grains possédant chacun une orientation cristalline propre dans l'espace. Ainsi, pour chaque pixel correspondant à un joint de grain, une désorientation des mailles peut être calculée en déterminant la différence des orientations cristallines des deux grains de part et d'autre. Une cartographie, comme celles utilisées dans le cas présent, possède une certaine population de grains et donc de joints de grains. Chaque pixel de joint de grains ayant une valeur de désorientation, une distribution de désorientations peut être déterminée pour une cartographie en analysant l'ensemble des joints de grains de la cartographie. Dans le cas présent, la distribution déterminée est proposée par la figure 3.31. En abscisse se trouvent les angles correspondant à la plage des désorientations de mailles aux joints de grains pouvant être déterminées sur la cartographie, en ordonnée, l'échelle des fractions correspondantes.

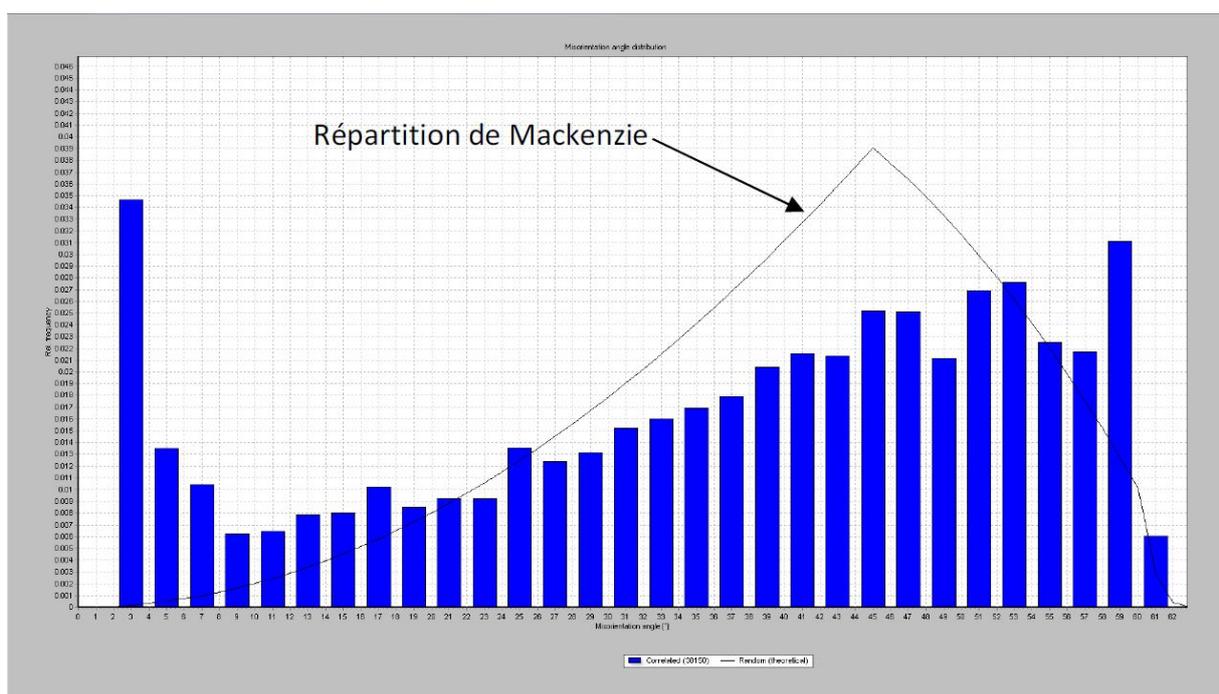


FIGURE 3.31 – Distribution de désorientations aux joints de grain de la zone analysée par EBSD à proximité de l'interface

La figure 3.32 présente les distributions de désorientations typiques des différentes structures bainitiques proposées par Zajac *et al.* [182]. Sur la figure 3.31, les populations conséquentes de désorientations sur la plage d'angle 40 à 50 ° indique ainsi la présence de bainite granulaire, tandis que le pic d'angle de désorientation à 60 ° indique la présence de grains de bainite inférieure.

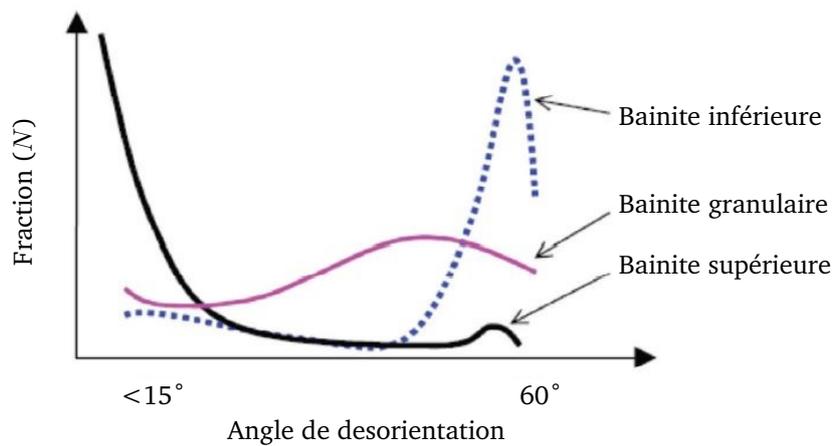


FIGURE 3.32 – Distributions typiques des désorientations aux joints de grains des structures bainitiques rapportées par Zajac *et al.* [182]

L'observation de grains de cémentite épars et l'identification de la phase bainitique à proximité de l'interface avec le substrat rend le cliché MEB de la figure 3.33 intéressant. En admettant que les tâches claires visibles sur la partie haute de la lamelle soient des grains de cémentite, leur présence sur un volume partiel de la lamelle traduit l'influence de la lamelle suivante (en haut du cliché) sur la structure de la première lamelle.

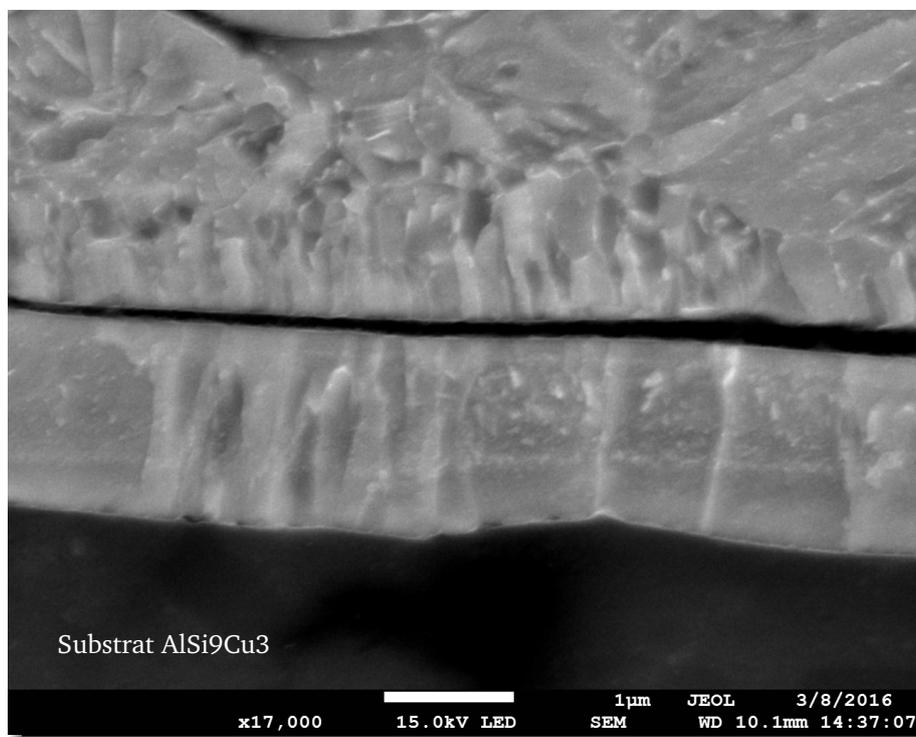


FIGURE 3.33 – Gradient de structure au niveau de l'interface entre le revêtement et le substrat observé au MEB à fort grandissement après attaque au réactif Nital 0.25 %

### 3.5.2.3 Analyse des phases à proximité de la surface du revêtement

**Observations au MEB :** Les clichés de la figure 3.35, pris avec des grossissements nettement plus faibles que les clichés de la section précédente, présentent les structures typiques observables au cœur du revêtement, soit la zone centrale de la figure 3.23 précédente.

La première remarque pouvant être formulée est que la taille des grains est plus importante comparée aux structures observées à l'interface. La présence d'aiguilles au sein des structures laisse un doute sur l'identification d'une phase martensitique ou d'une phase bainitique à l'image de celles de la figure 3.19. Il est à souligner la présence de lamelles dont l'étalement n'est pas optimal. La taille de ces zones exclut la possibilité que ce soient des éclaboussures. Il s'agit plus vraisemblablement de particules s'étant étalées avec une faible vitesse. Ce zoom conforte donc l'observation réalisée en section 3.5.2.1 selon laquelle le mode de croissance des grains serait ici de type cellulaire.

Il est néanmoins possible d'observer au cœur du revêtement des lamelles fines dont la morphologie et la structure sont proches de celles observées à l'interface (figure 3.34).

A l'image des continuités de structure observées à travers l'interface entre lamelles sur la figure 3.27, le même type de continuité est observable sur la figure 3.36 entre des lamelles se trouvant au cœur du revêtement.

Bien que des différences de morphologies de grains aient été constatées sur l'épaisseur du revêtement, ces derniers éléments indiquent une certaine continuité dans le gradient de microstructure. En conséquence, ces différences entre les lamelles présentes à l'interface et celles présentes à proximité de la surface trouvent leur origine non pas dans les différentes surfaces sur lesquelles s'étalent les particules (substrat ou lamelles précédentes) mais dans la thermique pendant le dépôt des couches du revêtement.



FIGURE 3.34 – Structures aciculaires observables au MEB dans de fines lamelles au cœur du revêtement après attaque au réactif Nital 0.25 %

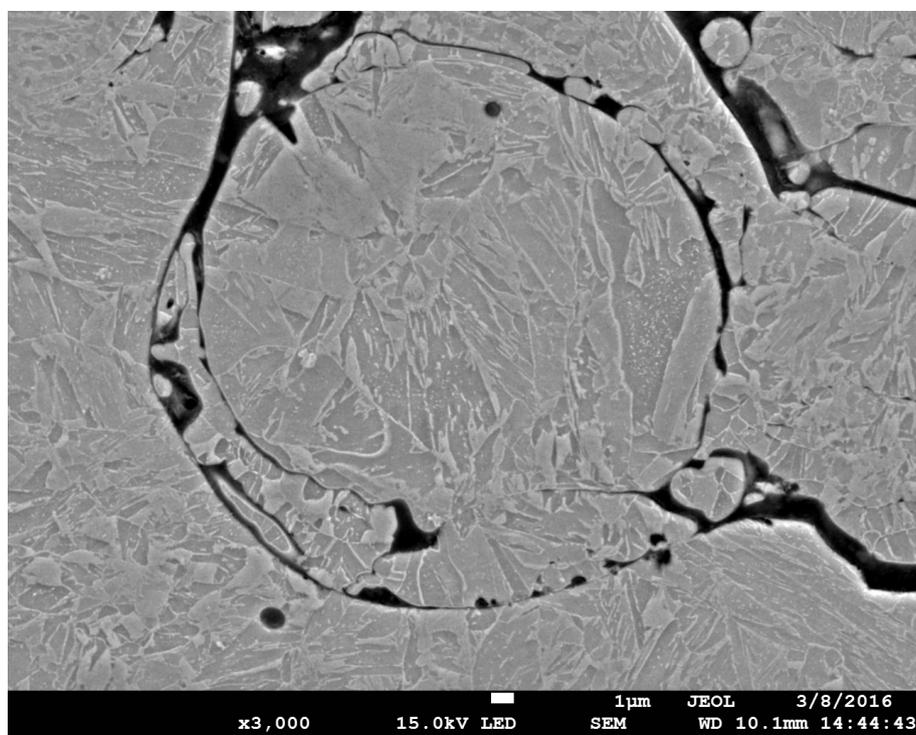
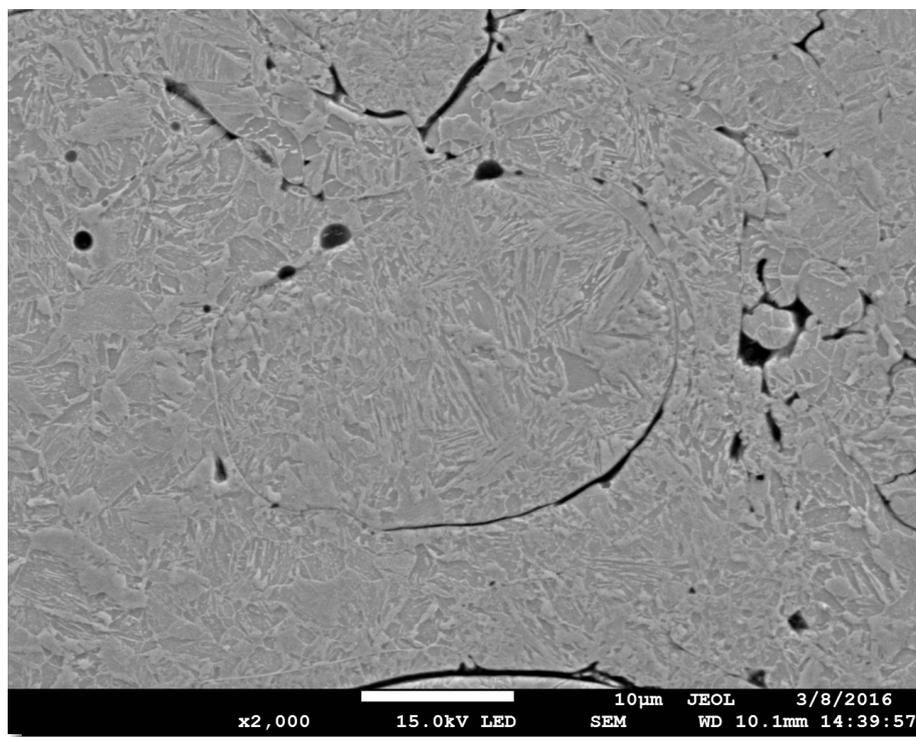


FIGURE 3.35 – Structures aciculaires observables au MEB au cœur du revêtement après attaque au réactif Nital 0.25 %

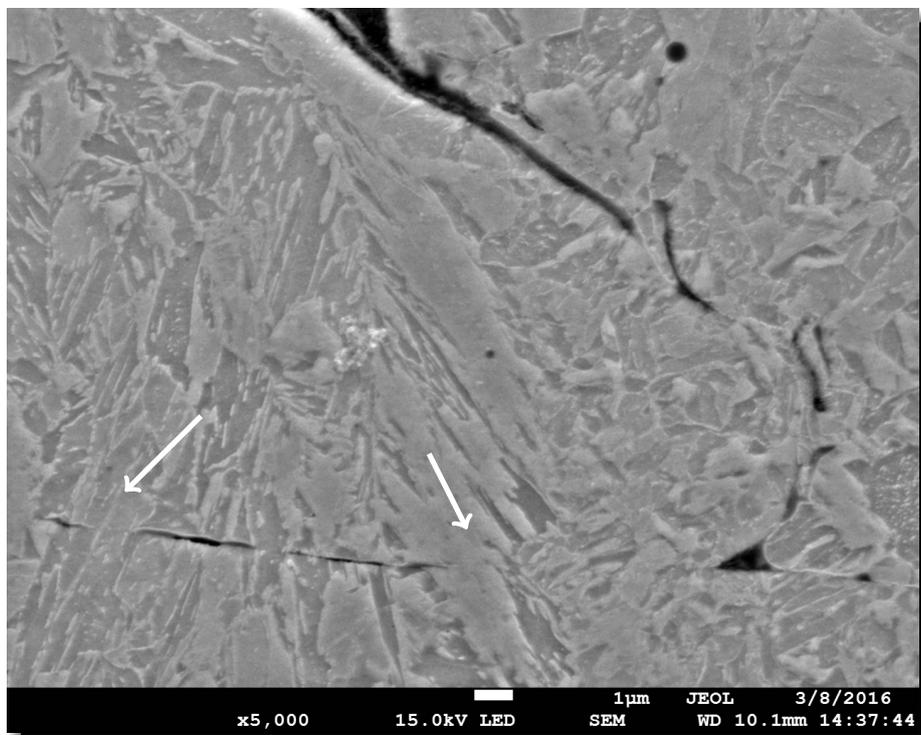
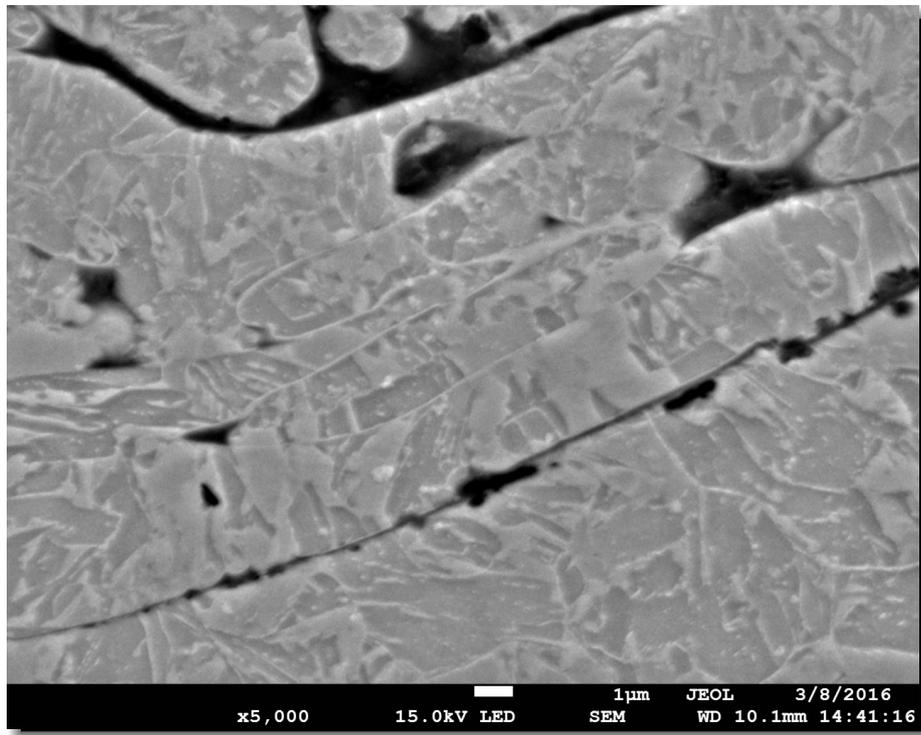


FIGURE 3.36 – Clichés de continuités de structures observables au MEB à l'interface entre lamelles présentes au cœur du revêtement après attaque au réactif Nital 0.25 %

**Identification des phases par EBSD :** La figure 3.37 présente la zone analysée par EBSD à proximité de la surface du revêtement.

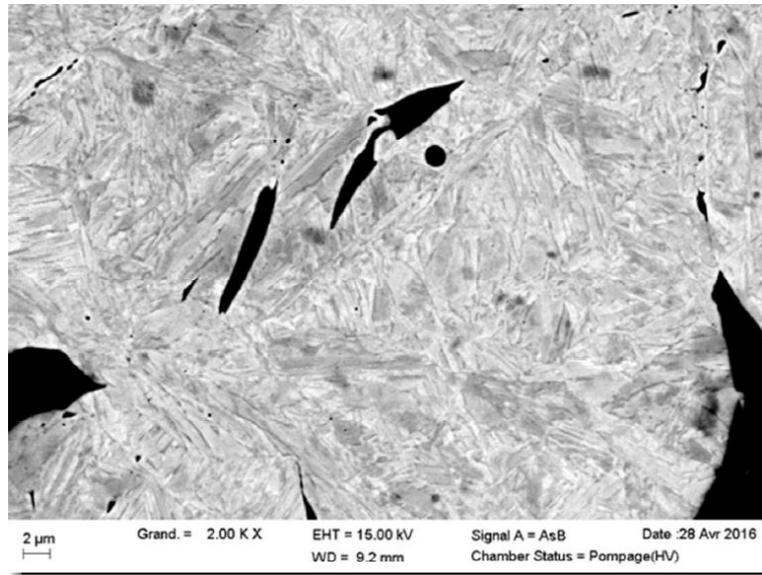


FIGURE 3.37 – Cliché au MEB de la zone sélectionnée à proximité de la surface du revêtement pour analyses EBSD

La figure 3.38 présente la cartographie de *Band Slope* établie sur cette zone. Les structures révélées confirment les observations faites sur les clichés obtenus avec le réactif Nital, à savoir la présence prononcée de structures aciculaires. A la différence de la cartographie de la figure 3.29 de la zone située à l'interface, les grains sont cette fois plus homogènes en termes de définition ; Il est à noter l'absence de zones où la diffraction a été particulièrement perturbée.



FIGURE 3.38 – Cartographie de Band Slope de la zone analysée par EBSD à proximité de la surface

L'indexation automatique des structures cristallines déterminées par EBSD est proposée par la figure 3.39. A l'image de l'indexation automatique de la figure 3.30 concernant la zone à l'interface, il peut être constaté une présence majoritaire de la phase fer  $\alpha$  et de grains de cémentite aux joints de grains ainsi que des traces d'austénite résiduelle. La distribution des désorientations cristallines aux joints de grain est présentée par la figure 3.40. La morphologie de la distribution est ici caractéristique de la martensite.

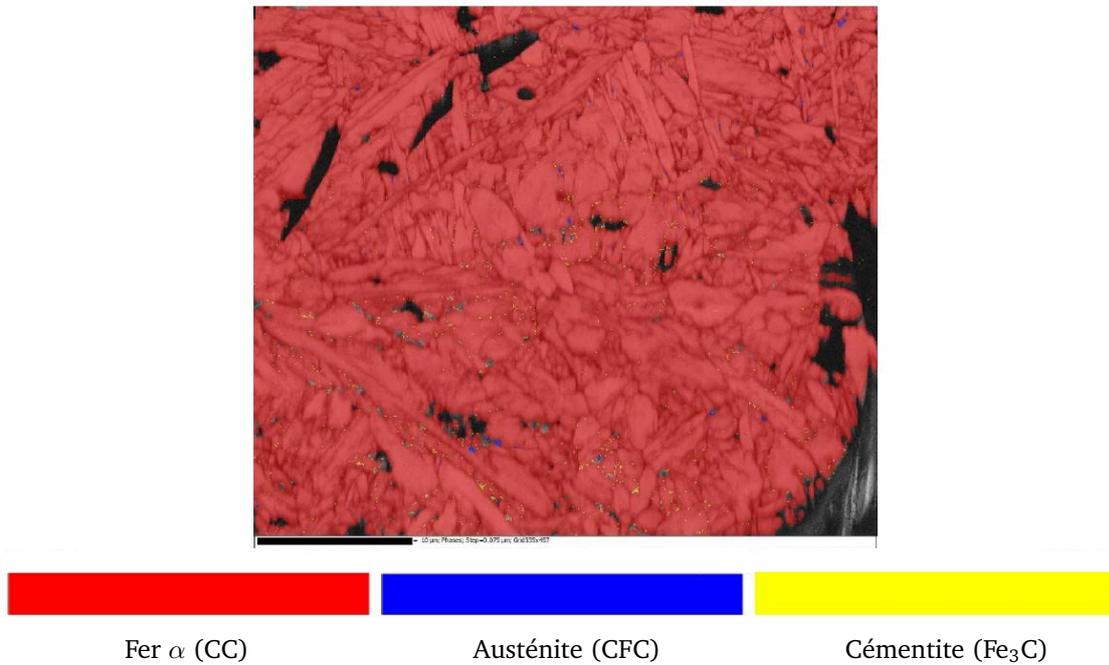


FIGURE 3.39 – Cartographies des phases déterminées par indexation automatique de l'installation EBSD sur la zone à proximité de la surface

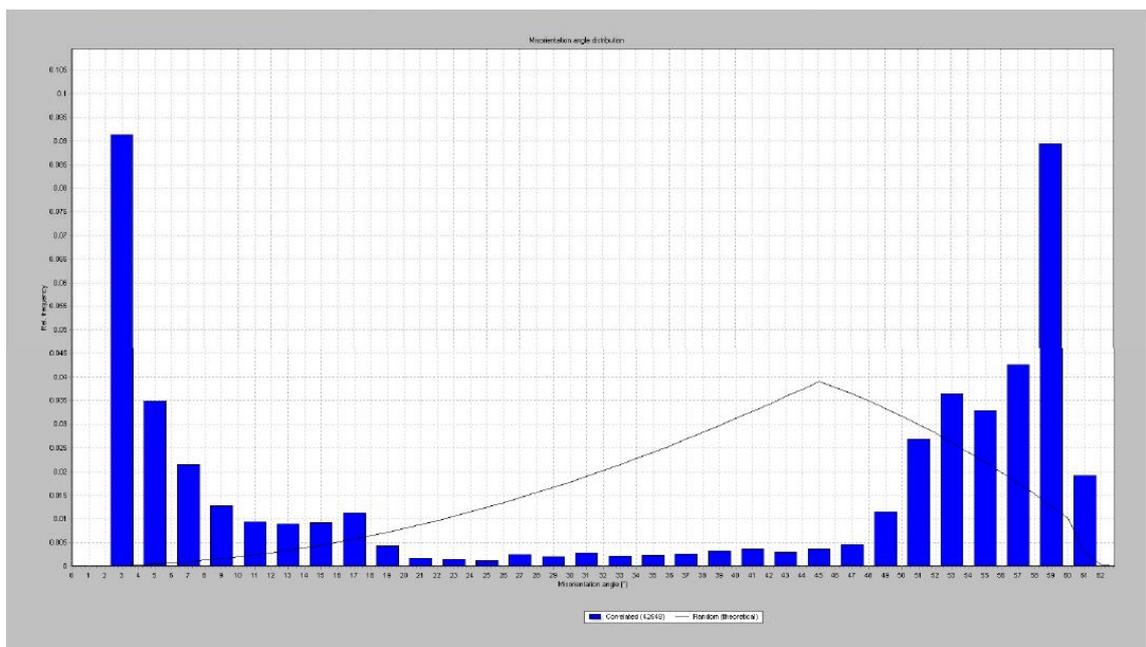


FIGURE 3.40 – Distribution de désorientations aux joints de grain de la zone analysée par EBSD à proximité de la surface

### 3.5.2.4 Analyse de la surface du revêtement

Les clichés et analyses présentées dans la section précédente ont été réalisés à partir de lamelles observées à proximité de la surface du revêtement. Cette notion de proximité est importante dans le sens où les ultimes lamelles de revêtements possèdent des structures très particulières. La figure 3.41 présente un cliché au MEB de lamelles présentes sur les ultimes couches du revêtement. A la différence du gradient ayant été proposé jusqu'à présent dans cette section, ces lamelles possèdent le même type de microstructure que celles présentes à proximité de l'interface avec le revêtement. De plus, des défauts importants de cohésion entre lamelles sont identifiables. Ces particules proviennent de poussières de projections. Newberry *et al.* ont noté qu'au cours des projections d'acier à l'arc-fil, une fraction des particules est renvoyée dans l'atmosphère sous la forme de poussières [46]. Quand la projection est réalisée en environnement ouvert, celles-ci se dispersent et finissent aspirées par une ventilation de cabine ou par les vents. Dans le cas présent, la projection est réalisée en environnement confiné. Ce qui a pour conséquence de permettre à ces poussières d'adhérer sur les parties du revêtement déjà projetées. Leur origine en font des particules de petite taille, expliquant les lamelles de faibles épaisseur, et leur temps de vol sensiblement plus long explique leur température plus basse et ainsi les nombreux défauts de cohésion.

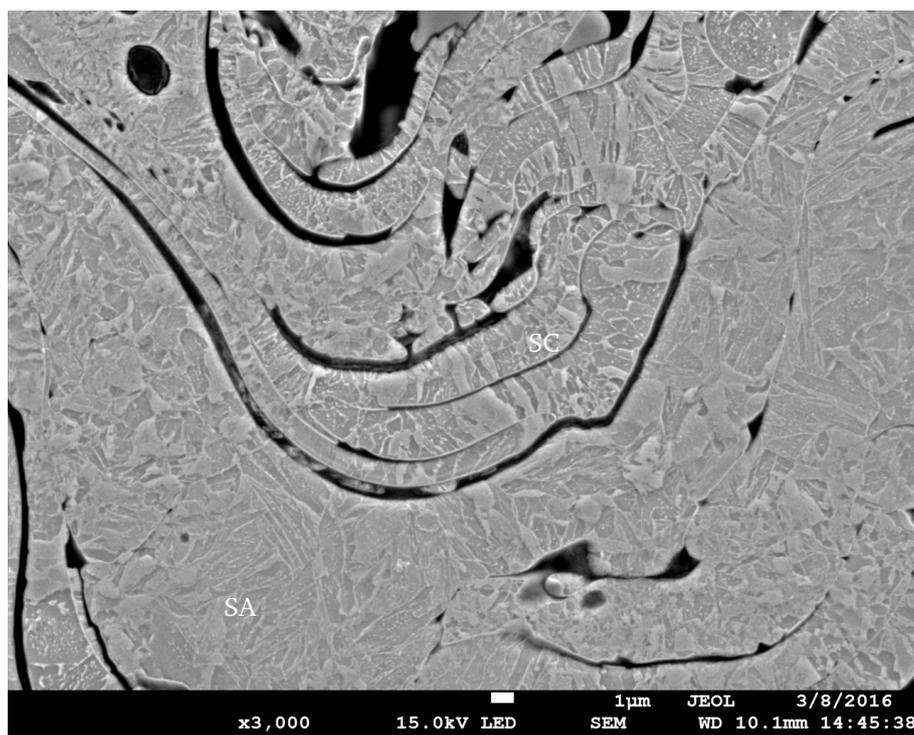


FIGURE 3.41 – Différentes structures de lamelles présentes à proximité de la surface du revêtement, observés au MEB après attaque au réactif Nital 0.25 %. SA : Structure aciculaire, SC : structure colonnaire

### 3.5.3 Analyses complémentaires

#### 3.5.3.1 Analyses des grains composant les lamelles du revêtement à proximité de l'interface

Les sections précédentes ont notamment fait état de différences de contraste au niveau du *Band Slope* entre les phases de bainite et de martensite.

L'une des pistes avancées pour expliquer ces observations réside dans la présence de contraintes internes particulièrement importantes. Celles-ci ont été évaluées de façon non-quantitative en déterminant les désorientations cristallines en chaque pixel de la zone analysée. Pour chaque pixel, les huit pixels adjacents sont considérés et la moyenne des orientations de leurs structures cristallines est calculée. Cette moyenne est ensuite soustraite à l'orientation cristalline du pixel central, définissant une différence d'orientation sous la forme d'un angle. Plus la valeur absolue de cet angle est élevée, plus la désorientation cristalline en ce point est élevée, ceci étant interprété comme un niveau de contraintes internes élevé.

La cartographie de la figure 3.42 présente les niveaux de désorientation cristalline déterminés en chaque point de la zone d'analyse située à proximité de l'interface avec le substrat. Il peut être noté en particulier que les zones les moins contraintes correspondent globalement aux lamelles composées de structures de type colonnaire, tandis que les lamelles composées de structures granulaires font preuve de niveaux de contraintes plus élevés.

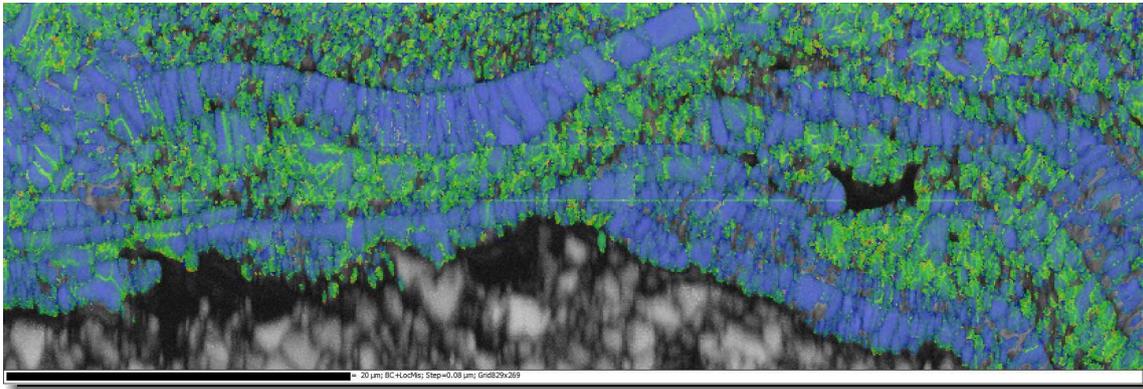


FIGURE 3.42 – Cartographie des contraintes internes à l'interface entre le revêtement et le substrat. Les contraintes vont du bleu pour les plus faibles vers le jaune pour les plus élevées.

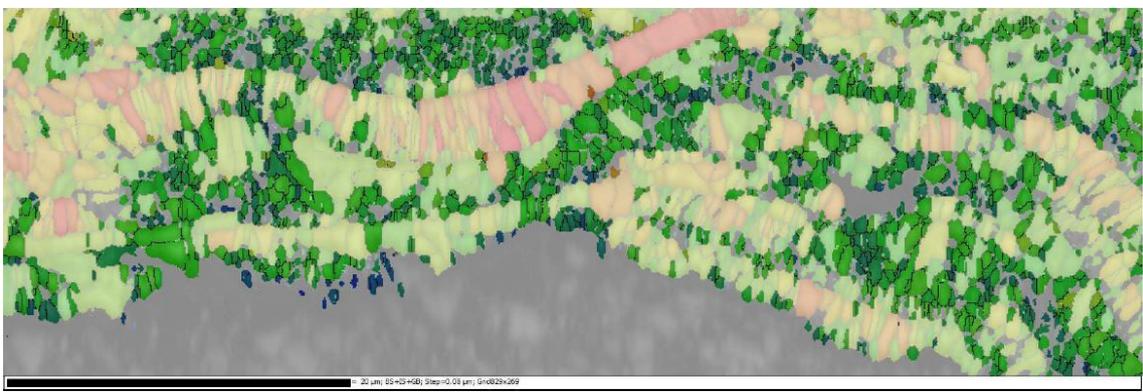


FIGURE 3.43 – Cartographie des tailles de grains dans la zone d'analyse située à proximité de l'interface avec le substrat, présentant un *Band Slope* inférieur à 70. Les grains les plus petits apparaissent en bleu, les plus grands tendent vers un vert clair

Une séparation des grains détectés a ainsi été appliquée en fonction du *Band Slope* correspondant. La figure 3.43 montre les grains dont le *Band Slope* est inférieur à 70, signifiant que les motifs de Kikuchi correspondants sont les moins nettement définis par rapport au bruit de fond. La coloration des grains représente la dimension des grains (diamètre du plus petit cercle encerclant le grain). Les grains dont le *Band Slope* est supérieur à 70 apparaissent en transparence.

Un détail à souligner est la corrélation prononcée existant entre la taille des grains et le niveau de contraintes internes. En effet, une proportion importante des grains pointés par des désorientations cristallines importantes sur la figure 3.42 se retrouvent affublés d'une petite taille sur la figure 3.43 (teintes allant du vert foncé au bleu). A l'opposé, les grains de grande taille (en transparence jaune à rouge sur la figure 3.43) correspondent globalement aux zones de faibles contraintes internes sur la figure 3.42.

Cette corrélation entre la morphologie des grains et les niveaux de contraintes tend à indiquer que les contraintes internes se générant dans les lamelles pendant le dépôt peuvent engendrer localement des phénomènes de recristallisation.

#### 3.5.3.2 Analyse sur la continuité des phases entre lamelles successives

La section 3.5.2.2 indique la présence de continuités entre les phases cristallines de lamelles successives, lorsque les conditions thermiques sont adéquates.

En ce sens, la cartographie de la figure 3.44 présente les orientations cristallines, par rapport à l'axe Y de l'expérimentation, des grains détectés dans les lamelles. Le raisonnement derrière cette cartographie consiste à partir du principe que, si soudure il y a entre les lamelles, celle-ci doit se propager selon l'axe Y, soit l'axe de projection des particules. Ainsi, si la structure d'une lamelle parvient à se lier avec la structure de la lamelle précédente, une orientation cristalline commune doit poindre.

Les couleurs de la cartographie rend compte de l'adéquation entre les structures cristallines des grains des lamelles par rapport à cet axe Y. Ainsi, en cas de lien entre les structures de différentes lamelles, une certaine continuité doit se trouver au niveau des couleurs des grains de ces mêmes lamelles.

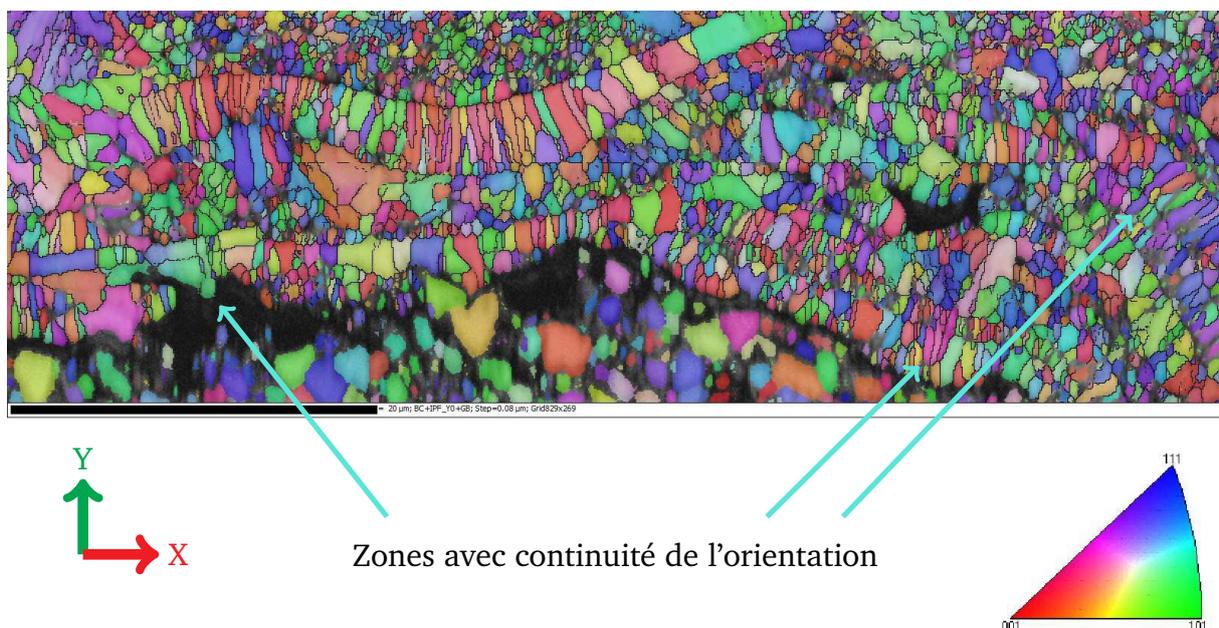


FIGURE 3.44 – Cartographie obtenue par EBSD des orientations cristalline IPF-Y de la zone d'analyse à proximité de l'interface avec le substrat

En l'occurrence, peu de corrélations semblent être présentes sur la figure 3.44, hormis quelques continuités locales telles qu'indiquées par les flèches de la figure.

La littérature indiquant des temps caractéristiques selon lesquelles une lamelle parvient à atteindre un stade avancé de son refroidissement avant que la suivante ne vienne s'étaler à son tour, les analyses réalisées dans cette section démontrent que cette assertion est vraie pour une très large majorité des cas présents. Ceux-ci est notamment remarquable du fait de la productivité élevée du procédé arc-fil. Sur la population de grains observés sur les cartographies, seules quelques lamelles parviennent ponctuellement à des conditions thermiques suffisamment intenses pour engendrer des liens de structures cristallines.

### 3.5.3.3 Discussion sur les analyses des réseaux cristallins

Cette étude sur les phases des revêtements obtenus avec le LDS® permet de tirer plusieurs pistes de discussion et de conclusion :

- Les flux de chaleur en présence lors de l'étalement et du refroidissement d'une particule peuvent être suffisamment conséquents au point de former des phases martensitiques dans les lamelles des revêtements, tel que le démontre la présence de martensite sur les couches de lamelles à proximité de la surface des revêtements ;
- Un gradient de microstructures a été observé par Llewellyn *et al.* lors de projections à l'arc-fil d'acier à 0,06 % de carbone [183]. Tel que mentionné dans le point précédent, les particules en se refroidissant après l'impact parviennent à obtenir une structure martensitique. Or, l'empilement successif des lamelles les unes à la suite des autres au cours de la projection parvient à apporter suffisamment de chaleur aux lamelles précédentes pour leur faire subir une nouvelle cristallisation : des conditions thermiques similaires aux phénomènes thermiques du soudage multi-passes de nuances d'acier similaires au 13Mn6 peuvent être assumées. Des éléments de la littérature indiquent que, lors de la réalisation d'un point de soudure, le point précédent se trouve thermiquement affecté sur plusieurs niveaux, engendrant différents mécanismes de recristallisation [184]. Dans le cas présent, les éléments détaillés dans cette section correspondent aux cas où l'impact et le refroidissement d'une lamelle parvient à faire remonter la température de la lamelle précédente au-delà de la température  $A_{c3}$ . A la suite, la nouvelle phase de refroidissement subie par la lamelle inférieure, plus lente du fait du refroidissement simultanée de la lamelle supérieure, favorise la formation de structures bainitiques ;
- Ces derniers éléments sont corroborés par la présence de bainite inférieure déterminée par EBSD. La littérature décrit cette phase comme la formation de minces plaquettes de carbures (ici sous forme de cémentite) à l'intérieur de lattes de ferrite [184]. Cette phase de bainite se forme lors de vitesses de refroidissement rapides, à la limite de la formation de martensite ;
- Néanmoins, la présence peu marquée de continuités dans les structures cristallines des lamelles indique également que les transferts thermiques entre les lamelles demeurent dans un domaine en-deçà de la capacité de celles-ci à remettre en fusion les lamelles sur lesquelles elles s'étalent ;
- En dernier lieu, la présence de phases multiples au niveau de la surface du revêtement démontre la présence de particules issues de poussières et autres éclaboussures.

### 3.5.4 Variation des propriétés mécaniques

Les observations réalisées en section 3.5.2 indiquent que les revêtements possèdent un gradient de structures. Ceux-ci sont essentiellement composés de structures bainitiques à proximité de l'interface avec le substrat et martensitique à proximité de leur surface. Les propriétés mécaniques locales des revêtements ont été analysés en fonction de l'épaisseur afin de caractériser ce gradient.

Les figures 3.45 et 3.46 présentent respectivement les niveaux de dureté et les Modules d'Young relevés en fonction de la profondeur. Les parties de gauche et de droites des graphiques correspondent respectivement à la position de l'interface entre le revêtement et le substrat et à la surface du revêtement.

Les analyses des courbes de tendance indiquent que la dureté nanométrique évolue de 5,28  $GPa$  à 5,82  $GPa$  et le module d'Young de 256.5  $MPa$  à 199.4  $MPa$  en parcourant le revêtement depuis l'interface avec le substrat (structure bainitique) jusqu'à la surface (structure martensitique). La courbe de tendance du ratio du travail plastique sur le travail total indique que celui-ci décroît en s'éloignant de l'interface du revêtement avec le substrat.

L'évolution de la dureté est conforme aux données de la littérature [185]. L'évolution du module d'Young et du ratio des travaux sont plus spécifiques : les analyses du *Band Slope* de la section 3.5.3 indiquent que les lamelles situées à proximité de l'interface sont globalement plus contraintes que celles se situant à proximité de la surface. Celles-ci ont été déterminées comme étant en traction. Des études démontrent que dans le cas où un matériau a subi une déformation plastique en traction dans une direction, une nouvelle mise en traction dans cette même direction peut engendrer un retour élastique supérieur à celui attendu par la seule exploitation du module d'Young et une limite d'élasticité plus faible en compression (effet Bauschinger) [186, 187]. Ces deux effets se retrouvent dans les résultats présentés ici. Un retour élastique supérieur engendre une estimation du module d'Young supérieur en nano-indentation du fait du mode de calcul avec la tangente à la courbe de décharge (cf. section 3.3.3). Une diminution de la limite d'élasticité en compression se traduit par une proportion plus importante du travail plastique dans le travail total de l'indenteur sur l'échantillon.

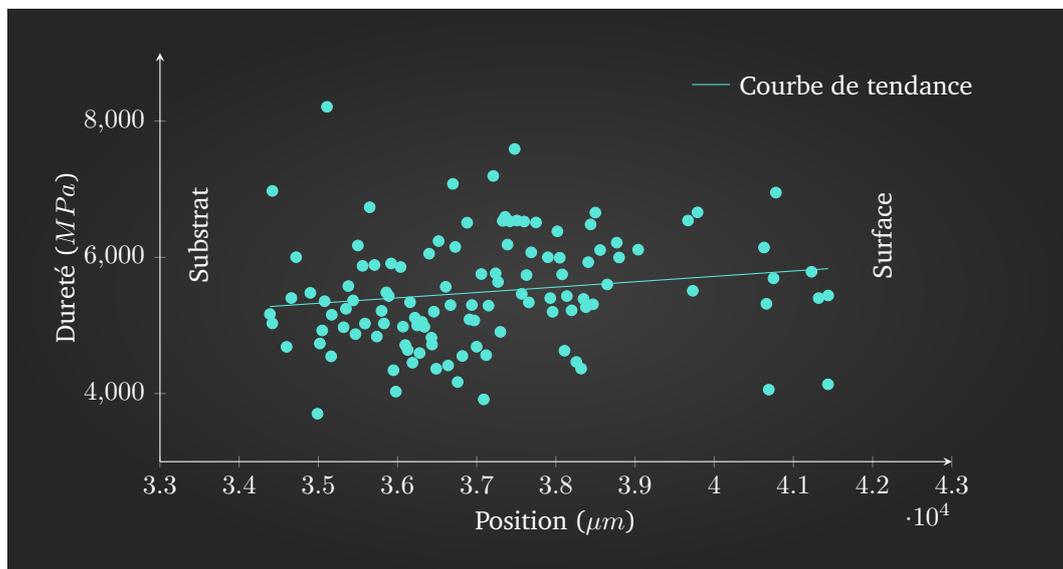


FIGURE 3.45 – Courbe de dureté obtenue par nano-indentations dans l'épaisseur d'un revêtement projeté avec le LDS

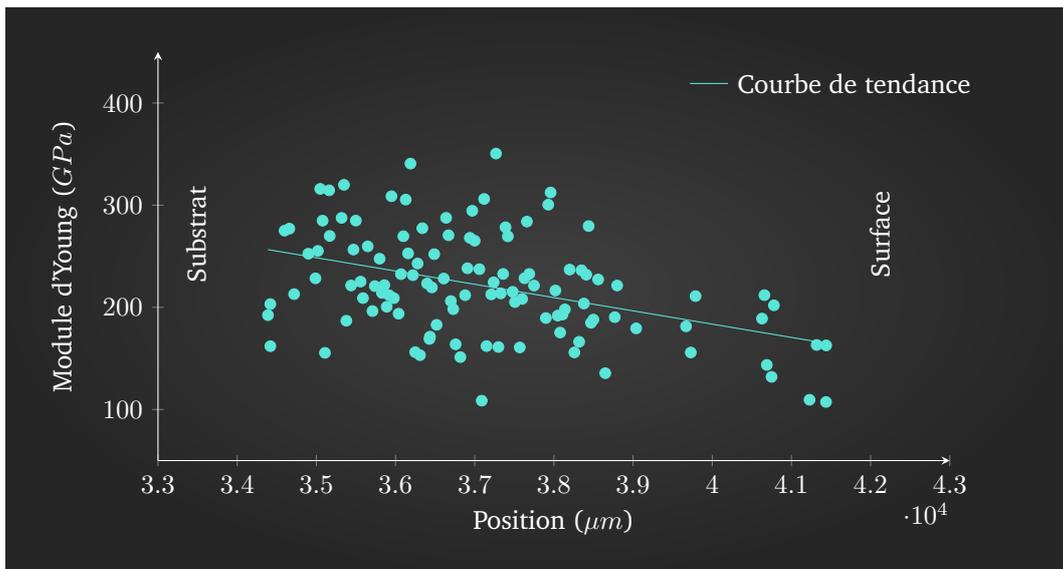


FIGURE 3.46 – Courbe de Modules d'Young obtenus par nano-indentations dans l'épaisseur d'un revêtement projeté avec le LDS

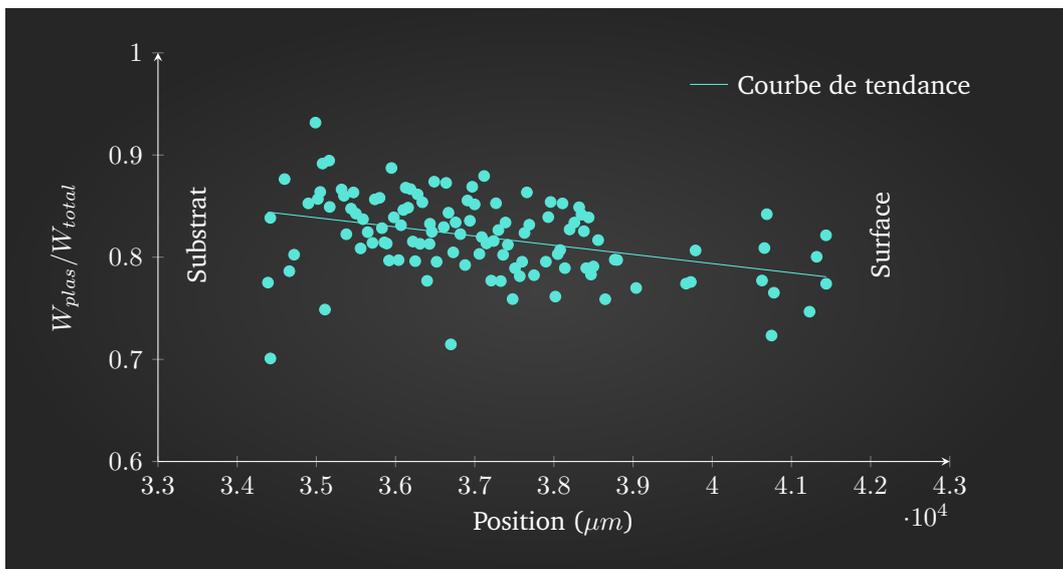


FIGURE 3.47 – Courbe de rapports Travail plastique sur Travail total obtenus par nano-indentations dans l'épaisseur d'un revêtement projeté avec le LDS

Il est toutefois à noter que, malgré les filtres appliqués pour la suppression des points incohérents, certaines mesures dérogent à la règle. Ceci peut s'expliquer par l'hétérogénéité générale des microstructures des revêtements : bien que les observations et analyses réalisées dans cette étude tendent à tracer certaines tendances générales concernant les phases cristallines des revêtements et leurs origines supposées, la projection thermique arc-fil n'en demeure pas moins un procédé impliquant une certaine variabilité. Cette dernière se retrouve tout particulièrement dans cette dernière section avec quelques propriétés mécaniques locales dérogeant aux tendances générales.

### 3.5.5 Conclusions sur les phases cristallines et propriétés mécaniques des revêtements

Différents procédés ont été utilisés dans le but de caractériser les phases cristallines présentes dans les revêtements obtenus avec le LDS®. La littérature indique des vitesses de refroidissement de particules importantes et la composition initiale des revêtements tend à orienter les investigations vers la formation de phases de type bainite ou martensite.

Des observations avec le réactif Nital indiquent qu'il existe un gradient de microstructure dans l'épaisseur des revêtements. Les structures apparaissent sensiblement plus fines et globalement colonnaires à proximité de l'interface avec le substrat. Celles-ci tendent ensuite vers des structures plus grossières et aciculaires en approchant de la surface du revêtement. L'extrême surface du revêtement présente des aspects plus hétérogènes, signe de la présence de particules issues d'éclaboussures. Des analyses EBSD démontrent la présence de phases bainitiques à l'interface et de phases martensitiques à proximité de la surface. Il apparaît ainsi que la vitesse de refroidissement des particules est suffisamment rapide pour former des phases martensitiques. Néanmoins, l'empilement des lamelles les unes à la suite des autres, les premières refroidissant pendant que les suivantes parviennent à leur surface, engendrent des phénomènes de recristallisation permettant aux premières couches de former de la bainite inférieure. Des investigations supplémentaires seraient à établir pour confirmer que les échanges thermiques entre lamelles sont suffisamment importants pour que les premières couches parviennent à retrouver une température proche du point  $A_{c3}$  avant de se refroidir plus lentement.

Un gradient de structures cristallines dans l'épaisseur peut être signe de gradients de propriétés mécaniques dans les revêtements. Des filiations d'indentations nanométriques ont été réalisées suivant l'épaisseur des revêtements. Il a été observé une augmentation de la dureté en progressant depuis l'interface jusqu'à la surface ce qui conforte les résultats de l'EBSD et des observations au moyen du réactif Nital. Les évolutions du module d'Young et du ratio des travaux plastiques sur totaux corroborent les observations réalisées avec l'EBSD indiquant que les lamelles présentes à l'interface sont plus contraintes que celles à proximité de la surface. Les essais de nano-indentations sollicitent les échantillons en compression. Or les lamelles présentent des contraintes résiduelles de traction dans le plan d'étalement. L'effet Bauschinger indique qu'une plastification en traction des lamelles entraîne une hausse du module d'Young estimé par les essais de nano-indentation.

### 3.6 Observations de l'interface dépôt - substrat

La section 1.4 précédente indique que l'une des sources d'adhérence du revêtement peut potentiellement résider dans la formation d'une couche intermétallique à l'interface entre la lamelle et le substrat. Or, les observations de lamelles de la section 3.4 indiquent qu'une certaine épaisseur du substrat peut parvenir à entrer en fusion sous l'effet des échanges thermiques avec la lamelle en cours d'étalement et de solidification.

A supposer que, pendant un temps donné, l'interface soit composée d'acier partiellement solidifié côté lamelle et d'alliage d'aluminium en fusion côté substrat, une réaction peut avoir lieu pour engendrer une phase intermétallique. En particulier, Morks *et al.* ont déterminé la présence d'une phase de type  $FeAl_2O_4$ , d'une épaisseur de l'ordre du micromètre à l'interface entre des particules de fonte projetées par plasma sous atmosphère à basse pression sur des substrats en alliage aluminium-silicium-cuivre préchauffés, tel que le présente la figure 3.48 [169].

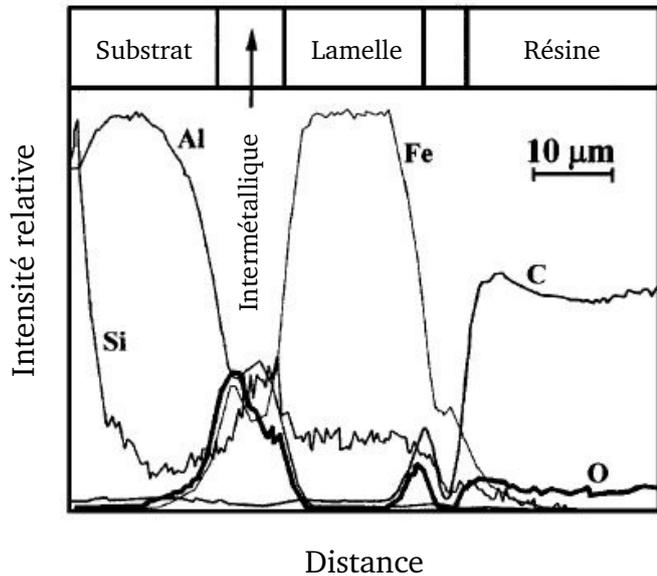


FIGURE 3.48 – Profils d'intensité relative de détection des éléments démontrant la présence d'une phase intermétallique à l'interface entre une lamelle de fonte et un substrat en aluminium

De leur côté, Wang *et al.* apportent une précision dans le cadre de la projection à l'arc-fil en indiquant que cette diffusion ne peut avoir lieu que si les particules disposent d'une certaine vitesse avant l'impact sur le substrat [51]. La figure 3.49 présente leurs résultats : sur le profil de gauche, les auteurs indiquent ne pas noter de diffusion, tandis que sur le profil droite, le plateau existant sur les profils au centre du graphique est interprété comme de la diffusion à l'interface. La différence entre les deux échantillons réside dans la conception de la torche et ainsi la vitesse des particules à l'impact, plus grande dans le cas du graphique de droite.

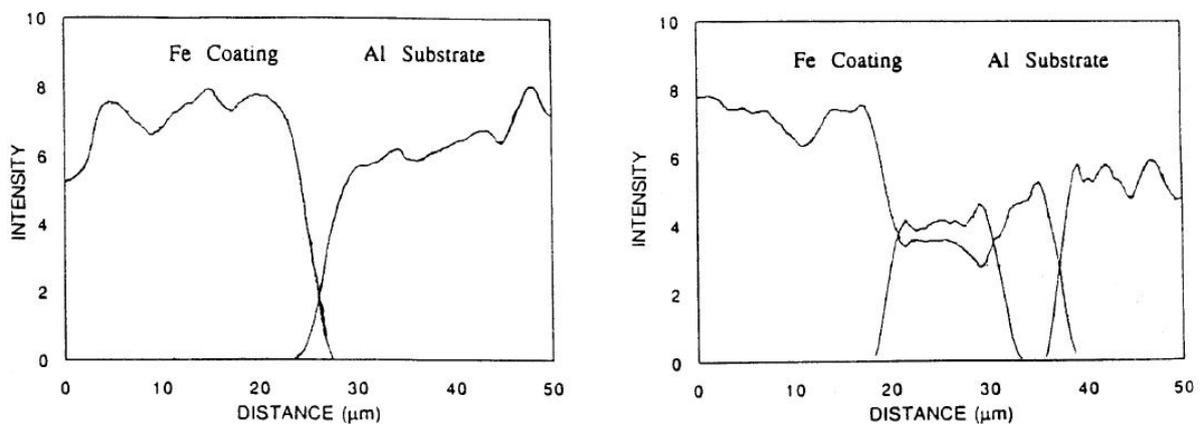


FIGURE 3.49 – Profils de concentration déterminés par Wang *et al.* au moyen d'une microsonde de détection des électrons Auger selon des parcours perpendiculaires à l'interface entre un revêtement de fer et un substrat en aluminium. A gauche sans diffusion à l'interface, à droite avec diffusion à l'interface [51]

### Chapitre 3. Mécanismes de dépôt des revêtements

Dans le cadre de cette étude, des investigations ont été menées avec un module EDS au MEB-FEG sur une coupe d'échantillon préalablement polie. En définissant des parcours formant un angle de 90° avec l'interface revêtement/substrat, les éléments Fer, Aluminium, Silicium, Manganèse et Cuivre ont été identifiés afin d'en constituer les profils de concentration. La figure 3.50 présente l'un de ces parcours.

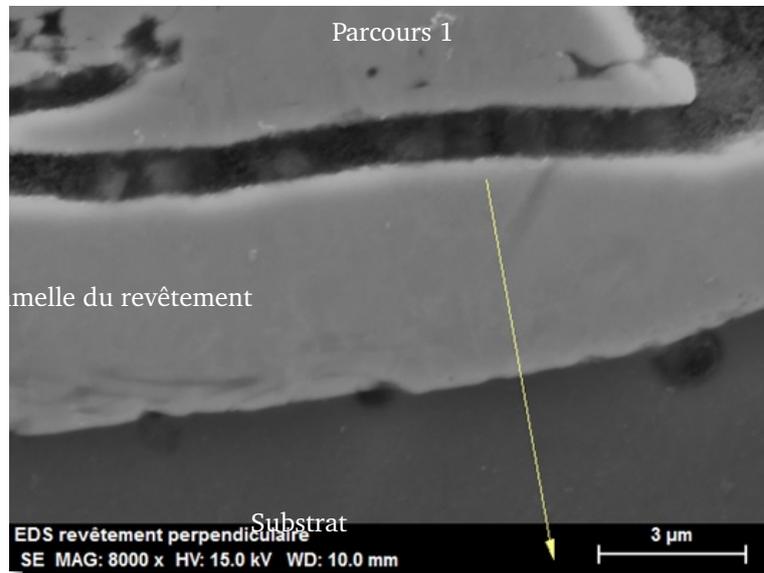


FIGURE 3.50 – Exemple de parcours (en jaune) défini pour la réalisation d'un profil de concentration des éléments obtenus par EDS sur un MEB à l'interface entre un revêtement et son substrat

Pour s'assurer que les profils déterminés correspondent bien à des zones où l'interface est dénuée de défaut sous la surface de l'échantillon, trois parcours ont été définis. Ces deux parcours supplémentaires sont présentés par les clichés de la figure 3.51. Les profils EDS correspondants sont reportés sur la figure 3.53.

Sur ces profils, il apparaît une zone de transition se traduisant à la fois par une diminution et une augmentation progressives des éléments composant respectivement la lamelle (composée en très grande partie de fer) et le substrat. En première approximation, la largeur de cette zone de transition peut constituer une zone d'intermétallique, d'après les travaux de Morks mais ne correspond pas aux interprétations réalisés par Wang.

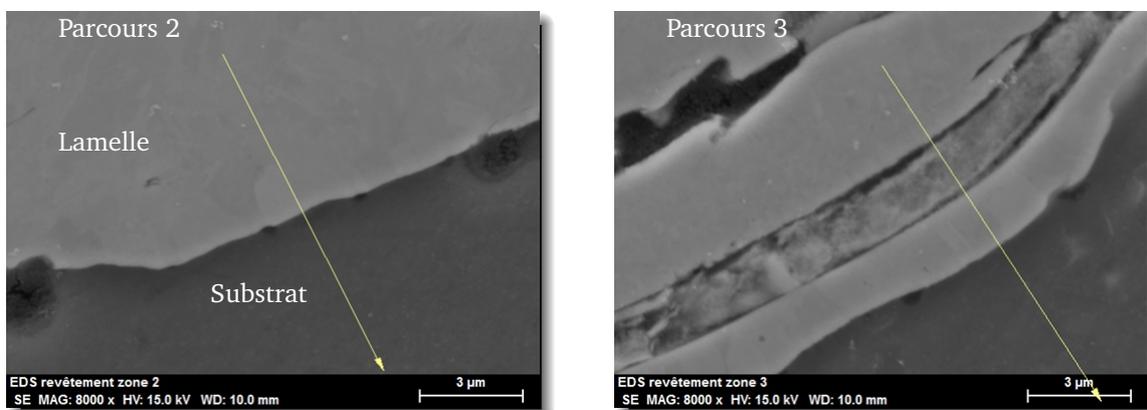


FIGURE 3.51 – Exemples de parcours (en jaune) définis pour la réalisation d'un profil de concentration des éléments obtenus par EDS sur un MEB à l'interface entre un revêtement et son substrat

Afin de déterminer si les variations de concentrations proposées par la figure 3.53 correspondent à de la diffusion ou à des artefacts d'interaction entre les électrons et la matière (cf. annexe C), une plaque d'aluminium et une autre de fer ont été assemblées à froid de sorte à offrir une interface intime sans diffusion. Le résultat de ces profils est proposé sur la figure 3.52. La largeur des zones de transition a également été déterminée. La structure hétérogène de l'alliage AlSi9Cu3 rendant les profils côté substrat relativement difficiles à interpréter pour délimiter ces zones, le fer a été utilisé pour estimer cette largeur. Ces estimations sont reportées à droite de chaque graphique des figures 3.53 et 3.52.

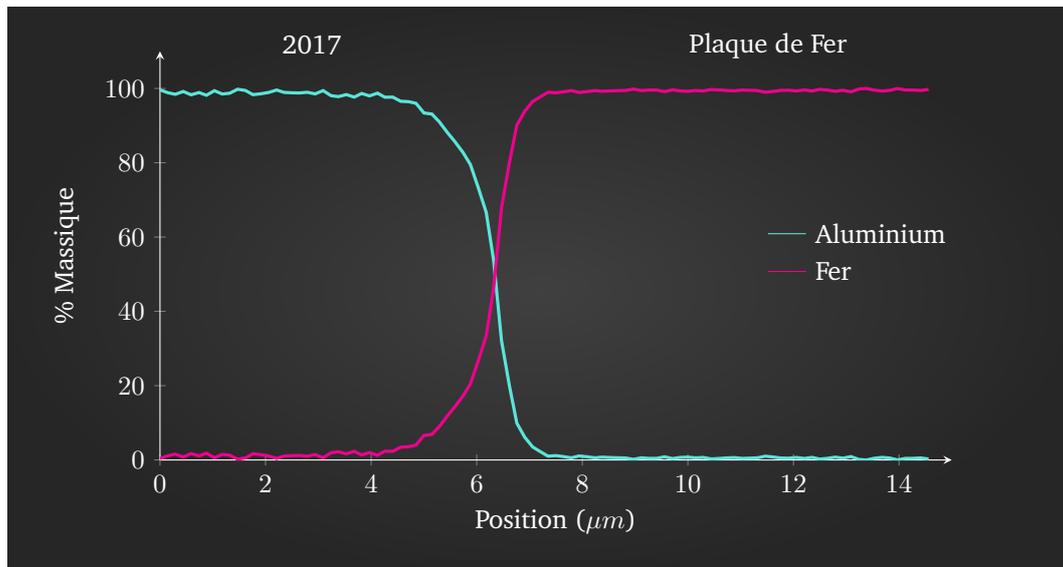


FIGURE 3.52 – Profils de concentration massique des éléments aluminium et fer selon un parcours perpendiculaire à l'interface entre deux plaques en Al 2017A et en fer

Il peut être constaté que les différentes largeurs identifiées sur l'échantillon de revêtement sont similaires à celle déterminée avec les plaques. Ce résultat, avec les informations rapportées par Wang, indique que l'EDS n'est pas en mesure de déterminer la présence d'intermétalliques à l'interface entre le revêtement et le substrat.

D'après Mathieu *et al.*, le soudage avec du fer d'un alliage d'aluminium présentant une composition proche de l'eutectique Al-Si comme l'alliage AlSi9Cu3 ne peut toutefois engendrer de phases intermétalliques [188].

La différence avec l'étude de Morks réside dans la réactivité des éléments plus importante lors d'une projection sous basse pression comparativement à une projection dans des conditions atmosphériques [189]. De plus, les conditions thermodynamiques d'une projection plasma sont nettement plus favorables à ce type de réaction entre éléments que lors d'une projection arc-fil. En effet, sont notamment à mettre en cause les températures sensiblement plus froides de particules, tout comme de jet de projection, pouvant transmettre une certaine quantité d'énergie au substrat lors du passage de la torche.

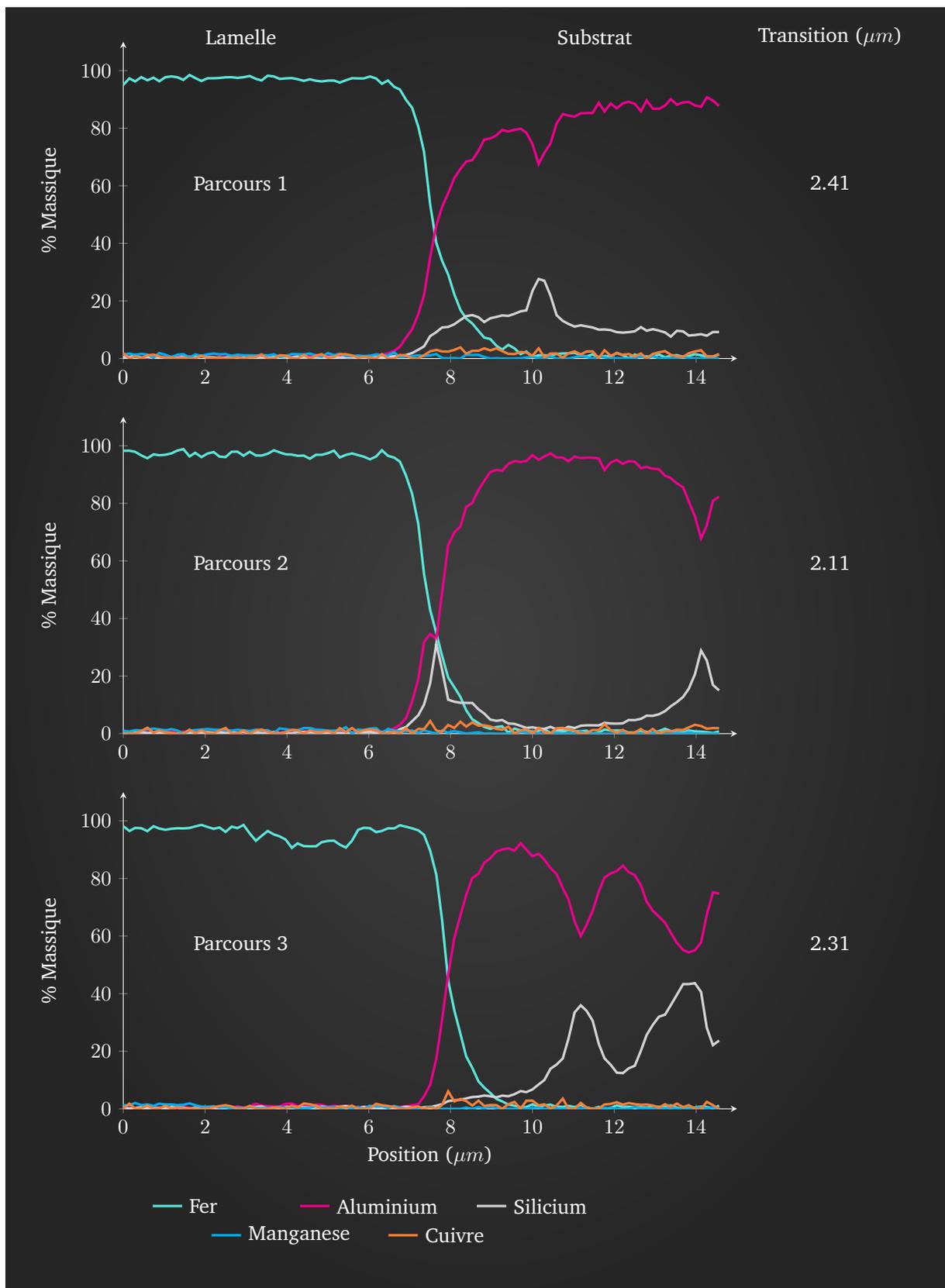


FIGURE 3.53 – Profils de concentration massique des éléments selon des parcours perpendiculaires à l'interface entre un revêtement obtenu avec le LDS et un substrat en AlSi9Cu3

### 3.7 Conclusion

Dans ce chapitre, les investigations se sont portées sur les revêtements. L'origine des propriétés d'un revêtement obtenu par projection thermique réside dans le comportement à l'étalement des particules.

Ce comportement a été observé avec différents substrats dont les propriétés sont proches de celles de l'alliage AlSi9Cu3. Les résultats démontrent que les particules sont affectées par trois phénomènes majeurs lors de l'étalement. Le premier provient de la propension du substrat à emmagasiner des gaz adsorbés pendant la phase de préchauffage. La libération de ces gaz perturbe l'intégrité des lamelles en cours d'étalement. Le second tient dans la faculté du substrat à se déformer sous l'impact de la particule chaude et à évacuer la chaleur dans son épaisseur. Des lamelles collectées sur du laiton et du cuivre présentent une franche tendance à produire des éclaboussures et une faible surface de contact avec le substrat. Le troisième réside dans le temps nécessaire à une particule pour évacuer sa chaleur vers le substrat. Dans le cas où les transferts thermiques sont localement insuffisants entre la lamelle et le substrat, cette première parvient à subir de l'oxydation.

Les propriétés cristallines et mécaniques des revêtements ont été observées. Il résulte des différents modes de caractérisation que les revêtements offrent un gradient de structure et de propriété dans leur épaisseur. Les lamelles à proximité de l'interface présentent des phases bainitiques, tandis que celles à proximité de la surface comportent des phases martensitiques. Les temps caractéristiques de refroidissement et d'impact successifs des lamelles n'ont cependant pas pu être déterminés avec certitude pour définir les mécanismes de formation de la bainite. Des pistes sont proposées pour expliquer la formation de cette phase. Le gradient de dureté qui découle de ce gradient thermique a été observé. Des analyses complémentaires (EBSD et nanoindentation) mettent en avant les contraintes résiduelles particulièrement importantes présentes dans les lamelles situées à proximité de l'interface.

L'interface a été observée entre des revêtements obtenus avec le LDS® sur des substrats en alliage d'aluminium AlSi9Cu3. Il s'avère que les conditions d'étalement des particules sur des distances de projection aussi courtes que celles proposées par le diamètre des fûts ne permettent pas d'observer de couche de réaction intermétallique à l'interface. De plus, la composition proche de l'eutectique Al-Si du substrat présente une tendance à inhiber ce type de réaction avec l'acier des particules.

---

Exploitation industrielle de la technologie arc-fil dans les cylindres

---

**Sommaire**

---

<b>4.1 Introduction</b> . . . . .	<b>128</b>
<b>4.2 Bibliographie</b> . . . . .	<b>128</b>
4.2.1 Les plans expérimentaux appliqués à la projection thermique . . . . .	128
<b>4.3 Méthodes expérimentales</b> . . . . .	<b>130</b>
4.3.1 Choix de l'alliage d'aluminium pour les tubes . . . . .	130
4.3.2 Plan expérimental sur l'influence des paramètres de projection de la torche LERMPS sur les propriétés des revêtements . . . . .	134
<b>4.4 Résultats et Discussions</b> . . . . .	<b>139</b>
4.4.1 Méthode de calcul des effets . . . . .	141
4.4.2 Effets sur les propriétés des particules en vol . . . . .	141
4.4.3 Effets sur les critères d'épaisseurs . . . . .	143
4.4.4 Effets sur les porosités . . . . .	145
4.4.5 Effets sur la dureté . . . . .	147
4.4.6 Effets sur l'adhérence . . . . .	148
4.4.7 Variation des propriétés sur la hauteur des tubes - Influence des conditions environnementales . . . . .	149
<b>4.5 Conclusions</b> . . . . .	<b>150</b>

---

## 4.1 Introduction

Les chapitres précédents ont mis en lumière les mécanismes sous-jacents à la projection arc-fil, en analysant en particulier les relations entre les paramètres de projection et les caractéristiques des particules. Dans un esprit plus applicatif, ce chapitre s'oriente vers l'établissement des relations entre les paramètres de projection et les propriétés des revêtements.

Une des méthodes les plus fiables pour identifier la façon dont les phénomènes exposés dans les chapitres précédents interagissent pour composer des revêtements exploitables réside dans l'application des plans expérimentaux. La torche de projection arc-fil pour parois internes de cylindres du LERMPS a été utilisée pour réaliser un plan expérimental de type Taguchi sur des tubes en aluminium. L'analyse des revêtements ainsi obtenus permet de cerner l'influence des paramètres de projection sur leurs propriétés. Ces informations peuvent par la suite être utilisées pour identifier les conditions de projection optimales selon des objectifs définis.

## 4.2 Bibliographie

### 4.2.1 Les plans expérimentaux appliqués à la projection thermique

Dans un contexte de nouvelle application d'un procédé, tout expérimentateur s'est un jour trouvé confronté à la question des liens entre les paramètres du procédé et les caractéristiques des pièces produites. Qu'il soit considéré un contexte industriel, où la maîtrise de la qualité est nécessaire pour des raisons concurrentielles et économiques, ou qu'il soit considéré un contexte de recherche, où la détermination de ces liens peut guider le chercheur à formaliser les phénomènes physiques régissant son procédé, la question principale demeure la même [190].

Les plans expérimentaux constituent une approche méthodique dans la résolution de ce type de problématique. Il en existe principalement trois types : les plans complets (toutes les conditions expérimentales possibles sont réalisées), les plans fractionnaires et les plans expérimentaux pour surfaces de réponses (une sélection de conditions expérimentales est réalisée, en fonction de simplifications établies ou d'un modèle) [191]. Une introduction aux mathématiques et statistiques des plans expérimentaux est proposée en annexe B.

Les plans complets sont naturellement les plus riches en informations exploitables. Ils permettent de déterminer les comportements des facteurs avec une certaine fiabilité, dépendant surtout des erreurs expérimentales. En revanche, leur déploiement devient rapidement lourd et fastidieux à mesure que le nombre de paramètres augmente (tel que le nombre de facteurs ou de réponses étudiées, une analyse non-linéaire ou de fortes interactions entre les paramètres). En projection thermique, considérant le nombre de paramètres d'une torche de projection (puissance électrique, débits et nature de gaz, matériaux projeté et du substrat, conditions atmosphérique) ainsi que la complexité des phénomènes en jeu pendant un tir (enthalpie du plasma et interactions avec les particules, conditions d'étalement, de solidification et d'empilement des particules) ce type de plan n'est que rarement réaliste dans sa mise en œuvre.

A l'opposé, se trouvent les plans fractionnaires ou pour surfaces de réponses. Ces derniers, en établissant certaines simplifications, permettent de limiter le nombre d'expériences à réaliser. Que ces simplifications concernent les interactions entre les paramètres ou la linéarité des influences, le choix est laissé à l'expérimentateur de limiter le champs de son étude à un certain domaine expérimental, qu'il devra choisir en fonction de ses propres connaissances [192].

L'analyse des résultats d'un plan expérimental peut servir plusieurs desseins, notamment en fonction du type de plan choisi :

A titre d'exemple, les plans expérimentaux de type Taguchi (plans fractionnaires), permettent d'établir l'influence de chacun des paramètres sélectionnées en entrée, selon qu'ils ont une effet croissant (l'augmentation de la valeur du facteur fait croître la valeur de la réponse) ou décroissant (l'augmentation de la valeur du facteur fait décroître la valeur de la réponse) sur une réponse donnée. Une fois cette analyse établie, les indications sur les effets permettent de sélectionner un jeu de paramètres adéquat en fonction de l'objectif de l'expérimentation.

Toutefois, la simplification poussée de ce type de plan, en particulier la discrétisation des facteurs (chaque facteur ne varie que selon deux ou trois valeurs), ne permet pas de déterminer un extremum absolu d'une réponse dans le domaine expérimental. Par exemple, un expérimentateur choisit de régler la tension de l'arc électrique, dans un système arc-fil, sur 32 (niveau -1) ou 36 volts (niveau +1) pour analyser son influence sur la température en vol des particules. L'analyse du plan expérimental lui indiquera si les températures sont plus chaudes ou plus froides lorsqu'il passe de l'une à l'autre des différences de potentiel, il n'aura en revanche aucune information sur l'existence d'une température minimale ou maximale quelque part entre les deux niveaux.

Pour ce faire il existe les plans expérimentaux pour surfaces de réponses. Dans ce cas l'analyse du plan rend une équation, obtenue par régression ou calcul matriciel avec les résultats des expérimentations. Avec cette équation, il est possible de déterminer l'existence d'un extremum local sur une réponse à l'intérieur du domaine expérimental. En reprenant l'exemple précédent avec l'influence de la tension sur la température des particules, cela signifie qu'il serait possible de déterminer que la température est maximale à une tension proche des 33,6 V (valeur non testée dans le plan expérimental). Il est même possible d'estimer l'erreur de prédiction de l'équation.

Il est à noter que la méthodologie des plans expérimentaux peut apporter un cadre des plus intéressants dans une démarche de recherche : Quand, bien souvent, les relations évoquées dans la littérature entre les paramètres de projection et les propriétés des revêtements sont établies empiriquement, cette méthodologie permet de cadrer la formulation de ces relations, en particulier grâce aux statistiques et aux méthodes mathématiques sous-jacentes. Une fois cela fait, les équipes de recherche et de développement peuvent trouver dans les résultats des indices permettant de cerner les phénomènes physiques agissant au sein de ces équations.

Des exemples sont disponibles dans la littérature, dont Pierlot a réalisé une revue, très orientée sur la projection au moyen d'une torche à plasma [191].

Saravanan *et al.* et Varacalle *et al.* ont utilisé des plans expérimentaux de type Taguchi pour établir des jeux de paramètres optimaux, respectivement avec une torche D-Gun et un arc-fil, en fonction des caractéristiques de revêtements souhaitées [54, 74].

Jandin *et al.* ont établi des relations entre la puissance électrique, les débits et la nature des gaz avec les propriétés mécaniques des revêtements, au moyen d'une analyse matricielle [92].

Avec le même jeu de facteurs, Horner *et al.* ont identifié leurs influences, de façon linéaire, sur la morphologie du jet de particules [38]. La figure 4.1 donne un exemple de leurs travaux, indiquant l'influence du courant électrique et des débits de gaz sur le taux de dépôt.

Enfin, dans une optique d'optimisation d'une torche de projection arc-fil, Tillmann *et al.* ont eu recours à la méthodologie des surfaces de réponses, associée avec des simulations de mécanique des fluides (*Computational Fluid Dynamic* (CFD)) afin de déterminer la géométrie idéale permettant d'atteindre les performances souhaitées [37].

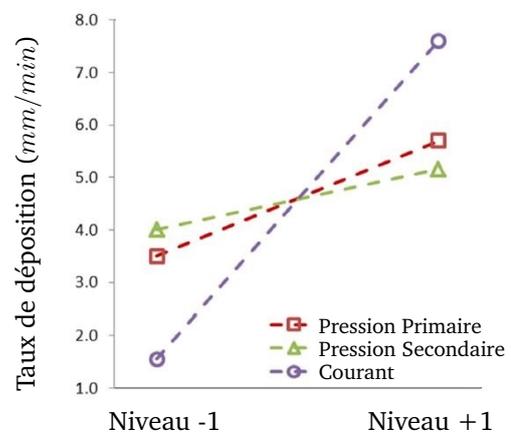


FIGURE 4.1 – Exemple d'influences linéaires de l'intensité électrique et des pressions de gaz sur le taux de dépôt dans un système arc-fil, d'après Horner *et al.* [38]

## 4.3 Méthodes expérimentales

### 4.3.1 Choix de l'alliage d'aluminium pour les tubes

#### 4.3.1.1 Description de la problématique

L'étude proposée dans ce chapitre concerne la compréhension des projections réalisées dans les fûts de carter-cylindre. Les chapitres précédents ayant démontré l'importance que revêt le substrat sur les performances des revêtements, une attention particulière a été portée sur le choix du matériau composant les substrats.

Les carters-cylindre sont usuellement coulés avec un alliage aluminium-silicium hypoeutectique<sup>1</sup> dénommé AS9U3, selon l'ancienne norme NF A 02-004, et AC-46000, selon les dispositions de l'actuelle norme EN 1780-1. Le tableau 4.1 indique la composition normalisée de cet alliage. Étant destiné spécifiquement à la fonderie, la procuration de tubes unitaires en AlSi9Cu3 (selon une dénomination plus actuelle de la composition), représentatifs des fûts de carters-cylindre, réclame la mise en œuvre de moyens conséquents (coquille spécifique de fonderie, paramètres de fonderie à ajuster, etc ...). Pour cette raison, cette étude a été réalisée avec des tubes en alliage corroyé, usinés de façon à représenter la géométrie des fûts.

Dans cette optique, une analyse est ici décrite dont le but est d'identifier un alliage d'aluminium corroyé dont les propriétés simuleront le plus fidèlement possible celle de l'alliage AlSi9Cu3.

TABLE 4.1 – Composition normalisée de l'alliage de fonderie AlSi9Cu3, en pourcentages massiques

Élément	Mini	Maxi
	% m.	% m.
Aluminium	Reste	
Silicium	8.0	11.0
Cuivre	2.0	4.0
Fer		1.3
Zinc		1.2
Magnésium	0.05	0.55
Manganèse		0.55
Nickel		0.55
Plomb		0.35
Étain		0.25
Titane		0.25
Chrome		0.15
Autres chaque		0.05
Total autres		0.25

#### 4.3.1.2 Introduction à la méthode de sélection des matériaux d'Ashby

La méthode de sélection des matériaux d'Ashby se calque sur les méthodologies de conception mécanique usuelles, en reprenant notamment les critères de conception de la pièce dont on souhaite déterminer le matériau adéquat [193].

Concrètement, la méthodologie se décompose en quatre étapes, décrites par la figure 4.2.

- La première étape consiste à lister les sollicitations s'appliquant sur la pièce afin de cerner les propriétés matériau les plus importantes lors de ces sollicitations. Une fois ces propriétés identifiées, avec la façon dont elles entrent en jeu, ces premières peuvent être mises sous la forme de caractéristiques spécifiques. Une caractéristique spécifique se définit comme une combinaison de propriétés usuelles traduisant l'effet du matériau dans la sollicitation.

1. L'eutectique se situe à 12,6% en masse de silicium dans l'aluminium

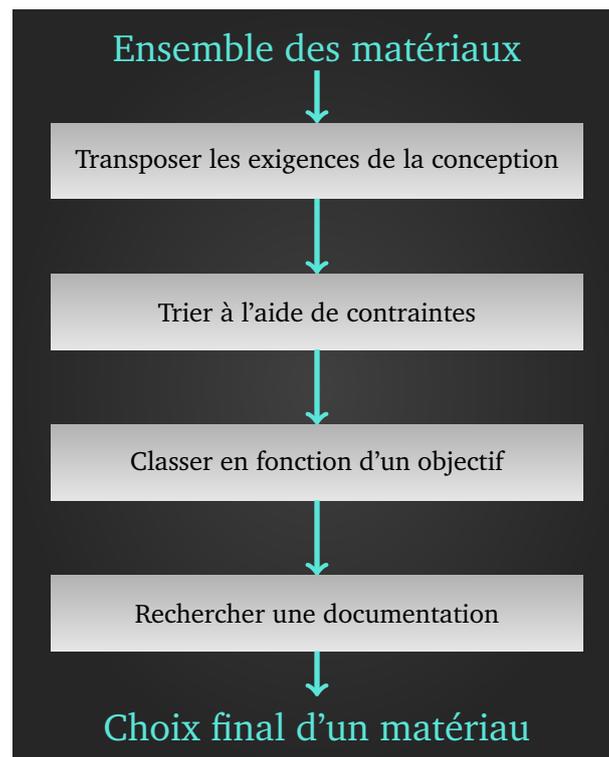


FIGURE 4.2 – Étapes de la méthode de sélection des matériaux d'Ashby

- Une fois les caractéristiques spécifiques formulées, celles-ci sont utilisées pour lister les contraintes de sélection auxquelles doit répondre le matériau. Ces contraintes servent ensuite à filtrer les matériaux dans le but d'établir une liste de candidats potentiels. Par exemple, en imaginant que la pièce initiale doit remplir les conditions "*présenter une masse minimale*" et "*être rigide*", la caractéristique spécifique correspondante sera le ratio de sa masse volumique sur son module d'Young :

$$\frac{\rho}{E}$$

La contrainte associée sera de minimiser cette caractéristique, éliminant de la liste des candidats les matériaux tels que les métaux types aciers ou cuivreux, les minéraux comme le granite, etc ... Les contraintes peuvent également être orientées sur le comportement des matériaux. Ajoutons à l'exemple précédent une contrainte de facilité d'usinage, la liste de candidats finale ne comprend plus principalement que certains alliages d'aluminium.

- Les candidats restants sont ensuite triés, toujours en fonction des contraintes vues précédemment.
- La dernière étape consiste à effectuer, sur la base du classement des candidats, une recherche d'informations permettant de sélectionner le matériau adéquat.

#### 4.3.1.3 Identification des propriétés importantes

Pour en revenir au cadre de l'étude des projections dans les carters-cylindres, il s'agit de déterminer un matériau dont le comportement sera similaire à celui de l'alliage AlSi9Cu3 lors des projections.

En fonction des différents points abordés dans les chapitres précédents, il s'avère important d'orienter la détermination des propriétés importantes vers les aspects thermiques :

La section 3.4 a démontré qu'une fusion superficielle du substrat a lieu, sous certaines conditions, lors de l'étalement de la particule. En ce sens, une attention est à porter sur la température de fusion. Les phases observées dans la section 3.5 tendent à indiquer que les particules subissent des flux de chaleur particuliers. En ne considérant pas les effets thermiques liés aux changements de phase des lamelles,

Solonenko *et al.* ont mis en équation la température à l'interface entre une lamelle et le substrat, rapportée par l'équation 4.1 [43].

$$T_i = \frac{T_{l0} + K_\epsilon T_{s0}}{1 + K_\epsilon} \quad (4.1)$$

$T_i$	Température à l'interface
$T_{l0}$	Température initiale de la lamelle
$T_{s0}$	Température initiale du substrat
$K_\epsilon$	Critère d'activité thermique entre la particule et le substrat

Avec

$$K_\epsilon = \frac{\lambda_s \sqrt{a_l}}{\lambda_l \sqrt{a_s}} \quad (4.2)$$

$s$ ou $l$	Propriété du substrat ou de la particule
$\lambda$	Conductivité thermique
$a$	Diffusivité thermique

En rappelant que la diffusivité thermique à été établie par l'équation 3.8 dans la section 3.3.1 de ce manuscrit, l'équation 4.2 indique une première caractéristique spécifique à considérer dans la démarche :

$$\frac{\lambda_s}{\sqrt{a_s}} \quad (4.3)$$

Un autre axe d'approche de la thermique entre la lamelle et le substrat réside dans l'analyse des flux de chaleur au travers de la conservation de l'énergie à l'interface. Zhao *et al.*, dans une modélisation des échanges thermiques entre une lamelle et le substrat, définissent cette conservation de l'énergie dans le substrat au moyen de l'équation 4.4 [194].

$$\frac{\partial \Theta}{\partial \tau} = \frac{1}{P_e} \left[ \frac{1}{R} \frac{\partial}{\partial R} \left( R \frac{\partial \Theta}{\partial R} \right) + \frac{\partial^2 \Theta}{\partial Z^2} \right] \quad (4.4)$$

$\Theta$	Température adimensionnée
$\tau$	Temps adimensionné
$P_e$	Nombre de Péclet
$R$ et $Z$	Coordonnées cylindriques adimensionnées

Le nombre de Péclet, sous sa forme définie par l'équation 4.5, fait intervenir la diffusivité thermique du substrat seule.

$$P_{eth} = \frac{L_c v}{\alpha} \quad (4.5)$$

La section 1.3.3 évoque le rôle joué par le substrat sur une partie des contraintes résiduelles présentes dans les revêtements. En particulier, l'équation des contraintes résiduelles de refroidissement 1.3 implique le coefficient de dilatation thermique du substrat.

En dernier lieu, sur une échelle plus générale, le substrat subi un gradient de température lors de la projection et se déforme sous l'effet des contraintes résiduelles présentes dans le revêtement. Dans le premier cas, est considérée l'équation de la conduction 4.6, traduisant la répartition de la chaleur dans le substrat, en faisant l'hypothèse que celui-ci est un solide de température initialement homogène, altérée par une source de chaleur placée sur l'une de ses faces [169]. Une nouvelle fois, la propriété matériau impactant le phénomène est la diffusivité thermique.

$$\frac{dT}{dt} = \frac{\lambda}{\rho C_p} \frac{d^2 T}{dx^2} \quad (4.6)$$

En ce qui concerne les déformations, est considérée la loi de Hook sur une dimension (les coefficients de Poisson des alliages d'aluminium étant pratiquement similaires) dans le domaine élastique, telle que décrite par l'équation 4.7.

$$\sigma = E\epsilon \quad (4.7)$$

Finalement, la liste des propriétés devant être observées pour la détermination du matériau adéquat est explicitée par le tableau 4.2, avec les valeurs numériques correspondantes pour l'alliage AlSi9Cu3 (données provenant du logiciel *CES Selector*®, indiquant des plages de valeurs - en fonction des fournisseurs).

TABLE 4.2 – Liste des propriétés matériau de l'alliage AlSi9Cu3 devant être considérées particulièrement pour le choix du matériau des substrats

Propriété	Symbole	Phénomène associé	AlSi9Cu3
Température de fusion	$T_f$	Fusion superficielle du substrat sous l'impact des particules	850 – 900 K
Caractéristique spécifique # 1	$\frac{\lambda}{\sqrt{a_{diff}}}$	Critère d'activité thermique à l'interface lamelle - substrat	1,5 – 1,8.10 <sup>5</sup> W.s <sup>1/2</sup> .m <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup>
Diffusivité thermique	$\alpha_{Diff}$	Thermique du substrat	34 – 40.10 <sup>-6</sup> m <sup>2</sup> .s <sup>-1</sup>
Coeff. de dilatation thermique	$\alpha_{Dil}$	Contraintes résiduelles	21.10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>
Module d'Young	$E$	Déformation du substrat	71 – 75 GPa

#### 4.3.1.4 Sélection de l'alliage d'aluminium corroyé adéquat

La sélection du matériau a été réalisée au moyen des filtres proposés par le logiciel *CES Selector*® sur sa propre base de données.

Les premiers filtres appliqués ont consisté à réduire le champ des matériaux aux :

- Alliages d'aluminium - *Exclusion de tous autres types de matériaux*
- Alliages non-chargés - *Exclusion des composites*
- Alliages d'aluminium corroyés - *Exclusion des alliages de fonderie*

Dans le but d'obtenir une certaine représentativité de la thermique à l'interface entre les lamelles et le substrat, point important pour la représentativité en termes d'adhérence et de réaction du substrat à l'impact des lamelles, l'équation du critère d'activité thermique à l'interface 4.2 est utilisée pour définir une carte des matériaux dont le rapport

$$\frac{\lambda}{\sqrt{a_{Diff}}}$$

est proche de celui de l'alliage AlSi9Cu3.

Cette carte, avec l'application des filtres décrits précédemment, est reproduite dans la figure 4.3. Cette carte traduit les domaines de propriétés des matériaux en fonction de leur diffusivité thermique (en abscisse) et de leur conductivité thermique (en ordonnée). Une droite de pente 1,6.10<sup>5</sup> est tracée afin de déterminer tous les alliages se trouvant à proximité du rapport de l'alliage AlSi9Cu3.

Les résultats de cette première sélection donnent :

- 2287 T87 - Al 2.8Cu 1.4Li 0.3Mn 0.1Zr
- 2424 T3 - Al 4Cu 1.4Mg 0.5Mn 0.2Zn 0.12Fe 0.1Si 0.1Ti
- 8090 T851 - Al 2.5Li 1Cu 1Mg
- 8091 T6 - Al 2.5Li 1.8Cu 1Mg

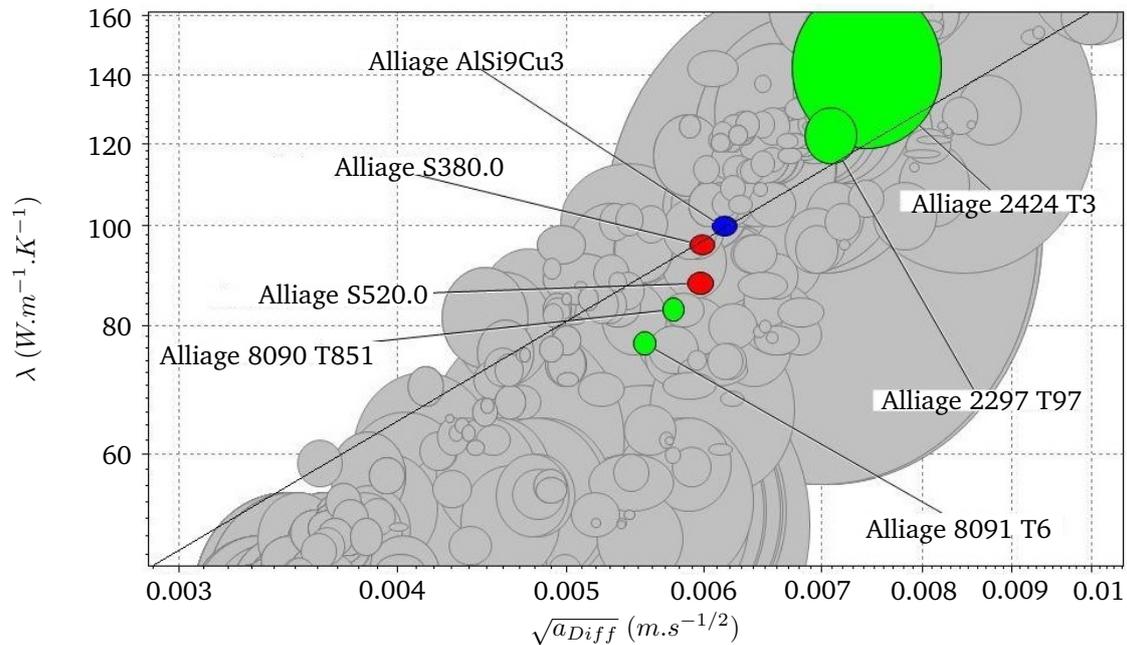


FIGURE 4.3 – Carte des matériaux en fonction de leur diffusivité thermique (en abscisse) et de leur conductivité thermique (en ordonnée), en bleu, l’alliage AlSi9Cu3, en vert les alliages répondant aux critères de sélection

De cette sélection ont été retirés les alliages au lithium pour une raison de coût et l’alliage 2424 est très peu disponible sur le marché. Ainsi, le choix se limite aux alliages :

- 2017A - AlCu4MgSi
- 2024 - AlCu4Mg1

Finalement, les tubes devant servir de substrats ont été usinés et préparés à partir de tubes en alliage 2017A.

### 4.3.2 Plan expérimental sur l’influence des paramètres de projection de la torche LERMPS sur les propriétés des revêtements

#### 4.3.2.1 Définition des conditions opératoires et du plan expérimental

L’objectif de l’étude étant d’établir les influences des paramètres de projection principaux sur les propriétés des revêtements, un grand nombre de caractérisations est nécessaire pour obtenir des résultats exploitables. Dans ce contexte, le nombre de conditions et donc d’échantillons pouvant être exploités se voit limité. Pour ces raisons, un plan fractionnaire de type Taguchi L9 a été déployé avec la torche de projection LERMPS (décrite dans la section 1.5.3.2). Ce type de plan permet de déterminer les influences de quatre facteurs, chacun pouvant prendre trois niveaux, en présupposant qu’il n’existe aucune interaction entre ces facteurs.

Les facteurs sous investigation sont : la tension de l’arc électrique, l’intensité de l’arc électrique directement liée à la vitesse d’avance des fils (cf. section 1.2.5), le débit de gaz de déviation et la vitesse transversale de torche par rapport au substrat. La vitesse transversale est déterminée par un calcul, défini par l’équation 4.8, faisant intervenir la vitesse de rotation de la partie déviation ainsi que la vitesse d’avance axiale de la torche. Le choix a été fait de conserver, pour tous les niveaux de vitesse transversale, un pas de projection constant, tel que défini par l’équation 4.10. Les projections sont réalisées en une seule passe, depuis la partie basse des tubes jusqu’en haut, avec une aspiration placée en partie basse des tubes, pour l’évacuation des poussières de projection.

$$V_{transversale} = \sqrt{V_{radiale}^2 + V_{axiale}^2} \quad (4.8)$$

Avec

$$V_{radiale} = 2\pi R\omega \quad (4.9) \quad \left| \begin{array}{l} R \text{ Rayon intérieure du tube} \\ \omega \text{ Vitesse de rotation de la déviation} \end{array} \right.$$

$$P_{projection} = \frac{V_{axiale}}{\omega} \quad (4.10)$$

Les fils utilisés (référéncés "Nertalic 70s") de diamètre 1.6 mm, sont composés d'acier bas carbone dont la composition est indiquée par le tableau 4.3. Il est à noter que ces fils sont revêtus d'une couche de cuivre de quelques micromètres d'épaisseur, afin d'améliorer leur résistance à la corrosion durant leur stockage ainsi que le contact électrique [195].

Les substrats utilisés sont des tubes en alliage d'aluminium 2017A dont le schéma est donné par la figure 4.4. Afin d'assurer l'adhérence du revêtement, la surface interne de ces derniers a été préparée au moyen d'un LASER spécifiquement conçu pour la préparation de surface d'alésages. Un préchauffage a été effectué à une température de 180 °C dans une étuve et contrôlé au moyen d'un thermocouple enchâssé dans un perçage effectué à mi-hauteur des tubes.

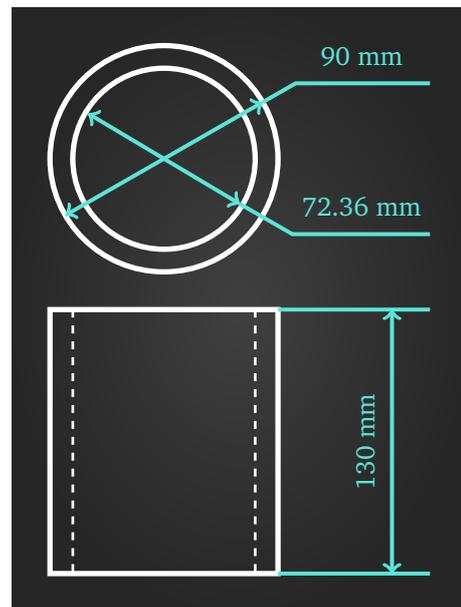


FIGURE 4.4 – Schéma des tubes utilisés pour le plan expérimental Taguchi sur les paramètres de projection principaux de la torche LERMPS

TABLE 4.3 – Composition des fils Nertalic 70s, en pourcentages massiques

Élément	Teneur
	% m
Fer	Reste
Carbone	0.08
Manganèse	1.15
Silicium	0.6
Souffre	0.015
Phosphore	0.015

La tableau 4.4 répertorie les conditions de projection du plan expérimental.

TABLE 4.4 – Conditions de projection du plan expérimental Taguchi L9 réalisé avec la torche de projection LERMPS

	Débit de gaz	Tension	Intensité	Vitesse
	$Nm^3.h^{-1}$	V	A	$mm.s^{-1}$
# 01	60	29	150	456
# 02	60	32	175	609
# 03	60	35	200	761
# 04	70	29	175	761
# 05	70	32	200	456
# 06	70	35	150	609
# 07	80	29	200	609
# 08	80	32	150	761
# 09	80	35	175	456
	Pression du gaz d'atomisation			4 bars
	Nature du gaz de déviation			N <sub>2</sub>
	Température de préchauffage			180 °C

#### 4.3.2.2 Caractérisation des échantillons

Les projections étant réalisées en une seule passe, chaque caractérisation est effectuée sur trois localisations : en bas, au milieu et en haut des tubes. Le comportement de l'arc électrique étant variable en fonction de la position radiale du dispositif de déviation de la torche, le choix a été fait de n'effectuer les caractérisations que sur les parties les plus saines des revêtements, soit sur les positions où l'axe de la buse de déviation forme un angle de 90° avec le plan contenant les fils, tel qu'indiqué par le schéma de la figure 4.5.

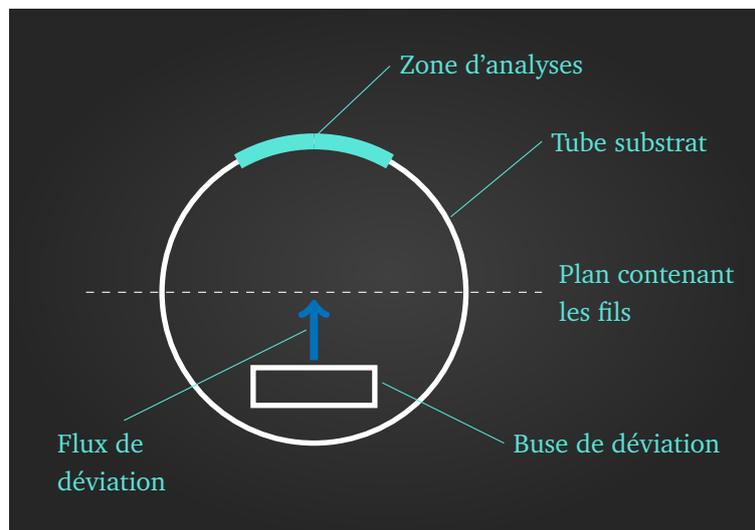


FIGURE 4.5 – Schéma d'un tube vu de dessus indiquant les zones de revêtement analysées, par rapport aux positions du plan contenant les fils et de la buse de déviation

**Vitesses et températures des particules :** Les mesures de vitesse et de température des particules ont été réalisées au moyen d'un système Accuraspray G3 (TECNAR, Saint-Bruno, Québec, Canada). Ce dernier est composé d'un système opto-électronique permettant de mesurer la vitesse et la température des particules, ainsi que d'une caméra CCD, permettant l'observation directe du faisceau de particules.

Le principe des mesures de vitesse des particules réside dans la récupération de signaux renvoyés par les particules sur deux emplacements faiblement espacés. En connaissant précisément la distance séparant ces deux emplacements, la corrélation des deux signaux indique un temps nécessaire aux particules pour parcourir la distance, permettant ainsi de déterminer une vitesse globale du flux de particules. La température est quant à elle déterminée par pyrométrie bichromatique. La pyrométrie se fonde sur la mesure du taux d'émission infrarouge d'un corps chaud, dépendant de la température de ce corps. La mention bichromatique précise que, dans ce cas, les émissions sont collectées sur deux longueurs d'onde différentes, suffisamment proches pour justifier l'hypothèse d'une émissivité identique sur les deux domaines. Le ratio calculé entre les émissions sur les deux longueurs d'onde permet de déterminer la température globale des particules avec plus de justesse qu'avec une seule longueur d'onde [196] [197]. La figure 4.6 présente une photographie de la tête d'observation de l'Accuraspray.



FIGURE 4.6 – Photographie de la tête de détection de l'Accuraspray G3 (TECNAR, Saint-Bruno, Canada)

Dans un souci de représentativité des mesures, le point de détection de l'Accuraspray a été établi à une distance de 36 mm par rapport à l'axe de la torche, distance correspondant au rayon des tubes servant de substrats.

**Épaisseurs et taux de porosités :** Une fois polies au moyen de la gamme de polissage décrite par le tableau 4.5, des coupes d'échantillons des revêtements sont passés sur un microscope optique afin de mesurer les épaisseurs et le taux de porosités.

TABLE 4.5 – Gamme de polissage des échantillons de revêtements

Phase Polissage	Media	Taille de particules	Support	Rotation du Support	Charge Unitaire	Durée
		$\mu m$		RPM*	N	min : sec
# 1	Papier SiC # 320	46	-	150 I	30	Planéité
# 2	Diamants	9	Ultra-Pad	150 C	26	5 :00
# 3	Diamants	3	Trident	150 I	26	3 :00
# 5	Alumine/OPS	0.05	Chemomet	150 C	8	2 :00

\*Sens de rotation du support par rapport au porte échantillon :

I - Sens identique

C - Sens contraire

Les mesures ne sont cependant pas réalisées directement sur le microscope car une mesure effectuée directement par un opérateur, en fonction de sa propre perception, pose un problème de fiabilité [198]. Ainsi des images des revêtements ont été sauvegardées, avec un grandissement constant et suffisamment faible pour contenir l'intégralité du revêtement sur une même image, de l'interface à la surface. A la suite, un algorithme spécifiquement programmé sur le logiciel d'analyse d'images ImageJ (National Institutes of Health, USA) permet de séparer le revêtement de la résine d'enrobage et du substrat, puis de réaliser automatiquement les mesures des différents critères d'épaisseur définis. De cette façon, environ un millier

de mesures ont été réalisées sur chaque image (un point de mesure par colonne de pixels, sur des images de 1600 par 1200 pixels). Pour chaque hauteur de tube, 5 images consécutives ont été analysées selon les critères d'épaisseur décrits par la figure 4.7 :

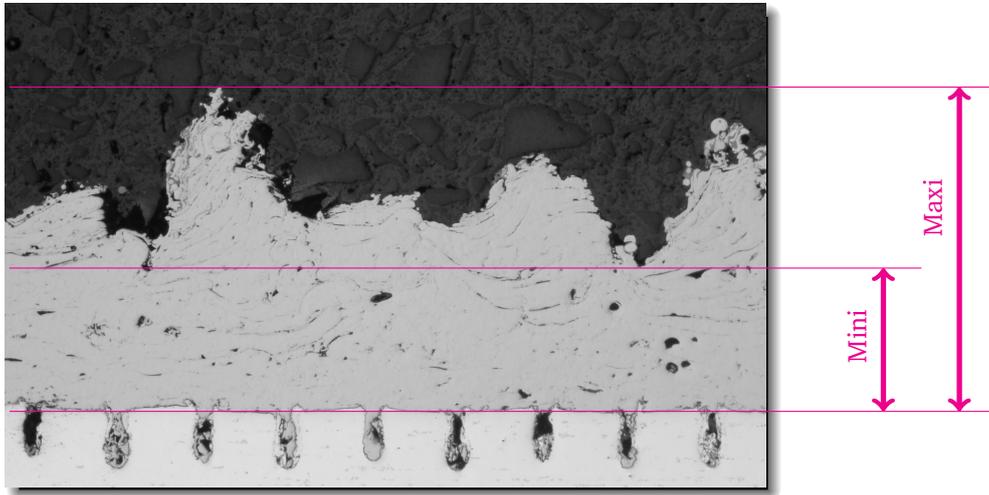


FIGURE 4.7 – Définitions des critères d'épaisseur du revêtement

Un critère de variation de l'épaisseur a également été défini sous la forme d'un écart-type normalisé des mesures d'épaisseur, selon l'équation 4.11.

$$Variation = \frac{ecart - type}{moyenne} \quad (4.11)$$

La section 1.3.1 indique que les pores des revêtements peuvent être classés en deux catégories en fonction de leur forme. Ainsi une méthodologie identique a été appliquée pour les mesures de porosité, selon les critères définis dans la figure 4.8. Pour chaque hauteur de tube, 7 images ont été analysées.

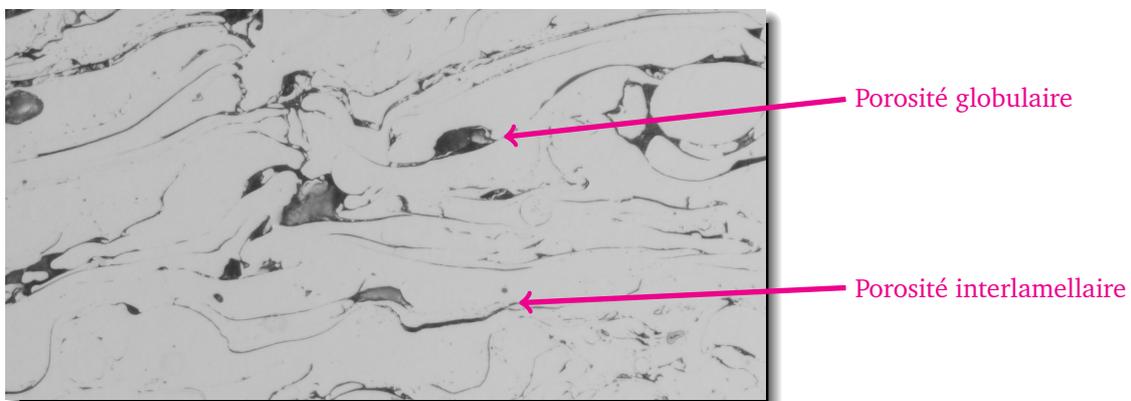


FIGURE 4.8 – Définitions des critères de porosités du revêtement

**Dureté :** Le choix étant fait de caractériser les propriétés des revêtements d'un point de vue macroscopique, la force appliquée pour les essais de dureté a été établie de façon à couvrir la plus grande portion de revêtement possible, en respectant les préconisations de la norme NF EN ISO 4516, notamment le critère d'épaisseur minimale.

Ainsi, des filiations de 20 points de dureté Vickers à 0.3 *kgf* ( $Hv_{0.3}$ ), espacés de 600  $\mu m$ , ont été réalisées sur chacun des échantillons. Comme évoqué précédemment (cf. section 1.3.1), les revêtements obtenus par projection thermique, en particulier en arc-fil, ont des microstructures hétérogènes. En conséquence, certaines des empreintes effectuées ont pu présenter des défauts de forme. Afin de s'affranchir le plus possible de tout biais pouvant résulter d'une sélection des points à considérer en fonction de la vue ou de l'état de forme de l'opérateur, ont été conservés tous les points dont les diagonales se trouvaient être suffisamment définies pour être mesurées, quelle que soit la forme globale de l'empreinte.

**Adhérence :** Les mesures d'adhérence ont été réalisées au moyen d'un appareil *Portable Adhesion Tester* (DFD®, Kristiansand, Norvège) (PAT) sur des portions de tubes, non-ouvertes sur la périphérie, avec une méthodologie similaire à celle détaillée dans la section 5.5.2. Pour rappel, le fait de ne pas ouvrir les portions de tube permet de conserver les contraintes résiduelles, au moins dans le sens radial, en omettant les éventuels effets de Poisson liant les déformations dans les différentes directions. Trois points de mesures ont été réalisés pour chaque condition.

### 4.4 Résultats et Discussions

L'ensemble des résultats du plan expérimental est résumé dans le tableau 4.6. A noter que les mesures de vitesses et de températures étant réalisées en environnement libre pour les besoins de l'Accuraspray, il n'est pas pertinent de préciser une hauteur de mesure.

Les incertitudes sur les mesures d'adhérence ne sont pas indiquées car : sur les 3 mesures effectuées dans chaque condition, seules les mesures où l'arrachement s'est produit au niveau de l'interface entre le revêtement et le substrat ont été retenues, les autres valeurs ne semblant pas pertinentes.

TABLE 4.6 – Résultats du plan expérimental Taguchi avec la torche de projection LERMPS

	Particules		Épaisseurs			Dureté		Adhérence		Porosités		
	Vit. $m.s^{-1}$	Temp. $K$	Mini. $\mu m$	Maxi. $\mu m$	Moy. %	Var. %	Moy. $H_{v0.3}$	Moy. $MPa$	Vide	Inter	Total	
Haut	# 01	$2739 \pm 52.87$	134	331	227	19.6	$225.7 \pm 18.3$	44.4	$5.21 \pm 1.08$	$3.11 \pm 0.45$	8.32	
	# 02	$2793 \pm 21.87$	135	290	210	15.6	$206.2 \pm 17.6$	50.3	$3.92 \pm 0.48$	$3.55 \pm 0.73$	11.77	
	# 03	$2632 \pm 32.13$	71.7	229	145	23.6	$212.0 \pm 19.0$	40.2	$5.24 \pm 0.71$	$2.46 \pm 0.27$	13.96	
	# 04	$2775 \pm 15.46$	109	235	173	17.0	$207.7 \pm 26.0$	56.3	$5.87 \pm 0.81$	$3.12 \pm 0.40$	7.48	
	# 05	$2797 \pm 42.04$	234	391	309	11.9	$228.7 \pm 7.70$	36.5	$2.00 \pm 0.66$	$0.56 \pm 0.21$	6.25	
	# 06	$2783 \pm 30.00$	99.2	212	154	15.3	$212.4 \pm 17.1$	55.2	$1.97 \pm 0.43$	$0.61 \pm 0.14$	7.18	
	# 07	$2833 \pm 20.77$	161	254	204	10.5	$217.0 \pm 19.8$	41.7	$2.28 \pm 0.62$	$0.50 \pm 0.12$	7.69	
	# 08	$2968 \pm 28.12$	54.7	142	99.8	18.1	$186.7 \pm 14.5$	56.3	$2.41 \pm 0.45$	$0.57 \pm 0.24$	4.69	
	# 09	$2939 \pm 21.81$	160	279	212	11.6	$191.0 \pm 26.9$	41.4	$1.78 \pm 0.35$	$0.48 \pm 0.07$	2.71	
Milieu	# 01		112	341	205	25.2	$249.5 \pm 11.2$	30.4	$8.67 \pm 2.79$	$3.11 \pm 0.20$	8.99	
	# 02		139	339	219	18.5	$231.1 \pm 20.2$	38.7	$4.21 \pm 0.38$	$2.04 \pm 0.30$	5.21	
	# 03		87.1	364	203	31.4	$238.8 \pm 34.9$	44.4	$3.23 \pm 0.71$	$1.45 \pm 0.61$	3.29	
	# 04		137	314	194	19.7	$235.7 \pm 27.1$	56.3	$3.35 \pm 0.49$	$1.86 \pm 0.41$	2.56	
	# 05		210	532	372	18.8	$237.8 \pm 31.8$	34.1	$1.83 \pm 0.29$	$0.35 \pm 0.10$	2.18	
	# 06		127	300	206	17.6	$218.8 \pm 24.1$	50.7	$2.19 \pm 0.89$	$0.49 \pm 0.12$	2.83	
	# 07		167	333	234	15.8	$241.4 \pm 44.9$	43.1	$5.18 \pm 1.41$	$1.43 \pm 0.23$	2.59	
	# 08		108	279	167	21.6	$193.4 \pm 16.4$	56.3	$2.46 \pm 0.60$	$0.48 \pm 0.15$	2.65	
	# 09		146	307	209	17.6	$226.6 \pm 28.2$	52.6	$2.82 \pm 0.50$	$1.71 \pm 0.32$	2.27	
Bas	# 01		105	365	220	27.6	$215.7 \pm 26.0$	33.6	$10.6 \pm 3.18$	$3.32 \pm 0.71$	2.78	
	# 02		170	359	247	17.8	$232.0 \pm 24.4$	38.9	$4.13 \pm 0.52$	$3.05 \pm 0.55$	6.61	
	# 03		110	341	195	25.0	$223.9 \pm 22.1$	46.5	$2.00 \pm 0.46$	$\pm 0.71 \pm 0.25$	5.48	
	# 04		150	376	236	21.2	$230.1 \pm 16.5$	42.1	$2.43 \pm 0.45$	$0.86 \pm 0.16$	2.98	
	# 05		218	517	356	21.5	$230.0 \pm 21.5$	35.0	$2.31 \pm 0.34$	$0.52 \pm 0.14$	2.94	
	# 06		115	302	190	24.0	$229.5 \pm 21.1$	53.7	$1.99 \pm 0.83$	$0.29 \pm 0.07$	3.12	
	# 07		209	409	301	14.3	$220.4 \pm 30.0$	49.5	$4.44 \pm 1.05$	$1.04 \pm 0.16$	2.26	
	# 08		114	220	159	14.0	$227.2 \pm 22.8$	56.3	$2.55 \pm 0.55$	$0.57 \pm 0.11$	4.53	
	# 09		153	289	211	12.8	$204.8 \pm 20.9$	56.3	$1.05 \pm 0.34$	$0.28 \pm 0.14$	1.32	

#### 4.4.1 Méthode de calcul des effets

Dans le cadre d'un plan expérimental de type Taguchi, les effets d'un facteur sur une réponse ont été calculés au moyen de l'équation 4.12 (cf. annexe B) [190].

$$E_{X_i=x} = \bar{y} - \bar{y}_{X_i=x} \quad (4.12) \quad \left| \begin{array}{l} \bar{y} \quad \text{Moyenne générale de la réponse} \\ \bar{y}_{X_i=x} \quad \text{Moyenne de la réponse lorsque} \\ \quad \text{le facteur prend la valeur } x \end{array} \right.$$

Les résultats sont présentés, dans un souci de comparaison des effets de chaque facteur, en valeurs relatives par rapport à la moyenne générale de chaque caractérisation. L'équation 4.12 prend ainsi la forme décrite par l'équation 4.13.

$$E_{X_i=x} = \frac{\bar{y} - \bar{y}_{X_i=x}}{\bar{y}} \quad (4.13)$$

En appliquant cette équation, les graphes des effets ont été tracés avec en ordonnées les effets relatifs du facteur en fonction du niveau considéré.

#### 4.4.2 Effets sur les propriétés des particules en vol

Les figures 4.9 et 4.10 présentent les effets des facteurs du plan expérimental sur la vitesse et la température des particules en vol. Ces graphes illustrent l'influence d'un facteur sur une réponse par des segments dont la pente correspond à l'effet. En d'autres termes, plus la pente d'un segment est importante, plus la variation d'un facteur entraîne de modification sur la réponse. Comme indiqué précédemment, les mesures réalisées sur les particules en vol ont été faites en environnement ouvert et avec une torche fixe. Les effets de la vitesse relative de la torche sur les propriétés des particules en vol n'ont donc pas été étudiés.

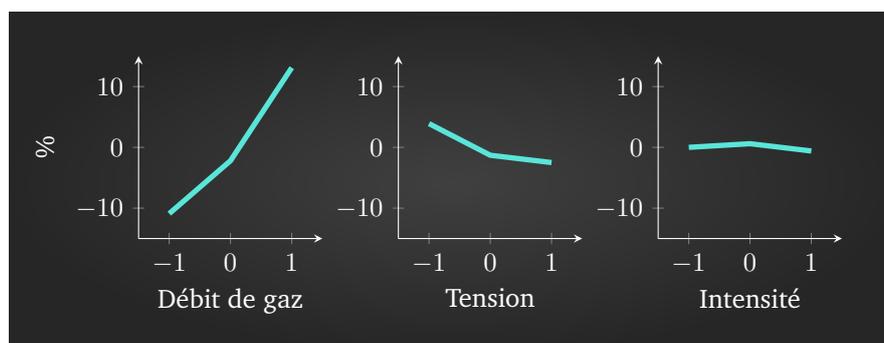


FIGURE 4.9 – Graphes des effets des paramètres sur la vitesse des particules en vol

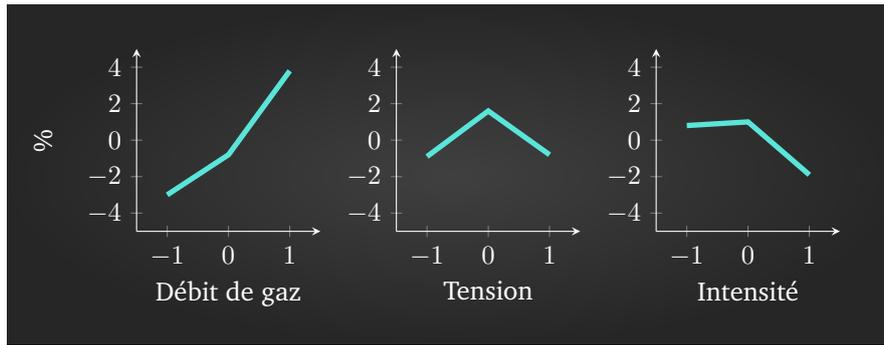


FIGURE 4.10 – Graphes des effets sur les températures de particules en vol

#### 4.4.2.1 Effets du débit de gaz

**Sur la vitesse des particules :** Le graphique de gauche dans la figure 4.9 indique que la vitesse des particules suit principalement le débit de gaz. Ces résultats recourent les données collectées par Newbery *et al.* lors de l'application d'un plan expérimental sur les paramètres de projection d'une torche arc-fil, tels que le montrent les isocontours de la figure 4.11 [23]. L'interaction entre les particules et le flux de gaz réside principalement dans la force de traînée qu'applique le flux de gaz sur les particules. Cette force, définie par l'équation 2.4, fait intervenir un terme de vitesse relative. Plus la vitesse du flux est élevée par rapport à la particule, plus la force appliquée sur cette dernière est importante. Une force de traînée plus importante entraîne une accélération plus importante de la particule selon la seconde loi de Newton.

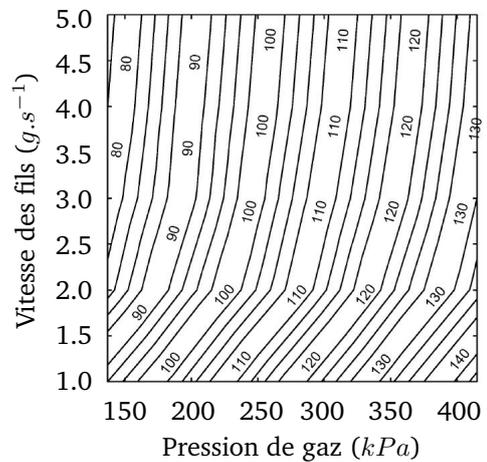


FIGURE 4.11 – Isocontours de la vitesse des particules en vol, d'après Newbery *et al.* [23]

**Sur la température des particules :** Le graphique de gauche dans la figure 4.10 indique une tendance similaire au graphique des effets du débit de gaz sur la vitesse des particules. En conséquence, une corrélation entre les deux mesures est suspectée. Considérant que le parcours d'une particule est le même quelles que soient les conditions (soit : atomisation dans l'axe du tube, trajectoire droite jusqu'à atteindre le flux de déviation puis une courbure de déviation constante engendrant une distance jusqu'à la surface du tube constante), les vitesses des particules ne sont pas constantes puisque dépendant du débit de gaz et le temps de vol des particules devient donc fonction du débit de gaz. En établissant que le flux de chaleur par convection entre les particules et le flux de gaz est constant quelles que soient les conditions, il vient que la température n'est plus que fonction de la vitesse. Bien que l'hypothèse des échanges thermiques constants soit grossière, une corrélation significative peut être déterminée entre vitesse et température, tel que démontré par le graphique de la figure 4.12.

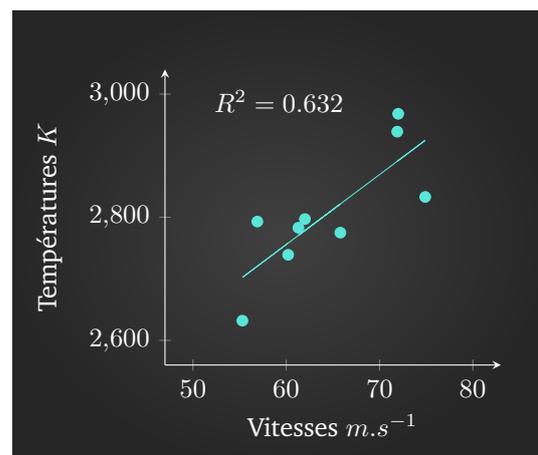


FIGURE 4.12 – Corrélation entre vitesses et températures des particules mesurées au moyen de l'Accuraspray

Néanmoins, les effets de l'augmentation du débit de gaz dans le sens d'une augmentation de la température des particules peuvent trouver une autre origine dans les turbulences : la section 2.2.5 précédente décrit les phénomènes d'oxydation des particules en vol due à la température élevée des particules et de l'affinité du fer avec l'oxygène présent dans l'air. Lors d'une projection avec du diazote, le taux d'oxygène dans l'environnement est amoindri et l'ampleur des phénomènes d'oxydation se trouve réduite. Cependant, de plus grands débits de gaz impliquent également de plus grandes turbulences de ce même flux de gaz [37]. Ainsi, ces turbulences apportent de l'air ambiant et donc de l'oxygène dans le flux de projection, soit à proximité des particules. L'oxydation du fer étant un phénomène exothermique, il s'établit que des projections à grands débits entraînent une plus grande oxydation et donc une plus haute température des particules.

### 4.4.2.2 Effets de la tension

Le graphique au centre de la figure 4.10 indique que les effets de la tension sur la vitesse des particules sont moins marqués que ceux du débit de gaz. Les éléments présentés dans le chapitre 2 de ce manuscrit établissent un lien entre la longueur de l'arc et la tension appliquée entre les fils. En particulier, plus la tension est élevée plus la longueur de l'arc est importante et l'atomisation des fils se fait en un point plus proche de l'extrémité de la torche. Dans cette optique, les travaux de Toma *et al.* ont déterminé qu'il existe dans le flux de gaz d'une torche arc-fil une zone de vitesse de flux maximale, appelée *High Speed Zone (HSZ)*. Leurs travaux ont tissé un lien entre la qualité des revêtements et le positionnement de l'atomisation des fils par rapport à cette zone, dans le sens suivant : en réalisant l'atomisation au sein de la *HSZ*, la morphologie du jet de gaz comprime l'arc électrique. Ce faisant, la densité de courant dans l'arc augmente, ainsi que la température du bain de fusion à l'extrémité des fils. Les particules résultant d'une atomisation dans la *HSZ* sont plus fines et plus rapides que dans le cas où l'atomisation est décalée par rapport à cette zone [36]. En croisant ces informations, il peut être déterminé que la variation de tension, engendrant une modification de la longueur de l'arc et donc de la position de l'atomisation, modifie les mécanismes d'atomisation et ainsi la taille et la vitesse des particules.

### 4.4.2.3 Effets de l'intensité

Le graphique de droite dans la figure 4.10 indique qu'une augmentation de l'intensité diminue la température des particules. A travers l'équation 1.1 reliant l'énergie à apporter dans un système arc-fil au débit de matière (cf. section 1.2.5), Pourmoussa explique qu'une augmentation de la vitesse de fils augmente l'intensité de l'arc électrique et inversement. L'augmentation de la vitesse de fils et du flux thermique entraîne une atomisation primaire plus rapide [91]. Dans ces conditions, les particules demeurent moins longtemps à l'extrémité des fils et donc à l'intérieur de l'arc, ce qui donne pour résultat des particules plus froides.

### 4.4.3 Effets sur les critères d'épaisseurs

Les figures 4.13 et 4.14 présentent respectivement les graphes des effets des paramètres sur l'épaisseur moyenne déposée et la variation de cette épaisseur.

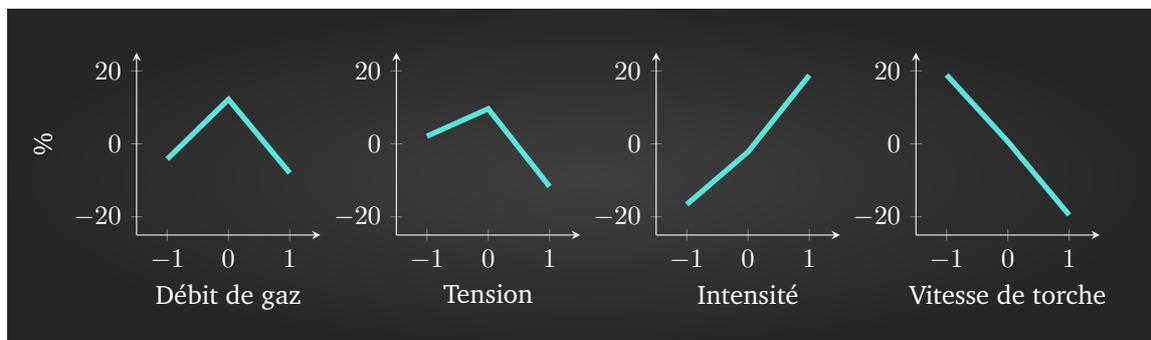


FIGURE 4.13 – Graphes des effets sur l'épaisseur moyenne des revêtements

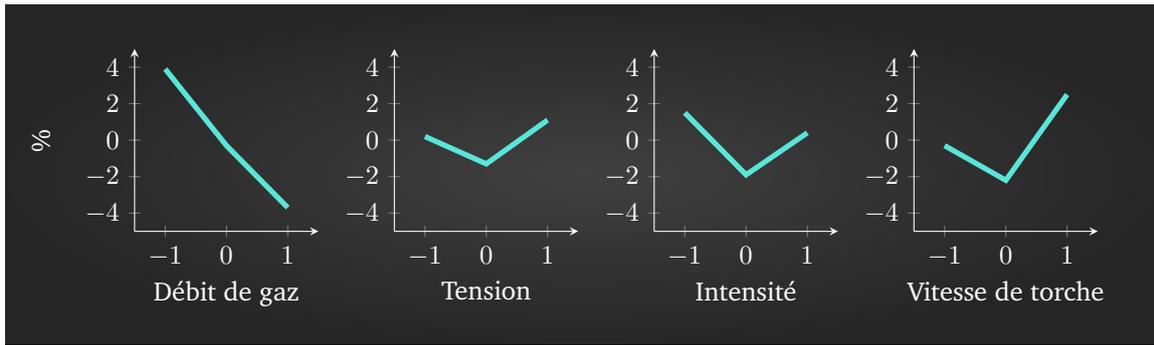


FIGURE 4.14 – Graphes des effets sur les variations d'épaisseur des revêtements

#### 4.4.3.1 Effets du débit

La comparaison des graphiques de la figure 4.14 montre un effet prononcé du débit de gaz sur la variation de l'épaisseur. Les résultats de la section 2.5 démontrent que la granulométrie des particules s'affine en augmentant le débit de gaz. Des particules plus petites engendrent des lamelles et des microstructures plus fines. En conséquences, la topographie de la surface du revêtement est plus fine.

#### 4.4.3.2 Effets de la tension

Le graphique au centre gauche de la figure 4.14 propose un minimum local de variation de l'épaisseur en fonction de la tension électrique. Dans l'une de ses publications, Steffens note une corrélation entre la température des particules en vol et les microstructures des revêtements [35]. La viscosité des aciers en fusion diminuant avec l'augmentation de la température, une température de particule plus élevée tend à engendrer un meilleur comportement lors de l'étalement [199]. Dans ce contexte, la figure 4.15 propose une corrélation entre la température des particules et la variation de l'épaisseur. Or, la section 2.5 a établi qu'il existe une influence de la tension sur la température des particules.

#### 4.4.3.3 Effets de l'intensité

Les effets de l'intensité sur l'épaisseur moyenne déposée trouvent une explication dans la section 1.2.5 : les systèmes arc-fil comportent usuellement des systèmes de couplage de la vitesse d'avance des fils et de l'intensité délivrée dans le but de stabiliser l'arc électrique. Il est également établi, au travers de l'équation 1.1, la relation directe existant entre la quantité d'énergie apportée au système (soit l'intensité apportée, à tension fixe) et la quantité de matière apportée (soit la vitesse d'avance des fils). Une observation directe de ces phénomènes se trouve dans la proportionnalité déterminée par le graphique des effets de l'intensité dans la figure 4.13.

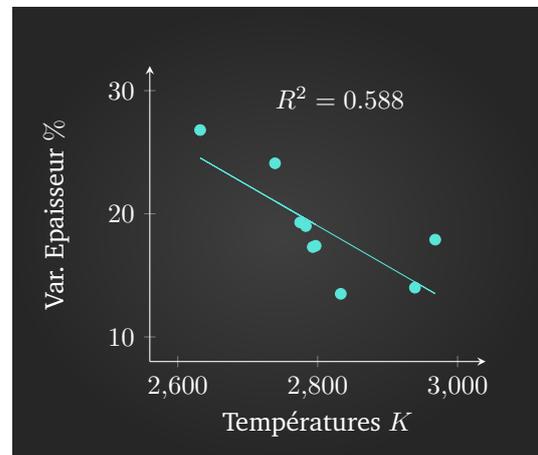


FIGURE 4.15 – Corrélation entre températures des particules et variation de l'épaisseur des revêtements

#### 4.4.3.4 Effets de la vitesse relative de la torche

En établissant que la quantité de matière projetée par unité de temps est fonction des paramètres de la torche, la quantité de matière déposée par unité de surface devient fonction de la vitesse de déplacement de la torche. Le graphe des effets de la vitesse de torche sur l'épaisseur moyenne déposée de la figure 4.13 va en ce sens : plus la vitesse de torche est rapide plus l'épaisseur déposée est faible.

La linéarité des effets rapportés par les deux graphes de droite dans la figure 4.13 indique que le rendement de dépôt, défini comme la quantité de matière déposée par rapport à la quantité de matière apportée dans le système de projection, est constant quelles que soient l'intensité et la vitesse de torche. Il est à noter que les graphes des effets de l'intensité et de la vitesse d'avance de la torche sur les épaisseurs minimales et maximales déposées (non-présentés dans ce document) corroborent cette affirmation.

#### 4.4.4 Effets sur les porosités

Les figures 4.16 et 4.17 présentent respectivement les graphes des effets des paramètres de projection sur les taux de porosités interlamellaires et globulaires.

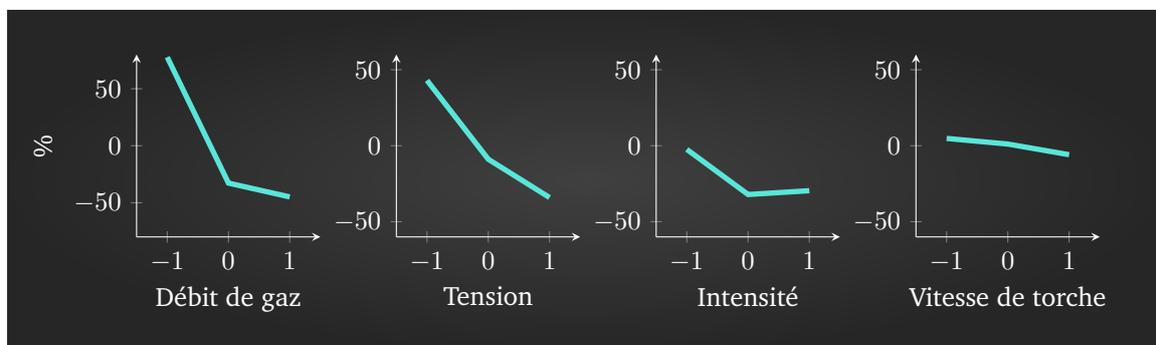


FIGURE 4.16 – Graphes des effets sur les taux de porosité interlamellaire

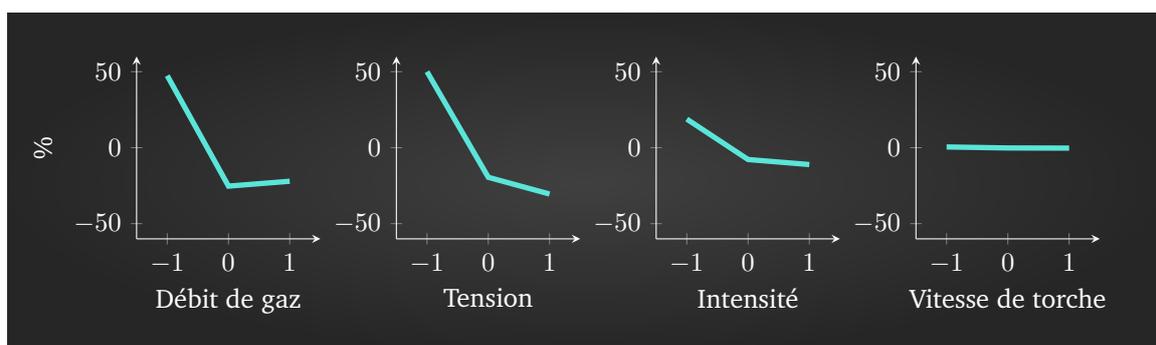


FIGURE 4.17 – Graphes des effets sur les taux de porosité globulaire

##### 4.4.4.1 Effets du débit de gaz

Les graphes des figures 4.16 et 4.17 indiquent le débit de gaz est l'un des paramètres les plus influents sur le taux de porosité des revêtements. Varacalle note la même tendance lors de l'application d'un plan expérimental similaire à celui présenté ici [54]. A ce propos, Wang *et al.* indiquent qu'un flux de gaz plus élevé mène à des vitesses de particules plus élevées, à l'image du graphe des effets correspondant dans la figure 4.9, ainsi qu'à des particules globalement plus fines (cf. section 2.5). En conséquence ces particules plus fines disposent d'une plus grande énergie cinétique à l'impact et épousent ainsi mieux la surface sur laquelle elles s'étalent [51].

Cependant, le graphe de la figure 4.17 indique qu'au-delà d'un certain débit de gaz, le taux de porosité globulaire augmente. Newberry *et al.* ont observé qu'une part non-négligeable des particules est parfois renvoyée dans l'atmosphère sous forme d'éclaboussures [46]. Escure *et al.* ont appliqué le nombre de Sommerfeld à la projection thermique pour déterminer si les particules génèrent ou non ces éclaboussures en fonction de leurs caractéristiques. Ce nombre est défini en fonction des nombres de Weber et de Reynolds par l'équation 4.14. Les auteurs précisent qu'il existe pour chaque couple de matériaux une valeur-seuil du nombre de Sommerfeld des particules au-delà de laquelle celles-ci vont présenter des éclaboussures [200].

$$K = \sqrt{We\sqrt{Re}} \quad (4.14)$$

Ce nombre de Sommerfeld étant fonction des nombres de Weber et de Reynolds, deux nombres traduisant les turbulences dans le flux de matière (cf. annexe A) il vient donc naturellement qu'il existe un débit de gaz critique au-delà duquel les particules génèrent des éclaboussures se retrouvant enchâssées dans la structure du revêtement sous la forme de fines particules re-solidifiées. Ces fines particules sont par la suite arrachées lors du polissage des échantillons métallographiques car peu adhérentes.

En cumulant les taux de porosité pour former un taux de porosité globale des revêtements, le graphe des effets du débit de gaz dans la figure 4.18 démontre qu'au-delà de ce débit de gaz critique, le taux de porosité stagne. L'accroissement du taux de porosité globulaire est compensé par la diminution du taux de porosité interlamellaire.

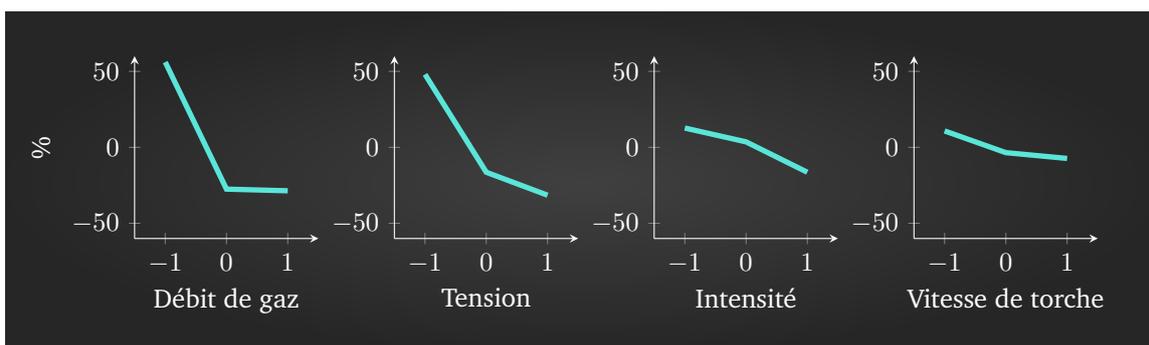


FIGURE 4.18 – Graphes des effets sur les taux de porosités totaux

#### 4.4.4.2 Effets de la tension

Les graphes des effets de la tension sur les différents taux de porosité des figures 4.16 et 4.17 présentent une diminution de ces taux en augmentant la tension.

La section 2.4.2.3 précédente démontre que la tension influence la taille des particules engendrées par l'atomisation primaire. La section 2.5 précise par la suite que cette taille de particules influence la granulométrie des particules engendrées par les mécanismes d'atomisation secondaire. Ainsi, l'augmentation de la tension tend à générer un faisceau de particules plus fines, à autres paramètres constants. Or, le seul changement de la tension ne modifie pas significativement la vitesse des particules (cf. figure 4.9). Enfin dans la section 3.4, il a été observé que les particules les plus fines possèdent un comportement à l'étalement plus favorable que les particules plus volumineuses. En comparant ces informations aux éléments détaillés dans la section 4.4.4.1, il apparaît que la seule diminution de la taille des particules permet de diminuer le taux de porosité des revêtements.

#### 4.4.5 Effets sur la dureté

La figure 4.19 présente les graphes des effets des paramètres de projection sur la dureté des revêtement.

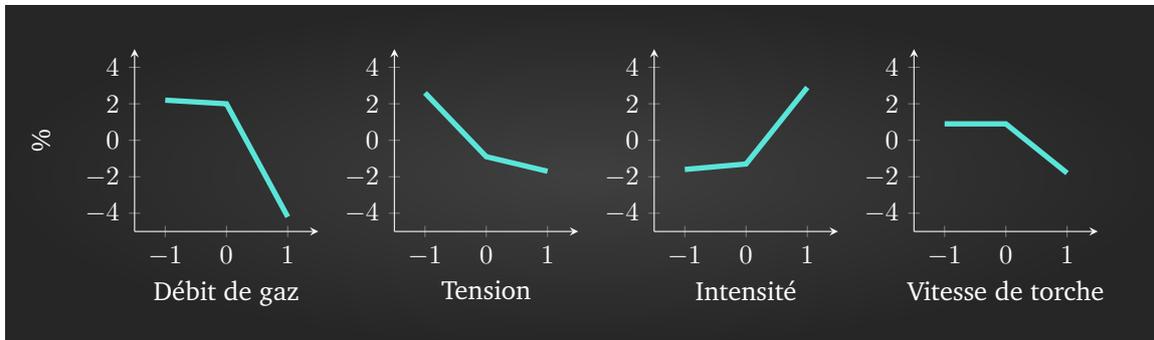


FIGURE 4.19 – Graphes des effets sur la dureté des revêtements

Les analyses des effets sur la dureté des revêtements imposent une méthodologie légèrement différente des autres caractérisations : La section 1.3.2 précédente évoque les difficultés de réaliser des mesures de dureté sur des revêtements de projection thermique, notamment en ce qui concerne les micro-indentations. Or, en portant attention à l'échelle des ordonnées des graphes de la figure 4.19, il peut être constaté que les variations n'excèdent pas les 4 %. Cette variation est jugée trop faible vis-à-vis des préconisations de la norme NF EN ISO 4516 pour rendre des moyennes exploitables.

##### 4.4.5.1 Application de la méthode statistique de Weibull

La méthode de Weibull a donc été appliquée sur les mesures décrites par la section 4.3.2.2 afin de déterminer un critère décrivant la disparité de ces mesures de dureté pour chaque condition du plan expérimental. Plus le module de Weibull est faible plus la disparité des mesures est élevée et inversement. L'annexe E décrit avec détails la méthode en question. La figure 4.20 présente les graphes des effets des paramètres opératoires sur ce module de Weibull.

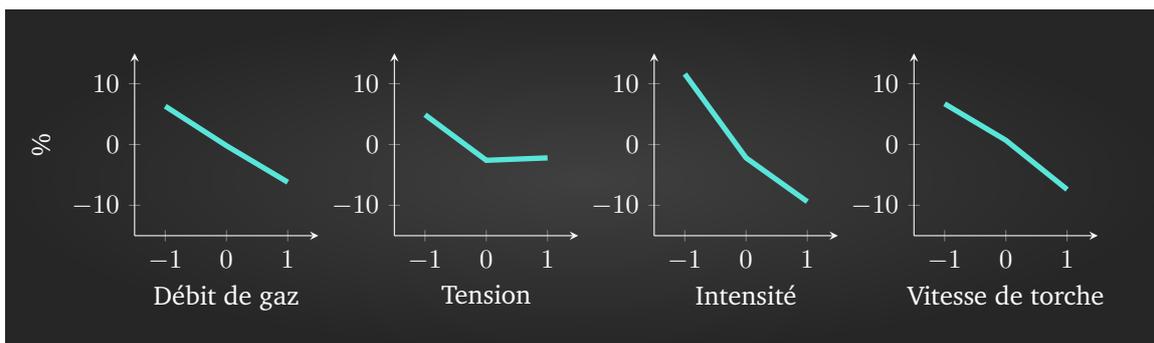


FIGURE 4.20 – Graphes des effets sur le module de Weibull de la dureté des revêtements

Ces graphes des effets indiquent que l'augmentation de l'intensité et, dans une moindre mesure, du débit de gaz et de la vitesse de torche augmentent la disparité des mesures de dureté. Au cours d'expérimentations sur la projection à l'arc-fil d'acier sur substrats métalliques, Jandin *et al.* ont observé une corrélation entre la dureté et le taux d'oxydes dans les revêtements [92]. Partant de ce constat, le niveau de dureté rendu par une indentation est donc fonction de la composition locale du revêtement. Un taux d'oxyde localement plus conséquent entraîne de fait des variations locales de dureté. Bien que les phases d'oxydes des revêtements soient trop fines pour être quantifiées de façon fiable, certaines interprétations sont possibles :

**Effets du débit de gaz :** La taille de particules plus fine obtenue avec une augmentation du débit de gaz (cf. section 2.5) rend ces particules plus sensibles à l'oxydation du fait de leur surface spécifique (ratio de la surface d'une particule sur sa masse) plus importante.

**Effets de l'intensité :** Les sections 2.4.2.4 et 2.5.3 indiquent respectivement qu'une augmentation de l'intensité augmente la dispersion des particules après l'atomisation primaire et la taille des particules après l'atomisation secondaire. De fait, l'augmentation de l'intensité augmente la disparité de propriétés des particules parvenant à la surface du substrat. Or, les conditions d'étalement des particules est un facteur déterminant dans la cohésion du revêtement [34,46]. En conséquence, l'augmentation de l'intensité accroît les disparités de cohésion dans le revêtement.

**Effets de la vitesse de torche :** Pour rappel, les dépôts de revêtement ont été réalisés en utilisant un pas de projection constant quelles que soient les conditions (cf. section 4.3.2.1). Cela implique qu'une augmentation de la vitesse axiale de la torche est couplée avec une augmentation de sa vitesse de rotation. En ce sens, une vitesse de torche plus élevée présente une tendance à créer plus de turbulences dans les tubes pendant les projections, accroissant la présence d'air et donc d'oxygène dans l'atmosphère. Une augmentation de la vitesse de torche engendre ainsi un taux d'oxyde plus conséquent.

#### 4.4.6 Effets sur l'adhérence

Les graphes de la figure 4.21 présentent les effets de paramètres de projection sur l'adhérence des revêtements.

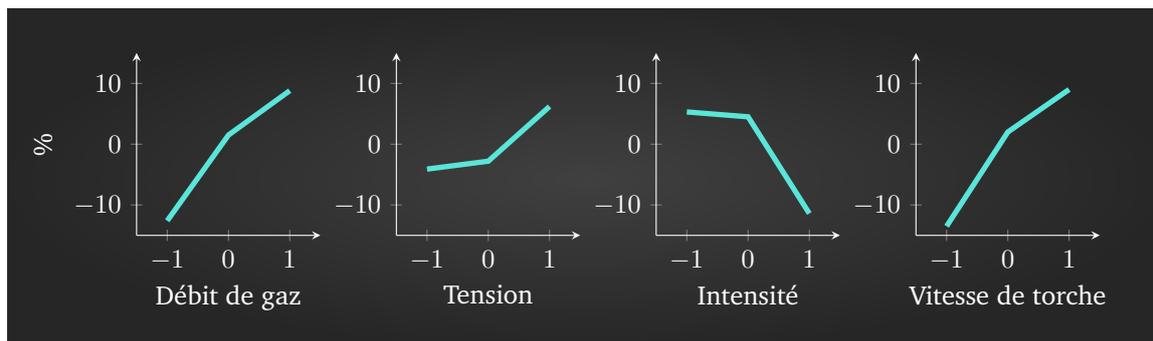


FIGURE 4.21 – Graphes des effets sur l'adhérence

##### 4.4.6.1 Effets du débit de gaz

Le graphe des effets du débit de la figure 4.21 indique une franche augmentation de l'adhérence obtenue avec une augmentation du débit de gaz. Pour rappel, une augmentation du débit de gaz diminue la taille des particules (cf. section 2.5), augmente leur vitesse (cf. figure 4.9) et ainsi améliore leur comportement à l'étalement (cf. section 4.4.4.1). La littérature indique que l'adhérence des revêtements du type de ceux étudiés ici réside principalement dans les mécanismes d'ancrage mécanique des lamelles sur le substrat (cf. section 1.4.1). Or un meilleur comportement à l'étalement engendre de fait une surface de contact plus importante entre les lamelles et le substrat et donc une plus grande amplitude de ces phénomènes d'ancrage.

##### 4.4.6.2 Effets de l'intensité et de la vitesse de torche

Les graphes des effets de l'intensité et de la vitesse de torche de la figure 4.21 dénotent une diminution de l'adhérence à mesure que le taux de dépôt par unité de temps et de surface croît (cf. section 4.4.3). Ce point est également souligné par la figure 4.22 rapportant les niveaux d'adhérence observés en fonction de l'épaisseur moyenne des revêtements correspondants.

La section 1.4.2 fait état de données de la littérature démontrant la corrélation entre des épaisseurs de revêtements différentes obtenues par un nombre de passes variable, le niveau de contraintes dans les revêtements et l'adhérence. Dans le cas présent, tous les revêtements ont été réalisés en une seule passe. En reprenant un raisonnement similaire à celui décrit dans la section 1.4.2, l'épaisseur moyenne des revêtements étudiés dans le cas présent dépend du débit de matière par unité de temps et de surface. Or le débit de matière conditionne les conditions thermiques dans lesquelles les lamelles s'étalent et se refroidissent les unes sur les autres. Ainsi, une épaisseur moyenne plus importante se corrèle avec des conditions thermiques plus importantes, soit des contraintes résiduelles plus importantes et ainsi une interface entre le revêtement et le substrat plus fragile. En conséquence l'adhérence est inversement liée à l'épaisseur moyenne des revêtements dans le cas présent.

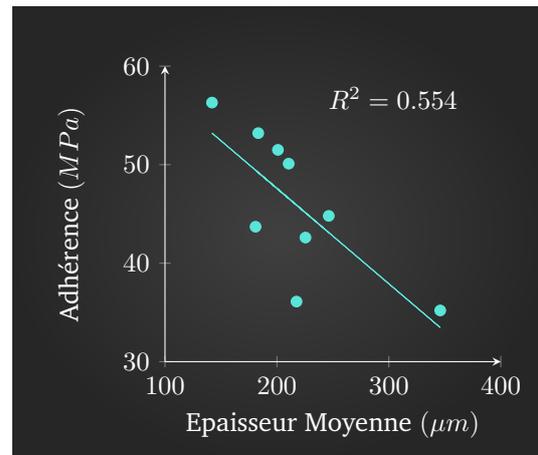


FIGURE 4.22 – Valeurs d'adhérence exposées en fonction de l'épaisseur moyenne des revêtements

#### 4.4.7 Variation des propriétés sur la hauteur des tubes - Influence des conditions environnementales

Les mesures effectuées sur les tubes ayant été réalisées sur trois niveaux différents (en bas, milieu et haut de tube), des différences notables ont été relevées pour certaines propriétés des revêtements.

Ces différences sont indiquées par la figure 4.23 en ce qui concerne les critères d'épaisseur et par la figure 4.24 pour les critères de taux de porosité.

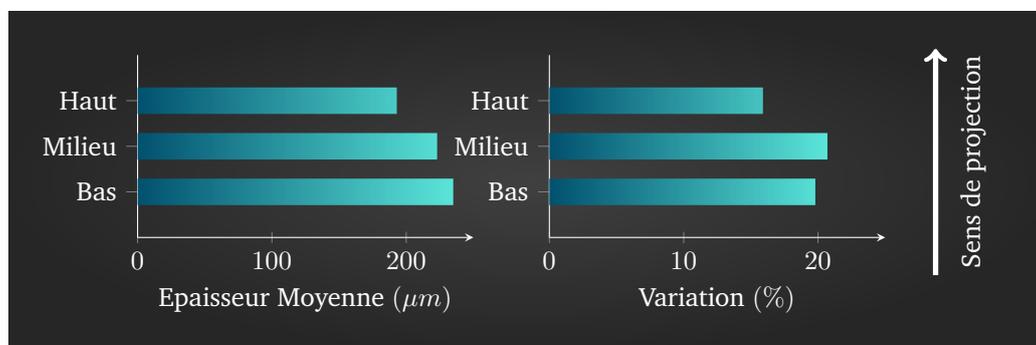


FIGURE 4.23 – Différences d'épaisseur moyenne et de variation d'épaisseur en fonction de la hauteur du dépôt à l'intérieur des tubes

Le graphique représentant les épaisseurs moyennes démontre une nette diminution de l'épaisseur en remontant sur la hauteur des tubes. Les projections étant réalisés de bas vers le haut et un flux d'aspiration des poussières étant mis en place au niveau de la partie basse des tubes, cette répartition de l'épaisseur peut se justifier au travers d'un tapissage : comme observé par Newberry et Grant, les particules générées par les éclaboussures demeurant dans un état liquide peuvent se coller de nouveau sur une paroi [46]. Dans le cas présent, les particules sont aspirées vers le bas du fût. Celles-ci créent ainsi du tapissage sur les parties des revêtements déjà projetées, impactant les mesures d'épaisseur. En établissant que les parties des revêtements projetées sont sujettes à recevoir ces éclaboussures pendant un temps fonction de leur position par rapport au bas de fût, il vient naturellement que l'épaisseur diminue en remontant sur la hauteur.

Les variations d'épaisseur observées en fonction de la hauteur des tubes corrobore cette dernière analyse : Newberry et Grant ont également observé que des phénomènes d'empilement des éclaboussures peuvent avoir lieu lors des projections. Ces empilement prennent la forme de colonnes de matière. En reprenant que les parties en bas et au milieu des fûts sont sujettes au tapissage mais pas la partie haute (la torche ne faisant plus face à la moindre paroi une fois sortie du tube, il n'y a plus de raison à ce que des éclaboussures soient engendrées), cette dernière zone est dénuée de ces colonnes de matière, diminuant les valeurs de variation d'épaisseur.

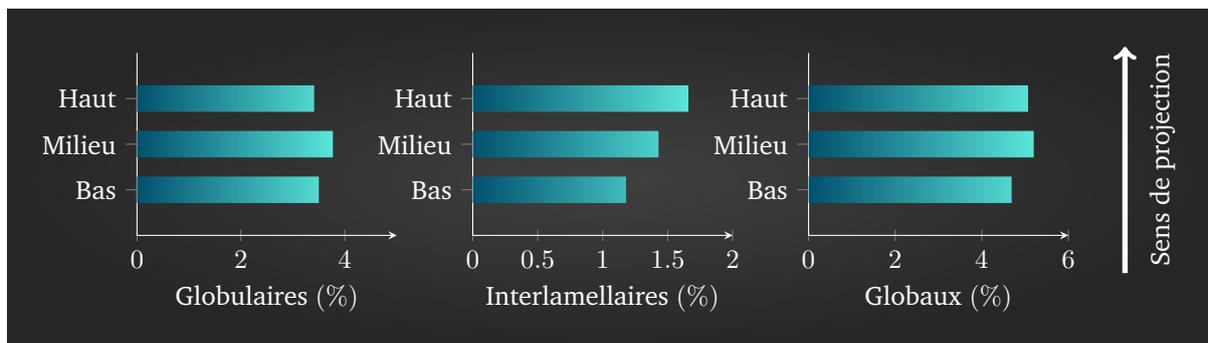


FIGURE 4.24 – Variations des taux de porosité (globulaires, interlamellaires et globaux, de gauche à droite) en fonction de la hauteur à l'intérieur des tubes

La figure 4.24 présente les variations de taux de porosité des revêtements en fonction de la hauteur à l'intérieur des tubes.

Il est à noter en particulier l'augmentation du taux de porosité interlamellaire en remontant sur la hauteur des fûts. Pour rappel, un préchauffage des tubes à été effectué préalablement aux projections. La projection est ainsi réalisée dans la partie basse des tubes sur un substrat présentant une certaine température initiale. Cependant, à mesure de la remontée de la torche pendant la projection, le flux d'aspiration implique un phénomène de convection avec la paroi encore non-revêtue des tubes, refroidissant celle-ci. En conséquence, le dépôt des revêtements se fait sur une surface de plus en plus froide en remontant sur la hauteur. Le préchauffage du substrat ayant son influence sur le comportement à l'étalement des particules (cf. section 3.2.1) dans le sens où une surface de substrat plus chaude permet aux particules de s'étaler dans des conditions favorables, il apparaît un plus grand taux de porosité interlamellaire à mesure que la température du tube décroît au moment du dépôt.

Bien que les données ne soient pas proposées dans ce document, aucune tendance significative n'a pu être déterminée en ce qui concerne les variations de dureté et d'adhérence des revêtements en fonction de la hauteur à l'intérieur des tubes.

## 4.5 Conclusions

Dans ce chapitre, les effets des paramètres opératoires principaux sur les propriétés des revêtements ont été étudiés. Un plan expérimental de type Taguchi a été déployé avec la torche de projection à l'arc-fil rotative du LERMPS sur des tubes unitaires en alliages d'aluminium 2017A dont les facteurs étaient le débit de gaz, la tension électrique, l'intensité et la vitesse d'avance de la torche. Les réponses du plan expérimental ont été l'épaisseur et la variation d'épaisseur, les taux de porosités, la disparité de la dureté et l'adhérence des dépôts. Les effets des paramètres opératoires ont été interprétés en fonction des informations disponibles dans la littérature scientifique.

Bien qu'un certain nombre d'influences et de phénomènes aient pu être identifiées et interprétées au travers de ce plan expérimental, il demeure qu'un nombre conséquent d'effets n'ont pas été étudiés : les effets quadratiques. Ces effets, non-linéaires par nature, ne peuvent en l'état qu'être constatés. Une des causes majeures de ce raisonnement est le nombre de conditions, trop faible pour tracer des influences quadratiques statistiquement exploitables.

Un autre point ne pouvant être étudié dans le cadre des plans expérimentaux de taille restreinte : les interactions. L'annexe B donne une définition de ces interactions. Le chapitre 2 de cet ouvrage décrit certaines propriétés des particules et des revêtements comme étant dépendant de plusieurs facteurs. Par exemple, la taille des particules peut être fonction de l'intensité tout comme du débit de gaz, ou encore l'étalement des lamelles, dépendant de diverses propriétés des particules. Une nouvelle fois, l'analyse de ces interactions nécessite un nombre de conditions nettement supérieur à la réalisation du plan expérimental décrit ici.

Un intérêt pourrait ainsi être trouvé dans la réalisation d'un second plan, plus vaste et précis, permettant de d'établir ces effets quadratiques et interactions, d'une façon statistiquement plus viable. En particulier, il pourrait être judicieux de pousser l'analyse de ce plan expérimental encore plus loin, au point de pouvoir établir des modèles de prédiction des propriétés des revêtements en fonction des paramètres de projection. En ce sens, les plans expérimentaux pour surfaces de réponses trouvent tout leur sens, bien que requérant quelques précautions supplémentaires dans leur conception et interprétations.



---

Ouverture sur une optimisation du procédé par gravure LASER

---

**Sommaire**

---

<b>5.1</b>	<b>Introduction</b> . . . . .	<b>154</b>
<b>5.2</b>	<b>Optimisation de la surface par gravure LASER</b> . . . . .	<b>154</b>
5.2.1	Introduction . . . . .	154
<b>5.3</b>	<b>Bibliographie</b> . . . . .	<b>154</b>
5.3.1	Relation entre préparation de surface et propriétés du revêtement . . . . .	154
5.3.2	Le LASER - Outil de préparation de surface des substrats . . . . .	155
<b>5.4</b>	<b>Essais préliminaires</b> . . . . .	<b>156</b>
<b>5.5</b>	<b>Méthodes des plans expérimentaux</b> . . . . .	<b>157</b>
5.5.1	Gravure de motifs par LASER sur la paroi interne de tubes . . . . .	157
5.5.2	Mesure de l'adhérence d'un dépôt . . . . .	159
<b>5.6</b>	<b>Résultats des plans expérimentaux</b> . . . . .	<b>159</b>
5.6.1	Analyse du plan d'expérience sur la répétition de trous . . . . .	160
5.6.2	Observations sur le plan d'expérience sur les sillons . . . . .	160
5.6.3	Observations des interactions entre le faisceau LASER et les alliages d'aluminium . . . . .	161
<b>5.7</b>	<b>Discussions et Conclusions</b> . . . . .	<b>162</b>

---

## 5.1 Introduction

Ce chapitre résume des travaux menés pendant la thèse n'ayant pas atteint une maturité suffisante pour faire partie des exposés précédents. Des expérimentations ont été réalisées au moyen d'un dispositif LASER pour la préparation de surface de tubes avant projection. L'objectif est de comparer les adhérences obtenues en fonction de différentes préparations de surface réalisées avec les procédés usuels. Différents motifs ont été gravés sur la surface interne de tubes en alliages d'aluminium et l'adhérence a été caractérisée afin de déterminer une topographie optimale.

## 5.2 Optimisation de la surface par gravure LASER

### 5.2.1 Introduction

La section 1.4 souligne l'importance de la maîtrise de l'adhérence des revêtements et notamment au travers de la préparation de surface du substrat. L'adhérence peut varier sur une large plage de niveaux pour une même application en fonction des précautions prises lors de la projection. La section 1.4 donne également quelques notions sur les mécanismes d'adhérence des dépôts, ainsi qu'un aperçu des principales méthodes de préparation de substrat pouvant être utilisées pour assurer une adhérence adéquate.

Bien que le sujet soit amplement discuté dans la littérature scientifique depuis des décennies [55], les interactions entre la topographie des substrats et les mécanismes de formation des revêtements demeurent toujours au stade de théories. Cette section présente une application de la gravure LASER pour la préparation de substrats en vue d'améliorer l'adhérence des dépôts. Différents motifs ont été appliqués sur les substrats, faisant varier en priorité les paramètres topographiques des surfaces à revêtir. Les niveaux d'adhérence observés ont été comparés à ceux obtenus avec d'autres procédés de préparation de surface et de premiers résultats sont proposés concernant les liens entre la topographie des substrats et l'adhérence des revêtements.

## 5.3 Bibliographie

### 5.3.1 Relation entre préparation de surface et propriétés du revêtement

Tel que le précise la section 1.4 la notion d'adhérence recouvre en réalité un mélange de plusieurs phénomènes permettant au revêtement de rester fixé sur son substrat. En fonction des auteurs et des applications, différents points de vue sont apportés dans la littérature pour décrire les conditions adéquates à une adhérence optimale.

L'un des points de vue le plus largement partagé se base sur les interactions entre les particules et la rugosité du substrat : Moreau *et al.* ont initié les travaux démontrant que la rugosité du substrat influence le taux d'étalement et la vitesse de refroidissement des lamelles [201]. Plusieurs équipes de recherche considèrent que l'adhérence d'un revêtement de projection thermique provient majoritairement de l'ancrage mécanique [48, 131]. Ainsi une relation directe entre les paramètres de rugosité du substrat et l'adhérence des dépôts est souvent intuitée [202]. Paredes *et al.* démontrent cette relation en établissant le tableau 5.1 ci-après. Ce tableau détaille les niveaux d'adhérence mesurés sur des revêtements d'aluminium obtenus à la flamme, arc-fils et HVOF en fonction du paramètre de rugosité  $R_y$ , défini comme la hauteur maximale entre un pic et une vallée sur un profil de rugosité d'un substrat en acier doux préchauffé ou non à 120°C [107].

Cependant plusieurs études indiquent que les paramètres de rugosité les plus courants que sont notamment  $R_a$  et  $R_y$  ne sont pas nécessairement les plus pertinents pour le contrôle de l'adhérence [203, 204]. A titre d'exemple, le tableau 5.1 démontre qu'une augmentation du  $R_y$  n'entraîne pas obligatoirement une augmentation de l'adhérence.

Procédé	Numéro Échantillon	Rugosité Ry $\mu m$	Adhérence (MPa)	
			Sans Préchauffage	Avec Préchauffage
Flamme	F1	70-80	9.2±1.2	17.2±0.8
	F2	60-70	10.2±1.7	18.5±0.7
	F3	50-60	11.7±1.3	23.6±0.5
Arc-Fil	A1	70-80	13.7±1.1	18.5±1.5
	A2	60-70	15.8±0.8	20.4±2.0
	A3	50-60	17.9±2.0	25.7±1.8
HVOF	H1	70-80	27.7±0.5	38.3±0.7
	H2	60-70	28.3±1.4	39.8±2.4
	H3	50-60	28.1±0.8	45.2±2.2

TABLE 5.1 – Relation entre rugosité du substrat et adhérence de revêtement obtenus à la flamme, arc-fils et HVOF

Bahbou et Nylén ont démontré au moyen d’une étude entre les paramètres topographiques de substrats en alliage de titane et l’adhérence de dépôts en alliage nickel-aluminium qu’une bonne corrélation était apportée par le paramètre  $R_{\delta q}$  (*Root mean square roughness* défini par l’équation 5.1) [203]. Fukumoto *et al.* démontrent pour leur part que l’étalement des lamelles sur un substrat, dont la surface est altérée par le préchauffage, est en lien avec un critère de distorsion de la surface du substrat, noté  $S_K$  et défini par l’équation 5.2 [204].

$$R_{\delta q} = \sqrt{\int_{-\infty}^{+\infty} (z - \bar{z})^2 \phi(x) dx} \quad (5.1)$$

$R_{\delta q}$	Root mean square roughness
$z$	Hauteur de la surface
$\bar{z}$	Moyenne de la hauteur de la surface
$\phi(x)$	Distribution de la hauteur de la surface

$$S_K = \frac{1}{R_{\delta q}^3} \int_{-\infty}^{+\infty} (z - \bar{z})^3 \phi(x) dx \quad (5.2)$$

$S_K$	Distorsion de la surface
$R_{\delta q}$	Root mean square roughness

Dans le cadre de l’application des revêtements de projection thermiques dans les fûts de carters-cylindres, il est fréquemment évoqué que les revêtements doivent présenter une adhérence minimale de 30 MPa pour que le moteur puisse fonctionner [13]. Pour ce faire, différents procédés ont été élaborés pour la préparation de surface des fûts avant projection (les plus courants sont présentés en section 1.4.3). L’un des procédés les plus prometteurs en termes de fiabilité, de reproductibilité et permettant d’atteindre des niveaux d’adhérence nettement supérieurs aux 30 MPa est l’usinage de sillons au moyen d’outils spécifiques [15].

### 5.3.2 Le LASER - Outil de préparation de surface des substrats

L’utilisation de LASER pour la préparation de surface peut servir deux desseins : pour le nettoyage de la surface du substrat (appelé procédure d’ablation) ou pour la gravure de motifs (parfois appelée procédure de texturation). La différence majeure entre les deux procédures réside dans le type de LASER utilisé en fonction du substrat et des paramètres LASER mis en oeuvre [49].

Dans le cas d’une procédure d’ablation, le principe est de diriger de courtes impulsions LASER avec une énergie suffisante pour vaporiser les absorbats et condensats ainsi que d’éliminer la couche d’oxyde au moyen du choc thermique engendré [49, 205]. Ce traitement entraîne une franche diminution de la température de transition (cf. section 3.2.1) et une augmentation de l’adhérence des dépôts [57, 133].

Une situation idéale se trouvant lorsque la préparation de surface du substrat est réalisée juste avant la projection, des procédés existent aujourd'hui couplant une préparation LASER et une torche de projection à plasma en un même procédé [206].

Dans le cas où l'adhérence du revêtement provient principalement de l'ancrage mécanique, les LASER peuvent servir à créer des reliefs sur la surface du substrat. Le principe est de fournir suffisamment d'énergie en un point du substrat jusqu'à ce que la matière se transforme en un mélange de vapeurs et de goutellettes [59]. Dans ce cas, l'avantage des LASER est de proposer une méthode ne laissant pas de contaminants en surface du substrat comme le sablage et ne créant pratiquement pas de rejets, tels que les copeaux d'usinage ou les méthodes chimiques [108, 133].

## 5.4 Essais préliminaires

Dans un premier temps, une étude a été réalisée dans le but de comparer l'adhérence des revêtements en fonction du procédé de préparation de surface utilisé. Pour ce faire, des fragments de cylindres en alliage d'aluminium AlSi9Cu3 ont été préparés au moyen de trois méthodes :

- un usinage, réalisant des sillons d'une centaine de micromètres de profondeur au moyen d'une plaquette montée sur un outil tournant à l'image du motif présenté en section 1.4.3 ;
- un sablage, consistant à réaliser des déformations plastiques en surface des échantillons au moyen d'un média particulièrement dur projeté sur la surface ;
- un LASER, réalisant des motifs sous la forme de sillons (photographie de gauche dans la figure 5.1) ou de séries de trous (photographie de droite dans la figure 5.1). Différentes configurations des paramètres du LASER ont été testés.

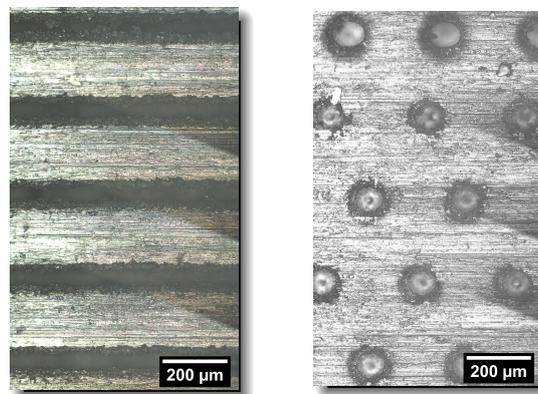


FIGURE 5.1 – Photographies en surface d'échantillons en alliage d'aluminium de motifs réalisés par impacts LASER. A gauche, des motifs en sillons, à droite, des motifs en répétition de trous

Les résultats de ces essais préliminaires sont proposés sur la figure 5.2. Seuls les meilleurs résultats obtenus avec des gravure de trous (référéncés LASER - T) et de sillons (référéncés LASER - S) sont reportés sur cette figure.

Ces résultats démontrent que la préparation de surface par gravure de motifs au LASER peut permettre d'accroître l'adhérence des revêtements par rapport aux procédés usuels que sont l'usinage et le sablage à conditions de projection identiques.

Les résultats de ces essais ont mené à bâtir une étude plus complète sur les relations entre les caractéristiques des motifs produits par la gravure au LASER et l'adhérence des dépôts. Deux plans expérimentaux ont été élaborés en réalisant des motifs en répétitions de trous d'un côté et en réalisant des sillons sur la circonférence des tubes de l'autre côté.

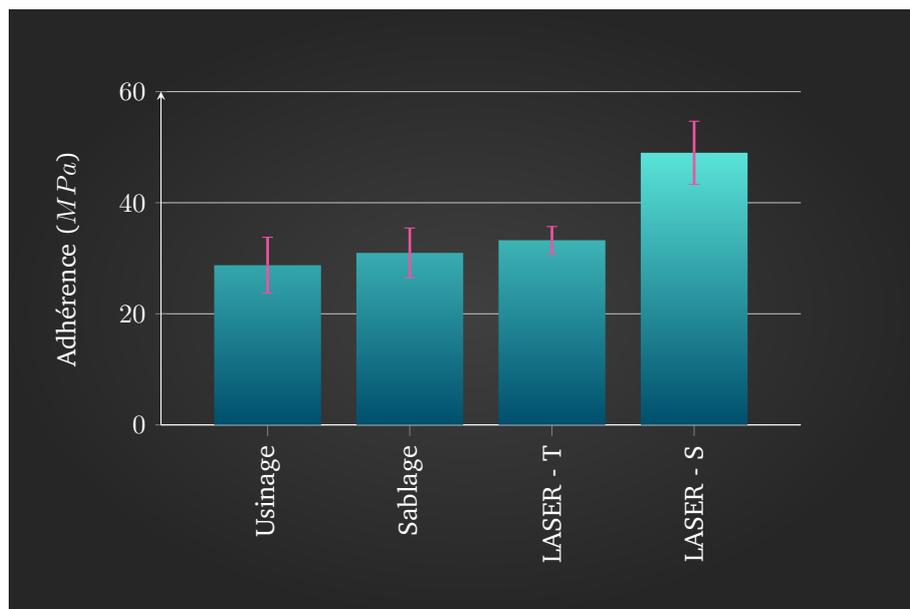


FIGURE 5.2 – Résultats d’adhérence des essais préliminaires sur la préparation de surface par gravure LASER.

## 5.5 Méthodes des plans expérimentaux

### 5.5.1 Gravure de motifs par LASER sur la paroi interne de tubes

**Dispositif de gravure LASER :** Le dispositif LASER utilisé pour la préparation de surface est présenté par la figure 5.3. Celui-ci est composé d’une cellule LASER LASEO (Lannion, France) couplé avec un appareillage ES Technology (Bordeaux, France) permettant de guider le faisceau à l’intérieur des tubes et le diriger sur l’ensemble de la périphérie. Le dispositif ne permettant pas d’actionner simultanément l’axe de rotation et l’obturateur, un montage supplémentaire a été ajouté au niveau du support des tubes pour la réalisation des motifs en sillons. Ce montage permet de contrôler la vitesse de rotation des tubes pendant l’ouverture de l’obturateur et de graver les sillons.

**Paramètres des plans expérimentaux :** Suite aux observations des essais préliminaires, un plan expérimental a été élaboré dans le but de déterminer les influences des paramètres topographiques des motifs réalisés avec le dispositif LASER sur l’adhérence des revêtements. Les tableaux 5.2 et 5.3 présentent les conditions du plan expérimental respectivement pour les motifs en répétition de trous et en sillons. Le ratio de forme R des motifs est défini par l’équation 5.3. Les pas selon les axes Z et R correspondent respectivement aux pas selon la hauteur et la circonférence des tubes. L’ensemble de ces motifs ont été réalisés sur des tubes en alliage 2017A, chacune sous la forme de bandes de 10 mm de hauteur, réparties de façon aléatoire sur l’ensemble de la hauteur des tubes. Les projections ont été réalisées en 8 passes dans le but d’homogénéiser la température sur l’ensemble de la hauteur des tubes. Les revêtements déposés ont une épaisseur moyenne de l’ordre de  $400 \mu m$ .



FIGURE 5.3 – Dispositif LASER pour préparation de surfaces sur la paroi interne de cylindres

$$Ratio = \frac{Largeur}{Profondeur} \quad (5.3)$$

TABLE 5.2 – Paramètres topographiques des motifs en répétitions de trous

Référence	Volume des trous	Pas Z	Pas R	Ratio de forme R
	$\mu m^3$	$\mu m$	$\mu m$	-
# 1	93 000	90	90	0.65
# 2	93 000	150	150	0.65
# 3	208 000	90	150	0.65
# 4	208 000	150	90	0.65
# 5	106 000	90	150	1.44
# 6	106 000	150	90	1.44
# 7	199 000	90	90	1.38
# 8	199 000	150	150	1.38
# 9	93 000	90	150	0.65
# 10	208 000	90	90	0.65
# 11	93 000	150	90	0.65
# 12	208 000	150	150	0.65
# 13	106 000	90	90	1.44
# 14	106 000	150	150	1.44

TABLE 5.3 – Paramètres topographiques des motifs en sillons

Référence	Section des sillons	Pas Z	Ratio de forme R
	$\mu m^2$	$\mu m$	-
# 1	5 000	90	0.65
# 2	5 000	150	1.35
# 3	8 000	150	0.65
# 4	8 000	90	1.35
# 5	5 000	150	0.65
# 6	5 000	90	1.35
# 7	8 000	90	0.65
# 8	5 000	120	1
# 9	6 500	120	0.65
# 10	6 500	90	1
# 11	8 000	150	1.35
# 12	6 500	150	1
# 13	6 500	120	1.35
# 14	8 000	120	1

### 5.5.2 Mesure de l'adhérence d'un dépôt

Les mesures d'adhérence ont été initialement réalisées au moyen d'un appareillage PAT. Chaque portion de tube correspondant à une condition du plan expérimental a été découpée avec une micro-tronçonneuse IsoMet® 4000 (Buehler, Lake Bluff, IL, USA). Des pions du dispositif PAT ont été collés avec un adhésif FM® 1000 (Cytec Engineered Materials, Havre de Grace, MD, USA) sur chaque bague. Le maintien des pions pendant la polymérisation de la colle en étuve est assuré par le montage présenté par la figure 5.4. Une fois la colle polymérisée, un détournage est réalisé afin de limiter la portion de l'interface mise en sollicitation lors des mesures d'adhérence. Seuls les essais où la rupture a eu lieu à l'interface sont considérés pour l'analyse des plans. Il est à noter que les bagues n'ont pas été ouvertes sur la circonférence pour limiter l'altération des contraintes résiduelles.

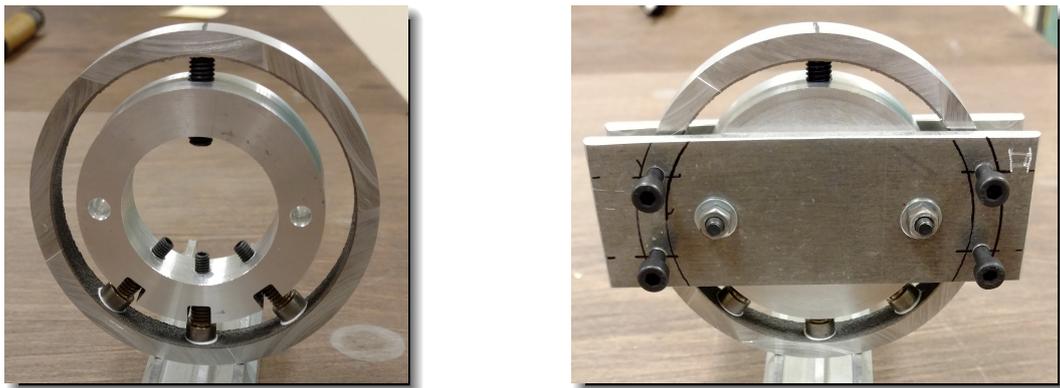


FIGURE 5.4 – Montage élaboré pour le maintien des pions du PAT pendant la polymérisation à chaud de la colle. A gauche le dispositif principal maintenant 3 pions sur une section de tube, à droite le même dispositif avec ses supports.

## 5.6 Résultats des plans expérimentaux

Le tableau 5.4 présente les résultats d'adhérence des deux plans expérimentaux.

TABLE 5.4 – Résultats d'adhérence des plans d'expérience

Référence	Répétitions de trous		Sillons	
	Adhérence	Mode de rupture	Adhérence	Mode de rupture
	<i>MPa</i>		<i>MPa</i>	
# 1	19.7 ± 1.22	Interface	25.3 ± 4.41	Décohésion
# 2	5.3 ± 2.01	Interface	15.1 ± 1.14	Interface
# 3	3.8 ± 0.28	Interface	29.6 ± 0.8	Décohésion
# 4	7.8 ± 1.19	Interface	24.5 ± 3.61	Décohésion
# 5	14.7 ± 1.87	Interface	30.4 ± 2.88	Décohésion
# 6	14.4 ± 2.20	Interface	17.6 ± 0.8	Interface
# 7	24.8 ± 3.49	Interface	29.6 ± 1.39	Décohésion
# 8	12.0 ± 0.8	Interface	29.3 ± 4.62	Mixte
# 9	9.7 ± 2.87	Interface	28.8 ± 2.12	Décohésion
# 10	9.6 ± 1.13	Interface	26.9 ± 1.85	Décohésion
# 11	9.2 ± 3.46	Interface	16.5 ± 0.92	Interface
# 12	3.2 ± 1.6	Interface	25.4 ± 2.10	Interface
# 13	22.8 ± 0.57	Interface	12.0 ± 3.33	Interface
# 14	14.7 ± 3.61	Interface	27.8 ± 2.10	Décohésion

### 5.6.1 Analyse du plan d'expérience sur la répétition de trous

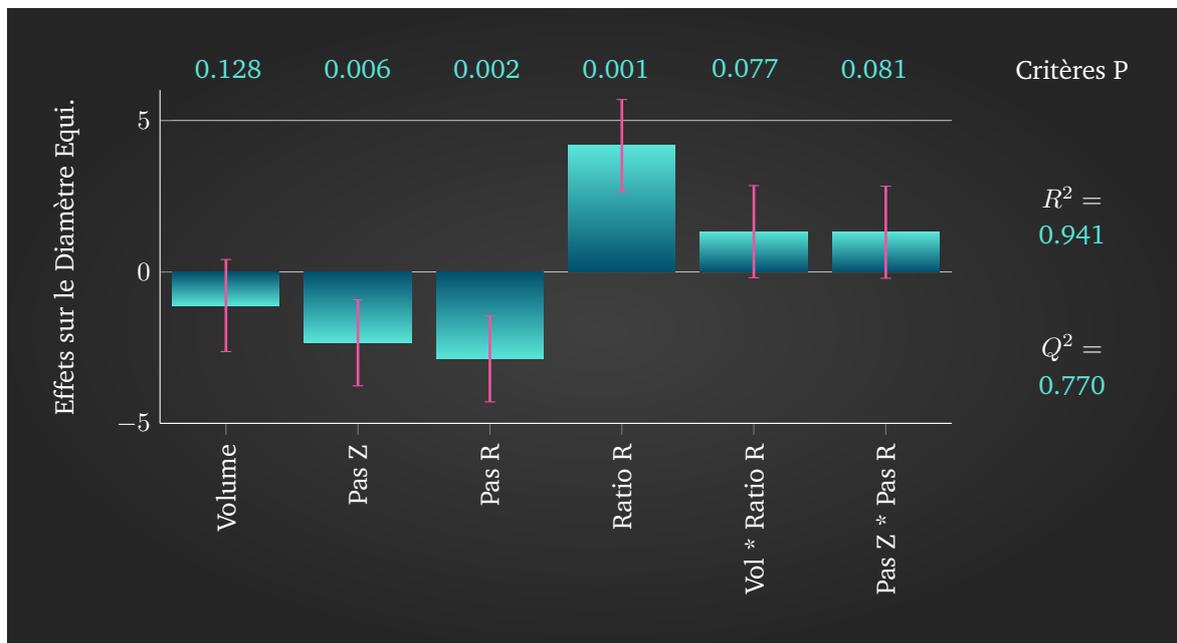


FIGURE 5.5 – Effets des paramètres topographiques de la gravure en répétitions de trous sur l'adhérence des revêtements

Les effets des paramètres topographiques des répétitions de trous gravés au LASER sont présentés par la figure 5.5. Le paramètre prépondérant est le ratio de forme R dans le sens où l'adhérence augmente lorsque ce ratio augmente. En reprenant l'équation 5.3 cet effet indique qu'il est préférable d'obtenir des trous plus larges que profonds afin de maintenir le revêtement sur le substrat.

Les deux pas (selon les directions Z et R) présentent tout deux des effets négatifs, soient augmentant l'adhérence lorsque ces pas diminuent.

### 5.6.2 Observations sur le plan d'expérience sur les sillons

Le plan d'expérience sur la gravure de sillons au LASER ne peut être analysé en l'état : la réalisation des projections en plusieurs passes a rendu une cohésion de revêtement relativement basse (de l'ordre de la trentaine de MPa d'après les résultats du tableau 5.4). Ces niveaux de cohésion sont nettement inférieurs à ceux constatés lors des projections en une seule passe du chapitre 4.

Newberry et Grant ont constaté que la température en surface de dépôts projetés en utilisant du diazote tend à augmenter après l'extinction de la torche. Ce phénomène n'apparaissant pas lors de projections dont le flux de gaz contient du dioxygène, les auteurs en déduisent qu'à l'extinction de la torche, le revêtement n'est plus protégé par le flux de gaz de projection et s'oxyde. L'oxydation du fer étant exothermique, la température en surface augmente [104]. Sur un autre aspect, Fauchais décrit l'adhérence de particules d'alumine sur des substrats en acier faiblement allié préchauffés de sorte à créer des phases d'oxydes de fer différentes. Les adhérences des dépôts se trouvent être élevées lorsque la phase d'oxyde créée est de type  $Fe_{1-x}O$  (supérieures à 55 MPa) mais bien plus faibles sur les phases  $Fe_3O_4$  et  $Fe_2O_3$  (respectivement inférieures à 38 et 16 MPa) [75].

Les informations révélées par Newberry et Grant tendent à indiquer qu'entre les passes de projection le revêtement forme des phases d'oxydes de fer en surface des couches. Les auteurs indiquant également que la surface du revêtement après le passage de torche possède une température de quelques centaines de degrés Celsius, ces conditions engendrent des phases de fer  $Fe_3O_4$  et  $Fe_2O_3$  [207, 208]. Ces mêmes phases engendrent une mauvaise adhérence entre les couches, d'après les informations rapportées par Fauchais.

Ainsi, les revêtements ne possédant pas une cohésion en traction suffisamment importante pour mesurer l'adhérence des dépôts au moyen du dispositif PAT, des essais de mesure d'adhérence par la méthode de l'indentation interfaciale ont été réalisés. Cette méthode de mesure permet de déterminer le niveau de ténacité d'un dépôt sur son substrat en réalisant une série d'indentations de type Vickers au niveau de l'interface revêtement/substrat sur des échantillons en coupe. Ces indentations génèrent des fissures plus ou moins importantes en fonction des conditions, dont les longueurs permettent de déterminer la ténacité [209, 210].

Ces derniers essais se sont également soldés par un échec : le revêtement souffrant d'une faible cohésion entre les couches, une portion des fissures se générant pendant les indentations se propagent à l'intérieur même des revêtements. Une partie de l'énergie développée par l'essai se dissipant dans la cohésion du revêtement, les outils développés pour l'analyse de la ténacité à partir de la longueur de la fissure perdent leur pertinence.

### 5.6.3 Observations des interactions entre le faisceau LASER et les alliages d'aluminium

La réalisation de motifs au moyen d'un LASER se faisant par vaporisation de la matière, des résidus de ces interactions se trouvent sur la surface du substrat. A l'image d'une zone affectée thermiquement lors d'une soudure, ces résidus se situent en surface des motifs gravés.

#### 5.6.3.1 Interactions avec l'alliage AlSi9Cu3

La figure 5.6 présente un cliché vu en coupe transversale au MEB configuré en mode BED d'un échantillon d'alliage AlSi9Cu3 sur lequel des sillons ont été gravés par LASER. La partie basse du substrat est typique d'un alliage AlSi9Cu3 avec la présence de dendrites de composition eutectique Al-Si (en gris clair sur le cliché) et la matrice de phase Al (en gris foncé sur le cliché) [211]. Deux sillons sont visibles en coupe transversale sur le cliché. Ceux-ci présentent des phases sous la forme d'éclaboussures, dont la structure se différencie de celles de l'alliage initial. En particulier, peut être notée une absence de dendrites d'eutectique Al-Si dans ces zones. La morphologie en éclaboussure de cette phase refondue ainsi que cette absence de dendrites s'accordent sur une cinétique de formation et de refroidissement importante.

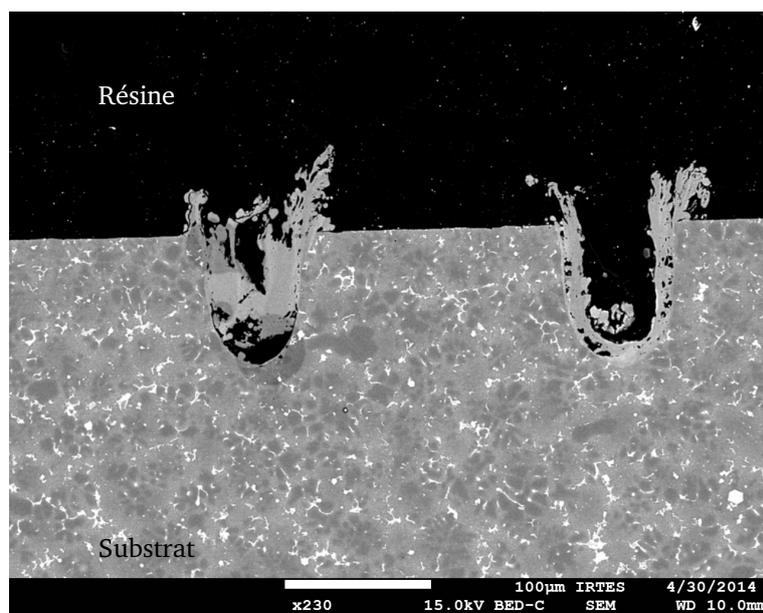


FIGURE 5.6 – Matière refondue présente dans les sillons gravés par LASER sur un échantillon d'alliage AlSi9Cu3 vue en coupe transversale

### 5.6.3.2 Interactions avec l'alliage 2017A

La structure plus homogène de l'alliage 2017A par rapport à l'alliage  $AlSi9Cu3$  rend la visualisation des résidus d'interactions moins évidente. Ces derniers peuvent être mis en évidence au moyen du réactif de Weck (4 g de Permanganate de Potassium  $KMnO_4$  et 1 g de Soude  $NaOH$  dissouts dans 100 mL d'eau distillée). La figure 5.7 présente un échantillon d'alliage d'aluminium 2017A sur lequel des sillons ont été gravés au LASER et immergé dans un réactif de Weck pendant 8 secondes. Ce réactif dépose une couche d'oxyde de manganèse  $MnO_2$  permettant des observations de cartographies de couleurs dépendantes de la ségrégation des éléments ainsi que de l'orientation cristalline locale de l'échantillon [212, 213]. Une zone se différencie par une coloration bleutée au niveau des sommets de sillons. A l'image des interactions avec l'alliage  $AlSi9Cu3$  précédemment présentées, la morphologie de ces interactions démontre une vitesse de refroidissement rapide de la matière fondue évacuée des sillons.

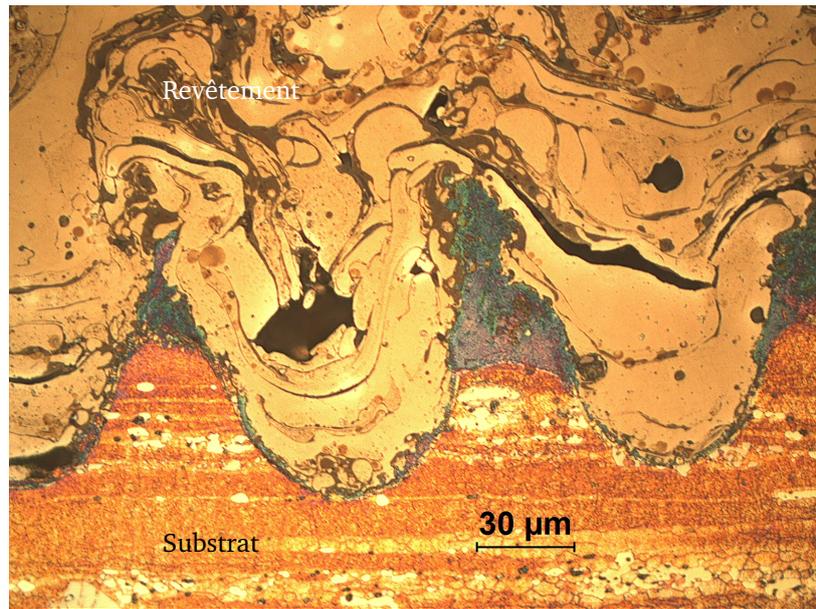


FIGURE 5.7 – Cliché pris au microscope optique d'un échantillon d'alliage d'aluminium 2017A sur lequel des sillons ont été gravés au LASER

## 5.7 Discussions et Conclusions

Dans ce chapitre, des essais de préparation de surface de tubes en alliages d'aluminium  $AlSi9Cu3$  et 2017A par gravure LASER ont été présentés. Les essais préliminaires démontrent que l'adhérence des dépôts peut être significativement améliorée par rapport aux échantillons dont la surface a été préparée par sablage ou par usinage. Ces résultats ont menés à élaborer deux plans expérimentaux afin de déterminer les influences des paramètres topographiques des motifs sur l'adhérence. Lors de la gravure de motifs en répétitions de trous, il apparaît que le facteur prédominant est le rapport de forme des trous. En ce sens Kromer *et al.* interprètent ce résultat comme résultant d'efforts de friction différents entre le substrat et le revêtement en fonction de la géométrie des motifs [59]. Les pas dans les deux directions, que sont la circonférence et la hauteur des tubes, influent également les résultats en accroissant la portée des mécanismes d'ancrage du revêtement. Lors de la gravure de motifs en sillons suivant la circonférence des tubes, les efforts à fournir pour arracher le revêtement sont trop importants par rapport à la cohésion des dépôts. Ces résultats démontrent d'une part que les motifs en sillons apportent des niveaux d'adhérence globalement plus importants que dans le cas des motifs en répétitions de trous. D'autre part la confrontation de ces résultats avec ceux du plan expérimental du chapitre 4 démontre que l'augmentation du nombre de passes lors de la projection tend à fragiliser le revêtement en favorisant la présence d'oxydes entre les couches. En dernier lieu, des observations au MEB et au moyen du réactif de Weck démontrent la présence de matière éjectée et re-solidifiée à proximité des motifs gravés. Son influence sur l'adhérence n'est pas

démontrée.

Ces investigations dévoilent le potentiel du procédé LASER en termes de fiabilité et de qualité pour une application industrielle. Comparativement aux procédés de préparation de surface conventionnels que sont le sablage et l'usinage les avantages sont multiples : il est tout d'abord impossible de laisser des particules étrangères enchâssées dans la surface et il n'y a pratiquement aucun rejet solide ou liquide. L'absence d'interactions mécaniques entre le procédé et la pièce à préparer limite le risque de dérive que peut représenter une plaquette d'usinage cassée ou un média de sablage usagé. En dernier lieu, la distance focale d'un LASER demeure relativement plus fiable en terme de reproductibilité des motifs sur la circonférence d'un tube que l'usinage pouvant se trouver décentré. La quantité de recherches actuellement publiées sur les différents usages du procédé LASER pour la préparation de surface avant projection thermique est conséquente. Cela limite les investissements encore nécessaires pour une adaptation du procédé sur une chaîne de production du type de celle du LDS®.



---

## Conclusions Générales

---

Les travaux présentés dans ce manuscrit constituent une contribution à la maîtrise de l'application du procédé de projection thermique à l'arc-fil dans l'environnement confiné qu'offre l'intérieur des fûts de carters-cylindres. Les investigations ont suivi les différentes étapes depuis l'atomisation des fils jusqu'à la formation d'un dépôt.

Dans un premier temps, l'attention a été portée sur les mécanismes d'atomisation avec la torche de projection à l'arc-fil rotative du LERMPS. Au moyen d'un appareillage d'observation des particules en vol, les influences des paramètres de projection sur les caractéristiques des particules issues de l'atomisation primaire ont été établis. En particulier, la prépondérance des effets de la pression de gaz sur la taille et la répartition spatiale des particules est soulignée. L'intensité conditionnant la quantité de matière apportée par unité de temps possède également une influence sur la morphologie des particules. Ces deux paramètres déterminent ensemble le mode d'atomisation régissant le système. Des collectes de particules ont permis d'analyser les mécanismes d'atomisation secondaire. En faisant varier le débit de gaz de déviation et l'intensité, différentes granulométries se sont distinguées. Il a été noté en particulier des distributions différentes en fonction des conditions de projection. Sur ce point, l'intensité joue un rôle important. En conditionnant la quantité de matière apportée par unité de temps, la taille des particules les plus grosses s'en trouve directement liée. En analysant la composition des distributions bi-modales, il se trouve qu'une augmentation de l'intensité entraîne principalement une augmentation de la taille maximale des particules. Les effets du débit de gaz ont également été déterminés en fonction des granulométries imposées par l'intensité. Le résultat de cette analyse détermine une cartographie des déciles de distributions de taille de particules. Dans une optique plus orientée sur les conditions expérimentales des collectes de particules, des observations ont été proposées concernant les oxydes présents dans les particules.

En seconde partie, l'étalement des particules et les échanges thermiques pendant la formation des revêtements sont observés. La réalisation de collectes de lamelles sur différents substrats aux propriétés thermiques proches de celles de l'alliage d'aluminium  $AlSi9Cu3$  permet de visualiser différents phénomènes. En estimant les échanges thermiques théoriques entre la lamelle et le substrat, des pistes sont explorées concernant l'évacuation de la chaleur par le substrat et les conséquences sur le taux d'étalement des particules. Également, les échanges thermiques entre lamelles pendant la construction du dépôt sont mis en lumière au travers d'analyses métallographiques des revêtements. Des attaques au réactif Nital révèlent les variations de microstructures à différentes échelles. Des analyses EBSD démontrent enfin le gradient de structure cristalline existant dans l'épaisseur des revêtements, d'une structure bainitique à proximité de l'interface avec le substrat jusqu'à une structure martensitique à proximité de la surface du revêtement. Des filiations de nano-indentations corroborent ces informations en révélant des gradients de propriétés mécaniques dans l'épaisseur des revêtements. Des investigations ont été menées pour tenter de constater la présence d'une couche intermétallique à l'interface entre le revêtement et le substrat.

En troisième partie, un plan d'expérience est mené dans le but d'estimer les effets des paramètres de projection principaux sur les propriétés des revêtements. Les informations fournies dans les deux premières parties sont reprises pour exploiter les résultats des effets du débit de déviation, de la tension, de l'intensité et de la vitesse relative de la torche par rapport aux tubes sur l'épaisseur, les taux de porosités, la dureté

et l'adhérence des revêtements. L'estimation de ces effets doit permettre de prédire les propriétés des revêtements en fonction des paramètres de projection ou de réaliser une optimisation des propriétés des revêtements.

En dernière partie, des pistes sont proposées pour optimiser l'adhérence des revêtements au moyen d'un dispositif LASER lors de la préparation de surface des fûts avant projection. Il est à noter que l'adhérence peut être significativement modifiée en fonction des motifs gravés par rapport aux méthodes de préparation de surface usuelles que sont le sablage et l'usinage. Au-delà de la topographie créée par la gravure, des modifications de la structure des alliages d'aluminium ont été révélées à proximité des motifs.

---

Définition des nombres adimensionnés

---

Cet annexe résume les définitions des nombres adimensionnés, utiles à la lecture de ce manuscrit. Ces nombres sont classés par ordre alphabétique.

### Nombre de Biot

Dans le cadre d'un transfert thermique, le nombre de Biot définit un rapport entre les résistances thermiques à l'intérieur et à l'interface d'un corps [40].

$$Bi = \frac{h e}{\lambda} \quad (\text{A.1})$$

$h$	Coefficient de transfert thermique ( $W.m^{-2}.K^{-1}$ )
$e$	Épaisseur du corps ( $m$ )
$\lambda$	Conductivité thermique ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )

### Nombre d'Ohnesorge

Le nombre d'Ohnesorge est appliqué dans un contexte d'analyse du comportement de gouttelettes en vol en caractérisant le rapport des forces de viscosité sur les forces de tension de surface [166].

$$Oh = \frac{\mu L}{(\rho L d_0 \sigma)^{0,5}} \quad (\text{A.2})$$

$L_c$	Longueur caractéristique de l'écoulement ( $m$ )
$v$	Vitesse ( $m.s^{-1}$ )
$\alpha$	Diffusivité thermique ( $m^2.s^{-1}$ )
$c_p$	Capacité calorifique ( $J.K^{-1}$ )
$\rho$	Densité ( $kg.m^{-3}$ )
$\lambda$	Conductivité thermique ( $W.m^{-1}.K^{-1}$ )
$t$	Temps caractéristique ( $s$ )

### Nombre de Péclet

Le nombre de Péclet, considéré dans un contexte de transfert thermique, établit un rapport entre les transferts par convection et par conduction. Il est défini comme le produit des nombres de Reynolds et de Prandtl, ce qui induit plusieurs formulations possibles.

$P_{eth} = Re \cdot Pr$	(A.3)	$L_c$ Longueur caractéristique de l'écoulement (m)
$P_{eth} = \frac{L_c v}{\alpha}$	(A.4)	$v$ Vitesse ( $m \cdot s^{-1}$ )
$P_{eth} = \frac{L_c v c_p \rho}{\lambda}$	(A.5)	$\alpha$ Diffusivité thermique ( $m^2 \cdot s^{-1}$ )
$P_{eth} = \frac{L_c^2 v c_p \rho}{\lambda t}$	(A.6)	$c_p$ Capacité calorifique ( $J \cdot K^{-1}$ )
		$\rho$ Densité ( $kg \cdot m^{-3}$ )
		$\lambda$ Conductivité thermique ( $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ )
		$t$ Temps caractéristique (s)

## Nombre de Prandtl

Le nombre de Prandtl établit un rapport entre l'aptitude d'un fluide à diffuser sa quantité de mouvement au moyen de sa viscosité cinématique et son aptitude à diffuser sa chaleur au moyen de sa diffusivité thermique.

$Pr = \frac{\nu}{\alpha}$	(A.7)	$\nu$ Viscosité cinématique ( $m^2 \cdot s^{-1}$ )
$Pr = \frac{\mu C_p}{\lambda}$	(A.8)	$\alpha$ Diffusivité thermique ( $m^2 \cdot s^{-1}$ )
		$\mu$ Viscosité dynamique du fluide ( $kg \cdot m^{-1} \cdot s^{-1}$ )
		$C_p$ Capacité thermique massique ( $J \cdot kg^{-1} \cdot K^{-1}$ )
		$\lambda$ Conductivité thermique ( $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ )

## Nombre de Reynolds

Le nombre de Reynolds donne un critère permettant de déterminer sur un écoulement est laminaire ou turbulent. Ce nombre est un ratio entre les forces d'inertie et de viscosité dans l'écoulement, provenant directement des équations de Navier-Stokes décrivant les écoulements pour les fluides newtoniens [214].

$Re = \frac{\bar{v}_d L_c}{\nu}$	(A.9)	$\bar{v}_d$ Vitesse moyenne capable du débit ( $m \cdot s^{-1}$ )
		$L_c$ Longueur caractéristique de l'écoulement (m)
		$\nu$ Viscosité cinématique du fluide ( $m^2 \cdot s^{-1}$ )

## Nombre de Sommerfeld

Le nombre de Sommerfeld caractérise le comportement d'une particule liquide à l'impact avec une surface solide. Il permet de déterminer si la particule a une tendance à rebondir, se déposer ou engendrer des éclaboussures sur la surface d'impact [200]

$K = \sqrt{We \sqrt{Re}}$	(A.10)	$We$ Nombre de Weber de la particule
		$Re$ Nombre de Reynolds de la particule

## Nombre de Steffens

Le nombre de Steffens, dans le cadre de la projection thermique, définit un critère de comparaison entre les échanges thermiques dans la lamelle et la chaleur induite par le changement de phase pendant la solidification de cette lamelle. Ce nombre peut notamment servir de détermination de la vitesse de solidification de la lamelle [48].

$$Ste^j = c_p^j \frac{|T_m - T_j|}{L} \quad (\text{A.11})$$

$j$	Indice définissant si est considérée la phase liquide ou solide de la lamelle
$c_p$	Capacité calorifique ( $J.K^{-1}$ )
$L$	Chaleur latente ( $J/kg$ )
$T_m$	Température de fusion ( $K$ )
$T_j$	Température du substrat si $j = solide$ Température de la particule à l'impact si $j = liquide$

## Nombre de Weber

Le nombre de Weber décrit le rapport des forces d'inertie et la tension superficielles dans un système à plusieurs phases où un écoulement possède une interface avec un autre fluide.

$$We = \frac{\rho v^2 L_c}{\sigma} \quad (\text{A.12})$$

$\rho$	Masse volumique du fluide ( $kg.m^{-3}$ )
$v$	Vitesse de l'écoulement ( $m.s^{-1}$ )
$L_c$	Longueur caractéristique de l'écoulement ( $m$ )
$\sigma$	Tension superficielle du fluide ( $N.m^{-1}$ )



---

## Introduction aux plans expérimentaux

---

Dans cet annexe sont détaillés les fondamentaux des plans expérimentaux usuels. Seront notamment explicités les formules mathématiques et statistiques sur lesquelles se construisent ces plans, leurs résultats et les méthodes pour jauger la pertinence des résultats.

### B.1 Définition du domaine d'exploitation

Une notion fondamentale des plans expérimentaux réside dans la définition du domaine d'exploitation. Lors de la mise en place d'un plan, un expérimentateur se doit de définir les niveaux que prendront les facteurs, ou les bornes entre lesquelles les facteurs pourront varier. Ces niveaux ou ces bornes définissent les limites d'un domaine d'exploitation. Celui-ci comprend donc l'ensemble des combinaisons pour lesquelles les résultats du plan expérimental (effets des facteurs ou équations) seront valides.

En prenant l'exemple d'un plan expérimental à deux facteurs, une tension électrique et une intensité, le premier variant entre 32 et 38V, le second entre 150 et 200A, le domaine d'exploitation correspond à la surface du rectangle défini par ces bornes sur la figure B.1. Il est ici important de signaler que, dans de telles conditions, les résultats du plan ne seront valides que pour des valeurs de tension comprises en 32 et 38V mais pas au-delà. Il en va de même pour l'ensemble des facteurs.

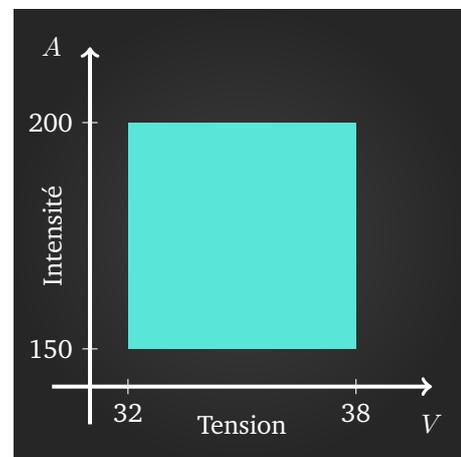


FIGURE B.1 – Exemple de domaine d'exploitation d'un plan expérimental à deux facteurs, en bleu.

### B.2 Définition d'une interaction et ordre des effets

Dans sa définition, une interaction entre deux facteurs est la modification de l'effet d'un facteur sur une réponse suite au changement de niveau de l'autre facteur.

Les graphiques de la figure B.2 illustrent l'absence ou la présence d'une interaction entre deux facteurs. L'ordre des effets sont la puissance à laquelle s'élève l'effet d'un facteur sur une réponse. Concrètement, les plans expérimentaux s'appliquent le plus souvent aux cas d'ingénierie ou d'expérimentations scien-

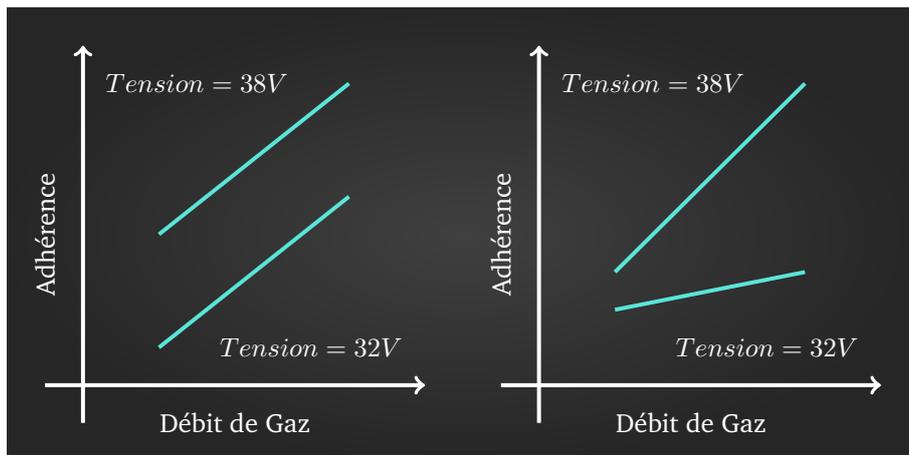


FIGURE B.2 – Illustration d’une interaction entre deux facteurs (ici, la tension et le débit de gaz pour l’exemple). A gauche, des graphes des effets du débit de gaz sur une adhérence sans interactions, à droite, le même cas avec interaction entre les facteurs

tifiques, l’ordre des effets dépasse rarement 2 [192]. Peuvent donc être considérés seulement les effets linéaires (ordre 1) et quadratiques (ordre 2).

Le graphique de la figure B.3 illustre ces deux types d’effets :

Un effet linéaire représente une influence constante d’un facteur sur une réponse sur l’ensemble du domaine d’exploitation. Par exemple, toujours en considérant l’effet d’un débit de gaz sur l’adhérence, cela signifie que si l’adhérence double en augmentant le débit de gaz de 40 à 60  $L/min$ , il en sera de même si on augmente le débit de gaz de 60 à 80  $L/min$ .

Un effet quadratique représente un effet variable d’un facteur sur une réponse. C’est à dire qu’il peut exister un extremum local de la réponse à l’intérieur du domaine d’exploitation.

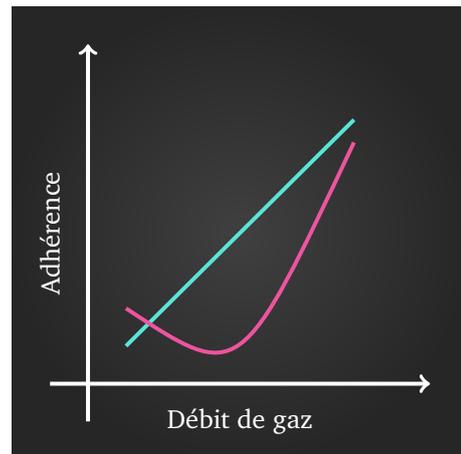


FIGURE B.3 – Illustration des effets linéaires (en bleu) et quadratiques (en fuchsia) d’un facteur (ici un débit de gaz) sur une réponse (une adhérence)

### B.3 Notion d’orthogonalité des plans expérimentaux

D’après la définition, un plan expérimental est orthogonal vis-à-vis d’un modèle si toutes les actions disjointes du modèle sont orthogonales dans le plan [190].

Une action est un terme décrivant un facteur ou une interaction entre facteurs. Ainsi, toujours d’après la définition de l’orthogonalité, deux actions disjointes sont orthogonales dans le plan d’expérience si, pour chaque niveau de l’une des actions, tous les niveaux de la seconde action apparaissent le même nombre de fois.

Un exemple peut se trouver dans un plan expérimental complet à deux facteurs sur deux niveaux. Le tableau B.1 reprend les conditions d’un tel plan.

TABLE B.1 – Conditions d'un plan expérimental complet à deux facteurs sur deux niveaux

Expérimentations	Facteur 1	Facteur 2
# 01	-1	-1
# 02	-1	+1
# 03	+1	-1
# 04	+1	+1

Il apparaît que pour chaque niveau de l'un des facteurs, l'autre facteur prend une et une seule fois chacun de ses niveaux. Plus concrètement, lorsque le facteur 1 est au niveau bas (-1), le facteur 2 est une seule fois au niveau bas (-1) et une seule fois au niveau haut (1). Le même cas de figure apparaît quand le facteur 1 est à son niveau haut. L'opposée est également vrai.

Cette orthogonalité peut se démontrer rapidement au moyen des tableaux d'incidence. Ces derniers sont des tableaux à double entrée (une par action disjointe) où sont dénombrées les expérimentations du plan comprenant les conditions décrites par chacune des cases du tableau. Le tableau d'incidence de l'exemple précédent est proposé par le tableau B.2. La case en haut à gauche du tableau indique par exemple que le plan expérimental contient une condition dans laquelle le facteur 1 et 2 sont à leurs niveaux bas respectifs. Ce tableau d'incidence démontre que le plan complet de l'exemple respecte le critère d'orthogonalité puisque tous ses termes sont égaux et non nuls.

TABLE B.2 – Tableau d'incidence démontrant l'orthogonalité d'un plan expérimental complet de deux facteurs à deux niveaux

		Facteur 2	
		-1	+1
Facteur 1	-1	1	1
	+1	1	1

L'orthogonalité est importante voir nécessaire dans la construction de certains types de plan d'expérience (dont les fractionnaires type Taguchi) dans le sens où elle est indispensable pour la détermination des effets d'un facteur indépendamment des autres facteurs [190].

## B.4 Méthode de construction des plans expérimentaux fractionnaires

Les plans expérimentaux fractionnaires (dont font partie les plans de Taguchi) permettent de déterminer les effets d'un nombre conséquent de facteurs avec un nombre de conditions réduite en réalisant une coupure du plan complet en ne conservant qu'un seul niveau d'une interaction.

TABLE B.3 – Conditions d'un plan expérimental complet à trois facteurs sur deux niveaux

Expérimentations	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_1X_2$	$X_1X_3$	$X_2X_3$	$X_1X_2X_3$
# 01	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1
# 02	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1
# 03	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1
# 04	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1
# 05	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1
# 06	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1
# 07	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1
# 08	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1

Le niveau de l'interaction est défini en fonction des niveaux des facteurs : si les deux facteurs ont le même niveau (-1 ou +1), l'interaction est au niveau +1 et inversement si les deux facteurs ont des niveaux différents.

Le tableau B.3 donne un exemple de plan expérimental complet de trois facteurs sur deux niveaux chacun avec les interactions dont l'interaction d'ordre 3 entre les facteurs ( $X_1X_2X_3$ ). En considérant que les interactions d'ordre 3 sont négligeables, ne peuvent être conservées que les conditions du plan dans lesquelles cette interaction est au niveau +1 [190]. Cette coupure réduit le plan aux conditions du tableau B.4.

TABLE B.4 – Conditions d'un plan expérimental fractionnaire à trois facteurs sur deux niveaux

Expérimentations	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_1X_2$	$X_1X_3$	$X_2X_3$	$X_1X_2X_3$
# 02	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1
# 03	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1
# 05	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1
# 08	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1

L'avantage du nouveau plan est d'être orthogonal en ce qui concerne les effets linéaire des trois facteurs. Les effets linéaires de chacun des facteurs sur une réponse peuvent donc être calculées. Le désavantage est que les variations de niveaux de facteurs coïncident avec les variations de niveaux des interactions. En conséquence, il n'est pas possible de distinguer les effets de facteurs des effets des interactions suivant les mêmes variations. Ces coïncidences sont appelées des alias.

## B.5 Mise en œuvre d'un plan expérimental pour surfaces de réponses

### B.5.1 Définition d'un plan expérimental pour surface de réponse

Tout d'abord, une surface de réponse est une modélisation de la fonction liant une réponse (par exemple, un taux de porosité) et un certain nombre de facteurs (tels qu'un débit de gaz ou la tension appliquée entre les électrodes d'une torche de projection).

La figure B.4 présente un exemple de surface de réponse : La hauteur de la surface ainsi que les couleurs de la projection représentent le niveau pris par la réponse en fonction des niveaux des facteurs. Ce type de surface permet notamment de visualiser l'effet des facteurs sur la réponse, mais également de prédire la réponse en fonction des valeurs prises par les facteurs au moyen de l'équation régissant cette surface.

Un plan expérimental pour surface de réponse est ainsi un plan permettant de résoudre l'équation reliant la ou les réponses avec les facteurs. En fonction du type de plan expérimental, la détermination des points expérimentaux est réalisée selon différentes logiques.

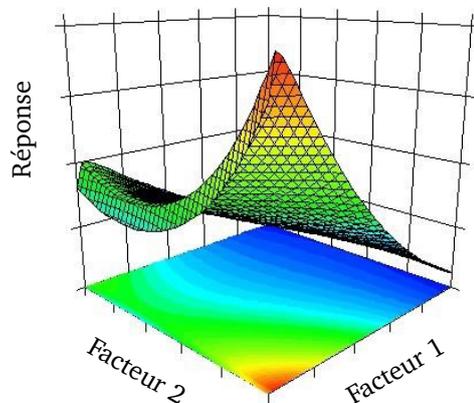


FIGURE B.4 – Exemple de surface de réponse reliant une réponse à deux facteurs

### B.5.2 Détermination du modèle mathématique et du domaine d'exploitation

La méthodologie des plans pour surface de réponse repose tout d'abord sur un modèle mathématique, c'est-à-dire la forme présumée de l'équation reliant une réponse aux facteurs du plan expérimental. Celle-ci se compose d'un ensemble de termes décrivant les différents facteurs supposés influencer la réponse ainsi que la mesure de ces influences. Concrètement, un modèle mathématique s'exprime sous une forme semblable à l'équation B.1.

$$y_k = a_0 + a_1 X_1 + \dots + a_i X_i + a_{11} X_1^2 + \dots + a_{ii} X_i^2 + a_{12} X_1 X_2 + \dots + a_{ij} X_i X_j \quad (\text{B.1})$$

Cette équation comprend les termes suivants :

- $y_k$  correspond à la réponse pour laquelle s'applique le modèle mathématique. Dans le cadre de la projection thermique, cela peut être un taux de porosité, une adhérence ou encore un critère de rugosité
- $a_0$  est une constante
- les termes  $X_i$  représentent les niveaux des facteurs, tel que la valeur d'un débit de gaz ou d'une tension
- les termes  $a_i$  indiquent les effets linéaires des facteurs correspondant
- les termes  $a_{ii}$  indiquent les effets quadratiques des facteurs correspondant
- les termes  $a_{ij}$  indiquent les interactions entre le facteur  $i$  et le facteur  $j$

Le modèle mathématique se construit à partir des connaissances et de l'expérience préalablement acquises sur les phénomènes qui sont être étudiées par les expérimentations.

L'autre pierre angulaire du plan expérimental repose sur la définition du domaine d'exploitation : pour chaque facteur inclus dans le modèle mathématique, il convient de définir des bornes. Celles-ci se déterminent, par exemple, en fonction des capacités d'une machine, d'une application spécifique ou de mécanismes physicochimique (s'il était étudiée l'influence de la concentration en acide nitrique dans un réactif Nital lors d'observations de phases cristallines, il pourrait être désagréable pour l'expérimentateur et ses collègues de dépasser 5 % d'acide dans la solution). Dans une écriture codée, ces bornes minimales et maximales s'écrivent respectivement  $-1$  et  $+1$ .

### B.5.3 Variances du plan d'expérience

Avant d'entrer dans les explications des différents types de plans expérimentaux pour surface de réponse, il est nécessaire de définir la notion de variances du plan. Plus précisément, cette section s'attache à la définition des variances des coefficients des plans expérimentaux.

Les calculs matricielles sous-jacents aux plans expérimentaux pour surfaces de réponses permettent de déterminer la variance des coefficients  $a$  du modèle mathématique dès l'étape de mise en place. Cette variance permet de quantifier la capacité du modèle à prédire les valeurs des réponses, en fonction des variances statistiques de ces mêmes réponses.

Les variances des coefficients en un point du domaine sont définies par l'équation B.2 :

$$V(\text{coefficients}) = \sigma_r^2 \chi_p^t (X^t X)^{-1} \chi_p \quad (\text{B.2})$$

$\sigma_r$	Variance de la réponse
$\chi_p$	Coordonnées du point considéré
$X$	Matrice de calcul du plan expérimental

Quand la notion de coordonnées du point peut concrètement se traduire par un jeu de paramètres de projection, la matrice de calcul du plan expérimental reste à définir.

La matrice de calcul se construit directement avec l'ensemble des conditions du plan d'expérience : chaque ligne de la matrice est composée des niveaux de chaque facteur, chaque colonne de la matrice représentant un facteur (linéaire ou quadratique) ou une interaction.

En prenant l'exemple d'un plan complet à deux facteurs sur deux niveaux où l'interaction est étudiée, les conditions expérimentales sont décrites par le tableau B.5. Le modèle présumé est quant à lui décrit par l'équation B.3.

TABLE B.5 – Conditions d'un plan d'expérience complet à deux facteurs sur deux niveaux avec l'interaction

Expérimentations	$X_1$	$X_2$	$X_1X_2$
# 01	-1	-1	+1
# 02	-1	+1	-1
# 03	+1	-1	-1
# 04	+1	+1	+1

$$Y = a_0 + a_1X_1 + a_2X_2 + a_{12}X_1X_2 \quad (\text{B.3})$$

Quatre expérimentations sont donc à réaliser dans le cadre de ce plan. Chaque expérimentation renverra une équation, l'ensemble des expérimentations renvoyant un système d'équations permettant de déterminer les coefficients des effets. Ce système est repris ci-dessous :

$$\begin{cases} Y_1 = a_0 - a_1 - a_2 + a_{12} \\ Y_2 = a_0 - a_1 + a_2 - a_{12} \\ Y_3 = a_0 + a_1 - a_2 - a_{12} \\ Y_4 = a_0 + a_1 + a_2 + a_{12} \end{cases}$$

En reprenant les règles de construction de la matrice de calcul  $X$  ainsi que les niveaux codés (+1 ou -1) indiqués devant chaque coefficient dans le système d'équations précédent, la matrice de calcul de l'exemple prend la forme :

$$X = \begin{pmatrix} 1 & -1 & -1 & +1 \\ 1 & -1 & +1 & -1 \\ 1 & +1 & -1 & -1 \\ 1 & +1 & +1 & +1 \end{pmatrix}$$

A partir de cette matrice, peut être calculée la matrice  $(X^tX)^{-1}$  :

$$(X^tX)^{-1} = \begin{pmatrix} 0.25 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0.25 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0.25 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0.25 \end{pmatrix}$$

Les termes de la diagonale de la matrice  $(X^tX)^{-1}$  indiquent ainsi les relations entre les variances des coefficients du modèle mathématique et les variances des réponses. En décomposant l'équation B.2, les relations suivantes sont établies :

$$\begin{cases} V(a_0) = 0.25 \sigma_r^2 \\ V(a_1) = 0.25 \sigma_r^2 \\ V(a_2) = 0.25 \sigma_r^2 \\ V(a_{12}) = 0.25 \sigma_r^2 \end{cases}$$

Dans cet exemple, il est démontré que l'efficacité d'un plan expérimental peut être estimée dès la phase de construction du plan, uniquement avec les conditions du plan. Cette propriété devient fondamentale lors de la construction de certains plans. En effet, selon les conditions dans lesquelles le plan expérimental

peut être réalisé et la précision des résultats du plan souhaitée, cette méthode de détermination des variances des coefficients permet d'adopter plusieurs philosophies afin de choisir les points expérimentaux les plus pertinents.

## B.6 Plans expérimentaux pour surfaces de réponse

### B.6.1 Plans Box-Behnken

Les plans décrits par Box et Behnken considèrent des projections du domaine d'exploitation sur des plans à deux facteurs, formant des cubes à l'image de la figure B.1. Sur chacun de ces cubes, les points expérimentaux sont positionnés au centre des arêtes pour les deux facteurs considérés, au niveau  $-1$  ou  $+1$  pour le facteur orthogonal à la projection et au centre du domaine pour les autres. Un exemple est proposé par la figure B.5. L'ensemble du plan expérimental est composé de l'addition de ces 4 points formés par chaque projection sur des plans à deux facteurs. Des conditions expérimentales au centre du domaine sont usuellement ajoutés en vue de diminuer la variance des coefficients au centre du domaine et de pouvoir constater si une dérive a eu lieu au cours du déroulement du plan. Un exemple de plan expérimental Box-Behnken à trois facteurs est proposé par le tableau B.6.

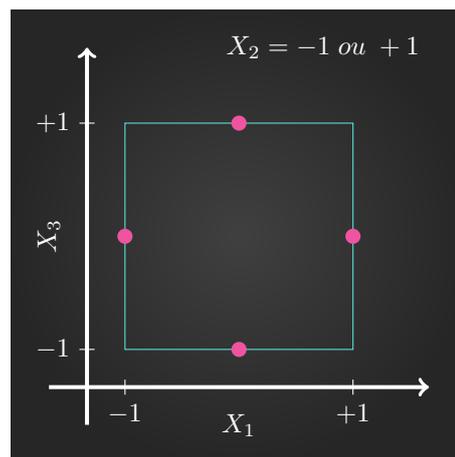


FIGURE B.5 – Exemple de répartition des points sur un cube en 2 dimensions selon la méthodologie de Box et Behnken

TABLE B.6 – Conditions d'un plan d'expérience complet à deux facteurs sur deux niveaux avec l'interaction

Expérimentations	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3
# 00	0	0	0
# 01	-1	-1	0
# 02	-1	+1	0
# 03	+1	-1	0
# 04	+1	+1	0
# 05	-1	0	-1
# 06	-1	0	+1
# 07	+1	0	-1
# 08	+1	0	+1
# 09	0	-1	-1
# 10	0	-1	+1
# 11	0	+1	-1
# 12	0	+1	+1
# 13	0	0	0

## B.6.2 Plans D-Optimaux

Les plans D-Optimaux se basent sur la méthode de détermination des variances des coefficients du modèle proposée précédemment. Cette variance se base sur le déterminant de la matrice  $X^t X$  dans le sens où plus ce déterminant est grand, plus les variances seront faibles. Les plans D-Optimaux font ainsi appel à des algorithmes permettant de choisir un ensemble de conditions maximisant ce déterminant. Ces algorithmes peuvent réaliser leur sélection parmi l'intégralité des conditions expérimentales réalisables, en intégrant des contraintes sur les niveaux des facteurs ou encore sur des sous-domaines d'exploitation [192].

L'avantage majeur de ce type de plan expérimental est de pouvoir exclure certaines conditions expérimentales irréalisables, non-pertinentes ou dangereuses tout en maintenant des variances faibles et un nombre d'expériences restreint. Les plans D-Optimaux permettent également la séquentialité.

---

## Microscopie Électronique à Balayage

---

Cette section se base sur l'article de Ruste, paru dans les Techniques de l'Ingénieur, pour présenter le principe de base de la microscopie électronique à balayage et les interactions entre le faisceau d'électrons et la matière [215]

### C.1 Principe de la microscopie électronique à balayage

Le principe même de la microscopie optique qui est de capter la lumière visible renvoyée par la surface d'un échantillon au moyen d'un dispositif optique implique des limites physiques. Ces limites font qu'il est impossible d'observer une surface avec un grossissement supérieur à 1500.

Pour dépasser cette limite, la microscopie électronique à balayage ne réside plus uniquement sur le renvoi de photons mais sur l'envoi d'un faisceau parallèle d'électrons sur la surface d'un échantillon et la détection des électrons renvoyés par cette surface. Les électrons composant le faisceau envoyé par le MEB sont appelés électrons primaires. En balayant la surface de l'échantillon avec ce faisceau d'électrons primaires, l'analyse des électrons renvoyés permet de recomposer le micro-relief de la surface. Sur ce principe, un MEB conventionnel permet d'obtenir des grossissements de l'ordre de 10 000 à 40 000, voir plus sous certaines conditions. La profondeur de champ est également nettement plus importante aux forts grossissements comparativement aux microscopes optiques.

### C.2 Interactions électrons-matière

La microscopie électronique à balayage peut également se baser sur la détection d'interactions autres que le renvoi des électrons dits secondaires pour analyser différents aspects de la surface de l'échantillon.

Lors de l'interaction d'un électron avec l'échantillon, deux types d'interactions peuvent se créer. D'une part les interactions entre l'électron et les noyaux des atomes de l'échantillon imposent des changements de direction à l'électron, sans modifier significativement son énergie. L'électron subit ainsi des interactions dites élastiques. D'autre part les interactions entre l'électron et les nuages électroniques des atomes de l'échantillon entraînent un transfert d'énergie de l'électron primaire vers les nuages électroniques, ce premier est donc renvoyé avec une perte d'énergie. Ce type d'interaction est dit inélastique.

La figure C.1 présente les interactions entre un faisceau d'électrons primaires possédant une énergie  $E_0$  et les différentes émissions renvoyées par la surface de l'échantillon. Dans le cadre de cette annexe, la figure C.1 inclut seulement les émissions utilisées par les détecteurs suivants :

- *BED - Backscattered Electron Detection* (Détection des électrons rétro-diffusés) : les électrons renvoyés après avoir subi des interactions élastiques sont appelés électrons rétro-diffusés. L'analyse de la

distribution des énergies des électrons par rapport à l'énergie des électrons primaires  $E_0$  permet de retrouver le numéro atomique des éléments composant l'échantillon. Plus la distribution est restreinte à proximité de  $E_0$ , plus le numéro atomique est élevé.

- Détection des électrons secondaires : les électrons secondaires sont ceux ayant subi des interactions inélastiques avec la matière de l'échantillon. Par convention, un électron secondaire se caractérise par une énergie maximale de 50 eV. Leur faible énergie traduit un retour suite à interactions avec une zone très localisée sur le point d'impact du faisceau d'électrons primaires sur l'échantillon, d'où l'interprétation du micro-relief de l'échantillon tirée de leur détection.
- EDS - *Energy Dispersive X-Ray Spectrometry* (Spectrométrie dispersive en énergie des rayons X) : les interactions inélastiques entre un électron primaire et un électron d'une couche interne d'un atome peut provoquer l'émission d'un électron secondaire arraché à la couche interne. Pour combler la lacune engendrée, un électron d'une couche externe de l'atome se transfère vers la couche interne, entraînant une émission de photon X (pour les atomes possédant un numéro atomique minimal) caractéristique de la nature de l'atome. La détection de ces rayons et leur analyse permet de caractériser la composition locale de l'échantillon.

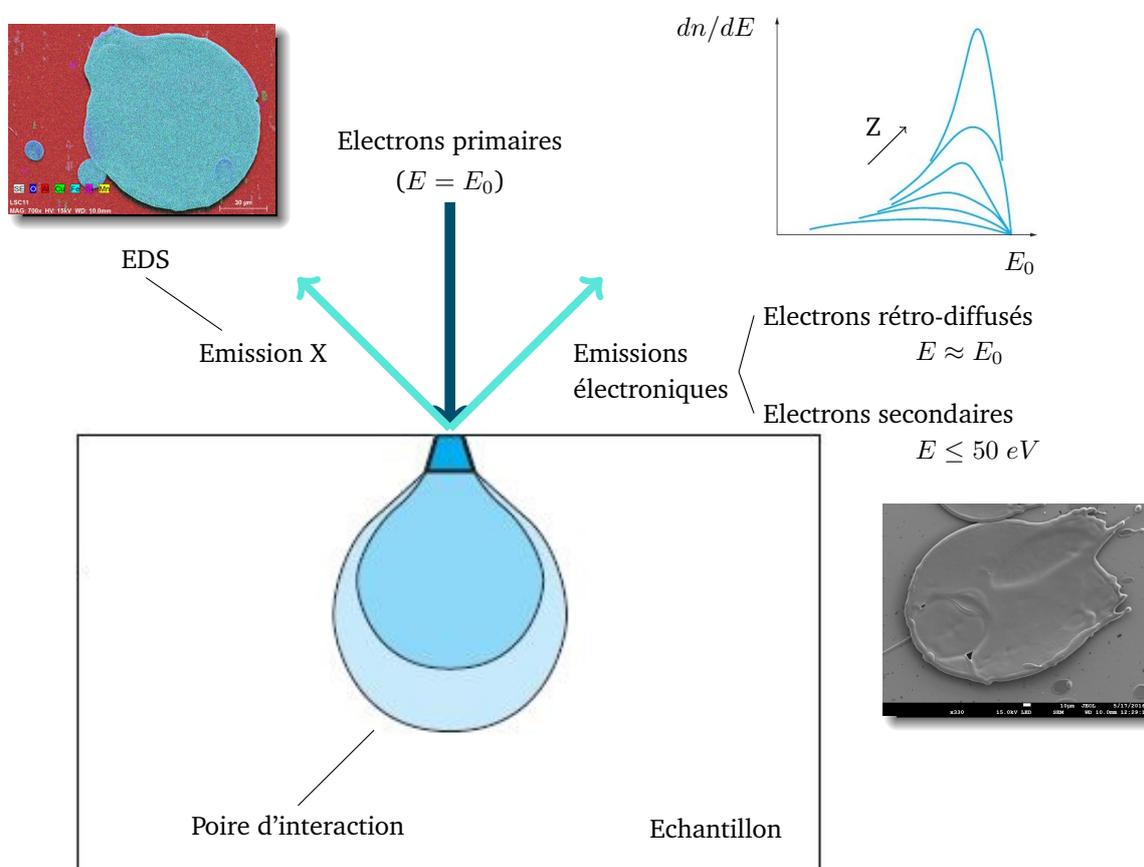


FIGURE C.1 – Interactions entre les électrons primaires et la matière composant la surface d'un échantillon, d'après Ruste [215]

Il est à noter que les interactions entre les électrons et l'échantillon se font sur un certain volume de l'échantillon dont la forme est usuellement décrit comme un poire. Ce volume dépend d'un certain nombre de paramètres opératoires du MEB utilisé. Cette précision est notamment importante dans le cadre d'analyses de composition par EDS dans le sens où la composition détectée en un point dépend ainsi des dimensions de cette poire et de la composition de l'échantillon aux alentours du point analysé.

---

## Analyse de granulométries

---

Cet annexe a pour objectif de présenter les modes de description typiques des granulométries. Ceux-ci peuvent s'appliquer pour caractériser des poudres utilisées pour la projection thermique ou encore des particules collectées en cours de projection.

Une granulométrie se décrit par des fractions de population selon des plages de dimensions. Concrètement, cela revient à déterminer les diamètres minimum et maximum des particules, découper ce domaine en plages de diamètres et indiquer pour chaque plage la portion de particules se trouvant à l'intérieur. Les portions de particules correspondant à chaque plage de diamètres peuvent être calculées selon deux méthodes :

- en nombre, revenant à indiquer qu'il y a "*X % des particules présentes dans l'échantillon ont un diamètre compris entre  $Y \mu\text{m}$  et  $Z \mu\text{m}$* "
- en volume, revenant à indiquer qu'il y a "*X % du volume de l'échantillon est composé de particules dont le diamètre est compris entre  $Y \mu\text{m}$  et  $Z \mu\text{m}$* "

Le graphique de la figure D.1 donne un exemple de description d'une granulométrie. Deux courbes sont proposées par le graphique : une première, en bleu, indique les fractions volumiques de la poudre analysée en sur des plages de diamètres allant du micromètre au millimètre. En rose, se trouve la courbe correspondante en fraction volumique cumulée.

La courbe de fraction porte un intérêt pour juger de l'homogénéité de la distribution. Par exemple, dans la cas où l'analyse porterait sur une poudre ayant une tendance à l'agglomération, les agglomérats pourraient être détectés sur la courbe au travers d'aspérités.

La courbe de fraction volumique cumulée permet quant à elle de déterminer des paramètres numériques de description des particules, appelés déciles  $d_{10}$ ,  $d_{50}$  et  $d_{90}$ . Ils indiquent les diamètres sous laquelle se trouve respectivement 10 % , 50 % et 90 % des particules (en volume ou en nombre). Dans la pratique, ces trois paramètres sont respectivement déterminés au moyen du diamètre correspondant à 10, 50 et 90 % des fractions cumulées, tel que le montre les segments en pointillés de la figure D.1.

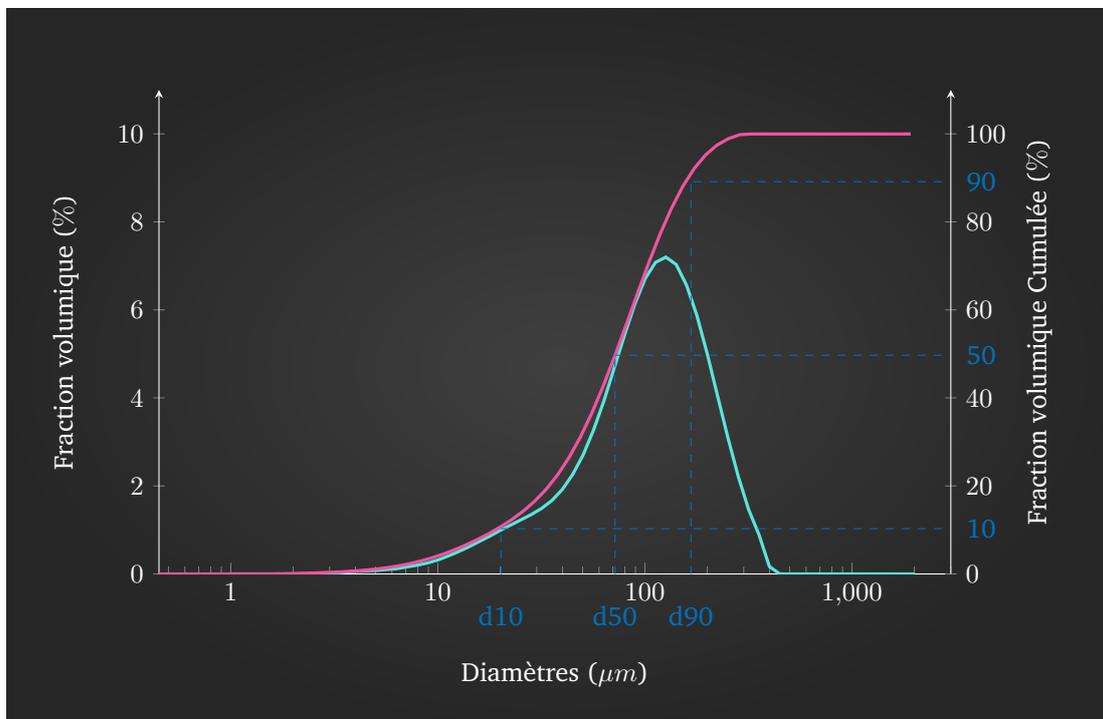


FIGURE D.1 – Exemple de granulométrie. En bleu, la description de la granulométrie en fraction volumique, en rose, la description correspondante en fraction volumique cumulée

---

Analyse de distributions statistiques par la méthode de Weibull

---

Dans les domaines de la recherche et de l'ingénierie, la comparaison entre deux populations de données implique, dans la majorité des cas, la détermination de moyennes et d'écart-type, supposant que les distributions de données suivent une loi Gaussienne [216].

Ce type de distribution considère des densités de populations définies par l'équation E.1 et prennent une forme telle que représentée par les graphiques de la figure E.1.

$$f(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(x-m)^2}{2\sigma^2}} \quad (\text{E.1})$$

$m$	<i>Espérance mathématique</i>
	<i>équivalent à la moyenne statistique</i>
$\sigma$	<i>Écart-type</i>

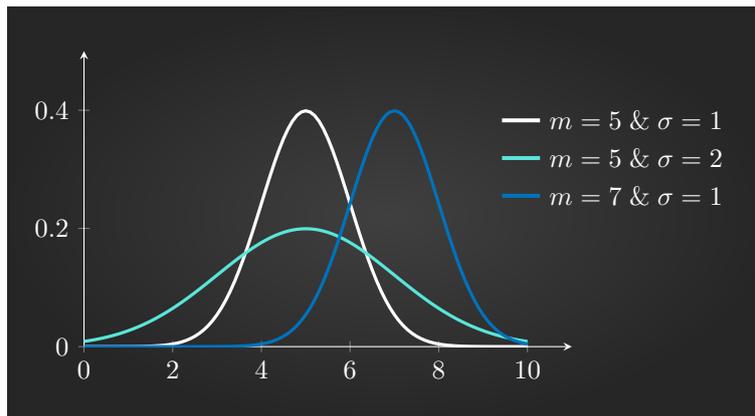


FIGURE E.1 – Exemples de distributions suivant une loi Gaussienne

Néanmoins, il a été démontré depuis quelques décennies que les expérimentations, en particulier dans les domaines de la physique et de la mécanique, collent plus fidèlement à des distributions d'un autre type, celle de Weibull [217].

Cette distribution a été initialement définie par Weibull avec l'équation E.2 définissant la forme cumulée de la densité de population telle que vue précédemment.

$$F(x) = 1 - e^{-\frac{(x-x_u)^m}{x_0}} \quad (E.2)$$

$m$	Module de Weibull
$x_u$	Valeur de seuillage (défini par Weibull comme valeur vanish)
$x_0$	Paramètre d'échelle

La valeur de seuillage peut être utilisée lorsque la preuve est faite (par expérimentation ou par démonstration) que les valeurs de la population ne peuvent pas être inférieures à une certaine valeur. Celle-ci permet donc d'écartier de l'étude toutes les valeurs qui résulteraient à coup sûr d'une erreur expérimentale. Cependant, dans les cas où il s'avérerait périlleux de formuler un tel seuillage, une autre formule existe, plus couramment utilisée dans la littérature récente, appelée forme "à 2 paramètres". Cette dernière est définie par l'équation E.3 [218].

$$F(x) = 1 - e^{-\left(\frac{x}{x_0}\right)^m} \quad (E.3)$$

$m$	Module de Weibull
$x_0$	Valeur caractéristique sous laquelle réside 63.2 % de la population

A partir de cette dernière équation, plusieurs méthodes existent pour déterminer les paramètres  $m$  et  $x_0$  d'une population. Dans le cadre de ce manuscrit, seule la méthode dite de *Weibull Plot* est utilisée et donc explicitée. Cette méthode permet en effet d'obtenir le module de Weibull de façon relativement simple et ainsi de comparer les répartitions des populations rapidement.

La méthode se décompose en deux étapes :

Premièrement, l'équation E.3 est réécrite sous la forme de l'équation E.4.

$$\ln\left(\ln\left[\frac{1}{1-F(x)}\right]\right) = m[\ln(x) - \ln(x_0)] \quad (E.4)$$

Sous cette forme, le module  $m$  apparaît comme la pente d'une droite reliant les deux parties de l'équation. Afin de pouvoir exploiter cette dernière, le terme  $F(x)$  se doit d'être estimé en étant remplacé par un estimateur, couramment appelé  $P_i$ . Différentes formulations de cet estimateur existent, parmi lesquelles celles proposées par les équations E.5 à E.8.

$$P_i = \frac{i}{N+1} \quad (E.5)$$

$$P_i = \frac{i-0.5}{N} \quad (E.6)$$

$$P_i = \frac{i-0.3}{N+0.4} \quad (E.7)$$

$$P_i = \frac{i-3/8}{N+1/4} \quad (E.8)$$

$i$	Indice de la mesure
$N$	Taille de la population

Ces estimateurs ont été comparés sur des cas pratiques dans la littérature, afin de déterminer la justesse de chacun. Il s'avère que l'estimateur E.5 rend les estimations les plus biaisées (le module estimé est souvent sous-estimé, ce qui peut néanmoins être judicieux dans le cadre d'un développement en ingénierie, où une marge de sécurité serait souhaitable). L'estimateur le plus juste serait le E.6. C'est donc cette dernière forme de l'estimateur qui est utilisé dans les études de ce manuscrit.

Deuxièmement, les mesures de la population considérée doivent être triées en ordre croissant. Selon l'équation E.4, un logarithme népérien leur est appliqué afin de pouvoir tracer un graphique comme celui de la figure E.2. En abscisse se trouvent ainsi les valeurs précédemment présentées, en ordonnée se trouvent les termes de la partie gauche de l'équation E.4 déterminées au moyen d'un estimateur. L'application d'une régression linéaire sur les données du graphique, sur le principe des moindres carrés, permet d'obtenir la fonction affine indiquant le module de Weibull  $m$ .

Une autre recommandation couramment formulée est de filtrer les données afin d'optimiser le coefficient de corrélation  $R^2$  de la régression linéaire. Ce filtre consiste à supprimer une certaine proportion des valeurs extrêmes de la population. Sur l'exemple de la figure E.2, les données en blanc et l'équation en

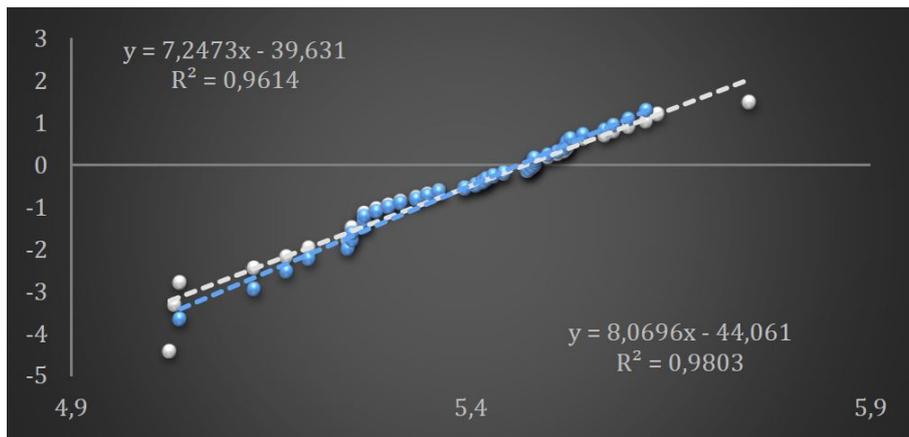


FIGURE E.2 – Exemple de graphique de la méthode Weibull Plot permettant de déterminer le module de Weibull par régression linéaire

haut à gauche du graphique correspondent au traitement d'une population brute. Tandis que les données en bleu et l'équation en bas à droite du graphique correspondent aux mêmes données auxquelles un filtre a été appliqué pour supprimer les valeurs aberrantes. Une constatation pouvant être faite est que le filtre, tout en accroissant la valeur du  $R^2$  de 0.96 à 0.98, modifie le module de Weibull en le faisant passer de 7.25 à 8.07.

En conclusion, le module de Weibull permet ainsi de quantifier la disparité des valeurs d'une population. Plus le module est petit, plus les valeurs de la population sont éparpillées et inversement.



---

## Table des figures

---

1.1	Schéma du fonctionnement d'une torche de projection thermique . . . . .	7
1.2	Distribution des températures de flamme et vitesses de particules des principaux procédés de projection thermique, d'après Berndt et Berndt [63] . . . . .	8
1.3	Torche de projection thermique à la flamme CastoDyn DS 8000® (Castolin Eutectic, Lausanne, Suisse) . . . . .	9
1.4	Torche HVOF d'un système JP5000® PRAXAIR . . . . .	10
1.5	Dessin technique : vue en coupe d'une torche de projection à plasma à courant continu de type F4 Plasma-Technik AG (Sulzer Metco, Wohlen, Suisse) . . . . .	11
1.6	Photographie d'une cuve de projection sous vide au LERMPS - UTBM Sevenans (90) . . . . .	12
1.7	Schéma d'un système de projection Cold Spray, d'après Ozdemir <i>et al.</i> [87] . . . . .	13
1.8	Exemple de buse d'un système de projection Cold Spray . . . . .	13
1.9	Schéma d'un système de projection arc-fil, avec la représentation du système de portebobines et des éléments principaux composant le pistolet . . . . .	14
1.10	Photographie d'un pistolet de projection arc-fil TAFA 9000 . . . . .	15
1.11	Vue éclatée d'un pistolet de projection arc-fil TAFA 9000 . . . . .	16
1.12	Pupitre de commande du système de projection arc-fil TAFA du LERMPS . . . . .	16
1.13	Exemple de fils fourrés vus en coupe au moyen d'un microscope optique, d'après Tillmann [94] . . . . .	17
1.14	Illustration de la formation d'un dépôt de projection avec les différentes phases pouvant composer le système, d'après Herman [102] . . . . .	18
1.15	Exemple de micro-structure d'un dépôt métallique obtenu par projection thermique arc-fil, avec les différentes phases pouvant être observées, d'après Hoile <i>et al.</i> [99] . . . . .	19
1.16	Variations locales de taux d'oxydes dans une couche métallique obtenues par projection à l'arc-fil, d'après Hoile <i>et al.</i> [99] . . . . .	19
1.17	Exemple d'un essai de dureté Vickers . . . . .	20
1.18	Exemple de courbe de déplacement en fonction de l'effort d'un essai de nano-indentation . . . . .	21
1.19	Schéma des distributions de contraintes résiduelles dans un dépôt de projection thermique, d'après Araujo <i>et al.</i> [123] . . . . .	23
1.20	Conditions d'étalement d'une particule lors de son impact sur le substrat, d'après James [55] . . . . .	25
1.21	Répartitions des contraintes selon l'épaisseur de deux dépôts aux épaisseurs respectives de 0,762 mm et 1,524 mm en haut et en bas, composés de 95 % massiques de Nickel et 5 % massiques d'Aluminium sur des substrats en acier AISI 1018, obtenus par projection à l'arc-fil, d'après Greving <i>et al.</i> [130] . . . . .	27
1.22	Exemple de préparation de surface par usinage du motif <i>Dove Tail</i> , d'après Bobzin <i>et al.</i> [15] . . . . .	28
1.23	Illustration d'une installation de projection APS Oerlikon Metco SM-F210 lors d'une application pour le dépôt de revêtements sur la paroi interne de fûts d'un carter-cylindre, extrait de la documentation technique de l'installation SM-F210 [135] . . . . .	30
1.24	Vue en coupe de l'extrémité d'une torche PTWA, d'après Bobzin <i>et al.</i> [15] . . . . .	31

1.25 Exemple de microstructure d'un revêtement en acier à 0.82 % C obtenue avec le PTWA, d'après Bobzin <i>et al.</i> [15]	32
1.26 Schéma de la torche arc-fil rotatif TAFE, extrait du brevet déposé par Dunkerley <i>et al.</i> [151]	33
1.27 Illustration de la buse développée par Sulzer Metco, d'après Bolot <i>et al.</i> [24]	33
1.28 Schéma de l'extrémité de la torche de projection LERMPS pour revêtir les parois internes des fûts de carters-cylindres	34
1.29 Illustration du principe de courbure des fils dans le LDS	35
1.30 Exemple de microstructure d'un revêtement obtenu par projection à l'arc-fil rotatif LERMPS, en utilisant du diazote pour le flux de gaz de déviation	35
2.1 Mise en évidence de la différence de comportement de l'arc électrique au moyen d'une caméra rapide, selon les observations de Hussary <i>et al.</i> [27]	39
2.2 Fraction surfacique et propriétés d'un revêtement obtenu avec deux fils de compositions différentes, d'après Zhu <i>et al.</i> [154]	39
2.3 Différences de taille moyenne de particules entre anode et cathode observées au moyen de deux fils de compositions différentes, sous différentes configurations de flux de gaz, d'après Liao <i>et al.</i> [29]	40
2.4 Illustration des modes d'atomisation primaire en projection thermique arc-fil, d'après Hussary <i>et al.</i> [32]	41
2.5 Forces agissant sur une particule sur le point de se détacher de l'extrémité du fil, d'après Kelkar <i>et al.</i> [25]	42
2.6 Variations de température et de vitesse le long de l'axe de projection d'un système arc-fil, d'après Newberry <i>et al.</i> [23]	44
2.7 Variations de température (a) et de vitesse (b) de particules selon la distance radiale par rapport à l'axe de projection, à différentes distances axiales par rapport aux fils, dans un système arc-fil, d'après Newberry <i>et al.</i> [23]	44
2.8 Photographie de la buse de déviation dans sa conception initiale	45
2.9 Montage réalisé pour l'observation des mécanismes d'atomisation primaire au moyen d'une SprayCam	46
2.10 Montage réalisé pour la collecte de particules au moyen de glace	49
2.11 Visualisation au moyen d'une SprayCam de la variation de l'arc électrique au cours d'une projection. A gauche, l'arc en cours d'initialisation. A droite, l'arc à son extension maximale.	50
2.12 Photographies SprayCam des étapes d'atomisation des filaments générés par l'anode. De haut en bas, la génération du filament, son détachement de l'anode et son atomisation secondaire	51
2.13 Photographies SprayCam montrant la différence de comportement à l'atomisation entre l'anode (en haut) et la cathode (en bas)	52
2.14 Effets bruts des paramètres de projection sur le diamètre équivalent des particules après atomisation primaire	53
2.15 Effets ajustés des paramètres de projection sur le diamètre équivalent des particules après atomisation primaire	54
2.16 Graphiques d'influence des paramètres de projection sur le diamètre équivalent des particules après atomisation primaire	56
2.17 Effets ajustés des paramètres de projection sur la répartition spatiale des particules après atomisation primaire	57
2.18 Graphiques d'influence des paramètres de projection sur la répartition spatiales des particules après atomisation primaire	59
2.19 Effets ajustés des paramètres de projection sur la circularité des particules après atomisation primaire	60
2.20 Effets ajustés des paramètres de projection sur le ratio de forme des particules après atomisation primaire	61
2.21 Surface de réponse du ratio de forme des particules en fonction de l'intensité et de la pression	61
2.22 Graphiques d'influence des paramètres de projection sur la circularité des particules après atomisation primaire	62
2.23 Granulométries en fractions volumiques des particules collectées dans la glace avec la torche de projection arc-fil rotative LERMPS	64

2.24	Granulométries en fractions volumiques cumulées des particules collectées dans la glace avec la torche de projection arc-fil rotative LERMPS . . . . .	65
2.25	Granulométrie bi-modale obtenue au terme de simulations par Kelkar et Heberlein [28] . . . . .	66
2.26	Ajustement d'une somme de lois log-normales pour coller à une granulométrie observée par DPV 2000 selon une distribution volumétrique à l'unité arbitraire, d'après Pourmousa [91] . . . . .	66
2.27	Fractions volumiques cumulées des particules de la condition # 4 collectées avec les lois de Rosin-Rammler déterminées par la méthode des moindres carrés et somme de ces lois . . . . .	69
2.28	Fractions volumiques cumulées des particules de la condition # 5 collectées avec les lois de Rosin-Rammler déterminées par la méthode des moindres carrés et somme de ces lois . . . . .	69
2.29	Surfaces des déciles des granulométries observées sur les particules collectées, en fonction de l'intensité et du débit de gaz . . . . .	72
2.30	Cliché MEB en mode BED de particules d'acier collectées dans l'eau, vues en coupe . . . . .	73
2.31	Cartographies obtenues par EDS des concentrations des éléments fer et oxygène sur des vues en coupe de particules collectées dans l'eau. En haut le cliché original, au centre la cartographie de concentration du fer, en bas la cartographie de concentration de l'oxygène . . . . .	74
2.32	Amas de particules collectées au moyen d'un bloc de paraffine . . . . .	75
3.1	Illustration de l'étalement d'une particule sur un substrat plan . . . . .	78
3.2	Différentes morphologies de lamelles de fonte projetées en plasma basse pression sur un substrat en aluminium préchauffé à différentes températures, d'après Morks <i>et al.</i> [169] . . . . .	79
3.3	Fractions de morphologies de lamelles en fonction de la température de préchauffage du substrat, d'après Morks <i>et al.</i> [169] . . . . .	80
3.4	Influence de la température de préchauffage, au-delà de la température de transition, sur le coefficient d'étalement de particules de fonte projetées sur des substrats en alliage Al-Si-Cu, d'après Morks <i>et al.</i> [169] . . . . .	82
3.5	Montage réalisé pour la collecte de lamelles . . . . .	84
3.6	Observation au moyen d'un microscope optique d'un échantillon après une attaque au réactif Nital à 0.25 % pendant 20 secondes, à gauche avec un mode d'observation sans filtre, à droite en réglant le microscope sur un mode de contraste interférentiel . . . . .	85
3.7	Schéma du fonctionnement d'un système EBSD . . . . .	86
3.8	Schéma représentant l'interaction entre un électron et un plan cristallin selon la condition de Bragg . . . . .	86
3.9	Exemple de diagramme de Kikuchi, servant de base à l'analyse EBSD pour la caractérisation des structures cristallines . . . . .	87
3.10	Exemple de courbe de charge appliquée en fonction de la profondeur d'indentation obtenue lors d'un essai de nanoindentation . . . . .	88
3.11	Fronts de fusion des substrats obtenus par simulation. De haut en bas, sont présentés l'aluminium pur, les alliages AlSi9Cu3 et 2017A et le laiton. Les ronds bleus représentent une température de préchauffage de 120 °C, les carrés magenta 160 °C et les triangles gris 200 °C. . . . .	89
3.12	Lamelles collectées sur substrat en aluminium. De gauche à droite, la température de préchauffage est de 120, 160 et 200 °C. En haut sont présentées des lamelles de grande taille (diamètre appr. 150 $\mu m$ ), en bas, des lamelles de petite taille (diamètre appr. 15 $\mu m$ ) . . . . .	90
3.13	Lamelles collectées sur substrat en AlSi9Cu3. De gauche à droite, la température de préchauffage est de 120, 160 et 200 °C. En haut sont présentées des lamelles de grande taille (diamètre appr. 150 $\mu m$ ), en bas, des lamelles de petite taille (diamètre appr. de 15 à 30 $\mu m$ ) . . . . .	91
3.14	Lamelles collectées sur substrat en 2017A. De gauche à droite, la température de préchauffage est de 120, 160 et 200 °C. En haut sont présentées des lamelles de grande taille (diamètre appr. 150 $\mu m$ ), en bas, deux lamelles de petite taille (diamètre appr. 15 $\mu m$ ) . . . . .	92
3.15	Lamelles collectées sur substrat en cuivre. De gauche à droite, la température de préchauffage est de 120, 160 et 200 °C. En haut sont présentées des lamelles de grande taille (diamètre appr. de 150 à 300 $\mu m$ ), en bas, des lamelles de petite taille (diamètre appr. 15 $\mu m$ ) . . . . .	92
3.16	Lamelles collectées sur un substrat en laiton. De gauche à droite, la température de préchauffage est de 120 et 200 °C. En haut sont présentées des lamelles de grande taille (diamètre appr. de 150 $\mu m$ ), en bas, des lamelles de petite taille (diamètre appr. de 15 à 40 $\mu m$ ) . . . . .	93

3.17	Fragment de revêtement avec son substrat (à droite) et un échantillon pour mesure de taux de carbone sans substrat (à gauche) . . . . .	95
3.18	Diagramme de Schaeffer/Espy, d'après Auclair <i>et al.</i> . A = Austénite, F = Ferrite, M = Martensite . . . . .	96
3.19	Exemples de structures bainitiques, d'après Auclair <i>et al.</i> [177]. A gauche, un acier 6MnCrB5 après une trempe à l'eau, à droite un acier 35MnV7 refroidi à l'air après une forge à chaud. . . . .	96
3.20	Diagramme TRC de l'acier 21Mn6, d'après la documentation du fournisseur SECOSAR [179]	98
3.21	Diagramme TRC de l'acier 30Mn5, d'après la documentation du fournisseur SECOSAR [179]	98
3.22	Analyse par DRX de la surface de deux échantillons de revêtement obtenus avec le LDS® . . . . .	99
3.23	Revêtement vu en coupe, attaqué avec un réactif Nital 1 %, présentant un gradient de structures cristallines, de l'interface avec le substrat jusqu'à la surface. . . . .	101
3.24	Gradients de structures cristallines observés sur trois échantillons de revêtements, projetés avec différentes vitesses d'avance de fil. De gauche à droite, les vitesses d'avance de fils sont de 5,5 $m.min^{-1}$ , 7 $m.min^{-1}$ et 9 $m.min^{-1}$ . . . . .	102
3.25	Observation au MEB des structures cristallines obtenues par attaque au Nital 0.25% sur une zone proche de l'interface avec le substrat, SA = Structure Aciculaire, SC = Structure Colonnaire . . . . .	104
3.26	Observation à fort grandissement au MEB des structures cristallines obtenues par attaque au réactif Nital 0.25% sur une zone proche de l'interface avec le substrat, SA = Structure Aciculaire, SC = Structure Colonnaire, SR = Structure Re-solidifiée . . . . .	104
3.27	Gradients de structures observés au MEB, à proximité de l'interface entre un revêtement et son substrat, après attaque au réactif Nital à 0.25 % . . . . .	105
3.28	Clichés au MEB de la zone sélectionnée à proximité de l'interface entre le revêtement et le substrat pour analyses EBSD . . . . .	106
3.29	Cartographie de Band Slope de la zone analysée par EBSD à proximité de l'interface . . . . .	107
3.30	Cartographie des phases déterminées par indexation automatique de l'installation EBSD sur la zone à proximité de l'interface . . . . .	107
3.31	Distribution de désorientations aux joints de grain de la zone analysée par EBSD à proximité de l'interface . . . . .	108
3.32	Distributions typiques des désorientations aux joints de grains des structures bainitiques rapportées par Zajac <i>et al.</i> [182] . . . . .	109
3.33	Gradient de structure au niveau de l'interface entre le revêtement et le substrat observé au MEB à fort grandissement après attaque au réactif Nital 0.25 % . . . . .	109
3.34	Structures aciculaires observables au MEB dans de fines lamelles au cœur du revêtement après attaque au réactif Nital 0.25 % . . . . .	110
3.35	Structures aciculaires observables au MEB au cœur du revêtement après attaque au réactif Nital 0.25 % . . . . .	111
3.36	Clichés de continuités de structures observables au MEB à l'interface entre lamelles présentes au cœur du revêtement après attaque au réactif Nital 0.25 % . . . . .	112
3.37	Cliché au MEB de la zone sélectionnée à proximité de la surface du revêtement pour analyses EBSD . . . . .	113
3.38	Cartographie de Band Slope de la zone analysée par EBSD à proximité de la surface . . . . .	113
3.39	Cartographies des phases déterminées par indexation automatique de l'installation EBSD sur la zone à proximité de la surface . . . . .	114
3.40	Distribution de désorientations aux joints de grain de la zone analysée par EBSD à proximité de la surface . . . . .	114
3.41	Différentes structures de lamelles présentes à proximité de la surface du revêtement, observés au MEB après attaque au réactif Nital 0.25 %. SA : Structure aciculaire, SC : structure colonnaire . . . . .	115
3.42	Cartographie des contraintes internes à l'interface entre le revêtement et le substrat. Les contraintes vont du bleu pour les plus faibles vers le jaune pour les plus élevées. . . . .	116
3.43	Cartographie des tailles de grains dans la zone d'analyse située à proximité de l'interface avec le substrat, présentant un Band Slope inférieur à 70. Les grains les plus petits apparaissent en bleu, les plus grands tendent vers un vert clair . . . . .	116
3.44	Cartographie obtenue par EBSD des orientations cristalline IPF-Y de la zone d'analyse à proximité de l'interface avec le substrat . . . . .	117

3.45	Courbe de dureté obtenue par nano-indentations dans l'épaisseur d'un revêtement projeté avec le LDS . . . . .	119
3.46	Courbe de Modules d'Young obtenus par nano-indentations dans l'épaisseur d'un revêtement projeté avec le LDS . . . . .	120
3.47	Courbe de rapports Travail plastique sur Travail total obtenus par nano-indentations dans l'épaisseur d'un revêtement projeté avec le LDS . . . . .	120
3.48	Profils d'intensité relative de détection des éléments démontrant la présence d'une phase intermétallique à l'interface entre une lamelle de fonte et un substrat en aluminium . . . . .	122
3.49	Profils de concentration déterminés par Wang <i>et al.</i> au moyen d'une microsonde de détection des électrons Auger selon des parcours perpendiculaires à l'interface entre un revêtement de fer et un substrat en aluminium. A gauche sans diffusion à l'interface, à droite avec diffusion à l'interface [51] . . . . .	122
3.50	Exemple de parcours (en jaune) défini pour la réalisation d'un profil de concentration des éléments obtenus par EDS sur un MEB à l'interface entre un revêtement et son substrat . . . . .	123
3.51	Exemples de parcours (en jaune) définis pour la réalisation d'un profil de concentration des éléments obtenus par EDS sur un MEB à l'interface entre un revêtement et son substrat . . . . .	123
3.52	Profils de concentration massique des éléments aluminium et fer selon un parcours perpendiculaire à l'interface entre deux plaques en Al 2017A et en fer . . . . .	124
3.53	Profils de concentration massique des éléments selon des parcours perpendiculaires à l'interface entre un revêtement obtenus avec le LDS et un substrat en AlSi9Cu3 . . . . .	125
4.1	Exemple d'influences linéaires de l'intensité électrique et des pressions de gaz sur le taux de dépôt dans un système arc-fil, d'après Horner <i>et al.</i> [38] . . . . .	129
4.2	Étapes de la méthode de sélection des matériaux d'Ashby . . . . .	131
4.3	Carte des matériaux en fonction de leur diffusivité thermique (en abscisse) et de leur conductivité thermique (en ordonnée), en bleu, l'alliage AlSi9Cu3, en vert les alliages répondant aux critères de sélection . . . . .	134
4.4	Schéma des tubes utilisés pour le plan expérimental Taguchi sur les paramètres de projection principaux de la torche LERMPS . . . . .	135
4.5	Schéma d'un tube vu de dessus indiquant les zones de revêtement analysées, par rapport aux positions du plan contenant les fils et de la buse de déviation . . . . .	136
4.6	Photographie de la tête de détection de l'Accurapsray G3 (TECNAR, Saint-Bruno, Canada) . . . . .	137
4.7	Définitions des critères d'épaisseur du revêtement . . . . .	138
4.8	Définitions des critères de porosités du revêtement . . . . .	138
4.9	Graphes des effets des paramètres sur la vitesse des particules en vol . . . . .	141
4.10	Graphes des effets sur les températures de particules en vol . . . . .	142
4.11	Isocontours de la vitesse des particules en vol, d'après Newbery <i>et al.</i> [23] . . . . .	142
4.12	Corrélation entre vitesses et températures des particules mesurées au moyen de l'Accuraspray . . . . .	142
4.13	Graphes des effets sur l'épaisseur moyenne des revêtements . . . . .	143
4.14	Graphes des effets sur les variations d'épaisseur des revêtements . . . . .	144
4.15	Corrélation entre températures des particules et variation de l'épaisseur des revêtements . . . . .	144
4.16	Graphes des effets sur les taux de porosité interlamellaire . . . . .	145
4.17	Graphes des effets sur les taux de porosité globulaire . . . . .	145
4.18	Graphes des effets sur les taux de porosités totaux . . . . .	146
4.19	Graphes des effets sur la dureté des revêtements . . . . .	147
4.20	Graphes des effets sur le module de Weibull de la dureté des revêtements . . . . .	147
4.21	Graphes des effets sur l'adhérence . . . . .	148
4.22	Valeurs d'adhérence exposées en fonction de l'épaisseur moyenne des revêtements . . . . .	149
4.23	Différences d'épaisseur moyenne et de variation d'épaisseur en fonction de la hauteur du dépôt à l'intérieur des tubes . . . . .	149
4.24	Variations des taux de porosité (globulaires, interlamellaires et globaux, de gauche à droite) en fonction de la hauteur à l'intérieur des tubes . . . . .	150
5.1	Photographies en surface d'échantillons en alliage d'aluminium de motifs réalisé par impacts LASER. A gauche, des motifs en sillons, à droite, des motifs en répétition de trous . . . . .	156

5.2	Résultats d'adhérence des essais préliminaires sur la préparation de surface par gravure LASER. . . . .	157
5.3	Dispositif LASER pour préparation de surfaces sur la paroi internes de cylindres . . . . .	157
5.4	Montage élaboré pour le maintien des pions du PAT pendant la polymérisation à chaud de la colle. A gauche le dispositif principal maintenant 3 pions sur une section de tube, à droite le même dispositif avec ses supports. . . . .	159
5.5	Effets des paramètres topographiques de la gravure en répétitions de trous sur l'adhérence des revêtements . . . . .	160
5.6	Matière refondue présente dans les sillons gravés par LASER sur un échantillon d'alliage AlSi9Cu3 vue en coupe transversale . . . . .	161
5.7	Cliché pris au microscope optique d'un échantillon d'alliage d'aluminium 2017A sur lequel des sillons ont été gravés au LASER . . . . .	162
B.1	Exemple de domaine d'exploitation d'un plan expérimental à deux facteurs, en bleu. . . . .	171
B.2	Illustration d'une interaction entre deux facteurs (ici, la tension et le débit de gaz pour l'exemple). A gauche, des graphes des effets du débit de gaz sur une adhérence sans interactions, à droite, le même cas avec interaction entre les facteurs . . . . .	172
B.3	Illustration des effets linéaires (en bleu) et quadratiques (en fuchsia) d'un facteur (ici un débit de gaz) sur une réponse (une adhérence) . . . . .	172
B.4	Exemple de surface de réponse reliant une réponse à deux facteurs . . . . .	174
B.5	Exemple de répartition des points sur un cube en 2 dimensions selon la méthodologie de Box et Behnken . . . . .	177
C.1	Interactions entre les électrons primaires et la matière composant la surface d'un échantillon, d'après Ruste [215] . . . . .	180
D.1	Exemple de granulométrie. En bleu, la description de la granulométrie en fraction volumique, en rose, la description correspondante en fraction volumique cumulée . . . . .	182
E.1	Exemples de distributions suivant une loi Gaussienne . . . . .	183
E.2	Exemple de graphique de la méthode Weibull Plot permettant de déterminer le module de Weibull par régression linéaire . . . . .	185

---

## Liste des tableaux

---

1.1	Comparaison des principaux procédés de projection thermique, d'après les indications de Davis et Pawlowski [16, 62] . . . . .	8
1.2	Exemples de déploiement du procédé de projection à plasma pour la protection de fûts de carters-cylindres à un niveau industriel dans le milieu des années 2000, d'après Barbezat [11] . . . . .	31
2.1	Conditions de projection du plan d'expérience Box-Behnken avec la caméra SprayCam . . . . .	46
2.2	Conditions de projection pour les collectes de particules réalisées dans la glace . . . . .	64
2.3	Déciles des granulométries observées lors des collectes de particules . . . . .	65
2.4	Paramètres des distributions de Rosin-Rammler (notées RR) dont les sommes s'ajustent aux distributions des collectes de particules des conditions # 4 et # 5 . . . . .	68
3.1	Propriétés des matériaux utilisés comme substrat pour les collectes de lamelles . . . . .	83
3.2	Gamme de polissage des échantillons de revêtements pour caractérisation fine . . . . .	85
3.3	Composition standard de l'alliage des fils 13Mn6 . . . . .	95
3.4	Composition analysée des fils en alliage 13Mn6 . . . . .	95
4.1	Composition normalisée de l'alliage de fonderie AlSi9Cu3, en pourcentages massiques . . . . .	130
4.2	Liste des propriétés matériau de l'alliage AlSi9Cu3 devant être considérées particulièrement pour le choix du matériau des substrats . . . . .	133
4.3	Composition des fils Nertalic 70s, en pourcentages massiques . . . . .	135
4.4	Conditions de projection du plan expérimental Taguchi L9 réalisé avec la torche de projection LERMPS . . . . .	136
4.5	Gamme de polissage des échantillons de revêtements . . . . .	137
4.6	Résultats du plan expérimental Taguchi avec la torche de projection LERMPS . . . . .	140
5.1	Relation entre rugosité du substrat et adhérence de revêtement obtenus à la flamme, arc-fils et HVOF . . . . .	155
5.2	Paramètres topographiques des motifs en répétitions de trous . . . . .	158
5.3	Paramètres topographiques des motifs en sillons . . . . .	158
5.4	Résultats d'adhérence des plans d'expérience . . . . .	159
B.1	Conditions d'un plan expérimental complet à deux facteurs sur deux niveaux . . . . .	173
B.2	Tableau d'incidence démontrant l'orthogonalité d'un plan expérimental complet de deux facteurs à deux niveaux . . . . .	173
B.3	Conditions d'un plan expérimental complet à trois facteurs sur deux niveaux . . . . .	173
B.4	Conditions d'un plan expérimental fractionnaire à trois facteurs sur deux niveaux . . . . .	174
B.5	Conditions d'un plan d'expérience complet à deux facteurs sur deux niveaux avec l'interaction . . . . .	176
B.6	Conditions d'un plan d'expérience complet à deux facteurs sur deux niveaux avec l'interaction . . . . .	177



- [1] L. Chapman, "Transport and climate change : a review," *Journal of Transport Geography*, vol. 15, pp. 354–67, 2007.
- [2] A. Faiz, C. S. Weaver, and M. P. Walsh, *Air Pollution from Motor Vehicles : Standards and Technologies for Controlling Emissions*. Washington D.C., USA : The World Bank, 1996.
- [3] W. Bown, "Dying from too much dust," *New Scientist*, vol. 141, no. 1916, 1994.
- [4] C. Européen, "70/220/cee véhicules à moteur et remorques : Emissions polluantes," tech. rep., Union Européenne, 1970.
- [5] C. Européen, "Communiqué de presse 783/15 émissions en conditions de conduite réelles : le conseil donne son feu vert à un premier ensemble de mesures," tech. rep., Union Européenne, 2015.
- [6] W. Paatsch, "Recent trends in surface finishing for automobile industry in germany," *Surface and Coatings Technology*, vol. 169-170, pp. 753–7, 2003.
- [7] J. Vetter, G. Barbezat, J. Crummenauer, and J. Avissar, "Surface treatment selections for automotive applications," *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, no. 5, pp. 1962–68, 2005.
- [8] K. Holmberg, P. Andersson, and A. Erdemir, "Global energy consumption due to friction in a passenger cars," *Tribology International*, vol. 47, pp. 221–34, 2012.
- [9] K. Bewilogua, G. Bräuer, A. Dietz, J. Gäbler, G. Goch, B. Karpuschewski, and B. Szyska, "Surface technology for automotive engineering," *CIRP Annals - Manufacturing Technology*, vol. 58, pp. 608–27, 2009.
- [10] E. Carrera, A. Rodriguez, J. Talamantes, S. Valtierra, and R. Colas, "Measurement of residual stresses in cast aluminium engine blocks," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 189, pp. 206–10, 2007.
- [11] G. Barbezat, "Advanced thermal spray technology and coating for lightweight engine blocks for the automotive industry," *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, pp. 1990–3, 2005.
- [12] P. Ernst and G. Barbezat, "Thermal spray applications in powertrain contribute to the saving of energy and material resources," *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, no. 18, pp. 4428–31, 2008.
- [13] G. Barbezat, S. Keller, and G. Wuest, "Internal plasma spray process for cylinder bores in automotive industry," in *Thermal Spray : Meeting the challenges of the 21st Century* (C. Coddet, ed.), pp. 963–74, ASM International, Materials Park, OH, 1998.
- [14] K. Bobzin, F. Ernst, K. Richardt, T. Schlaefer, C. Verpoort, and G. Flores, "Thermal spraying of cylinder bores with the plasma transferred wire arc process," *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, no. 18, pp. 4438–43, 2008.
- [15] K. Bobzin, F. Ernst, J. Zwick, T. Schlaefer, D. Cook, K. Nassenstein, A. Schwenk, F. Schreiber, T. Wenz, G. Flores, and M. Hahn, "Coating bores of light metal engine blocks with a nanocomposite material using the plasma transferred wire arc thermal spray process," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 17, no. 3, pp. 344–51, 2008.

- [16] L. Pawlowsky, *The science and engineering of thermal spray coatings*. Chichester, England : John Wiley and Sons Ltd, 1995.
- [17] R. C. Tucker, *ASM Handbook - Surface Engineering*, vol. 5. ASM International, 1999.
- [18] C. Coddet, R. Bolot, J.-M. Bordes, and C. Meekel, "Dispositif de projection de particules métalliques par arc électrique entre deux fils," Tech. Rep. FR 2 866 901, 2004.
- [19] C. Coddet, R. Bolot, J.-M. Bordes, and C. Meekel, "Dispositif de projection de particules métalliques par arc électrique entre deux fils," Tech. Rep. FR 2 866 902, 2004.
- [20] C. M. Erdmann, P. Izquierdo, A. Käppeler, E. A. Özdeniz, J. Traber, and M. Wilhelm, "Spritzvorrichtung zum lichtbogendrahtspritzen," Tech. Rep. DE 102009005081 A1, 2009.
- [21] T. Haug, S. Schach, and T. Wittrowski, "Lichtbogendrahtbrenner," Tech. Rep. DE 102005012360 A1, 2006.
- [22] M. U. Schoop, "Verfahren zur herstellung von dichten, metallischen schichten," Tech. Rep. CH D49278 19091126, 1911.
- [23] A. P. Newbery, P. S. Grant, and R. A. Neiser, "The velocity and temperature of steel droplets during electric arc spraying," *Surface and Coatings Technology*, vol. 195, no. 1, pp. 91–101, 2005.
- [24] R. Bolot, H. Liao, C. Mateus, C. Coddet, and J.-M. Bordes, "Optimization of a rotating twin wire-arc spray gun," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 16, no. 5-6, pp. 783–90, 2007.
- [25] M. Kelkar, N. Hussary, J. Schein, and J. Heberlein, "Optical diagnostics and modeling of gas and droplet flow in wire arc spraying," in *Thermal Spray : Meeting the challenges of the 21st Century* (C. Coddet, ed.), pp. 329–34, ASM International, Materials Park, OH, 1998.
- [26] G. Jandin, *Etude d'un procédé de projectin thermique à l'arc-fil en vue d'une application pour l'outillage rapide*. PhD thesis, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2001.
- [27] N. A. Hussary and J. V. R. Heberlein, "Atomization and particle-jet interactions in the wire-arc spraying process," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 10, no. 4, pp. 604–10, 2001.
- [28] M. Kelkar and J. Heberlein, "Wire-arc spray modeling," *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, vol. 22, no. 1, pp. 1–25, 2002.
- [29] H. L. Liao, Y. L. Zhu, R. Bolot, C. Coddet, and S. N. Ma, "Size distribution of particles from individual wires and the effects of nozzle geometry in twin wire arc spraying," *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, pp. 235–42, 2005.
- [30] M.-P. Planche, H. Liao, and C. Coddet, "Characterization via image analysis of the arc spray using two different wires," in *17th International Symposium on Plasma Chemistry - Abstracts and Full Papers* (J. Mostaghimi, T. Coyle, V. A. Pershin, and H. R. Salimi Jazi, eds.), 2005.
- [31] A. Pourmousa, J. Mostaghimi, A. Abedini, and S. Chandra, "Particle size distribution in a wire-arc spraying system," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 14, no. 4, pp. 502–10, 2005.
- [32] N. A. Hussary and J. V. R. Heberlein, "Effect of system parameters on metal breakup and particle formation in the wire arc spray process," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 16, no. 1, pp. 140–52, 2007.
- [33] W. Tillmann, E. Vogli, and M. Abdulgader, "Asymmetric melting behavior in twin wire arc spraying with cored wires," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 17, no. 5-6, pp. 974–82, 2008.
- [34] H.-D. Steffens, "Metallurgical changes in arc spraying of steel," *British Welding Journal*, vol. 13, no. 10, pp. 597–605, 1966.
- [35] H.-D. Steffens and K. Nassenstein, "Influence of the spray velocity on arc-sprayed coating structures," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 8, no. 3, pp. 454–60, 1996.
- [36] S. L. Toma, C. Bejinariu, R. Baciuc, and S. Radu, "The effect of frontal nozzle geometry and gas pressure on the steel coating properties obtained by wire arc spraying," *Surface and Coatings Technology*, vol. 220, pp. 266–70, 2013.
- [37] W. Tillmann, M. Abdulgader, N. Anjami, and L. Hagen, "Studying the effect of the air-cap configuration in twin-wire arc-spraying process on the obtained flow characteristics using design of experiment oriented fluid simulation," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 24, no. 1-2, pp. 46–54, 2014.

- [38] A. L. Horner, A. C. Hall, and J. F. McCloskey, "The effect of process parameters on twin wire arc spray pattern shape," *Coatings*, vol. 5, pp. 115–23, 2015.
- [39] N. Ashgriz, ed., *Handbook of atomization and sprays : theory and applications*. New-York, NY, USA : Springer Science & Business Media, 2011.
- [40] R. McPherson, "The relationship between the mechanism of formation, microstructure and properties of plasma-sprayed coatings," *Thin Solid Films*, vol. 83, no. 3, pp. 297–310, 1981.
- [41] P. Fauchais, A. Vardelle, and B. Dussoubs, "Quo vadis thermal spraying," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 10, no. 1, pp. 44–66, 1999.
- [42] T. Watanabe, X. Wang, E. Pfender, and J. Heberlein, "Correlations between electrode phenomena and coating properties in wire arc spraying," *Thin Solid Films*, vol. 316, pp. 169–73, 1998.
- [43] O. P. Solonenko, V. V. Kudinov, A. V. Smirnov, A. N. Cherepanov, V. N. Popov, A. A. Mikhilchenko, and E. V. KartaeV, "Micro-metallurgy of splats : Theory, computer simulation and experiment," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 48, no. 3, pp. 366–80, 2005.
- [44] J. Madejski, "Solidification of droplets on a cold surface," *Int. J. Heat Mass Transfer*, vol. 19, no. 9, pp. 1009–13, 1976.
- [45] B. Kang, J. Waldvogel, and D. Poulikakos, "Remelting phenomena in the process of splat solidification," *Journal of Materials Science*, vol. 30, no. 19, pp. 4912–25, 1995.
- [46] A. P. Newbery and P. S. Grant, "Droplet splashing during arc spraying of steel and the effect on deposit microstructure," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 9, no. 2, pp. 250–8, 2000.
- [47] J. Mostaghimi, M. Pasandideh-Fard, and S. Chandra, "Dynamics of splat formation in plasma spray coating process," *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, vol. 22, no. 1, pp. 59–84, 2002.
- [48] P. Fauchais, M. Fukumoto, A. Vardelle, and M. Vardelle, "Knowledge concerning splat formation : An invited review," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 13, no. 3, pp. 337–60, 2004.
- [49] S. Chandra and P. Fauchais, "Formation of solid splats during thermal spray deposition," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 18, no. 2, pp. 148–80, 2009.
- [50] S. Dallaire, "Influence of temperature on the bonding mechanism of plasma-sprayed coatings," *Thin Solid Films*, vol. 95, no. 3, pp. 237–44, 1982.
- [51] X. Wang, J. Heberlein, E. Pfender, and W. Gerberich, "Effect of nozzle configuration, gas pressure, and gas type on coating properties in wire arc spray," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 8, no. 4, pp. 565–75, 1999.
- [52] A. T. T. Tran and M. M. Hyland, "The role of substrate surface chemistry on splat formation during plasma spray deposition by experiments and simulations," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 19, no. 1-2, pp. 11–23, 2010.
- [53] A. T. T. Tran, M. M. Hyland, K. Shinoda, and S. Sampath, "Influence of substrate conditions on the deposition and spreading of molten droplets," *Thin Solid Films*, vol. 519, pp. 2445–56, 2011.
- [54] D. J. Varacalle, G. C. Wilson, R. W. Johnson, T. J. Steeper, G. Irons, W. R. Kratochvil, and W. L. Riggs, "A taguchi experimental design study of twin-wire electric arc sprayed aluminium coatings," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 3, no. 1, pp. 69–74, 1994.
- [55] D. H. James, "A review of experimental findings in surface preparation for thermal spraying," *Journal of Mechanical Working Technology*, vol. 10, pp. 221–32, 1984.
- [56] J. Comyn, "Surface treatment and analysis for adhesive bonding," *International Journal of Adhesion and Adhesives*, vol. 10, no. 3, pp. 161–5, 1990.
- [57] H. Li, S. Costil, H. L. Liao, and C. Coddet, "Role of the laser surface preparation on the adhesion of ni-5% al coatings deposited using the protal process," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 15, no. 2, pp. 191–7, 2005.
- [58] H.-W. Hoffmeister and C. Schnell, "Mechanical roughing of cylinder bores in light metal crankcases," *Production Engineering*, vol. 2, no. 4, pp. 365–70, 2008.
- [59] R. Kromer, S. Costil, J. Cormier, L. Berthe, P. Peyre, and D. Courapied, "Laser patterning pre-treatment before thermal spraying : A technique to adapt and control the surface topography to thermomechanical loading and materials," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 25, no. 3, pp. 401–10, 2016.

- [60] S. Audisio, M. Caillet, A. Galerie, and H. Mazille, *Revêtements et traitements de surface. Fonctionnalités, durabilité, procédés*. Lausanne, Suisse : Presses polytechniques et universitaires romandes, 1999.
- [61] S. M. Vyawahare, *Protective thermal spray coatings for polymer matrix composites*. PhD thesis, Wichita State University, 2006.
- [62] J. R. Davis and T. S. S. T. Committee, *Handbook of thermal spray technology*. ASM International, Materials Park, OH, 2004.
- [63] M. L. Berndt and C. C. Berndt, "Thermal spray coatings," in *Corrosion - Fundamentals, testing and protection* (S. D. Cramer and B. S. Covino, eds.), ch. Metal Coatings, pp. 903–13, Materials Park, USA : ASM international, 2003.
- [64] J. Wigren, M. O. Hansson, P. Gougeon, and C. Moreau, "Titre ?," in *Thermal Spray : Practical Solutions for Engineering Problems* (C. Berndt, ed.), pp. 675–81, ASM International, Materials Park, OH, 1996.
- [65] H. Ashrafizadeh, A. McDonald, and P. Mertiny, "Deposition of electrically conductive coatings on castable polyurethane elastomers by the flame spraying process," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 25, no. 3, pp. 419–30, 2016.
- [66] A. Nistal, E. Garcia, C. Garcia-Diego, M. I. Osendi, and P. Miranzo, "Flame spraying of adherent silicon coatings on sic substrates," *Surface and Coatings Technology*, vol. 270, pp. 8–15, 2015.
- [67] K. A. Gross, J. Tikkanen, J. Keskinen, V. Pitkänen, M. Eerola, R. Siikamaki, and M. Rajala, "Liquid flame spraying for glass coloring," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 8, no. 4, pp. 583–9, 1999.
- [68] X. Wang, Q. Song, and Z. Yu, "Numerical investigations of combustion and flow dynamics in a high velocity oxygen-fuel thermal spray gun," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 25, no. 3, pp. 441–50, 2015.
- [69] B. Hassan, A. R. Lopez, and W. L. Oberkamp, "Computational analysis of a three-dimensional high-velocity oxygen fuel (hvof) thermal spray torch," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 7, no. 1, pp. 71–7, 1998.
- [70] J. Stokes and L. Looney, "Predicting quenching and cooling stresses within hvof deposits," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 17, no. 5-6, pp. 908–14, 2008.
- [71] D. S. Arensburger, S. M. Zimakov, P. A. Kulu, and M. A. Oyaviir, "Coatings deposited by the high-velocity flame spraying method," *Powder Metallurgy and Metal Ceramics*, vol. 40, no. 3-4, pp. 127–34, 2001.
- [72] E. Irissou, J.-G. Legoux, A. N. Ryabinin, B. Jodoin, and C. Moreau, "Review on old spray process and technology : Part i-intellectual property," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 17, no. 4, pp. 495–516, 2008.
- [73] R. Gadow, A. Killinger, and J. Rauch, "Introduction to high-velocity suspension flame spraying (hvsfs)," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 17, no. 5-6, pp. 655–61, 2008.
- [74] P. Saravanan, V. Selvarajan, D. S. Rao, S. V. Joshi, and G. Sundararajan, "Influence of process variables on the quality of detonation gun sprayed alumina coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 123, pp. 44–54, 2000.
- [75] P. Fauchais, "Understanding plasma spraying," *Journal of Physics D : Applied Physics*, vol. 37, pp. 86–108, 2004.
- [76] R. Bolot, M. Imbert, and C. Coddet, "On the use of a low-reynolds extension to the chen-kim (k-epsilon) model to predict thermal exchanges in the case of an impinging plasma jet," *Int. J. Heat Mass Transfer*, vol. 44, pp. 1095–106, 2001.
- [77] C. Friedrich, R. Gadow, and T. Schirmer, "Lanthanum hexaaluminate - a new material for atmospheric plasma spraying of advanced thermaml barrier coatings," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 10, no. 4, pp. 592–8, 2000.
- [78] T. J. Levingstone, M. Ardhaoui, K. Benyounis, L. Looney, and J. T. Stokes, "Plasma sprayed hydroxy-apatite coatings : Understanding process relationship using design of experiment analysis," *Surface and Coatings Technology*, vol. 283, pp. 29–36, 2015.

- [79] H. I. Faraoun, T. Grosdidier, J.-L. Seichepine, D. Goran, H. Aourag, C. Coddet, J. Zwick, and N. Hopkins, "Improvement of thermally sprayed abradable coating by microstructure control," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, no. 6, pp. 2303–12, 2006.
- [80] B. Vautherin, M.-P. Planche, R. Bolot, A. Quet, L. Bianchi, and G. Montavon, "Vapors and droplets mixture deposition of metallic coatings by very low pressure plasma spraying," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 23, no. 4, pp. 596–608, 2014.
- [81] B. Vautherin, M.-P. Planche, A. Quet, L. Bianchi, and G. Montavon, "Manufacturing of composite titanium-titanium nitride coatings by reactive very low pressure plasma spraying," in *Journal of Physics : Conference Series*, IOP Publishing Ltd, 2014.
- [82] F.-L. Toma, G. Bertrand, S. Begin, C. Meunier, O. Barres, D. Klein, and C. Coddet, "Microstructure and environmental functionalities of  $\text{TiO}_2$ -supported photocatalysts obtained by suspension plasma spraying," *Applied Catalysis B : Environmental*, vol. 68, pp. 74–84, 2006.
- [83] E. Aubignat, M.-P. Planche, A. Allimant, D. Billières, L. Girardot, Y. Bailly, and G. Montavon, "Effect of suspension characteristics on in-flight particle properties and coating microstructures achieved by suspension plasma spray," in *Journal of Physics : Conference Series*, IOP Publishing, 2014.
- [84] P. Sokolowski, L. Pawlowski, D. Dietrich, T. Lampke, and D. Jech, "Advanced microscopic study of suspension plasma-sprayed zirconia coatings with different microstructures," *JSME International Journal Series B*, vol. 25, no. 1-2, pp. 94–104, 2016.
- [85] P. Fauchais, R. Etchart-Salas, V. Rat, J. Coudert, N. Caron, and K. Wittman-Ténèze, "Parameters controlling liquid plasma spraying : Solutions, sols, or suspensions," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 17, no. 1, pp. 31–59, 2008.
- [86] N. Padture, K. Schlichting, T. Bhatia, A. Ozturk, B. Cetegen, E. Jordan, M. Gell, S. Jiang, T. Xiao, P. Strutt, E. Garcia, P. Miranzo, and M. Osendi, "Towards durable thermal barrier coatings with novel microstructures deposited by solution-precursor plasma spray," *Acta Materialia*, vol. 49, pp. 2251–7, 2001.
- [87] O. C. Ozdemir, C. A. Widener, D. Helfritch, and F. Delfanian, "Estimating the effect of helium and nitrogen mixing on deposition efficiency in cold spray," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 25, no. 4, pp. 660–71, 2016.
- [88] P. Fauchais, J. V. R. Heberlein, and M. I. Boulos, *Thermal Spray Fundamentals*, ch. 6, pp. 305–382. Springer Science & Business Media, 2014.
- [89] K. Ogawa, K. Ito, K. Ichimura, Y. Ichikawa, S. Ohno, and N. Onda, "Characterization of low-pressure cold-sprayed aluminium coatings," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 17, no. 5-6, pp. 728–35, 2008.
- [90] A. Moridi, S. M. Hassani-Gangaraj, M. Guagliano, and M. Dao, "Cold spray coating : review of material systems and future perspectives," *Surface Engineering*, vol. 30, no. 6, pp. 369–95, 2014.
- [91] A. H. Pourmousa, *Wire-Arc Spraying System : Particle Production, Transport, and Deposition*. PhD thesis, University of Toronto, 2007.
- [92] G. Jandin, H. Liao, Z. Q. Feng, and C. Coddet, "Correlations between operating conditions, microstructure and mechanical properties of twin wire arc sprayed steel coatings," *Materials Science and Engineering A*, vol. 349, pp. 298–305, 2003.
- [93] Praxair Inc., *Praxair and TAFE Arc Spray High Carbon Steel Wire - 38T*.
- [94] W. Tillmann and M. Abdulgader, "Particle size distribution of the filling powder in cored wires : Its effect on arc behavior, in-flight particle behavior, and splat formation," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 21, no. 3-4, pp. 706–18, 2012.
- [95] J. J. Kaiser, E. A. Hayduk, Z. Zurecki, and R. B. Swan, "Electric arc spraying of reactive metals," Tech. Rep. US4992337 A, 1991.
- [96] L. Bratean, "Thermal spraying arc process with two dissimilar wires - quality tests," in *Procedia - Social and Behavioral Sciences*, pp. 1116–21, Elsevier, 2014.
- [97] Z. Zeng, N. Sakoda, and T. Tajiri, "Corrosion behavior of wire-arc-sprayed stainless steel coating on mild steel," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 15, no. 3, pp. 431–7, 2006.

- [98] B. Wielage, H. Pokhmurska, M. Student, V. Gvozdeckii, T. Stupnyckyj, and V. Pokhmurskii, "Iron-based coatings arc-sprayed with cored wires for applications at elevated temperatures," *Surface and Coatings Technology*, vol. 220, pp. 27–35, 2013.
- [99] S. Hoile, T. Rayment, P. S. Grant, and A. D. Roche, "Oxide formation in the sprayform tool process," *Material Science and Engineering A*, vol. 383, pp. 50–7, 2004.
- [100] S. Salavati, T. W. Coyle, and J. Mostaghimi, "Twin wire arc spray process modification for production of porous metallic coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 286, pp. 16–24, 2016.
- [101] C. K. Lin and C. C. Berndt, "Measurement and analysis of adhesion strength for thermally sprayed coatings," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 3, no. 1, pp. 75–104, 1994.
- [102] H. Herman and S. Sampath, "Thermal spray coatings," in *Metallurgical and Ceramic Protective Coatings* (K. H. Stern, ed.), ch. 10, pp. 261–89, Londres, RU : Chapman and Hall, 1996.
- [103] R. E. G. Rendall, J. I. Phillips, and K. A. Renton, "Death following exposure to fine particulate nickel from a metal arc process," *Annals of Occupational Hygiene*, vol. 38, no. 6, pp. 921–30, 1994.
- [104] A. P. Newbery and P. S. Grant, "Oxidation during electric arc spray forming of steel," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 178, pp. 259–69, 2006.
- [105] A. P. Newbery, T. Rayment, and P. S. Grant, "A particle image velocimetry investigation of in-flight and deposition behaviour of steel droplets during electric arc sprayforming," *Material Science and Engineering A*, vol. 383, pp. 137–45, 2004.
- [106] K. Pourang, C. Moreau, and A. Dolatabadi, "Effect of substrate and its shape on in-flight particle characteristics in suspension plasma spraying," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 25, no. 1-2, pp. 44–54, 2016.
- [107] R. S. C. Paredes, S. C. Amico, and A. S. C. M. d'Oliveira, "The effect of roughness and pre-heating of the substrate on the morphology of aluminium coatings deposited by thermal spraying," *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, no. 9, pp. 3049–55, 2006.
- [108] H. Begg, M. Riley, and H. de Villiers Lovelock, "Mechanization of the grit blasting process for thermal spray coating applications : A parameter study," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 25, no. 1-2, pp. 12–20, 2016.
- [109] A. T. T. Tran, M. M. Hyland, K. Shinoda, and S. Sampath, "Inhibition of molten droplet deposition by substrate surface hydroxides," *Surface and Coatings Technology*, vol. 206, pp. 1283–92, 2011.
- [110] S. Deshpande, A. Kulkarni, S. Sampath, and H. Herman, "Application of image analysis for characterization of porosity in thermal spray coatings and correlation with small angle neutron scattering," *Surface and Coatings Technology*, vol. 187, pp. 6–16, 2004.
- [111] E. Felder, "Dureté des corps et analyse qualitative," tech. rep., Techniques de l'ingénieur, 2005.
- [112] D. François, "Essais mécaniques des métaux," tech. rep., Techniques de l'ingénieur, 1984.
- [113] O. Maciejak and P. Aubert, "Mesure de dureté par nano-indentation," tech. rep., Techniques de l'ingénieur, 2007.
- [114] G. Sierra, P. Peyre, F. Deschaux-Beaume, D. Stuart, and G. Fras, "Steel to aluminium key-hole laser welding," *Material Science and Engineering A*, vol. 447, pp. 197–208, 2007.
- [115] W. Oliver and G. M. Pharr, "An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments," *Journal of Materials Research*, vol. 7, no. 6, pp. 1564–83, 1992.
- [116] W. Oliver and G. M. Pharr, "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and refinements to methodology," *Journal of Materials Research*, vol. 19, no. 1, pp. 3–20, 2004.
- [117] S. Kuroda and T. W. Clyne, "The quenching stress in thermally sprayed coatings," *Thin Solid Films*, vol. 200, pp. 49–66, 1991.
- [118] J. Lesage and D. Chicot, "Role of residual stresses on interface toughness of thermally sprayed coatings," *Thin Solid Films*, vol. 415, pp. 143–50, 2002.
- [119] M. Hadad, *Evaluation de l'adhérence et des contraintes résiduelles de revêtements obtenus par projection thermique*. PhD thesis, Université de Lille 1, 2010.

- [120] W. Luo, U. Selvadurai, and W. Tillmann, "Effect of residual stress on the wear resistance of thermal spray coatings," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 25, no. 1-2, pp. 321–30, 2016.
- [121] M. Sebastiani, G. Bolleli, L. Lusvarghi, P. P. Bandyopadhyay, and E. Bemporad, "High resolution residual stress measurement on amorphous and crystalline plasma-sprayed single-splats," *Surface and Coatings Technology*, vol. 206, pp. 4872–80, 2012.
- [122] J. Matejcek and S. Sampath, "Intrinsic residual stresses in single splats produced by thermal spray processes," *Acta Materialia*, vol. 49, pp. 1993–9, 2001.
- [123] P. Araujo, D. Chicot, M. Staia, and J. Lesage, "Residual stresses and adhesion of thermal spray coatings," *Surface Engineering*, vol. 21, no. 1, pp. 1–6, 2005.
- [124] J. Matejcek and S. Sampath, "In situ measurement of residual stresses and elastic moduli in thermal sprayed coatings. part ii : processing effects on properties of mo coatings," *Acta Materialia*, vol. 51, pp. 873–85, 2003.
- [125] C. Godoy, E. A. Souza, M. M. Lima, and J. C. A. Batista, "Correlation between residual stress and adhesion of plasma sprayed coatings : effects of a post-annealing treatment," *Thin Solid Films*, vol. 420-1, pp. 438–45, 2002.
- [126] H. L. Liao, B. Normand, and C. Coddet, "Influence of coating microstructure on the abrasive wear resistance of wc/co cermet coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 124, pp. 2123–30, 2000.
- [127] J. Matejcek and S. Sampath, "In situ measurement of residual stresses and elastic moduli in thermal sprayed coatings. part i : apparatus and analysis," *Acta Materialia*, vol. 51, pp. 636–72, 2003.
- [128] R. Gadow, M. J. Riegert-Escribano, and M. Buchmann, "Residual stress analysis in thermally sprayed layer composites, using the hole milling and drilling method," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 14, no. 1, pp. 100–8, 2005.
- [129] Z. Chen, K. Zhou, X. Lu, and Y. C. Lam, "A review on the mechanical methods for evaluating coating adhesion," *Acta Mechanica*, vol. 225, no. 2, pp. 431–52, 2014.
- [130] D. J. Greving, J. R. Shadley, and E. Rybicki, "Effects of coating thickness and residual stresses on the bond strength of astm c633-79 thermal spray coating test specimens," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 3, no. 4, pp. 371–8, 1994.
- [131] K. Bobzin, M. Öte, T. F. Linke, J. Sommer, and X. Liao, "Influence of process parameter on grit blasting as a pretreatment process for thermal spraying," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 25, no. 1-2, pp. 3–11, 2016.
- [132] S. S. Aulakh and G. Kaushal, "Substrate preparation and thermal spray coating performance - a review," in *Proceedings International Thermal Spray Conference 2016*, DVS Media, 2016.
- [133] S. Costil, H. Liao, A. Gammoudi, and C. Coddet, "Influence of surface laser cleaning combined with substrate preheating on the splat morphology," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 14, no. 1, pp. 31–8, 2005.
- [134] F. Kassabji, G. Jacq, and D. J. P., "Thermal spray applications for the next millenium : a business development perspective," in *Thermal Spray : Meeting the challenges of the 21st Century* (C. Coddet, ed.), pp. 1677–80, ASM International, Materials Park, OH, 1998.
- [135] Oerlikon metco, *Product Data Sheet - Metco SM-F210 Internal Plasma Spray Gun*.
- [136] K. Funatani, K. Kurosawa, P. A. Fabiyi, and M. F. Puz, "Improved engine performance via use of nickel ceramic composite coatings (ncc coat)," *SAE Technical Paper Series*, 2004.
- [137] S. Uozato, K. Nakata, and M. Ushio, "Evaluation of ferrous powder thermal spray coatings on diesel engine cylinder bores," *Surface and Coatings Technology*, vol. 200, no. 7, pp. 2580–6, 2005.
- [138] M. S. Kramer, L. E. Byrnes, and G. L. Holmes, "Method and apparatus for application of thermal spray coatings to engine blocks," Tech. Rep. US5271967 A, 1993.
- [139] M. R. Dorfman, J. E. Garcia, and B. A. Kushner, "Thermal spray method for coating cylinder bores for internal combustion engines," Tech. Rep. US5334235 A, 1994.
- [140] M. K. Kulekci, "Magnesium and its alloys applications in automotive industry," *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, vol. 39, no. 9-10, pp. 851–65, 2008.

- [141] M. Parco, L. Zhao, J. Zwick, K. Bobzin, and E. Lugscheider, "Investigation of hvof spraying on magnesium alloys," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, no. 6, pp. 3269–74, 2006.
- [142] D. R. Marantz, K. A. Kowalsky, J. R. Baughman, and D. J. Cook, "Plasma transferred wire arc thermal spray apparatus and method," Tech. Rep. US5808270 A, 1998.
- [143] J. R. Baughman, D. J. Cook, D. R. Marantz, and K. A. Kowalsky, "Plasma transferred wire arc thermal spray apparatus and method," Tech. Rep. US5938944 A, 1999.
- [144] G. Darut, H. Liao, C. Coddet, J.-M. Bordes, and M. Diaby, "Steel coating application for engine block bores by plasma transferred wire arc spraying process," *Surface and Coatings Technology*, vol. 268, pp. 115–22, 2015.
- [145] A. Edrisy, T. Perry, Y. T. Cheng, and A. T. Alpas, "Wear of thermal spray deposited low carbon steel coatings on aluminium alloys," *Wear*, vol. 251, no. 1, pp. 1023–33, 2001.
- [146] A. Edrisy and A. T. Alpas, "Microstructures an sliding wear resistances of 0.2 % carbon steel coatings deposited by hvof and ptwa thermal spray processes," *Thin Solid Films*, vol. 420, pp. 338–44, 2002.
- [147] A. Edrisy and A. T. Alpas, "Investigations of scuffing damages in aluminium engines with thermal spray coatings," *Wear*, vol. 259, no. 7, pp. 1056–62, 2005.
- [148] M. Hahn, R. Theissmann, B. Gleising, W. Dudzinski, and A. Fischer, "Microstructural alterations within thermal spray coatings during higly loaded diesel tests," *Wear*, vol. 267, no. 5, pp. 916–24, 2009.
- [149] M. Hahn and A. Fischer, "Characterization of thermal spray coatings for cylinder running surfaces of diesel engines," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 19, no. 5, pp. 866–72, 2009.
- [150] M. Hahn, C. Bauer, R. Theissmann, B. Gleising, W. Dudzinski, and A. Fischer, "The impact of microstructural alterations at spray coated cylinder running surfaces of diesel engines – findings from motor and laboratory benchmark tests," *Wear*, vol. 271, no. 9, pp. 2599–609, 2011.
- [151] J. P. Dunkerley, T. A. Friedrich, and G. Irons, "Apparatus for rotary spraying a metallic coating," Tech. Rep. US5908670 A, 1997.
- [152] R. Benary, "Arc thermal spray gun extension and gas jet member therefor," Tech. Rep. US6091042 A, 1998.
- [153] J. König, M. Lahres, and O. Methner, "Quality designed twin wire arc spraying of aluminium bores," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 24, no. 1-2, pp. 63–74, 2014.
- [154] Y. L. Zhu, H. L. Liao, C. Coddet, and B. S. Xu, "Characterization via image analysis of cross-over trajectories and inhomogeneity in twin wire arc spraying," *Surface and Coatings Technology*, vol. 162, pp. 301–8, 2003.
- [155] W. Tillmann, E. Vogli, and M. Abdulgader, "The correlation between the coating quality and the moving direction of the twin wire arc spraying gun," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 19, no. 1-2, pp. 409–21, 2010.
- [156] N. Ashgriz and A. L. Yarin, "Capillary instability of free liquid jets," in *Handbook of atomization and sprays : theory and applications* (N. Ashgriz, ed.), pp. 145–56, New-York, NY, USA : Springer Science & Business Media, 2011.
- [157] J. Amson and G. R. Salter, "An analysis of the gas-shielded consumable metal arc welding system," *British Welding Journal*, vol. 41, no. 4, pp. 232–249, 1962.
- [158] G. Rudinger, *Fundamentals of gas-particle flow*, ch. Relaxation processes, pp. 19–39. New-York, USA : Elsevier Scientific Publishing Company, 1980.
- [159] N. Dombrowski and W. R. Johns, "The aerodynamic instability and disintegration of viscous liquid sheets," *Chemical Engineering Science*, vol. 18, pp. 203–14, 1963.
- [160] M. Martinez Celis, *Transformation de phases et comportement à l'oxydation d'alliages Fe-Al*. PhD thesis, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2007.
- [161] R. M. Cornell and U. Schwertmann, *The iron oxides : structure, properties, reactions, occurences and uses*, ch. Introduction to the iron oxides. Chichester, England : John Wiley And Sons Ltd, 2003.
- [162] National Institutes of Health, *ImageJ User Guide - IJ 1.46r*.

- [163] T. Watanabe, X. Wang, J. Heberlein, E. Pfender, and W. Herwig, "Voltage and current fluctuations in wire arc spraying as indications for coating properties," in *Thermal Spray : Practical Solutions for Engineering Problems* (C. Berndt, ed.), pp. 577–83, ASM International, Materials Park, OH, 1996.
- [164] T. Tanaka and S. Hara, "Application of thermodynamic databases to evaluation of interfacial tension between liquid steels and molten slags," *Zeitschrift für Metallkunde*, vol. 90, no. 5, pp. 348–54, 1999.
- [165] S. Michelin, S. G. L. Smith, and B. J. Glover, "Vortex shedding model of a flapping flag," *Journal of Fluid Mechanics*, vol. 617, pp. 1–10, 2008.
- [166] D. R. Guildenbecher, C. Lopez-Rivera, and P. E. Sojka, "Droplet deformation and breakup," in *Handbook of atomization and sprays : theory and applications* (N. Ashgriz, ed.), pp. 145–56, New-York, NY, USA : Springer Science & Business Media, 2011.
- [167] P. Gonzalez-Tello, F. Camacho, J. M. Vicaria, and P. A. Gonzalez, "A modified nukiyama-tanasawa distribution function and a rosin-rammler model for the particle-size-disribution analysis," *Powder Technology*, vol. 186, no. 3, pp. 278–81, 2008.
- [168] C.-J. Li, H. L. Liao, P. Gougeon, G. Montavon, and C. Coddet, "Experimental determination of the relationship between flattening degree and reynolds number for spray molten droplets," *Surface and Coatings Technology*, vol. 191, pp. 375–83, 2005.
- [169] M. F. Morks, Y. Tsunekawa, M. Okumiya, and M. A. Shoeib, "Splat morphology and microstructure of plasma sprayed cast iron with different preheat substrate temperatures," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 11, no. 2, pp. 226–32, 2002.
- [170] A. Abedini, A. Pourmousa, S. Chandra, and J. Mostaghimi, "Effect of substrate temperature on the properties of coatings and splats deposited by wire arc spraying," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, no. 6, pp. 3350–8, 2006.
- [171] T. Bennett and D. Poulikakos, "Heat transfer aspects of splat-quench solidification : modelling and experiment," *Journal of Materials Science*, vol. 29, no. 8, pp. 2025–39, 1994.
- [172] K. Bobzin, F. Ernst, J. Zwick, T. Schlaefer, D. Cook, K. Nassenstein, A. Schwenk, F. Schreiber, T. Wenz, G. Flores, and M. Hahn, "Coating bores of light metal engine blocks with a nanocomposite material using the plasma transferred wire arc thermal spray process," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 17, no. 3, pp. 344–51, 2008.
- [173] S. M. Hosseini, A. Najafizadeh, and A. Kermanpur, "Producing the nano/ultrafine grained low carbon steel by martensite process using plane strain compression," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 211, no. 2, pp. 230–6, 2011.
- [174] E. Weck and E. Leistner, *Metallographic instructions for colour etching by immersion Part II : Beraha colour etchants and their different variants*, vol. 77. Deutscher Verlag für Schweißtechnik, Düsseldorf, Allemagne, 1983.
- [175] T. Baudin, "Analyse ebsd - principe et cartographies d'orientations," tech. rep., Techniques de l'ingénieur, 2010.
- [176] K. Yang, M. Fukumoto, T. Yasui, and M. Yamada, "Role of substrate temperature on microstructure formation in plasma-sprayed splats," *Surface and Coatings Technology*, vol. 214, pp. 138–43, 2013.
- [177] G. Auclair, A. Badard, J. Béguinot, J. Bellus, P. Bocquet, J.-G. Brisson, F. Chenou, J. Choné, L. Cou-dreuse, M. François, J.-C. Gagnepain, M. Hergesheimer, M. Jallon, A. Lefort, C. Pichard, and G. Pierson, "Les grandes familles d'aciers spéciaux," in *Les aciers spéciaux* (G. Béranger, G. Henry, G. Labbe, and P. Soullignac, eds.), pp. 21–74, Paris, France : Technique & Documentation, 1997.
- [178] Institut de recherches de la sidérurgie française, *Atlas des courbes de transformation des aciers de fabrication française*.
- [179] SECOSAR, *Aciers de traitement alliés*.
- [180] S. Sampath and H. Herman, "Rapid solidification and microstructure development during plasma spray deposition," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 5, no. 4, pp. 445–56, 1996.
- [181] L. Ryde, "Application of ebsd to analysis of microstructures in commercial steels," *Materials Science and Technology*, vol. 22, no. 11, pp. 1297–306, 2006.

- [182] S. Zajac, V. Schwinn, and K. H. Tacke, "Characterisation and quantification of complex bainitic microstructures in high and ultra-high strength linepipe steels," *Materials Science Forum*, vol. 500, pp. 387–94, 2005.
- [183] "Development of an electric arc sprayed self lubricating coating," in *Thermal Spray : Meeting the challenges of the 21st Century* (C. Coddet, ed.), pp. 263–8, ASM International, Materials Park, OH, 1998.
- [184] D. Kaplan and G. Murry, "Les phénomènes thermiques, métallurgiques et mécaniques dans la zone affectée par la chaleur en soudage," in *Métallurgie et mécanique du soudage* (R. Blondeau, ed.), pp. 109–51, Paris, France : Lavoisier, 2001.
- [185] G. Béranger and J.-H. Schmitt, "Structures cristallographiques et diagrammes d'équilibre," in *Les aciers spéciaux* (G. Béranger, G. Henry, G. Labbe, and P. Soullignac, eds.), pp. 81–117, Paris, France : Technique & Documentation, 1997.
- [186] R. M. Cleveland and A. K. Ghosh, "Inelastic effects on springback in metals," *International Journal of Plasticity*, vol. 18, no. 5, pp. 769–85, 2002.
- [187] H. Y. Yu, "Variation of elastic modulus during plastic deformation and its influence on springback," *Materials and Design*, vol. 30, no. 3, pp. 846–50, 2009.
- [188] A. Mathieu, S. Pontevicci, J.-C. Viala, E. Cicala, S. Matteï, and D. Grevey, "Laser brazing of a steel/aluminium assembly with hot filler wire (88 % al, 12 % si)," *Material Science and Engineering A*, vol. 435, pp. 19–28, 2006.
- [189] B. Vautherin, *Elaboration par projection plasma réactive sous très basse pression de dépôts de matériaux dans le système Aluminium-Titane-Azote*. PhD thesis, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2014.
- [190] M. Pillet, *Les plans d'expériences par la méthode TAGUCHI*. Paris, France : Les éditions d'organisation, 1997.
- [191] C. Pierlot, L. Pawlowski, M. Bigan, and P. Chagnon, "Design of experiments in thermal spraying : A review," *Surface and Coatings Technology*, vol. 202, pp. 4483–90, 2008.
- [192] J. Goupy, *Plans d'expériences pour surfaces de réponse*. Paris, France : DUNOD, 1999.
- [193] M. F. Ashby and H. Chercliff, *Matériaux, Ingénierie Science Traitement et Design*. Lausanne, Suisse : Presses polytechniques et universitaires romandes, 2013.
- [194] Z. Zhao, D. Poulidakos, and J. Fukai, "Heat transfer and fluid dynamics during the collision of a liquid droplet on a substrate - i. modeling," *Int. J. Heat Mass Transfer*, vol. 39, no. 13, pp. 2771–89, 1996.
- [195] SAF Air Liquide Welding, *Fiche de Données de Sécurité Nertalic 70s*.
- [196] G. Mauer, R. Vassen, and D. Stöver, "Comparison and applications of dpv-2000 and accuraspray-g3 diagnostics systems," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 16, no. 3, pp. 414–24, 2007.
- [197] P. Ferdinand, "Thermomètres à fibre optique sans contact : pyromètres," tech. rep., Techniques de l'ingénieur, 2003.
- [198] G. Montavon, C. Coddet, C. C. Berndt, and S.-H. Leigh, "Microstructural index to quantify thermal spray deposit microstructures using image analysis," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 7, no. 2, pp. 229–41, 1998.
- [199] D. Ceotto, "Thermal diffusivity, viscosity and prandtl number for molten iron and low carbon steel," *High Temperature*, vol. 51, no. 1, pp. 131–4, 2013.
- [200] C. Escure, M. Vardelle, and P. Fauchais, "Experimental and theoretical study of the impact of alumina droplet on cold and hot substrates," *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, vol. 23, no. 2, pp. 185–221, 2003.
- [201] C. Moreau, P. Gougeon, and M. Lamontagne, "Influence of substrate preparation on the flattening and cooling of plasma-sprayed particles," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 4, no. 1, pp. 25–33, 1995.
- [202] K. Yang, M. Fukumoto, T. Yasui, and M. Yamada, "Study of substrate preheating on flattening behavior of thermal-sprayed copper particles," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 19, no. 6, pp. 1195–1205, 2010.

- [203] M. F. Bahbou and P. Nylén, "Relationship between surface topography parameters and adhesion strength for plasma spraying," in *ITSC 2005 : Thermal Spray connects : Explore its surfacing potential !*, pp. 1027–31, DVS Media, 2005.
- [204] M. Fukumoto, I. Ohgitani, H. Nagai, and T. Yasni, "Effect of substrate surface change by heating on flattening behavior of thermal sprayed particles," in *ITSC 2005 : Thermal Spray connects : Explore its surfacing potential !*, pp. 2–4, DVS Media, 2005.
- [205] M. Verdier, *Caractérisation et développement du procédé PROTAL®. Le couplage d'un laser impulsif et d'une torche de projection thermique pour un procédé de traitement de surface efficace et respectueux de l'environnement*. PhD thesis, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2001.
- [206] C. Coddet, G. Montavon, S. Ayrault-Costil, O. Freneaux, F. Rigolet, G. Barbezat, F. Folio, A. Diard, and P. Wazen, "Surface preparation and thermal spray in a single step : The protal process-example of application for an aluminium-base substrate," *Journal of Thermal Spray Technology*, vol. 5, no. 2, pp. 235–42, 1999.
- [207] J. Païdassi, "Sur l'oxydation du protoxyde de fer dans l'air dans l'intervalle 600-1350 °c," *Acta Metallurgica*, vol. 6, no. 3, pp. 219–21, 1958.
- [208] J. Païdassi and J. Lopez, "Sur quelques particularités de l'oxydation e la magnétite dans l'air dans l'intervalle 400-1350 °c," *Acta Metallurgica*, vol. 6, no. 3, pp. 221–3, 1958.
- [209] D. Choullier, *Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés à la torche à plasma. Modélisation et utilisation d'un test d'indentation*. PhD thesis, Université de Technologie de Compiègne, 1989.
- [210] G. Marot, J. Lesage, P. Démarécaux, M. Hadad, S. Siegmann, and M. H. Staia, "Interfacial indentation and shear tests to determine the adhesion of thermal spray coatings," *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, no. 5, pp. 2080–5, 2006.
- [211] J. M. Boileau and J. E. Allison, "The effect of solidification time and heat treatment on the fatigue properties of a cast 319 aluminium alloy," *Metallurgical and materials transactions*, vol. 34, no. 9, pp. 1807–20, 2003.
- [212] L. Gao, Y. Harada, and S. Kumai, "Microstructural characterization of aluminium alloys using weck's reagent, part i : Applications," *Materials Characterization*, vol. 107, pp. 426–33, 2015.
- [213] L. Gao, Y. Harada, and S. Kumai, "Microstructural characterization of aluminium alloys using weck's reagent, part ii : Coloring mechanism," *Materials Characterization*, vol. 107, pp. 425–52, 2015.
- [214] A. Lallemand, "Ecoulement des fluides - dynamique des fluides réels," tech. rep., Techniques de l'ingénieur, 2015.
- [215] J. Ruste, "Microscopie électronique à balayage - principe et équipement," tech. rep., Techniques de l'ingénieur, 2013.
- [216] C. K. Lin and C. C. Berndt, "Statistical analysis of microhardness variations in thermal spray coatings," *Journal of Materials Science*, vol. 30, no. 11, pp. 111–7, 1995.
- [217] W. Weibull, "A statistical distribution function of wide applicability," *Journal of Applied Mechanics*, vol. 18, no. 13, pp. 293–7, 1951.
- [218] B. Bergman, "On the estimation of the weibull modulus," *Journal of Materials Science Letters*, vol. 3, no. 18, pp. 689–92, 1984.



---

## Table des matières

---

<b>Sommaire</b>	<b>ix</b>
<b>Nomenclature</b>	<b>xii</b>
<b>Glossaire</b>	<b>xiv</b>
<b>1 Introduction à la projection thermique et état de l'art</b>	<b>5</b>
1.1 Historique de la projection thermique . . . . .	6
1.1.1 Définition d'une surface et de l'ingénierie de surface . . . . .	6
1.1.2 Genèse et définition de la technologie . . . . .	6
1.2 Les différents procédés de projection thermique . . . . .	7
1.2.1 Les projections à la flamme . . . . .	9
1.2.2 La projection plasma atmosphérique . . . . .	10
1.2.3 Les déclinaisons de la projection plasma . . . . .	11
1.2.4 La projection à froid . . . . .	12
1.2.5 La projection arc-fil . . . . .	13
1.3 Propriétés usuelles des revêtements . . . . .	17
1.3.1 Microstructure . . . . .	17
1.3.2 Dureté . . . . .	20
1.3.3 Contraintes résiduelles . . . . .	21
1.4 Adhérence et préparation de surface . . . . .	23
1.4.1 Les mécanismes d'adhérence . . . . .	24
1.4.2 Influence des contraintes résiduelles sur l'adhérence . . . . .	26
1.4.3 Différents procédés de préparation de surface . . . . .	27
1.5 Application de la projection thermique pour le dépôt de revêtements sur la paroi interne de cylindres . . . . .	29
1.5.1 Plasma et HVOF . . . . .	29
1.5.2 Plasma Transferred Wire Arc - PTWA . . . . .	31
1.5.3 Adaptations du procédé Arc-Fil . . . . .	32
1.5.3.1 Adaptations commerciales . . . . .	33
1.5.3.2 Torche de projection Arc-Fil rotatif LERMPS . . . . .	34
1.5.3.3 Lichtbogendrahtspritzen - LDS® . . . . .	34
1.5.3.4 Microstructures des revêtements obtenus par projection à l'arc-fil rotatif . . . . .	35
1.5.3.5 Emploi des adaptations de la technologie arc-fil dans les travaux présentés . . . . .	36
<b>2 Comportement des particules</b>	<b>37</b>
2.1 Introduction . . . . .	38
2.2 Bibliographie sur les mécanismes de génération du faisceau de particules . . . . .	38
2.2.1 L'atomisation primaire . . . . .	38

2.2.2	Interactions flux de gaz-particules . . . . .	40
2.2.3	Forces mises en jeu lors de l'atomisation primaire . . . . .	41
2.2.4	L'atomisation secondaire . . . . .	42
2.2.5	Oxydation des particules en vol . . . . .	43
2.2.6	Morphologie du faisceau de particules . . . . .	43
2.3	Méthodes Expérimentales . . . . .	44
2.3.1	Modification de la torche de projection arc-fil pour cylindres LERMPS . . . . .	45
2.3.2	Observation du comportement de l'atomisation primaire . . . . .	45
2.3.2.1	Dispositif expérimental . . . . .	45
2.3.2.2	Définition du plan d'expérience . . . . .	46
2.3.3	Mise en évidence des phénomènes de seconde atomisation . . . . .	48
2.4	Mécanismes d'atomisation primaire - Atomisation des fils . . . . .	49
2.4.1	Observations des clichés SprayCam . . . . .	49
2.4.2	Influences des paramètres - Analyse du plan d'expérience . . . . .	52
2.4.2.1	Méthode d'analyse des résultats . . . . .	52
2.4.2.2	Résultats sur le diamètre équivalent . . . . .	53
2.4.2.3	Interprétation des résultats sur le diamètre équivalent . . . . .	54
2.4.2.4	Résultats sur la répartition spatiale des particules . . . . .	57
2.4.2.5	Interprétation des résultats sur la répartition spatiale des particules . . . . .	57
2.4.3	Conclusions sur les mécanismes d'atomisation primaire . . . . .	63
2.5	Mécanismes d'atomisation secondaire . . . . .	63
2.5.1	Résultats expérimentaux . . . . .	64
2.5.2	Analyse des résultats . . . . .	65
2.5.2.1	Observations . . . . .	65
2.5.2.2	Détermination de la contribution de chacun des fils aux granulométries observées . . . . .	67
2.5.3	Influences des paramètres opératoires . . . . .	70
2.5.4	Observation des oxydes dans les particules . . . . .	73
2.5.4.1	Observations des phases d'oxydes dans les particules collectées dans l'eau . . . . .	73
2.5.4.2	Mécanismes de refroidissement des particules . . . . .	73
2.5.4.3	Observation des phases d'oxydes dans les particules collectées dans la paraffine . . . . .	75
2.5.4.4	Influences sur les mesures de granulométries . . . . .	75
2.5.5	Conclusions sur les mécanismes d'atomisation secondaire . . . . .	76
2.6	Conclusion . . . . .	76
<b>3</b>	<b>Mécanismes de dépôt des revêtements</b> . . . . .	<b>77</b>
3.1	Introduction . . . . .	78
3.2	Bibliographie sur les interactions particules-substrat . . . . .	78
3.2.1	Définition du coefficient d'étalement . . . . .	78
3.2.2	Échanges thermiques et solidification . . . . .	80
3.2.2.1	Échanges thermiques . . . . .	80
3.2.3	Réaction du substrat et interface . . . . .	81
3.3	Méthodes expérimentales . . . . .	82
3.3.1	Étalement et refroidissement des particules . . . . .	82
3.3.1.1	Simulations des échanges thermiques . . . . .	83
3.3.1.2	Montage expérimental pour la collecte des lamelles . . . . .	83
3.3.2	Phases métallurgiques des revêtements . . . . .	84
3.3.2.1	Observation par attaque métallographique . . . . .	84
3.3.2.2	Cartographies de phases par la technique EBSD . . . . .	85
3.3.3	Propriétés mécaniques locales des revêtements . . . . .	87
3.4	Comportement à l'étalement des particules . . . . .	89
3.4.1	Résultats des simulations . . . . .	89
3.4.2	Observations des lamelles . . . . .	90
3.4.2.1	Sur substrat en aluminium . . . . .	90
3.4.2.2	Sur substrat en AlSi9Cu3 . . . . .	91

3.4.2.3	Sur substrat en 2017A . . . . .	91
3.4.2.4	Sur substrat en Cuivre . . . . .	91
3.4.2.5	Sur substrat en Laiton . . . . .	93
3.4.2.6	Discussions sur les collectes de lamelles . . . . .	93
3.4.3	Conclusions sur le comportement à l'étalement des lamelles . . . . .	94
3.5	Phases cristallines des dépôts . . . . .	95
3.5.1	Analyse de composition . . . . .	95
3.5.1.1	Analyse de phases par Diffraction des rayons X . . . . .	99
3.5.2	Observations métallographiques des revêtements . . . . .	99
3.5.2.1	Variations de structures cristallines dans l'épaisseur . . . . .	99
3.5.2.2	Analyse des phases à proximité de l'interface . . . . .	103
3.5.2.3	Analyse des phases à proximité de la surface du revêtement . . . . .	110
3.5.2.4	Analyse de la surface du revêtement . . . . .	115
3.5.3	Analyses complémentaires . . . . .	116
3.5.3.1	Analyses des grains composant les lamelles du revêtement à proximité de l'interface . . . . .	116
3.5.3.2	Analyse sur la continuité des phases entre lamelles successives . . . . .	117
3.5.3.3	Discussion sur les analyses des réseaux cristallins . . . . .	118
3.5.4	Variation des propriétés mécaniques . . . . .	119
3.5.5	Conclusions sur les phases cristallines et propriétés mécaniques des revêtements . . . . .	121
3.6	Observations de l'interface dépôt - substrat . . . . .	122
3.7	Conclusion . . . . .	126
<b>4</b>	<b>Exploitation industrielle de la technologie arc-fil dans les cylindres</b> . . . . .	<b>127</b>
4.1	Introduction . . . . .	128
4.2	Bibliographie . . . . .	128
4.2.1	Les plans expérimentaux appliqués à la projection thermique . . . . .	128
4.3	Méthodes expérimentales . . . . .	130
4.3.1	Choix de l'alliage d'aluminium pour les tubes . . . . .	130
4.3.1.1	Description de la problématique . . . . .	130
4.3.1.2	Introduction à la méthode de sélection des matériaux d'Ashby . . . . .	130
4.3.1.3	Identification des propriétés importantes . . . . .	131
4.3.1.4	Sélection de l'alliage d'aluminium corroyé adéquat . . . . .	133
4.3.2	Plan expérimental sur l'influence des paramètres de projection de la torche LERMPS sur les propriétés des revêtements . . . . .	134
4.3.2.1	Définition des conditions opératoires et du plan expérimental . . . . .	134
4.3.2.2	Caractérisation des échantillons . . . . .	136
4.4	Résultats et Discussions . . . . .	139
4.4.1	Méthode de calcul des effets . . . . .	141
4.4.2	Effets sur les propriétés des particules en vol . . . . .	141
4.4.2.1	Effets du débit de gaz . . . . .	142
4.4.2.2	Effets de la tension . . . . .	143
4.4.2.3	Effets de l'intensité . . . . .	143
4.4.3	Effets sur les critères d'épaisseurs . . . . .	143
4.4.3.1	Effets du débit . . . . .	144
4.4.3.2	Effets de la tension . . . . .	144
4.4.3.3	Effets de l'intensité . . . . .	144
4.4.3.4	Effets de la vitesse relative de la torche . . . . .	145
4.4.4	Effets sur les porosités . . . . .	145
4.4.4.1	Effets du débit de gaz . . . . .	145
4.4.4.2	Effets de la tension . . . . .	146
4.4.5	Effets sur la dureté . . . . .	147
4.4.5.1	Application de la méthode statistique de Weibull . . . . .	147
4.4.6	Effets sur l'adhérence . . . . .	148
4.4.6.1	Effets du débit de gaz . . . . .	148
4.4.6.2	Effets de l'intensité et de la vitesse de torche . . . . .	148

4.4.7	Variation des propriétés sur la hauteur des tubes - Influence des conditions environnementales . . . . .	149
4.5	Conclusions . . . . .	150
<b>5</b>	<b>Ouverture sur une optimisation du procédé par gravure LASER</b>	<b>153</b>
5.1	Introduction . . . . .	154
5.2	Optimisation de la surface par gravure LASER . . . . .	154
5.2.1	Introduction . . . . .	154
5.3	Bibliographie . . . . .	154
5.3.1	Relation entre préparation de surface et propriétés du revêtement . . . . .	154
5.3.2	Le LASER - Outil de préparation de surface des substrats . . . . .	155
5.4	Essais préliminaires . . . . .	156
5.5	Méthodes des plans expérimentaux . . . . .	157
5.5.1	Gravure de motifs par LASER sur la paroi interne de tubes . . . . .	157
5.5.2	Mesure de l'adhérence d'un dépôt . . . . .	159
5.6	Résultats des plans expérimentaux . . . . .	159
5.6.1	Analyse du plan d'expérience sur la répétition de trous . . . . .	160
5.6.2	Observations sur le plan d'expérience sur les sillons . . . . .	160
5.6.3	Observations des interactions entre le faisceau LASER et les alliages d'aluminium . . . . .	161
5.6.3.1	Interactions avec l'alliage AlSi9Cu3 . . . . .	161
5.6.3.2	Interactions avec l'alliage 2017A . . . . .	162
5.7	Discussions et Conclusions . . . . .	162
<b>A</b>	<b>Définition des nombres adimensionnés</b>	<b>167</b>
<b>B</b>	<b>Introduction aux plans expérimentaux</b>	<b>171</b>
B.1	Définition du domaine d'exploitation . . . . .	171
B.2	Définition d'une interaction et ordre des effets . . . . .	171
B.3	Notion d'orthogonalité des plans expérimentaux . . . . .	172
B.4	Méthode de construction des plans expérimentaux fractionnaires . . . . .	173
B.5	Mise en œuvre d'un plan expérimental pour surfaces de réponses . . . . .	174
B.5.1	Définition d'un plan expérimental pour surface de réponse . . . . .	174
B.5.2	Détermination du modèle mathématique et du domaine d'exploitation . . . . .	174
B.5.3	Variances du plan d'expérience . . . . .	175
B.6	Plans expérimentaux pour surfaces de réponse . . . . .	177
B.6.1	Plans Box-Behnken . . . . .	177
B.6.2	Plans D-Optimaux . . . . .	178
<b>C</b>	<b>Microscopie Électronique à Balayage</b>	<b>179</b>
C.1	Principe de la microscopie électronique à balayage . . . . .	179
C.2	Interactions électrons-matière . . . . .	179
<b>D</b>	<b>Analyse de granulométries</b>	<b>181</b>
<b>E</b>	<b>Analyse de distributions statistiques par la méthode de Weibull</b>	<b>183</b>
	<b>Table des figures</b>	<b>192</b>
	<b>Liste des tableaux</b>	<b>193</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>205</b>



## Résumé :

Le contexte du marché automobile actuel est conditionné par deux facteurs principaux : la prise de conscience de l'impact sur l'écologie de ce mode de transport et une concurrence mondiale exacerbée. Ainsi, de nombreuses études soulignent l'intérêt de concevoir des moteurs dont le ratio puissance sur masse soit maximisé (Down Sizing).

Ainsi les carters-cylindres traditionnellement réalisés en fonte pour des raisons de comportement tribologique sont reconçus pour être fabriqués à partir d'alliages d'aluminium. Ces derniers apportent un gain de masse au groupe motopropulseur mais présentent de piètres propriétés tribologiques. Pour pallier ce défaut, des chemises en fonte sont généralement insérées dans les blocs lors de leur coulée. Toutefois cette solution n'est pas optimale et les procédés de projection thermique sont de plus en plus mis en oeuvre pour remplacer ces chemises par une mince couche protectrice qui sera en contact avec les segments.

Dans ce contexte ce travail se focalise sur l'application du procédé de projection thermique arc-fil rotatif pour le dépôt de revêtements en acier sur la paroi interne des fûts de carters-cylindres. L'objectif principal est de contribuer à cerner les mécanismes physiques reliant les paramètres de projection et les propriétés des revêtements. Des investigations ont été menées sur les différentes étapes de la vie des particules : les mécanismes d'atomisation ont été observés et quantifiés, les comportements à l'étalement des particules et les modes de refroidissement des lamelles ont été déterminés au moyen d'analyses des phases cristallines et les effets des paramètres opératoires sur la structure des dépôts ont été évalués. L'ensemble apporte ainsi de nouveaux éléments pour la maîtrise de l'application de la projection thermique à l'arc-fil en milieu confiné et des pistes sont proposées pour optimiser les propriétés des dépôts.

**Mots-clés :** Revêtements, Projection Arc-Fil, Cylindres

## Abstract:

The current automotive market's context is conditioned by two main factors : the rising awareness of the environmental impact of this transportation mode and a strong competition between automakers at the world level. Thus, many studies already underlined the relevance of the « down sizing » of the engine blocks.

Thus, cylinders-blocks, traditionally made from cast iron given its excellent tribological behavior and low cost, are now designed with hypoeutectic aluminium-silicon cast alloys. However, the weight reduction brought by these alloys is counteracted by their poor tribological properties. Therefore, Thermal spray processes are more and more solicited to address this issue with the application of thin protective coatings on the working surfaces of the cylinders-blocks.

In this frame, the present work was focused on the application of steel coatings on the bores' inner walls of cylinder blocks using the rotative twin-wire arc spray process. The main objective was to contribute to the understanding of physical mechanisms linking the spray parameters and the coating properties. Every stages of particles' life were thus investigated : the atomization mechanisms were observed and quantified, particles' spreading and cooling behaviours were determined by mean of crystallographic examinations and process parameters' effects on coating structure were estimated. Globally, this document provides new elements contributing to the understanding and the control of the process and solutions are proposed to raise the coatings properties.

**Keywords:** Coatings, Twin Wire Arc, Bores

