



**HAL**  
open science

# Elaboration et caractérisation de revêtements base Ni, obtenus par projection, pour outils de coupe agricoles

Thibaut Perrin

## ► To cite this version:

Thibaut Perrin. Elaboration et caractérisation de revêtements base Ni, obtenus par projection, pour outils de coupe agricoles. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université de Technologie de Troyes, 2021. Français. NNT : 2021TROY0016 . tel-03808762

**HAL Id: tel-03808762**

**<https://theses.hal.science/tel-03808762v1>**

Submitted on 10 Oct 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.

Thèse  
de doctorat  
de l'UTT

**Thibaut PERRIN**

**Elaboration et caractérisation  
de revêtements base Ni,  
obtenus par projection,  
pour outils de coupe agricoles**

**Champ disciplinaire :**  
Sciences pour l'Ingénieur

2021TROY0016

Année 2021

---

---

**THESE**  
*pour l'obtention du grade de*  
**DOCTEUR**  
**de l'UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE TROYES**  
**en SCIENCES POUR L'INGENIEUR**

**Spécialité : MATERIAUX, MECANIQUE, OPTIQUE, NANOTECHNOLOGIE**

*présentée et soutenue par*

**Thibaut PERRIN**

*le 1<sup>er</sup> juin 2021*

---

---

**Elaboration et caractérisation de revêtements base Ni,  
obtenus par projection, pour outils de coupe agricoles**

---

---

**JURY**

Mme Sophie COSTIL	PROFESSEURE DES UNIVERSITES	Présidente
M. Rodolphe BOLOT	PROFESSEUR DES UNIVERSITES	Rapporteur
M. Pierre-Jean MÉAUSOONE	PROFESSEUR DES UNIVERSITES	Rapporteur
M. Sofiane ACHACHE	DOCTEUR, INGENIEUR DE RECHRCHE UTT	Directeur de thèse
M. Frédéric SANCHETTE	PROFESSEUR DES UNIVERSITES	Directeur de thèse

**Personnalité invitée**

M. Jean-Luc DEGUY                      PRESIDENT DEGUY - CONGE



Je dédie ce manuscrit à **Milo**,  
qui a su me transmettre sa passion  
pour le travail du métal.

## Résumé

Sous l'impulsion du développement technologique et démographique, les exploitations agricoles ont évolué et les équipements agricoles se sont perfectionnés. Les machines sont fortement sollicitées et les opérations de maintenance limitées. Les outils de coupe étant des pièces d'usure, leur durabilité est devenue un enjeu stratégique. L'application d'un revêtement Cermet (céramique - métal) est alors largement utilisée industriellement, notamment par projection flamme - poudre. Dans une optique d'amélioration de la performance des outils, cette étude vise à augmenter la résistance et la durée de vie de ce revêtement. La technologie de rechargement laser, qui permet d'appliquer des revêtements à forte teneur en carbure (renfort) dans le revêtement à base de nickel, présente un fort potentiel. Un comparatif est réalisé entre les deux technologies de dépôt, puis, une étude paramétrique est menée sur la poudre appliquée par rechargement laser. Les effets de la composition de la matrice NiCrBSi, de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène, de sa proportion massique et de sa granulométrie sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques, tribologiques et fonctionnelles des revêtements sont étudiés. La technologie laser prévient la décarburation des carbures, affine la structure de la matrice et favorise la précipitation de phases intermétalliques par rapport à la projection flamme - poudre sans amélioration claire de la résistance du dépôt. L'étude paramétrique a montré que l'utilisation d'une poudre de carbure dense et dure, une teneur massique en carbure de 50 % et une granulométrie fine améliore la résistance du revêtement lors des essais de frottement et de coupe.

## Abstract

Driven by technological and demographic development, farms have evolved and agricultural equipment has improved. The machines are heavily used and maintenance operations are limited. As cutting tools are wearing parts, their durability has become a strategic issue. The application of Cermet composite coating is then widely used industrially, in particular by flame-powder spraying. To improve the performance of the tools, this study aims to increase the resistance of this coating to the degradation mechanisms. The laser cladding technology which can applying coatings with high carbide content has great potential. A comparison is made between the two deposition technologies, then a parametric study is carried out on the powder applied by laser cladding. The effect of the composition of the NiCrBSi matrix, the bulk density of the tungsten carbide powder, its mass ratio and its particle size are studied on the physicochemical, mechanical, tribological and functional properties of the coatings. Laser technology prevents carbide decarburization, refines the matrix structure and promotes intermetallic phase precipitation over flame - powder spraying without a clear improvement in deposit strength. The parametric study showed that the use of a dense and hard carbide powder, a carbide mass content of 50% and a fine particle size improves the resistance of the coating during friction and cutting tests.

# Remerciements

Ce manuscrit est le résultat d'un long travail de collaboration étroite entre un acteur industriel et une équipe de recherche. Il me tient alors à cœur d'exprimer ma reconnaissance et ma gratitude à toutes celles et ceux qui ont joué un rôle, de près ou de loin, dans l'aboutissement de ce manuscrit.

Je tiens à tout d'abord à remercier l'entreprise Deguy - Conge, qui m'a accordé sa confiance pour la réalisation de ce projet d'importance stratégique quant à son développement futur. J'exprime ainsi toute ma reconnaissance à **M. Jean - Luc DEGUY** qui a su me donner la latitude nécessaire à l'aboutissement de cette étude, sa patience et son soutien. J'adresse mes remerciements les plus sincères à mes directeurs de thèse **M. Frédéric SANCHETTE** et **M. Sofiane ACHACHE** sans qui ce projet n'aurait pas pu voir le jour. Je remercie **Frédéric SANCHETTE** pour son expertise, sa rigueur et sa patience qui ont permis d'aboutir à ce manuscrit après de longues heures de travail à distance. Merci également à **Sofiane ACHACHE** qui s'est montré pragmatique et disponible, tant pour la mise en œuvre expérimentale que le traitement des données.

Mes remerciements à **M. Pierre - Jean MEAUSOONE** et **Mr Rodolphe BOLOT** qui me font l'honneur d'être les rapporteurs de ce manuscrit. Je remercie particulièrement **M. Pierre - Jean MEAUSOONE** de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire pour la caractérisation fonctionnelle de mes revêtements sur le banc TEEMO et la qualité des échanges que nous avons eu. Je remercie également **Mme Sophie COSTIL** jury qui a accepté d'examiner ce manuscrit.

Je tiens à remercier vivement tous les membres de l'antenne de Nogent d'avoir participé à la création d'une ambiance de travail chaleureuse. Un grand merci à **Mme Marie LECOMTE** pour son efficacité dans la gestion administrative, sa disponibilité et son soutien dans les moments difficiles. Je remercie **Mme Sandrine SANCHETTE** pour sa compréhension et capacité à remotiver dans les moments de doute. Je remercie vivement **Mme Fanny PERROT**, alias Fanouche, pour sa présence et sa joie de vivre qui ont adouci mes journées de travail. Enfin, je remercie **M. Fabrice PARENT** et **M. Mohammed ELGARRAH** pour leurs sympathies.

Mes remerciements à tous les thésards et anciens thésards de Nogent pour l'atmosphère de travail. Je remercie notamment **Florent UNY**, **Alexis de MONTEYNARD**, **Elia ZGHEIB**,

**Issam LAKDHAR** et **Mao Xiang ZHU**. Je n'oublie pas **Karima Aoudia Rahim**, la maman des thésards, avec qui j'ai pu échanger longuement et qui fut d'un soutien sans faille.

Je tiens à remercier l'ensemble du personnel de la société DEGUY - CONGE pour leur contribution nécessaire à la mise en œuvre de ce projet. Je remercie tout particulièrement **Benoit AUCLAIR** qui m'a initié aux technologies de rechargement, pour la confiance qu'il m'a accordé dans la conduite de ce projet. Je remercie ensuite **Benjamin MOREL** pour sa compréhension et son soutien. Je remercie également **Emeline CHAPUSOT** pour sa réactivité et son efficacité pour toutes mes demandes. Enfin, je remercie **Jean - Yves BEGUINET**, **Jérôme TROMMENSCHALGER**, **Jean - Damien JEANNOT** et **Vincent ROY** pour leur disponibilité.

Je tiens à remercier **Marc GAUVENT** qui m'a généreusement donné de son temps pour faire fonctionner le banc d'essai TEEMO.

Un grand merci à toute ma famille, **Philippe** et **Christine** mes parents, **Emeline** ma sœur, **Rémy** mon frère, **Nicole** ma grand-mère et **Pierre - Alexandre** mon beau-frère qui m'ont encouragés et supportés tout au long de ce travail.

Je tiens à remercier très chaleureusement tous mes amis qui m'ont stimulé tout au long de ce projet, qui ont été présent lors des moments de doute, ceux qui ont su me divertir et me remotiver. Je remercie ainsi, mes frères **Jean - Baptiste**, **Quentin**, **Antoine** et **Paul** ; **Emeline** et **Florian**, **Benjamin** et **Camille**, mes collègues de l'escalade notamment **Olivier**, **Jordan**, **Lucas**, **Eva**, **Gaétan**, **Manon** et **Rémi**.

Pour finir, je tiens à exprimer toute ma reconnaissance et à adresser une mention spéciale à celle qui a su me redonner le sourire à chaque instant, qui m'a poussé et soutenu dans les moments difficiles, celle qui me complète et m'équilibre, ma Femme, **Abla** dite ma Chachatte.



# Table des matières

## Introduction générale

<b><u>Introduction générale</u></b> .....	<b>1</b>
---	----------

## Chapitre I : Contexte et état de l'art

### **1. Les sollicitations thermo-mécano-chimiques des outils de coupe**..... **5**

<b>a. <u>Les dégradations d'origine mécanique</u></b> .....	<b>7</b>
<b>b. <u>Les dégradations d'origine thermochimique</u></b> .....	<b>10</b>
<b>c. <u>Spécificités des outils de coupe agricoles</u></b> .....	<b>12</b>

### **2. La fabrication des outils de coupe**..... **14**

<b>a. <u>Les matériaux de fabrication</u></b> .....	<b>14</b>
<b>b. <u>Le procédé de fabrication des outils de coupe chez Deguy – Conge</u></b> .....	<b>18</b>

### **3. Les traitements de surface pour les outils de coupe** ..... **22** |

<b>a. <u>Les dépôts en phase vapeur</u></b> .....	<b>23</b>
<b>b. <u>Les dépôts par projection thermique</u></b> .....	<b>25</b>

### **4. La démarche suivie – Technologies de dépôt**..... **29**

### **Conclusion**..... **34**

## Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

### **Introduction** ..... **41** |

### **1. Substrats et élaboration des dépôts**..... **42**

<b>a. <u>Définition des substrats</u></b> .....	<b>42</b>
<b>b. <u>Procédés de dépôt</u></b> .....	<b>45</b>
<b>i. <u>Dépôt par projection flamme – poudre</u></b> .....	<b>46</b>

ii. <u>Rechargement laser</u> .....	47
<b><u>2. Techniques de caractérisation physico – chimique des revêtements</u></b> .....	<b>50</b>
a. <u>Analyses structurales par diffraction des rayons X (DRX)</u> .....	51
b. <u>Analyses microstructurales par microscopie électronique à balayage (MEB) et analyses chimiques par spectrométrie de rayons X par dispersion d'énergie (EDS)</u> .....	51
<b><u>3. Techniques de caractérisation mécaniques et tribologiques</u></b> .....	<b>52</b>
a. <u>Essais de dureté</u> .....	52
b. <u>Essai tribologique pion - disque</u> .....	53
c. <u>Banc d'essai TEEMO</u> .....	56
i. <u>Principe</u> .....	57
ii. <u>Détermination des paramètres d'usure</u> .....	59
iii. <u>Protocole d'essai</u> .....	61
<b><u>Conclusion</u></b> .....	<b>63</b>

## Chapitre III : Caractérisations physico - chimiques des revêtements

<b><u>Introduction</u></b> .....	<b>64</b>
<b><u>1. Dépôt de référence obtenu par projection flamme – poudre</u></b> .....	<b>65</b>
a. <u>Structure du dépôt de référence</u> .....	65
b. <u>Microstructure du dépôt de référence</u> .....	69
<b><u>2. Application par rechargement laser de la poudre de référence</u></b> .....	<b>75</b>
a. <u>Structure du dépôt issu de l'application de la poudre de référence par rechargement laser</u> .....	75
b. <u>Microstructure du dépôt issu de l'application de la poudre de référence par rechargement laser</u> .....	80
<b><u>3. Influence de la composition chimique de la matrice sur le dépôt obtenu par rechargement laser</u></b> .....	<b>86</b>

a.	<u>Structure des dépôts laser avec les différentes matrices</u> .....	86
b.	<u>Microstructure des dépôts laser avec les différentes matrices</u> .....	88
<b><u>4.Rôle de la poudre de carbure de tungstène dans les dépôts laser</u></b> .....		<b>91</b>
a.	<u>Influence de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène sur les dépôts laser</u> .....	91
i.	<u>Structure des dépôts</u> .....	91
ii.	<u>Microstructure des dépôts</u> .....	93
b.	<u>Influence de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène introduite dans le mélange de poudre sur les dépôts obtenus par rechargement laser</u> .....	94
i.	<u>Structure des dépôts</u> .....	94
ii.	<u>Microstructure des dépôts</u> .....	97
c.	<u>Influence de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène sur les dépôts laser</u> ...	98
i.	<u>Structure des dépôts</u> .....	99
ii.	<u>Microstructure des dépôts</u> .....	100
<b><u>Conclusion</u></b> .....		<b>104</b>

## Chapitre IV : Propriétés mécaniques, comportements tribologiques et performances de coupe des revêtements

<b><u>Introduction</u></b> .....	<b>108</b>	
<b><u>1.Dureté et essais de frottement</u></b> .....	<b>109</b>	
a.	<u>Effet du procédé d'élaboration</u> .....	109
b.	<u>Effet de la composition chimique de la poudre de matrice NiCrBSi</u> .....	116
c.	<u>Effet de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène</u> .....	120
d.	<u>Effet de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène</u> .....	123
e.	<u>Effet de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène.</u> .....	125
<b><u>2.Essais de caractérisation in-situ via le banc d'essai TEEMO</u></b> .....	<b>129</b>	
a.	<u>Test de référence sur des couteaux non revêtus</u> .....	129

<b><u>b. Etude de la performance des revêtements lors du processus de coupe des panneaux de paille compressés sur banc TEEMO</u></b> .....	<b>133</b>
i. <u>Effet de la composition chimique de la poudre de matrice NiCrBSi</u> .....	133
ii. <u>Effet de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène</u> .....	135
iii. <u>Effet de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène</u> .....	136
iv. <u>Effet de la granulométrie des particules de carbure de tungstène</u> .....	137
<b><u>Conclusion</u></b> .....	<b>140</b>

## Conclusion générale

<b><u>Introduction générale</u></b> .....	<b>144</b>
---	------------

---

## *Introduction générale*

---

Notre société est en pleine mutation depuis plus d'un siècle et ce processus s'accélère exponentiellement avec le développement technologique. L'organisation industrielle fût le premier secteur touché à partir des années 1880 avec l'apparition du Taylorisme. Ford a alors poussé le développement de ce concept dans les années 1920 avec la création de la production en ligne. Depuis, les années 1930, on parle de Lean manufacturing qui prône une organisation rationnelle de la production et progressivement, ce concept se diffuse à l'ensemble des secteurs, dont plus récemment l'agriculture. Pendant ce temps, la croissance démographique s'accélère et les modes de consommation évoluent vers la consommation dite « de masse ». Ceci induit des besoins en ressources alimentaires toujours plus importants. Il faut noter que la surface des terres arables diminue à l'échelle mondiale sous l'impulsion d'effets multifactoriels : l'urbanisation, la désertification, le stress hydrique, l'érosion des sols... Ainsi, nourrir la planète devient alors l'un des plus grands défis de notre ère. De plus, la prise de conscience environnementale globale visant à réduire l'ensemble de la consommation en énergie implique le développement d'installations à faible impact.

Les exploitations agricoles ont donc progressivement évolué depuis de petites fermes familiales vers de larges installations d'envergure industrielle. Les exploitations d'une surface cultivée supérieure à 50 ha sont alors passées de 5 % en 1955 à 30 % en 2000 [I-1]. La recherche de rentabilité des denrées alimentaires produites devient alors le principal objectif, que ce soit pour les céréales, le lait ou la viande. La taille des engins agricoles a également très nettement augmenté depuis 70 ans en passant d'une puissance inférieure à 20 cv à près de 500 de nos jours. Plus récemment, l'automatisation des outils de production (comme les centrales de traite) et l'utilisation d'engins autonomes se développent. Ces machines de hautes performances représentent de lourds investissements, c'est pourquoi, les exploitants mutualisent leurs ressources. Les cultures, céréalière ou fourragère (pour l'alimentation animale), sont des activités saisonnières et les périodes de récoltes sont relativement courtes. Ainsi, les machines sont utilisées sans interruption dans le but de les rentabiliser. Toutes les opérations de maintenance en cours de service s'avèrent donc proscrites sous peine d'immobiliser les engins. Les outils de coupe étant des pièces d'usure, ils sont particulièrement soumis à cette problématique. De plus, il apparaît que la consommation de carburant augmente significativement lorsque le pouvoir de coupe des outils diminue [I-2]. L'optimisation de la performance de coupe et de la durabilité des outils coupants pour le machinisme agricole constituent donc deux axes majeurs de développement.

La société Deguy - Conge, basée à Luzy sur Marne (52) est forte de près de 60 ans d'expérience dans le domaine des outils coupants pour le machinisme agricole. Elle produit des couteaux dits de première monte (OEM Original Equipment Manufacturer) pour les grands noms du secteur tel que John Deere, New Holland ou Claas. Les outils de coupe produits par la société Deguy - Conge sont utilisés dans les applications de coupe de végétaux comme la récolte du maïs ou la taille de la vigne ; mais le secteur d'activité principal relève de la production fourragère. On retrouve notamment les ensileuses, les presses à balles et les mélangeuses qui sont utilisées pour récolter, stocker et préparer les rations alimentaires distribuées aux animaux.

La société Deguy - Conge propose à ses clients plusieurs gammes de produit dont une version haut de gamme en acier traité thermiquement et revêtue d'une couche anti - usure obtenue par projection thermique flamme - poudre. Il s'agit d'un revêtement Cermet à matrice métallique (NiCrBSi) renforcé avec de particules dures de carbure de tungstène ; permettant d'accroître la durée de vie des outils. Dans le but de se démarquer de la concurrence, la société Deguy - Conge souhaite améliorer la performance de coupe et la durée de vie de sa gamme premium. L'objectif principal est le développement d'un revêtement anti - usure à haute performance pour les outils de coupe agricoles destinés à la coupe des végétaux.

Dans la littérature, ce type de revêtement (NiCrBSi renforcé en carbure de tungstène) trouve des applications dans les secteurs miniers ou papetier et a fait l'objet de nombreuses études. Il apparaît que sa résistance au frottement est améliorée par une augmentation de la fraction volumique en carbure de tungstène. Cependant, la technologie flamme - poudre, actuellement mise en œuvre chez Deguy-Conge, ne permet pas d'appliquer un revêtement à forte teneur en renfort en carbure de tungstène. La technologie du rechargement laser, apparue il y a une trentaine d'années, montre un fort potentiel quant à la production de revêtements à hautes performances, caractérisés par de bonnes propriétés tribologiques. Ces dernières ont notamment été étudiées au travers d'essais de laboratoire normalisés comme l'essai pion disque ou l'essai DSRW (Dry Sand Rubber Wheel) qui est un essai d'abrasion à trois corps sous faible charge. Cependant, aucune étude ne traite de la caractérisation des propriétés fonctionnelles de ces revêtements pour les applications de coupe d'une matière végétale. Ce projet propose d'élaborer différents revêtements par rechargement laser et d'en étudier les propriétés tribologiques et fonctionnelles. L'objectif est alors d'identifier le revêtement permettant d'obtenir la meilleure durabilité des outils de coupe, tout en considérant une dimension économique sachant qu'il s'agit d'une application industrielle. Un comparatif

technologique entre la projection flamme - poudre et le rechargement laser est donc d'abord réalisé à partir de la poudre de référence appliquée par la société Deguy - Conge. Ensuite, plusieurs paramètres de la poudre de rechargement sont étudiés : la composition chimique de l'alliage métallique de la matrice NiCrBSi, la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène, sa fraction massique et sa granulométrie. Ces différents revêtements font donc l'objet de caractérisations physiques, chimiques, mécaniques et fonctionnelles.

Le premier chapitre de cette étude est axé sur une étude bibliographique. Elle permet de mieux comprendre les mécanismes à l'origine de la dégradation des outils de coupe. En effet, il s'agit d'une sollicitation mécanique de la surface des outils couplée à des effets thermochimiques conduisant à un mécanisme d'usure complexe. Les matériaux et le processus de fabrication des outils de coupe agricole sont ensuite détaillés et un état des lieux des revêtements mis en œuvre pour les outils de coupe est dressé.

La deuxième partie de ce mémoire détaille la mise en œuvre expérimentale utilisée pour la réalisation de cette étude. Le protocole de fabrication des échantillons est expliqué, notamment l'application des revêtements et le traitement thermique réalisé. Ensuite, les techniques de caractérisation des propriétés physico - chimiques des revêtements sont abordées. Il s'agit de d'analyse structurales par diffraction des rayons X (DRX), microstructurales par microscopie électronique à balayage (MEB) et chimique par spectrométrie de rayons X par dispersion d'énergie (EDS). Les différents moyens de caractérisation mécanique sont décrits ; les essais de dureté et d'usure ainsi que le banc d'essai TEEMO dédié à la caractérisation fonctionnelle des outils revêtus lors de la coupe d'une matière végétale.

Le troisième chapitre détaille les transformations physico - chimiques des revêtements qui s'opèrent au cours des différentes étapes d'élaboration des outils. Cette partie est basée sur l'exploitation des résultats DRX, MEB et EDS. Cela permet alors d'établir un comparatif des procédés de dépôt ; la projection flamme - poudre et le rechargement laser. Par la suite, l'influence de la composition de la poudre appliquée par rechargement laser sur les propriétés structurales et microstructurales est analysée.

La dernière partie de ce mémoire est relative à la caractérisation mécanique des revêtements. Les duretés de la matrice, des renforts et du composite ainsi que les résultats obtenus lors des essais tribologiques en conditions sèches et humides sont comparées entre les différents revêtements. La performance fonctionnelle de coupe de la matière végétale est alors étudiée grâce au banc d'essai TEEMO (ENSTIB, Ecole Nationale Supérieure des Technologies et



Industries du Bois de l'Université de Lorraine, Epinal). Une première phase a consisté à étudier la dégradation d'un outil non revêtu au cours de cet essai de coupe. La performance des revêtements présentant un potentiel d'amélioration lors des essais tribologiques sont alors testés sur ce banc.

Enfin, une conclusion générale synthétise l'ensemble des résultats de cette étude et ouvre des perspectives issues de ce travail.

### **Références bibliographiques**

- [I-1] M. Desriers, « L'agriculture française depuis cinquante ans : des petites exploitations familiales aux droits à paiement unique », in *L'agriculture, nouveau défis*, 2007<sup>e</sup> éd., INSEE, 2007, p. 14.
- [I-2] A. Facello, E. Cavallo, N. Magagnotti, G. Paletto, et R. Spinelli, « The effect of knife wear on chip quality and processing cost of chestnut and locust fuel wood », *Biomass and Bioenergy*, vol. 59, p. 468-476, déc. 2013, doi: 10.1016/j.biombioe.2013.07.012.

---

*Chapitre I : Contexte et état de l'art*

---

# Chapitre I : Contexte et état de l'art

<b><u>1. Les sollicitations thermo-mécano-chimiques des outils de coupe</u></b> .....	<b>5</b>
a. <u>Les dégradations d'origine mécanique</u> .....	7
b. <u>Les dégradations d'origine thermochimique</u> .....	10
c. <u>Spécificités des outils de coupe agricoles</u> .....	12
<b><u>2. La fabrication des outils de coupe</u></b> .....	<b>14</b>
a. <u>Les matériaux de fabrication</u> .....	14
b. <u>Le procédé de fabrication des outils de coupe chez Deguy – Conge</u> .....	18
<b><u>3. Les traitements de surface pour les outils de coupe</u></b> .....	<b>22</b>
a. <u>Les dépôts en phase vapeur</u> .....	23
b. <u>Les dépôts par projection thermique</u> .....	25
<b><u>4. La démarche suivie – Technologies de dépôt</u></b> .....	<b>29</b>
<b><u>Conclusion</u></b> .....	<b>34</b>

Le premier chapitre est constitué d'une étude bibliographique. D'abord, il rassemble les éléments qui permettent de mieux comprendre les mécanismes à l'origine de la dégradation des outils de coupe. Ensuite, les matériaux et le processus de fabrication des outils de coupe agricole sont détaillés et, enfin, un état des lieux des revêtements mis en œuvre pour les outils de coupe est dressé.

## 1. Les sollicitations thermo-mécano-chimiques des outils de coupe

Les outils de coupe sont soumis à des sollicitations mécaniques, chimiques et thermiques plus ou moins sévères au cours de leur utilisation. Un « **système** » est alors défini (*Figure I.1*) en intégrant différents paramètres tels que :

- La machine (cinématique, vitesses de coupe et d'avance ...)
- Les outils (géométrie, matériaux ...)
- Le matériau travaillé (nature, dureté, ...)
- Le milieu (humidité, température ...)

Une interdépendance entre certains paramètres apparaît ; ainsi, les paramètres machine, outils et matériaux conditionnent en partie les paramètres de milieu comme la température. Cette dernière peut être inhérente au milieu comme lors du forgeage, ou résulter de conditions opératoires sévères. Ashby [I-1] décrit ce phénomène dans lequel il faut considérer de nombreux facteurs tels que :

- La pression de contact
- Le coefficient de diffusivité thermique de l'outil
- Le coefficient de friction du couple outil - matériau
- La surface de contact
- La dureté des matériaux
- La vitesse de déplacement relatif

La modulation de la valeur de certains des paramètres de ce système (comme la vitesse de coupe, la pression de contact, la dureté du matériau) agissent directement sur la température à l'interface outil-matière. Plus la sévérité des conditions de coupe augmente et plus la température joue un rôle important dans le mécanisme de dégradation principal des outils de coupe (*Figure I.2*) comme l'explique Klocke [I-2]. Les mécanismes d'usure prennent plusieurs formes avec notamment l'adhérence, l'abrasion, l'oxydation et la diffusion. Il apparaît que plus

la température est élevée moins l'adhérence est importante. Cependant, l'oxydation et la diffusion qui sont des processus chimiques catalysés par les températures élevées, se mettent en place lorsque les conditions de coupe sont sévères. La dégradation des outils de coupe s'opère alors par des mécanismes couplés d'usure mécanique et chimique. Le triptyque machine, matériaux et milieu agissent donc en synergie dans la dégradation des outils de coupe. Afin de ralentir cette dernière, il faut agir sur un ou plusieurs de ces facteurs. Celui qui s'avère le plus aisément paramétrable est l'outils de coupe. Il est alors possible de modifier sa géométrie ou bien son matériau de fabrication.

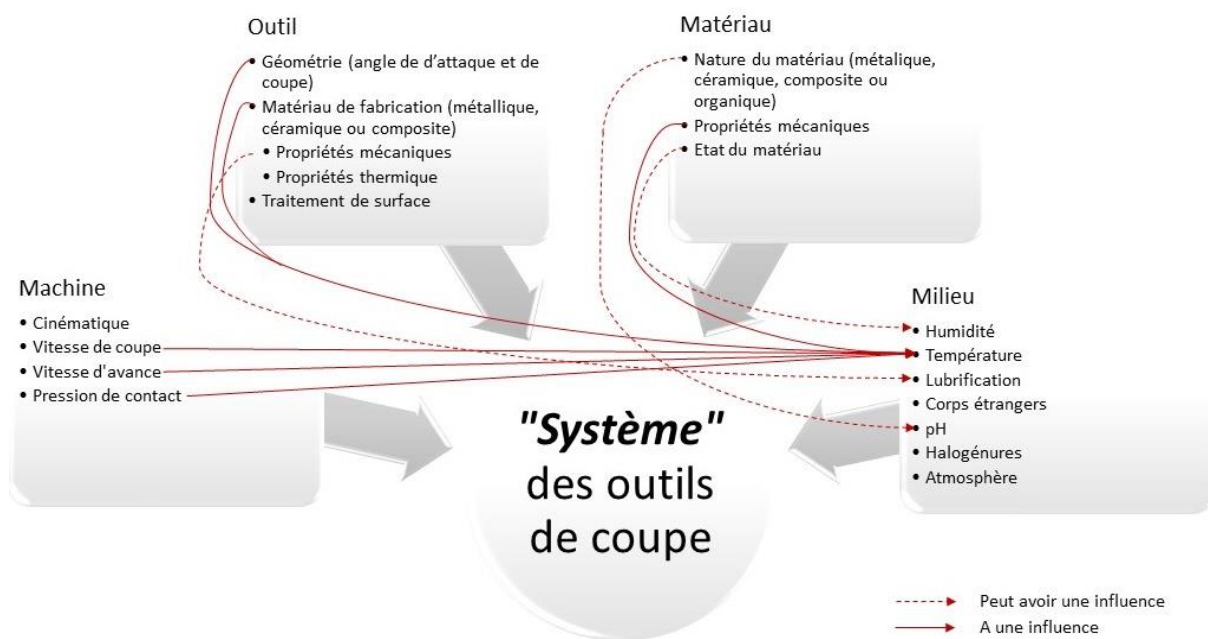


Figure I.1 : Système des outils de coupe.

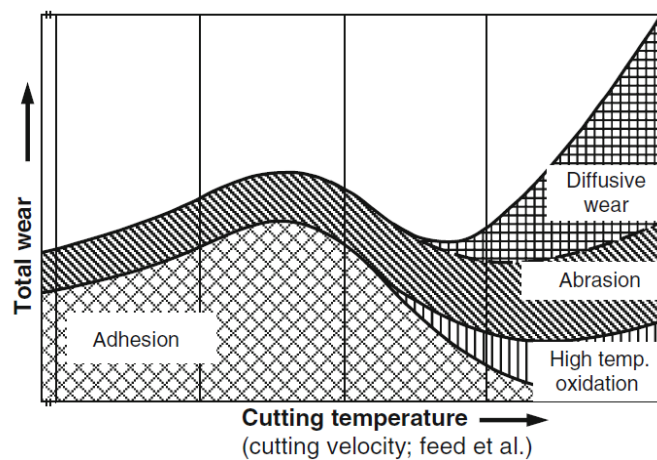


Figure I.2 : Mode de dégradation des outils de coupe en fonction de la température de coupe [1-2].

### a. Les dégradations d'origine mécanique

Au cours de leur service, les outils de coupe peuvent être soumis à des sollicitations mécaniques variables suivant leur utilisation. Il est alors possible de distinguer l'adhérence, l'abrasion, l'érosion et la fatigue. Le mode d'usure qui se met en place dans un système est en partie dépendant du milieu (température, humidité) et du rapport de dureté entre l'outil et le matériau usiné.

- L'adhérence

L'usure par adhérence peut apparaître lorsque deux corps sont en contact à l'échelle microscopique. Une liaison tend à se former entre eux de manière naturelle, c'est le phénomène qui est responsable du frottement entre deux corps en contact. Si la liaison qui se crée a une énergie supérieure à l'énergie de cohésion du matériau d'un des corps, alors un arrachement local de matière à la surface de ce corps se produit. Cela conduit à un transfert local de matière entre les deux corps. Étant donnée la résistance mécanique élevée des matériaux utilisés dans la production des outils, ce sont généralement des particules de la pièce qui adhèrent et s'agglomèrent à la surface de l'outil. Cela peut alors conduire à une modification de la géométrie de l'arête de coupe, des faces d'attaque et de dépouilles par accumulation de particules [I-3] ; les performances de l'outil s'en trouvent réduites [I-4].

- L'abrasion

L'abrasion se caractérise par la formation de stries parallèles à la surface de la pièce à usiner suivant la direction du mouvement relatif. L'aspect de la surface de la pièce usée peut varier en fonction de paramètres comme la pression de contact, la taille de l'abrasif, sa géométrie (sphéroïdale ou angulaire) et le rapport des duretés  $H_a / H_p$  ; avec  $H_a$  la dureté de l'abrasif et  $H_p$  la dureté de la pièce. L'abrasion peut alors se scinder en deux grandes catégories qui sont l'abrasion à deux corps et celle à trois corps [I-5].

L'usure par abrasion à deux corps résulte du frottement d'un corps jouant le rôle d'abrasif à la surface d'une pièce (corps abradé). Dans le cas des outils de coupe, il est attendu que celui-ci joue le rôle d'abrasif ; une dureté élevée est alors recherchée. La dégradation de la surface de la pièce à usiner peut se faire de plusieurs manières [I-6] :

- Rayures générées par micro usinage dû à des aspérités de surface (arêtes coupantes et pression de contact élevée)

- Sillons formés par déformation plastique dus à des aspérités de surface sphéroïdales (pas d'arête coupante et pression de contact plus faible) [I-7]
- Fissurations avec arrachement local de particules (le matériau est dur et fragile)

L'abrasion à trois corps est une extension de l'abrasion à deux corps dans laquelle l'abrasif est un troisième corps, localisé à l'interface entre la pièce (corps abradé) et l'antagoniste. Ce troisième corps peut être issu du milieu extérieur comme des particules (poussières, sable...), ou il peut être issu du système frottant initial (à deux corps) par la formation de débris (micro-copeaux, oxydes...). Le système peut être fermé ou ouvert ce qui influence le renouvellement de l'abrasif et donc la vitesse d'usure. Dans l'abrasion à trois corps, en fonction de la pression de contact et de la dureté de l'antagoniste, l'abrasif peut être plus ou moins mobile :

- Il peut alors rouler librement entre les deux corps dans le cas d'une dureté élevée de l'antagoniste et / ou d'une faible pression de contact
- Il peut s'implanter temporairement dans l'antagoniste et frotter à la surface de la pièce lorsque la dureté de l'antagoniste est faible et / ou la pression de contact est élevée.

Du fait d'une mobilité partielle des particules abrasives, les vitesses d'usure mises en jeu sont plus faibles que dans l'abrasion à deux corps. L'abrasion à trois corps peut être scindée en trois sous catégories en fonction du type d'abrasif (granulométrie, morphologie et dureté relative), de la pression de contact et du degré de mobilité des particules. Il est possible de distinguer :

- L'abrasion faible charge : elle met le plus souvent en jeu des particules abrasives de forme sphéroïdales, avec une granulométrie fine, une dureté relative faible ( $0 < H_a/H_p < 1$ ) et des pressions de contact basses. Ces particules abrasives possèdent une grande mobilité entre la pièce et l'antagoniste ce qui n'entraîne pas de fracturation de l'abrasif. Il en résulte une micro-abrasion de la surface qui s'apparente à du polissage.
- L'abrasion forte charge : elle implique l'action synergique de particules abrasives dures ( $H_a/H_p > 1$ ), de forme angulaire (présence d'arêtes tranchantes) et de granulométrie moyenne. La mobilité partielle des particules et les contraintes de contact modérées, peuvent entraîner la fracturation de l'abrasif. Il en résulte des phénomènes d'abrasion par micro-enlèvements de matière comparables à du meulage.
- L'abrasion extrême : dans cette configuration les particules abrasives sont grossières, de forme angulaire et dures. Elles sont très fortement liées avec l'antagoniste (tendre) ce qui s'apparente à une abrasion deux corps. Les pressions de contact mise en jeu sont

élevées ce qui entraîne la formation de stries profondes. Elles résultent de la formation de micro-copeaux (usinage) et /ou de l'arrachement de matière.

- L'érosion

L'érosion est un mode d'usure dans lequel le rôle du corps abrasif est joué par un fluide (liquide ou gaz) dans lequel des particules abrasives peuvent être en suspension. Lorsque l'érosion ne met pas en jeu de particules, c'est l'action mécanique créée par le fluide à la surface de la pièce qui va générer l'usure de la surface ; il s'agit d'un cas particulier appelé cavitation. Celui - ci n'est pas intéressant dans l'étude de l'usure des outils de coupe. En revanche, la présence de particules abrasives dans un fluide peut s'appliquer dans le cas des outils de coupe. Il apparaît que suivant l'angle d'impact du mélange de particules et du fluide, il est possible de se trouver dans des configurations proches d'autres modes d'usure :

- Lorsque l'angle formé entre le jet de particules et la surface est proche de la normale, ce mode d'usure est assimilable à de l'impact. Suivant le comportement ductile ou fragile du matériau de la pièce, il est possible d'observer une déformation plastique de la surface ou l'arrachement de particules par écaillage.
- Si l'angle d'incidence formé entre le jet de particules et la surface tend vers zéro, cela peut s'apparenter à de l'abrasion trois corps. Le fluide faisant office de corps antagoniste, en fonction de l'énergie des particules et leurs formes, il peut alors s'agir d'abrasion trois corps de faible ou de forte charge. La surface de la pièce est alors marquée par des stries parallèles suivant la direction du jet. La nature, la taille et la vitesse des particules ainsi que la composition du fluide sont les paramètres qui jouent un rôle déterminant sur la vitesse d'usure résultante. Lorsque le fluide est un liquide, son action s'additionne à celle des particules. Il peut également avoir une action corrosive sur le matériau ce qui peut augmenter la vitesse d'usure. A noter, l'action du fluide limite l'échauffement de la pièce en dissipant une partie de l'énergie.

- La fatigue mécanique

La fatigue mécanique consiste en une sollicitation mécanique appliquée de manière cyclique. Elle peut prendre différentes formes comme la traction, la compression, la flexion, la torsion ou le choc ; c'est ce dernier cas qui est principalement rencontré dans le cas des outils de coupe. La contrainte appliquée à la pièce ne dépasse jamais les propriétés de résistance intrinsèque du matériau, mais du fait du cyclage de la sollicitation, elle parvient à le dégrader. Les défauts



dans le réseau cristallin peuvent initier la formation de fissures pouvant conduire à la rupture progressive ou soudaine de la pièce (suivant les propriétés mécaniques du matériau). Le mode de propagation des fissures est majoritairement dépendant des vitesses de coupe mises en jeu. La propagation est de nature intergranulaire lorsque celle-ci est faible et devient transgranulaire lorsque la vitesse augmente [I-8]. Elle se caractérise généralement par un écaillage de la face d'attaque de l'outil.

#### b. Les dégradations d'origine thermochimique

Les frottements générés lors de la coupe sont responsables de la génération de chaleur à l'interface ; celle-ci se dissipe alors dans les outils, la pièce et les copeaux. Cela peut alors initier ou catalyser certaines réactions chimiques, notamment la corrosion, qui entraînent la dégradation des outils de coupe. Le cyclage thermique peut également conduire à des phénomènes de dégradation des outils.

- La fatigue thermique

La fatigue thermique est un mode d'usure correspondant à des phases alternées de coupe sous conditions sévères (échauffement des outils) et de déplacement de l'outil (refroidissement). Il s'agit de cycles de coupe discontinue comme dans le cas du fraisage. Ce cyclage thermique engendre des dilatations et contractions répétées des outils pouvant être responsables de l'apparition de fissures en surface. Elles se forment de manière normale à la surface et peuvent entraîner l'écaillage de la surface des outils.

- La corrosion

La corrosion d'un matériau relève d'une dégradation de nature chimique de sa surface. Elle peut être issue de deux procédés :

- La corrosion sèche en milieu gazeux, l'oxydation
- La corrosion humide en milieu aqueux

Les réactions d'oxydation en milieu gazeux s'opèrent le plus souvent sous conditions atmosphériques avec la présence de  $O_2$  (d'autres gaz aux propriétés oxydantes existent comme  $SO_2$ ,  $H_2S$ ,  $H_2O$ , et  $CO_2$ ). L'énergie libre de formation d'un matériau (l'enthalpie, notée  $\Delta G_f^0$ ) définit l'énergie nécessaire pour l'activation d'une réaction selon (I.1). Les oxydes ont des valeurs négatives à 25 °C [I-9 - I-10] ce qui signifie que ces réactions sont activées

spontanément. Lorsque la température augmente, elle agit comme un catalyseur et augmente la cinétique de la réaction.

$$\Delta G_p^\circ (kJ. mol^{-1}) = \Sigma v \Delta G_p^\circ(\text{produits}) - \Sigma v \Delta G_p^\circ(\text{réactifs}) \quad (I.1)$$

Les oxydes peuvent former une couche superficielle protectrice ou non ; le coefficient de Pilling et Bedworth défini par l'équation (I.2), noté PBR, permet d'estimer cette caractéristique. Il s'applique dans les cas de la corrosion sèche d'un métal pur ou d'un alliage simple qui forme une couche d'oxyde de forme  $Me_xO_y$  comme le détaillent Antoni et Galerie [I-11]. Suivant la valeur calculée pour le PBR d'un oxyde, il est possible de déterminer si la couche formée sera : poreuse (non protectrice), compacte et couvrante (protectrice) ou encore compacte et sujette à l'écaillage (non protectrice) (Figure I.3). Dans le dernier cas, l'épaisseur de la couche d'oxyde joue un rôle important sur sa cohérence du fait des contraintes internes de compression générées au cours de sa croissance.

$$PBR = \frac{V_{M_zO_b}}{zV_M} \quad (I.2) \quad \text{avec } V \text{ le volume molaire des solides}$$

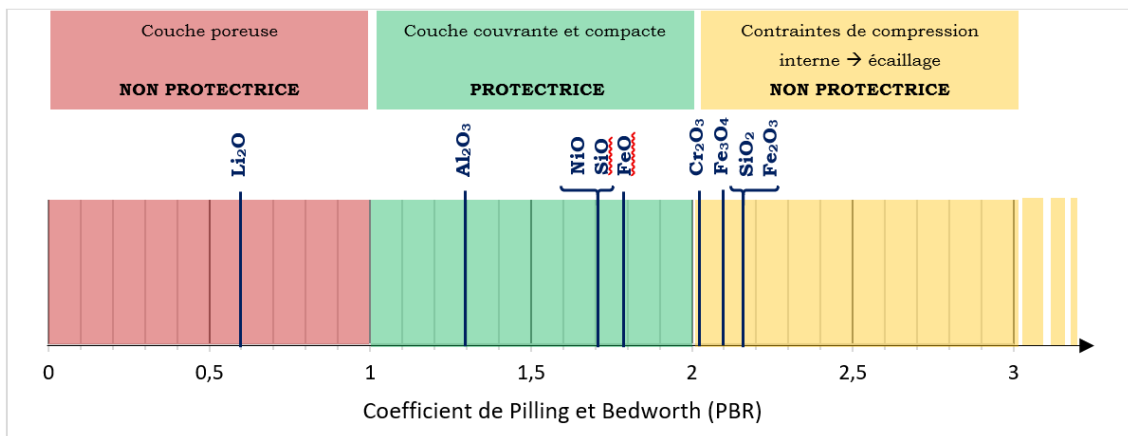


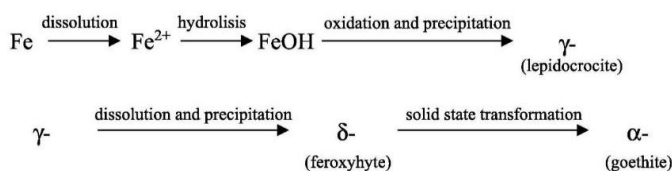
Figure I.3 : Coefficient de Pilling et Bedworth (PRB) pour quelques oxydes et le comportement des couches formées issues du ASM Handbook Volume 13A sur la corrosion [I-10].

L'oxydation d'un matériau en milieu aqueux résulte d'une succession de réactions chimiques (Figure I.4 a) [I-12]. Le potentiel électrochimique du système et son pH influencent les réactions mises en jeu. Il est possible d'étudier leurs effets grâce aux diagrammes de Pourbaix qui détaillent les réactions en fonction de ces deux paramètres pour un métal / alliage donné (Figure I.4 b). Trois types de comportement sont alors distingués :

- L'immunité, elle correspond à l'absence de réaction à la surface de la pièce.

- La passivation consiste à la formation d'une fine couche d'oxyde (entre 10 nm et 10 µm) dense et non réactive. Elle possède une très bonne adhérence avec le métal de base ce qui protège la surface de l'environnement extérieur.
- La corrosion du métal mène à la formation d'une couche d'oxyde non protectrice qui dégrade la surface de la pièce.

La présence d'ions halogénure de type Cl<sup>-</sup>, Br<sup>-</sup>, I<sup>-</sup> et F<sup>-</sup> dans le milieu aqueux peut également catalyser les réactions [I-13].



b)

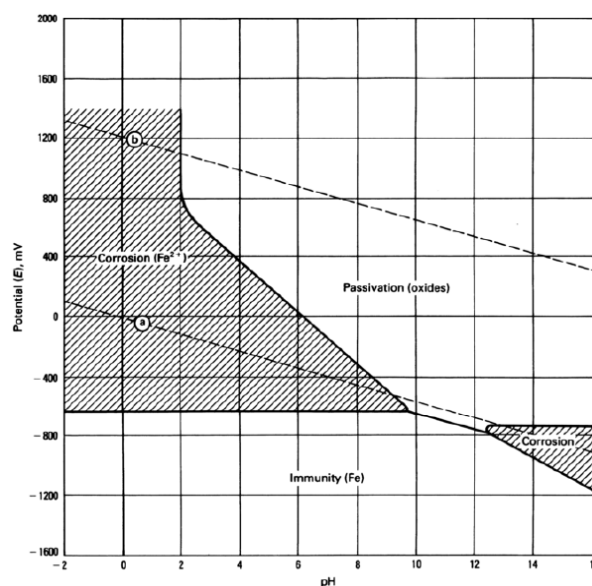


Figure I.4 : a) Processus de corrosion humide du fer [I-12] et b) diagramme de Pourbaix du fer [I-10].

### c. Spécificités des outils de coupe agricoles

Les outils de coupe produits par la société Deguy - Conge pour le machinisme agricole sont principalement dédiés à la coupe de matières végétales. Ils sont employés pour la production fourragère destinée à l'alimentation des animaux. Plusieurs formes de fourrages peuvent être produites avec différents intérêts nutritionnels [I-14 - I-16] :

- L'ensilage ou fourrage humide est produit à partir de matière végétale fraîche coupée (herbe, maïs, luzerne ...) avec une teneur élevée en humidité entre 60 et 80 %. La matière récoltée est stockée en tas sous une bâche ou dans un silo fermé hermétiquement pour former un milieu anaérobie (sans oxygène). Sous l'effet de plusieurs bactéries, les sucres des plantes (glucides) sont dégradés au cours du processus de fermentation acétique et lactique (acidification) ; il est accompagné d'une élévation de la température. Après 21 jours de fermentation, le fourrage peut être

distribué. L'intérêt de cette méthode réside dans sa capacité de conservation de longue durée (tant qu'il n'est pas exposé à l'air) ainsi que l'apport nutritionnel.

- L'enrubanné ou fourrage demi - sec consiste à la récolte d'herbe préalablement coupée et partiellement séchée à l'air (entre 40 et 60 % d'humidité). La matière récoltée sous forme de balle est alors entourée d'un film plastique hermétique à l'air et opaque permettant une fermentation anaérobique partielle.
- Les balles de foin ou fourrage sec résultent du processus de coupe de l'herbe, de sa disposition en andains pour son séchage à l'air libre (entre 10 et 30 % d'humidité) et de son pressage sous forme de balle pour son stockage.

Le frottement de la matière végétale peut être apparenté à de l'abrasion à trois corps de faible charge. Les outils de coupe destinés à la production fourragère sont soumis à des sollicitations mécaniques cycliques générés par le cisaillement de la matière végétale. L'intensité de ce dernier influe sur la température du système. Celle-ci favorise alors les phénomènes de corrosion sèche et humide (en fonction de la teneur en matière sèche). Cela conduit à un processus de dégradation complexe de l'arête de coupe des outils. Il peut être résumé par des cycles successifs d'oxydation de la surface et d'enlèvement de cette couche par l'action mécanique de la matière végétale [I-4]. Ce processus est notamment affecté par les propriétés d'adhérence et de cohésion du film d'oxyde. Il faut noter que les outils de coupe agricoles sont fréquemment confrontés à des corps étrangers tels que des pierres. La défaillance des outils agricoles peut alors se produire par flexion ou par impact [I-17].

Cette étude se place dans le cas de l'ensileuse récolteuse hacheuse du fait de la cinématique relativement simple du système de coupe (*Figure I.5*). La matière végétale récoltée par un outil frontal est conduite à travers des rouleaux de compression qui assurent la compaction des fibres en un matériau dense. La matière ensilée est orientée dans une direction parallèle au flux jusqu'au tambour hacheur. Les couteaux, montés sur le tambour en rotation, viennent cisailer la matière végétale avec le contre-couteau qui est monté fixement à l'entrée. Le flux de matière hachée passe à travers deux rouleaux éclateurs de manière à favoriser la libération des sucres contenus dans les grains et les fibres des plantes. Les végétaux ainsi ensilés sont éjectés par une goulotte dans une remorque pour être transportés jusqu'au point de stockage.

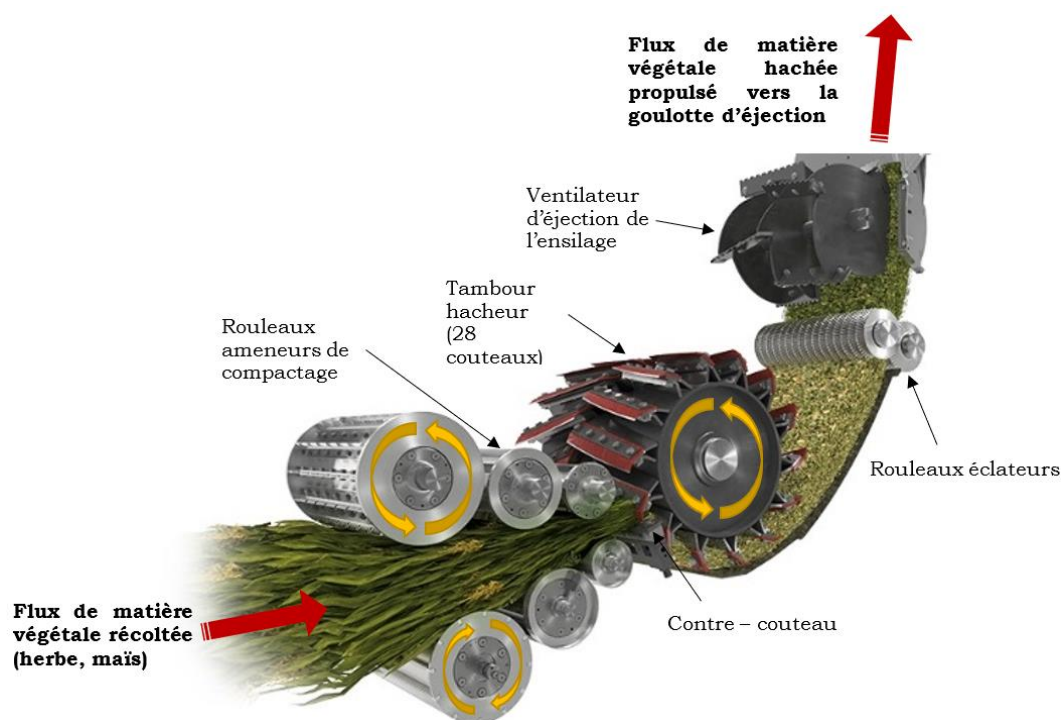


Figure I.5: Illustration du tambour hacheur d'une ensileuse FENDT Katana.

## 2. La fabrication des outils de coupe

Les outils de coupe industriels pour les applications de travail du bois, du métal, du papier ... sont généralement produits à partir d'acier. En effet, ce dernier offre une grande liberté en termes de caractéristiques mécaniques par l'ajustement de sa composition chimique. De plus, il présente un coût relativement faible. Dans les cas où une longévité importante des outils est recherchée, il est possible d'utiliser des plaquettes de coupe rapportées (brasées ou fixées mécaniquement), en carbures de tungstène (élaborées par frittage avec un liant métallique, souvent le cobalt). Ce matériau de fabrication n'est pas détaillé car il ne trouve pas encore d'application dans les outils de coupe agricoles.

### a. Les matériaux de fabrication

Historiquement, les aciers non-alliés furent les premiers utilisés pour la production d'outils coupants. Ils sont très bons marchés, possèdent une bonne usinabilité (suivant le recuit réalisé) et peuvent être traités thermiquement. La dureté obtenue après une trempe martensitique d'un acier non allié est proportionnelle à sa teneur en carbone [I-18]. Les aciers utilisés en coutellerie ont donc généralement un taux de carbone élevé comme le XC 75 également appelé

SAE 1070 (0,75 % de carbone en masse). Il permet d'atteindre des duretés élevées jusqu'à 60 HRC après un revenu neutre (200 °C) ce qui confère une bonne longévité au tranchant [I-19]. Cependant, la dureté de cet acier chute très rapidement avec la température ce qui limite son utilisation lors d'applications sévères. De plus, il présente une faible résilience et une sensibilité élevée à la corrosion [I-20 - I-21].

Des aciers enrichis avec des éléments d'addition ont alors été développés dans le but de favoriser leur procédé d'élaboration ou encore d'optimiser certaines propriétés mécaniques telles que : la dureté à froid ou à chaud, la résistance à la corrosion, la résistance à la fatigue, la résilience, la ténacité ... Ci-après, une liste non exhaustive de quelques éléments d'alliage couramment utilisés et leurs effets sur l'acier [I-22 - I-23].

- L'aluminium : Il permet d'augmenter le domaine de stabilité de la phase  $\alpha$  (ferrite) dans l'acier. Il est couramment présent en faibles quantités (0,05 à 0,1 % en masse) pour désoxyder l'acier par la formation préférentielle de l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) plus stable que d'oxyde de fer. L'alumine se disperse sous forme de globules microscopiques insolubles qui ralentissent le grossissement des grains. Cela améliore la résilience de l'acier.
- Le bore : C'est un élément d'alliage qui améliore la trempabilité des aciers ainsi que sa dureté sans diminuer sa résilience. L'addition de très faibles quantités (quelques millièmes de pourcent) suffit pour améliorer significativement les propriétés de l'acier.
- Le chrome : C'est un élément carburigène qui possède une grande affinité avec le carbone. Il en résulte la formation de carbures de chrome de type  $\text{Cr}_3\text{C}_2$  ou  $\text{Cr}_4\text{C}$ . C'est aussi un élément alphasène ce qui améliore la trempabilité de l'acier et réduit sa taille de grain. Il permet d'améliorer la résistance mécanique, la limite élasticité et la dureté de l'acier. De plus, il retarde l'adoucissement lors du revenu et améliore la tenue à l'oxydation de l'acier.
- Le manganèse : Il entre dans la composition de la plupart des aciers industriels avec des teneurs supérieures à 0,2 % en masse. Cet élément gammagène est souvent présent sous forme d'inclusions en combinaison avec le soufre (le sulfure de manganèse) ce qui améliore l'usinabilité de l'acier. C'est également un élément carburigène qui entraîne la formation de cémentites alliées  $(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{C}$ . De plus, il améliore la trempabilité de l'acier et ses propriétés de résistance mécanique, de limite élasticité et de dureté au détriment de son allongement.

- Le molybdène : Cet élément améliore les propriétés de résistance aux chocs des aciers trempés. Le molybdène augmente le domaine de stabilité de la phase  $\alpha$ , ralentit le grossissement de grains et améliore la trempabilité de l'acier. C'est également un élément frottement carburigène conduisant à la formation de carbures de type  $(Fe, Mo)_3C$ ,  $(Mo, Fe)_6C$  MoC,  $Mo_2C$ .
- Le nickel : Il est largement employé dans l'élaboration des aciers pour son caractère durcissant sans dégrader nettement sa ductilité. C'est un élément gammagène qui améliore la trempabilité. Il favorise la résistance mécanique, élastique et celle aux chocs de l'acier.
- Le silicium : C'est un élément présent dans les aciers industriels avec des teneurs proches de 0,3 % en masse pour son pouvoir désoxydant et désulfurisant. Il améliore la résistance à chaud des aciers en formant une pellicule d'oxyde adhérente et inerte. De plus, le silicium augmente la dureté de l'alliage et retarde l'adoucissement au revenu entre 150 et 300°C.
- Le tungstène : Il s'agit d'un élément alphasgène et carburigène notamment employé dans les aciers à outils. Il permet d'améliorer les propriétés de dureté à froid et à chaud ainsi que la résistance à l'usure.
- Le vanadium : C'est un élément carburigène qui est largement employé dans les aciers à outils. Il permet l'obtention de bonnes propriétés dureté, de résilience, de résistance élastique et mécanique. Présent en faibles quantités (0,2 % en masse), il ralentit le grossissement des grains lors du traitement thermique.

La sélection des éléments d'addition et leurs teneurs conduisent à la définition de nombreux alliages qui ont été développés afin de répondre à des besoins spécifiques. Plusieurs types d'alliage peuvent être distingués dans la production des outils de coupe :

- Les aciers faiblement alliés contiennent moins de 5 % en masse en éléments d'addition. La sélection des éléments d'addition permet d'ajuster les propriétés de l'alliage. Le chrome et le bore sont souvent ajoutés à l'acier, ils permettent de réduire sa sensibilité à la fissuration, améliorent sa dureté après traitement et retarde son adoucissement au revenu [I-21]. La nuance 42CrMo4 (AISI 4140) est couramment employée pour la fabrication des outils de coupe.
- Les aciers fortement alliés ont une teneur en éléments d'addition supérieure à 5 % en masse. Ils ont été développés à partir de 1870 par Mushet en Angleterre [I-20]. La

nuance X40CrMoV5-1 (AISI H13) est employée pour les applications à chaud du fait de sa grande stabilité lors du revenu et de sa résistance à l'oxydation [I-24 – I-25].

- Les aciers inoxydables martensitiques sont des aciers enrichis en chrome (entre 12 et 18 % en masse). Cela leur permet de former une couche superficielle protectrice (à base d'oxyde de chrome) issue de la passivation de l'alliage. Ces aciers sont couramment employés pour la fabrication d'outils de coupe grâce à leur dureté élevée et leur résistance à la corrosion humide (à l'état traité) comme la nuance X40Cr13 (AISI 420).
- Les aciers à outils sont des aciers fortement alliés de haute dureté utilisés pour le travail à température élevée. Ils sont employés lors des applications de coupe sévères comme le X153CrMoV12 (AISI D2) pour l'usinage du bois.
- Les aciers rapides enrichis en tungstène, chrome, vanadium et molybdène sont largement utilisés pour le travail du bois [I-29 – I-30]. La teneur très élevée en tungstène confère de très bonnes propriétés de résistance à l'usure grâce à la précipitation de carbures au cours du revenu. L'acier HSS 6-5-4-2 (AISI M2) (6 %<sub>m</sub> de tungstène, 5 %<sub>m</sub> de molybdène, 4 % de chrome et 2 %<sub>m</sub> de vanadium) est largement employé du fait de sa dureté élevée à haute température (60 HRC à 600 °C) et de sa bonne résilience [I-31 – I-33].

Chaque catégorie se distingue par la nature des éléments d'addition et leurs proportions. Un compromis est alors recherché entre le coût de l'alliage et ses propriétés. Pour la fabrication d'outils de coupe à usage industriel, les propriétés principalement recherchées sont la dureté à froid et à chaud, la résilience, la ténacité et la tenue à l'usure. La fabrication des outils de coupe pour le machinisme agricole emploie majoritairement des nuances d'acier faiblement alliées. Ces alliages présentent un bon compromis entre coût et performances, tout en satisfaisant des conditions de traitement thermique relativement peu contraignantes.

Les principaux alliages employés par la société Deguy – Conge pour la production d'outils coupants pour le machinisme agricole sont les suivantes :

- Les aciers au manganèse – bore :

Les aciers manganèse – bore possèdent une bonne résistance à l'abrasion et une excellente ténacité [I-19]. Les nuances 27MnB5 et 37MnB5 sont le plus souvent rencontrées. Ils ont une très bonne aptitude à la mise en forme par déformation plastique et au traitement thermique.

- Les aciers au chrome – vanadium :



Les aciers au chrome - vanadium sont largement utilisés dans la fabrication de ressorts, d'outillages à main et d'éléments de transmission mécaniques. Cet acier possède une bonne aptitude à la mise en forme par forgeage, il offre une dureté élevée après traitement thermique (55 HRC) avec une élasticité élevée. La nuance 51CrV4 (AISI 6150) est couramment employée pour la fabrication des lames agricole.

○ Les aciers au chrome - molybdène :

Les aciers au chrome - molybdène sont des aciers bon marché d'usage courant dans les domaines de la mécanique. Ils permettent l'obtention de duretés relativement élevées tout en conservant une bonne ténacité après traitement thermique. La nuance 42CrMo4 (AISI 4140) est celle la plus couramment rencontrée [I-19].

Plus récemment, des aciers dits micro-alliés ont été développés. Ils sont basés sur des aciers faiblement alliés enrichis avec de faibles pourcentages en éléments d'addition (moins de 0,5 % en masse). Lorsque le niobium et l'azote sont associés dans de très faibles proportions cela améliore les propriétés de frottement. Le silicium est également employé car il permet une augmentation de la dureté après traitement thermique. L'ajout d'éléments comme le vanadium et le titane favorise la précipitation de carbures et de nitrures ; cela améliore les propriétés mécaniques de l'alliage à froid et à chaud (300 °C) grâce à un mécanisme de vieillissement [I-24 - I-25].

b. [Le procédé de fabrication des outils de coupe chez Deguy – Conge](#)

La fabrication des outils pour le machinisme agricole suit un processus de fabrication spécifique (*Figure I.6*), permettant l'obtention de produits tranchants avec des duretés relativement élevées ainsi qu'une bonne résilience. La fabrication des outils de coupe débute à partir de tôles d'acier (généralement entre 4 et 10 mm d'épaisseur).

La découpe laser de tôles d'acier permet de générer la géométrie en deux dimensions de la pièce (ébauche). Ce procédé est basé sur la fusion locale de l'acier sous l'effet d'un rayonnement laser, de haute intensité, concentré par une lentille. Cela induit la formation d'une Zone Affectée Thermiquement (ZAT) accompagnée d'un durcissement local sur une centaine de micromètres. Cette technologie de découpe présente des avantages de flexibilité au niveau des géométries réalisables (en deux dimensions) et des matériaux usinables (aciers, aciers inoxydables et aluminium) pour des épaisseurs allant jusqu'à 20 mm. Le laser présente

le meilleur compromis entre précision d'exécution, apport thermique et qualité de découpe [I-33 - I-34].

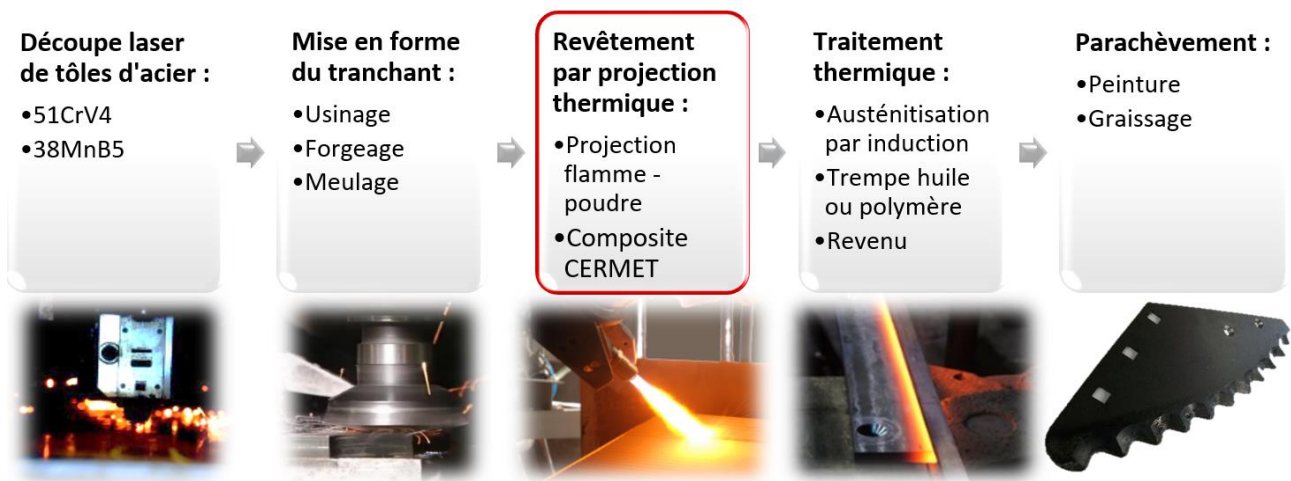


Figure I.6 : Gamme de fabrication générale des couteaux agricoles chez DEGUY - CONGE

La géométrie de la partie tranchante peut être obtenue par deux procédés. Le premier consiste à un enlèvement de matière par usinage, il est employé pour les pièces à profil rectiligne ou les grosses dentures (Figure I.7 a et b). Le second repose sur le principe de mise en forme à chaud (entre 900 et 1100 °C) par déformation plastique (matriçage ou forgeage). Il est appliqué pour la création de dentures profondes (Figure I.7 c). Le fibrage de la matière dans la partie mise en forme améliore sa résistance aux phénomènes de fatigue. Une étape de meulage est alors mise en œuvre pour enlever l'excédent de matière et donner le tranchant au couteau. Les angles de coupe produits par ces deux techniques sont généralement compris entre 15 et 45 °. Un angle fermé (entre 15 et 20 °) assure une bonne acuité de l'arête mais une sensibilité élevée aux chocs. Un angle ouvert (entre 30 et 45 °) sera inversement résistant aux chocs mais son pouvoir de coupe sera plus faible. Pour allier les avantages de ces deux géométries, des profils à double biseau peuvent être utilisés sur certains produits (Figure I.8).

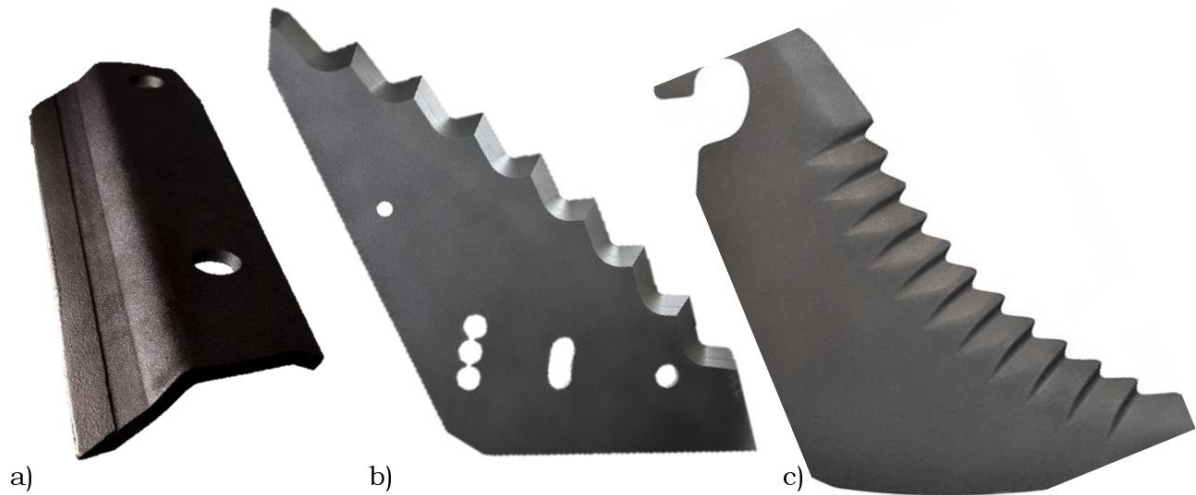


Figure 1.7 : Exemple de couteaux a) de tambour hacheur d'ensileuse à biseau droit usiné, b) de bol mélangeur verticale à denture usinée et c) de presse a balle à denture forgée.

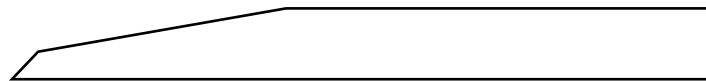


Figure 1.8 : Illustration d'un profil de couteau à double biseau.

Un revêtement composite Cermet (formulé à partir d'une matrice NiCrBSi et de carbure de tungstène (WC) est déposé par projection thermique flamme - poudre à la surface des lames. Il est utilisé afin de créer une couche dure résistante à l'usure. Le revêtement est appliqué sur la face d'attaque du couteau qui est celle la plus sollicitée par l'action de coupe (en rouge Figure 1.9). L'usure se fait donc préférentiellement au niveau de la face de dépouille en acier de manière à générer un effet d'auto - affûtage (lignes en pointillés Figure 1.9) lors de l'usure du couteau [I-17 ; I-35].

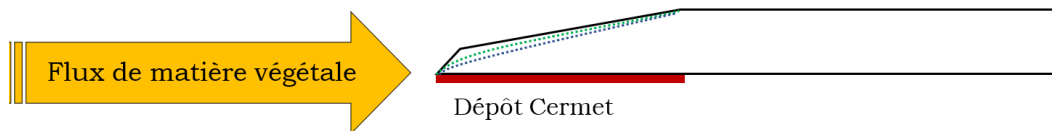


Figure 1.9 : Illustration de l'usure préférentielle de la face biseautée en acier lors de la présence d'un revêtement Cermet.

La torche de projection (qui met en œuvre une flamme oxyacétylénique) est montée à l'extrémité d'un bras robotisé à 5 axes. Ainsi il est possible de gérer l'épaisseur et l'homogénéité du revêtement sur des pièces à géométrie complexe. Le dépôt croit par empilement de particules fondues à la surface des pièces à traiter.

Le traitement thermique des outils est ensuite réalisé afin de leur conférer les propriétés mécaniques requises. Dans le même temps, le revêtement préalablement déposé par projection est refondu du fait de la température de fusion de l'alliage NiCrBSi de l'ordre de 1070 °C. Cela permet alors de densifier le revêtement et de créer une liaison métallurgique avec le substrat par diffusion (Figure I.10).

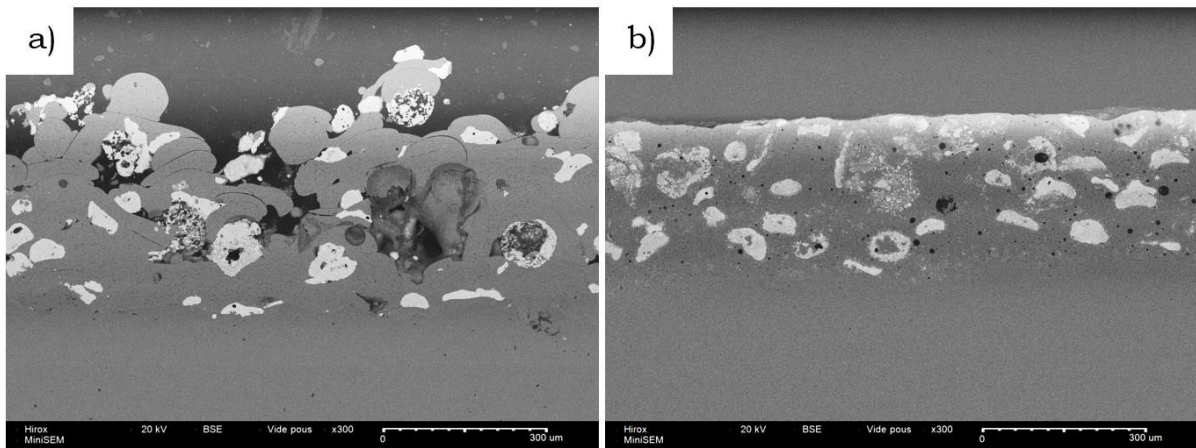


Figure I.10 : Revêtement Cermet anti - usure a) après projection flamme - poudre et b) après post traitement thermique.

Trois types de traitement sont généralement appliqués :

- Un traitement de la zone active du couteau (biseau ou denture) grâce à une chauffe localisée (par induction).
- Un traitement de l'intégralité de la pièce (traitement dans la masse).
- La combinaison d'un traitement dans la masse pour rigidifier la pièce et d'un traitement local (à une dureté supérieure) pour accroître la longévité du tranchant.

Dans les trois cas, la chauffe des couteaux (austénitisation) est effectuée par induction. Un générateur à haute fréquence (HF) fait circuler un courant à travers une bobine conductrice appelée inducteur. Un courant est alors induit dans la pièce qui s'échauffe par effet Joule [I-36]. La géométrie de l'inducteur conditionne alors la zone de chauffe. Cette technologie permet d'atteindre de hautes températures (1100 °C) très rapidement (moins de deux minutes pour le traitement dans la masse des lames). Les pièces en acier ainsi portées à une température entre 900 et 1100 °C sont trempées dans un bain d'eau ou d'huile thermorégulé (en fonction de la trempabilité de l'acier). La transformation martensitique de l'acier est ainsi opérée lorsque la vitesse de refroidissement est suffisamment élevée, en accord avec les diagrammes TRC (Transformation Refroidissement Continu), cela induit une dureté élevée [I-37].

Le revenu des pièces trempées est ensuite réalisé dans un four pot à convection forcée, sous conditions atmosphériques. La plage de température atteinte est comprise entre 180 et 600°C en fonction de la dureté finale visée. La diminution de dureté est associée à un relâchement partiel des contraintes générées lors de la trempe ; plus la température est élevée et plus le phénomène s'intensifie (pour les nuances d'acier utilisées).

### 3. Les traitements de surface pour les outils de coupe

Dans la fabrication des outils de coupe, les traitements de surface sont très largement appliqués. Ils ont pour objectif principal de fonctionnaliser les surfaces afin de répondre aux sollicitations auxquelles ils sont soumis. Ils sont notamment appliqués pour améliorer la résistance aux phénomènes de dégradation mécaniques et thermo - chimiques.

Les technologies de traitement de surface permettent d'optimiser le compromis entre le coût et les performances des outils. De nombreuses technologies de revêtement existent (*Figure I.11*) ; elles peuvent être distinguées en deux familles qui sont les dépôts par voie humide et ceux par voie sèche. Les revêtements par voie humide ne sont pas abordés car leur utilisation pour la fabrication des outils de coupe est marginale. Les revêtements par voie sèches sont eux largement appliqués pour les outils de coupe grâce à la très grande diversité de matériaux notamment des composites et des céramiques. Ces matériaux, souvent obtenus dans des conditions hors équilibre thermodynamique ont des propriétés supérieures (notamment mécaniques) à celles des matériaux dont ils sont issus. Ils permettent d'améliorer significativement la résistance des outils de coupe pour la mise en forme de matériaux difficiles à usiner.

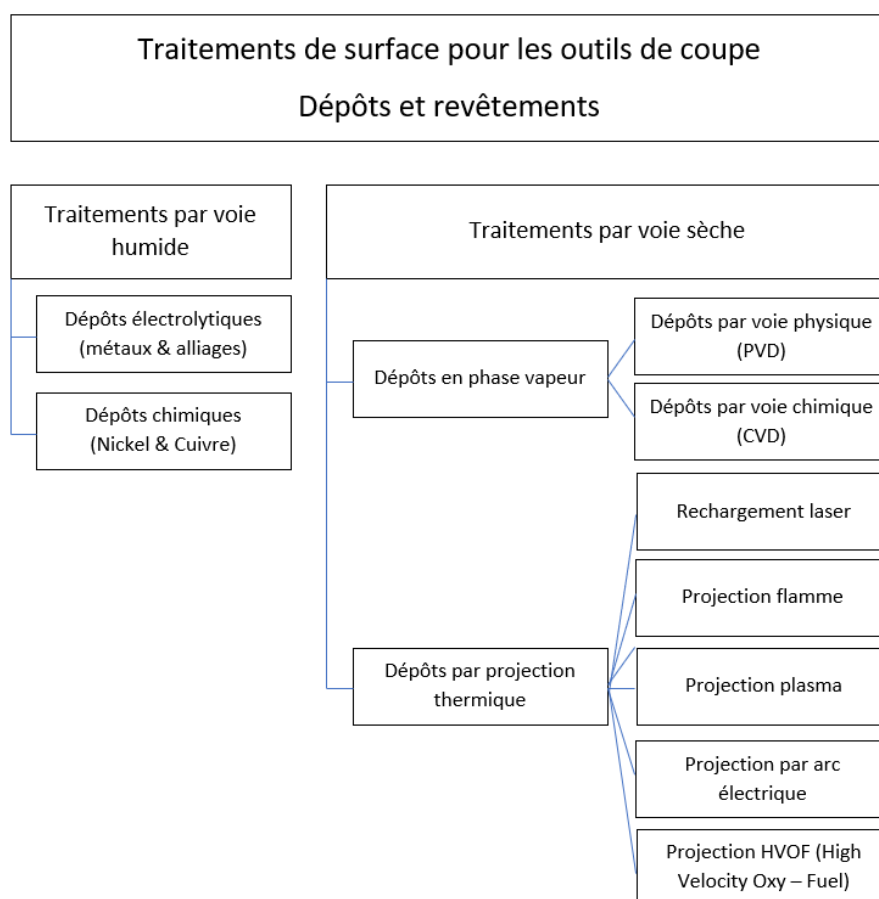


Figure I.11 : Les technologies de traitements de surface des outils de coupe.

#### a. Les dépôts en phase vapeur

Dans les technologies de revêtement par voie sèche, les dépôts en phase vapeur sont très largement répandus pour les applications mécaniques. Les dépôts formés sont de faible épaisseur (généralement inférieure à  $10\ \mu\text{m}$ ) d'où leurs appellations « couches minces » [I-4]. Ils sont le plus souvent déposés dans une enceinte sous pression réduite (entre quelques dizaines de mbars et  $10^{-7}$  mbar) [I-38]. Ces technologies basse pression peuvent être scindées en deux, les voies physiques ou PVD (Physical Vapor Deposition) ; et les voies chimiques ou CVD (Chemical Vapor Deposition).

- Les technologies CVD reposent sur le principe de la décomposition (plasma, thermique) de précurseurs liquides ou gazeux. Cela entraîne la libération d'espèces réactives qui réagissent à la surface des pièces à traiter pour former le revêtement. Classiquement, en CVD thermique, les températures mises en jeu sont élevées ( $750 - 1000\ ^\circ\text{C}$ ) afin d'activer ces réactions qui sont le plus souvent endothermiques. L'utilisation de technologies assistées par plasma (PE-CVD Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition) a permis de réduire cette température de traitement

jusqu'à 200 °C. Les revêtements formés sont très adhérents et il est possible de revêtir des formes complexes comme des alésages. Cependant, la diversité de matériau déposable est limitée du fait de l'emploi de précurseurs liquides ou gazeux ; il s'agit d'halogénures métalliques comme  $\text{TiCl}_4$  ou de composés organométalliques comme  $\text{Ni}(\text{CO})_4$  pour les sources métalliques. Il est ainsi possible de former des couches métalliques, céramiques et composites.

- Les technologies PVD reposent sur le principe de la vaporisation, à l'aide d'une source d'énergie, d'un matériau solide qui se condense à la surface de la pièce à traiter. Diverses sources de vaporisation peuvent être mises en œuvre comme un plasma à base d'argon, un faisceau d'électron (EB-PVD Electron Beam Physical Vapor Deposition) ou un rayonnement laser pulsé (PLD Pulsed Laser Deposition). Les températures mises en jeu peuvent être relativement basses (entre 70 et 600 °C) ce qui permet de traiter des matériaux sensibles comme des polymères. Les matériaux ainsi appliqués sont principalement des alliages métalliques. Il est cependant possible de déposer des céramiques ou des composites par l'utilisation de la PVD réactive en introduisant certaines espèces comme  $\text{O}_2$ ,  $\text{CH}_4$ ...

Les premiers revêtements déposés en phase vapeur étaient constitués d'une monocouche. Il est apparu que la superposition de plusieurs couches de natures différentes permet de combiner les propriétés de plusieurs matériaux, notamment en favorisant l'adhérence [I-39]. Il est également possible de déposer des revêtements multicouches ou nanocomposites ; il s'agit d'une alternance de fines couches (de quelques dizaines à quelques centaines de nanomètres) de deux matériaux. Cette configuration permet de mieux maîtriser la taille des grains (en limitant les phénomènes de croissance colonnaire) et d'améliorer les propriétés mécaniques du dépôt, grâce à l'augmentation du nombre d'interfaces [I-40]. Des revêtements nanostructurés (dits en super-réseaux) sont constitués d'une multitude de couches de quelques nanomètres formant un matériau monphasé. Cela permet notamment d'obtenir des résiliences très élevées [I-41 – I-42].

Les procédés de revêtement en phase vapeur sont largement utilisés dans la fabrication des outils de coupe pour le travail du bois et des métaux. La nature des matériaux dépend des caractéristiques recherchées. Les propriétés couramment prises en compte sont la stabilité chimique, la résistance à l'oxydation (à chaud) ainsi que la dureté à température ambiante et à haute température [I-39]. Les revêtements à base de chrome sont très répandus dans le travail du bois de par leur bonne résistance à la corrosion [I-26 ; I-43 – I-44]. On retrouve notamment

des revêtements de type CrN (nitride de chrome), CrCN (carbonitride de chrome) et CrAlN. L'ajout d'aluminium permet d'améliorer la dureté de la couche, sa résistance à l'oxydation et sa température maximale de service [I-45]. Les outils pour l'usinage des alliages métalliques sont soumis à des contraintes très sévères. Des revêtements à base de nitrures, sont très couramment utilisés pour leurs bonnes propriétés mécaniques à température élevée. Les couches TiN, TiAlN, ou une combinaison des deux sont largement employés pour l'usinage de superalliages pour les applications aéronautiques. L'addition d'aluminium a le même effet que sur CrN. Des dépôts à base de nitride de Bore BN (hexagonal ou cubique) sont également répandus pour leurs duretés extrêmement élevées (il s'agit d'un des matériaux les plus durs après le diamant). Il possède une très bonne conductivité thermique et peut supporter des températures très élevées, jusqu'à 1400°C sans s'oxyder [I-45 - I-46].

#### b. Les dépôts par projection thermique

La technique d'élaboration d'un revêtement par projection d'un matériau date du début du XXème siècle d'après Proner [I-47]. Les procédés de projection thermique sont basés sur le principe du transfert d'énergie sous forme thermique et cinétique à un matériau, initialement sous forme de poudre ou de fil. Les gouttelettes métalliques fondues sont alors projetées en direction de la pièce à traiter. C'est Schoop qui a inventé la projection flamme - poudre en 1909 pour réaliser des dépôts à base de plomb. La première application industrielle est la protection anticorrosion, notamment dans le domaine militaire lors de la Première Guerre Mondiale. Avec le temps, de nouvelles sources d'énergie ont été développées comme les arcs électriques, elles sont associées à des technologies comme l'arc - fil et les procédés plasma (*Figure I.12 a*). Les sources par combustion ont également été améliorées avec la mise au point de l'HVOF (High Velocity Oxygen Fuel) et du Canon à détonation (D-Gun). Plus récemment, l'accélération supersonique à froid a été mise au point (Cold Spray). Des rayonnements laser ont également été utilisés comme source d'énergie. Parallèlement, les matériaux déposés ont évolué afin de répondre à des problématiques tribologiques toujours plus exigeantes. La technologie de projection a alors trouvé des applications dans de nombreux domaines comme la biocompatibilité des implants médicaux, les barrières thermiques dans l'aéronautique (*Figure I.12 b*) ou la résistance à l'usure des outils dans les secteurs agricoles, miniers et pétroliers.



Une large gamme de matériaux est disponible pour les procédés de projection thermique. Ils peuvent être constitués d'alliages métalliques, de céramiques ou de polymères ; ou bien de composites issus de la combinaison de deux de ces matériaux (Figure I.13) :

- Les Cermet composites céramique – métal.
- Les Abradables composites métal – polymères.
- Les composites céramiques – polymères.

Les dépôts par projection sont largement utilisés pour des applications de protection à la corrosion et / ou à l'usure. Il s'agit principalement de matériaux de nature métallique, céramique ou Cermet.

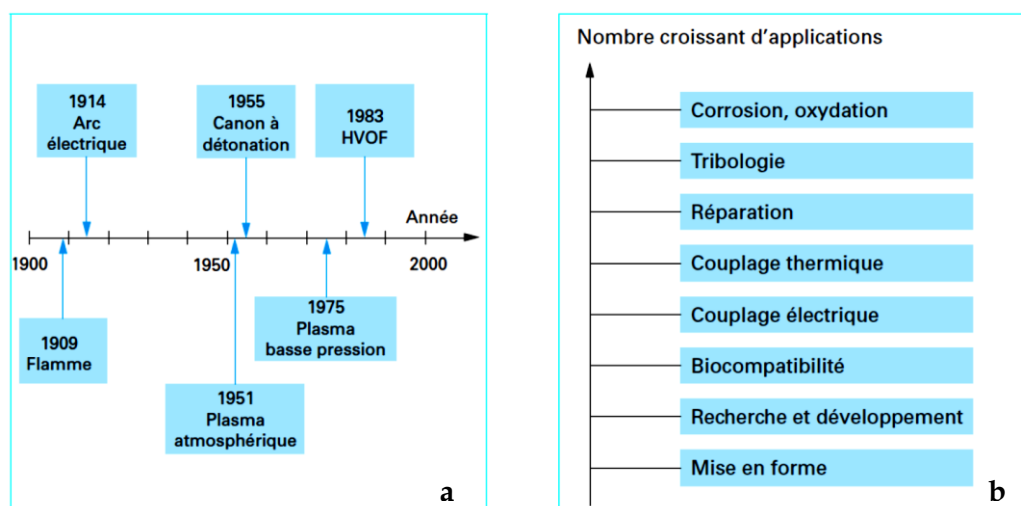


Figure I.12 : La projection thermique a) évolution de technologie et b) diversité des applications [I-47].

Parmi les dépôts projetés à base d'alliage métallique, les matériaux ferreux tels que les aciers rapides HSS (High Speed Steels), les fontes et les aciers fortement alliés sont très répandus [I-49]. La présence d'éléments d'addition tels que le molybdène, le vanadium, le chrome, le manganèse, le bore ou le carbone favorise la précipitation de phases céramiques dures comme les borures et les carbures [I-50 - I-52]. La sélection de la composition chimique permet d'ajuster les propriétés du revêtement en relation avec l'application [I-53]. De nombreuses recherches sont menées sur la composition de ces alliages dans le but de les substituer à ceux à base de cobalt ou de nickel en raison de leurs coûts élevés [I-49 ; I-54 - I-55] et de leurs relatives toxicités.

Les matériaux métalliques non ferreux sont principalement utilisés de par leur résistance à l'oxydation et à la corrosion. Les alliages à base cobalt sont préférés lorsque des résistances

élevées à la corrosion et à l'oxydation à haute température sont recherchées. Les Stellites (alliages de cobalt avec du chrome et d'autres éléments) sont plutôt utilisées pour les applications tribologiques [I-56].

Les alliages à base nickel comme les superalliages (à base de nickel allié avec du chrome et d'autres éléments) trouvent de nombreuses applications du fait de leur résistance au fluage à température élevée [I-57]. D'autres alliages à base de nickel appelés *auto-fusibles* sont également déposés par projection thermique pour la protection anti-usure et anti-corrosion [I-58]. Le terme « *auto-fusibles* » provient de leur faible température de fusion ( $\approx 1000$  °C) [I-59] grâce à la présence de bore et de silicium [I-60]. Ils améliorent également la mouillabilité de l'alliage et le pouvoir d'inter-diffusion avec les substrats en acier [I-61]. L'ajout de chrome dans ces alliages augmente leur dureté et améliore leur résistance à la corrosion [I-62].

Des alliages métalliques dits à *haute entropie* sont actuellement étudiés pour leurs propriétés anti - usure [I-63 - I-66]. Il s'agit d'alliages composés d'au moins cinq éléments chimiques dans des proportions proches de l'équi - atomique.

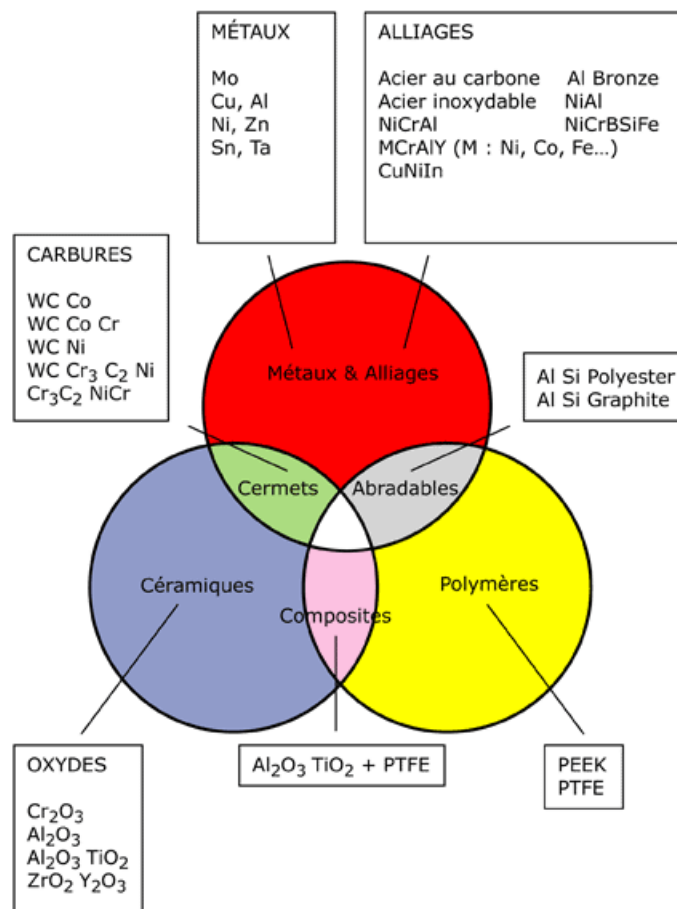


Figure I.13 : Les matériaux utilisés en projection thermique [I-48].

Les matériaux céramiques comme les oxydes sont couramment mis en œuvre par projection grâce à leur très bonne résistance à la corrosion et à l'oxydation. De plus, leurs duretés élevées sont intéressantes pour les propriétés tribologiques anti usure. Les dépôts de type  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  et  $\text{TiO}_2$  qui ont des températures de fusion élevées sont fréquemment utilisés [I-67 - I-68]. Ils sont généralement déposés par plasma d'arc soufflé, grâce à sa très haute température de mise en œuvre, ce qui permet une bonne adhérence du dépôt. Ils peuvent être complétés par une fusion laser ce qui permet d'améliorer sa perméabilité à l'oxygène et de réduire le taux de porosité [I-69]. Plus récemment, l'oxyde de niobium  $\text{Nb}_2\text{O}_5$  a été étudié et a démontré de bonnes propriétés de dureté et de résistance à la corrosion [I-70]. La faible conductivité thermique des oxydes les rend particulièrement sensibles aux chocs thermiques [I-20]. Les carbures et les nitrures ont des propriétés anti-usure reconnues et sont beaucoup moins sensibles aux chocs mécaniques et thermiques. Cependant, du fait de leurs duretés et de leurs points de fusion élevés, l'ajout d'un liant métallique est nécessaire pour former un revêtement adhérent.

Les poudres de carbures et de nitrures sont donc généralement mélangées avec des poudres de matrice métallique et déposées par projection ; on parle de composites Cermet. Ils sont utilisés depuis de nombreuses années pour les applications anti-usures. Ils sont caractérisés par des propriétés mixtes entre celles des revêtements métalliques et céramiques. La matrice métallique joue le rôle de liant, elle permet l'accroche du revêtement et sa résistance aux chocs par déformation plastique. Les particules céramiques servent de renfort grâce à leur dureté élevée ; elles conduisent ainsi à une forte résistance à l'usure du revêtement. La matrice métallique peut être issue de différents alliages (base fer, nickel ou cobalt) en fonction de l'application. Les alliages à base de cobalt sont très largement utilisés et servent notamment de liant dans les revêtements réalisés par HVOF avec de forts taux de renforts (près de 90 %) [I-71]. Ils sont principalement mis en œuvre pour leurs résistances élevées à la corrosion et leur ténacité. Les alliages auto-fusibles à base nickel sont ceux majoritairement utilisés dans les revêtements composites (Cermets) du fait de leur coût inférieur à celui des Stellites. Leurs bas points de fusion facilitent également leur mise en œuvre par projection. Toutefois, ces matrices métalliques possèdent une résistance à la corrosion inférieure à celle des Stellites, ce qui limite leur champ d'application [I-57]. Les renforts céramiques le plus souvent utilisés sont à base de carbures du fait de leur dureté très élevée. Les carbures de chrome sont largement utilisés pour les applications anti-usure à températures élevées (jusqu'à 750 °C) ou en milieu agressif (résistance à la corrosion élevée) [I-72]. Les carbures de tungstène ont une température maximale de service plus faible (400 °C) mais leur résistance à l'usure est supérieure. De

nombreuses études portent sur les revêtements Cermets NiCrBSi - WC élaborés par projection. Il apparaît que le procédé de mise en œuvre ainsi que la composition du matériau projeté ont une forte influence sur les propriétés des revêtements, notamment sur le comportement tribologique [I-73 - I-74]. Il est également possible de renforcer la matrice avec des carbures de titane, dans des revêtements Cermets, ils présentent l'avantage de reprécipiter sous la forme TiC [I-75 - I-76].

#### 4. La démarche suivie – Technologies de dépôt

La société Deguy - Conge exploite la projection thermique flamme - poudre de Cermet suivie par un post traitement de fusion par induction. Ce procédé est utilisé depuis plus de 30 ans pour la production de revêtements anti - usure. La poudre déposée est un mélange de 65 % massique de matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome avec une poudre de carbure de tungstène WC12Co (alliée avec 12 % massique de cobalt). Afin d'optimiser la qualité et la longévité de ses produits, l'entreprise souhaite mettre au point un revêtement à haute performance.

L'amélioration de la résistance à l'usure d'un revêtement composite projeté est obtenue par l'augmentation de la fraction de renfort en carbure de tungstène comme l'expliquent Fernandez et al. [I-77]. Cela implique une énergie suffisante transmise aux particules pour permettre leurs adhérences à la surface de la pièce. En projection thermique, ce transfert d'énergie s'appuie sur deux principes (*Figure I.14*) :

- L'énergie cinétique (la vitesse des particules).
- L'énergie thermique (la température des particules).

C'est une combinaison de ces deux sources qui permet d'atteindre le niveau d'énergie suffisant permettant l'adhérence du matériau projeté. Le procédé flamme - poudre s'avère être le moins énergétique, ce qui limite l'augmentation de la teneur en renfort (carbure de tungstène). Le procédé de rechargement laser (qui n'est pas représenté sur la *Figure I.14*) basé sur la transmission d'énergie par rayonnement s'apparente à de la soudure laser. Ce procédé permet donc d'augmenter significativement la teneur en renfort (carbure de tungstène) du revêtement, ceci par rapport à la projection flamme - poudre (technologie de référence).

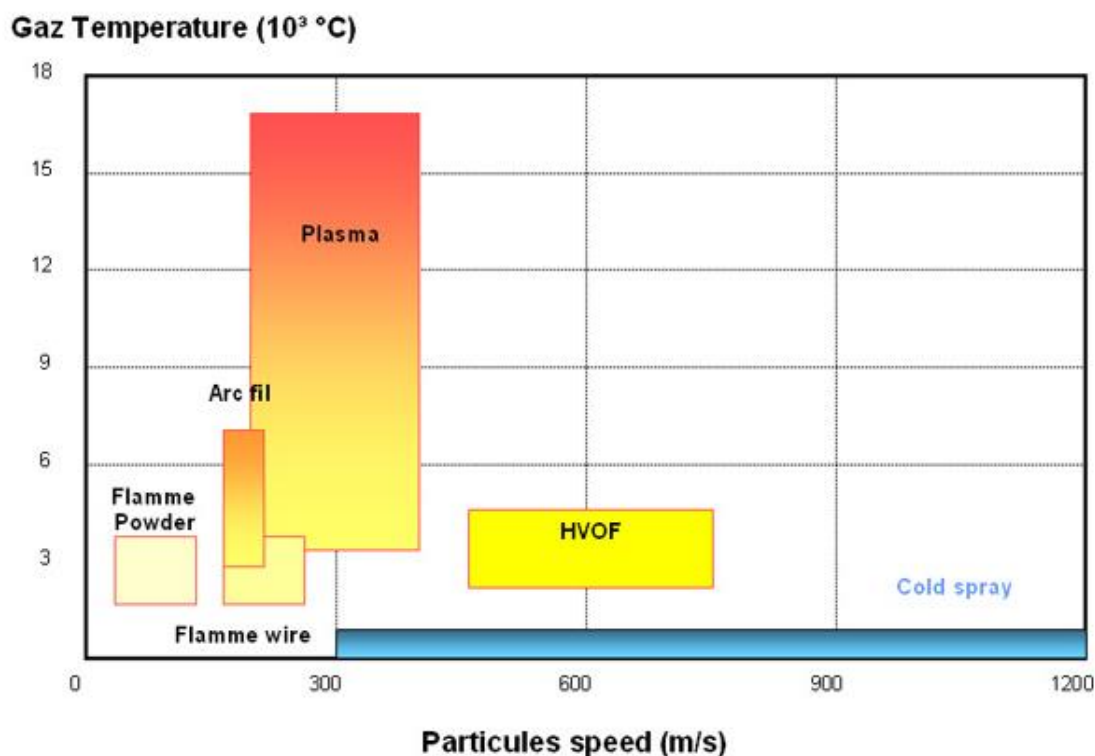


Figure I.14 : Diagramme vitesse - température des technologies de projection [I-48].

Cette étude propose donc, dans un premier temps, d'analyser le revêtement actuellement produit qui servira de référence. Cette technologie sera ensuite comparée, en termes de structure, microstructure et performances des dépôts, au procédé de rechargement laser à partir de la même poudre. Les effets de la composition de la poudre, des caractéristiques des renforts en carbure de tungstène sont également analysés afin de définir le meilleur matériau pour la protection des outils de coupe agricoles.

- **La projection flamme - poudre :**

La projection flamme - poudre ou FPS (Flame Powder Spray) est largement utilisée dans l'industrie pour sa facilité de mise en œuvre ainsi que pour la grande variété de matériaux projetables. De plus, le coût de mise en œuvre de cette technologie est relativement faible. Une installation robotisée de ce type est utilisée chez Deguy - Conge. Elle est basée sur l'utilisation d'une flamme de chalumeau obtenue par la combustion d'un carburant (injecté sous forme de gaz) avec une source d'oxygène (Figure I.15 a). Il s'agit le plus souvent d'acétylène ( $C_2H_2$ ) du fait de son énergie élevée de combustion avec une température proche de  $3000\text{ °C}$  (Figure I.15 b) induite par sa triple liaison carbone - carbone. La distribution de la poudre au travers de la flamme est assurée par un système de dosage gravimétrique (au niveau de la torche) ou externe (par vibration ou plateau rotatif). L'installation de Deguy - Conge utilise un doseur

externe par bol vibrant ; dans ce cas, un gaz porteur (de l'azote) est alors utilisé pour convoyer la poudre jusqu'à la torche. Les particules sont accélérées à travers la flamme, elles sont partiellement fondues et s'empilent à la surface du substrat (Figure I.16).

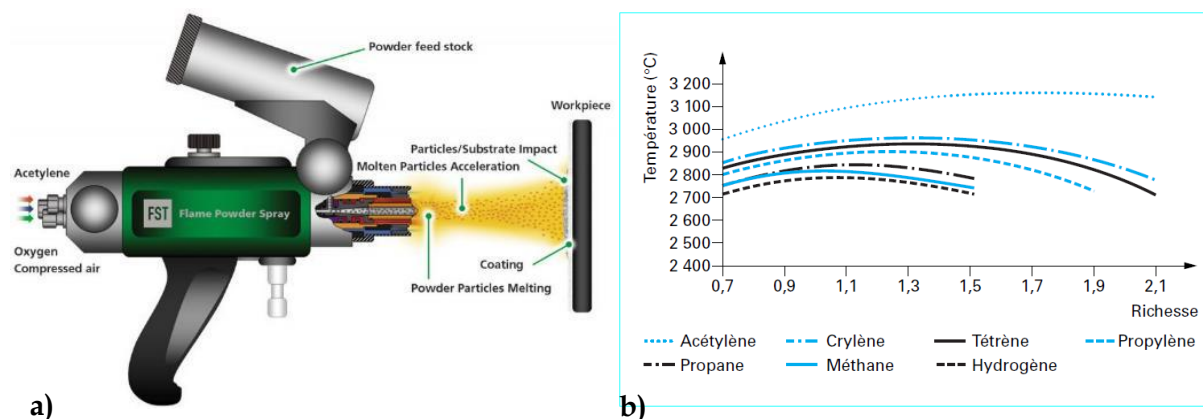


Figure I.15 : Projection flamme – poudre a) principe de fonctionnement d'une torche [I-78] et b) température de la flamme en fonction du gaz carburant utilisé [I-47].

La croissance des dépôts est basée sur l'empilement de particules fondues à la surface du substrat. Les dépôts formés par projection présentent donc de nombreux défauts intrinsèques au procédé. La température de dépôt élevée et l'air environnant conduisent à l'oxydation des particules. Des corps étrangers en suspension dans l'atmosphère peuvent être incorporés dans le dépôt, créant des inclusions. Des particules peuvent aussi demeurer infondues lors de la projection. De plus, la croissance des dépôts étant liée à l'empilement de particules, des interstices peuvent se former entre celles-ci. Cela crée alors des porosités internes au revêtement ; le taux de porosité après projection est relativement élevé, entre 5 et 15 % [I-47 ; I-79]. Un post - traitement du dépôt permet de densifier les revêtements projetés et de former une liaison métallurgique par diffusion avec le substrat. Ceci améliore significativement l'adhérence du revêtement [I-80]. Ce post - traitement peut être réalisé au four, à l'aide d'une flamme de chalumeau, par induction ou encore par laser [I-67 ; I-80 - I-81].

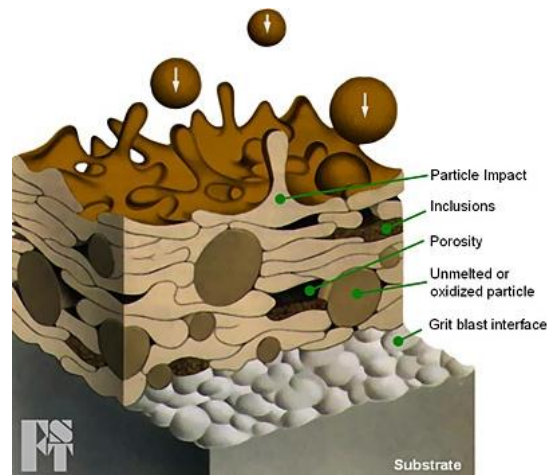


Figure I.16 : Principe de constitution des couches par projection [I-78].

- **Le rechargement laser :**

Le rechargement laser ou Laser Cladding (LC) repose sur l'utilisation d'une source de rayonnement laser (à gaz, à solide ou à semi-conducteur) [I-82]. La nature de la source laser utilisée conditionne la longueur d'onde du rayonnement émis ( $\lambda$  en nm). Ce dernier interagit alors avec la matière de trois manières : par absorption, par réflexion ou par transmission. Dans le cas du rechargement laser, c'est l'absorption du rayonnement par les matériaux qui est recherchée (elle est dépendante du matériau, de son état de surface et de la longueur d'onde du rayonnement). Les sources à solide (de type Nd-YAG) et semi-conducteur (de type diode) possèdent les meilleurs rendements grâce à leur longueur d'onde plus petite (aux alentours de 1000 nm). Le faisceau laser est focalisé par des lentilles pour moduler sa forme et sa taille tout en conservant une intensité homogène sur sa surface. Il est focalisé à proximité de la surface de la pièce à traiter de manière à créer un bain de fusion. C'est la gestion de cette distance focale qui permet de gérer la géométrie du bain de fusion ainsi que sa taille (si le plan focal est sous la surface de la pièce, la pénétration de la soudure dans le substrat est importante ; plus le plan focal est distant de la surface, plus le diamètre du faisceau est large). De l'argon est diffusé au niveau de la torche de manière à protéger ce bain de fusion de l'oxydation. Le matériau d'apport, généralement sous forme de poudre, est injecté dans le bain de fusion grâce à un gaz porteur, l'hélium (Figure I.17) (dans certains cas, il peut être pré-placé à la surface de la pièce [I-83]). Avec cette technologie, la vitesse des particules éjectées est faible ; cependant, les grains métalliques fondent sous l'effet du rayonnement et se mélangent avec le bain de fusion. La sélection des paramètres est alors très importante afin de minimiser l'importance du bain de fusion qui modifie la composition chimique du matériau déposé. Ce procédé ne possède pas de limite technologique quant à une teneur maximale en carbure applicable. Il est

en effet possible de déposer une poudre composée à 100 % de carbure à la surface d'un matériau. Le faisceau laser forme un bain de fusion à la surface du substrat dans lequel est injectée la poudre de carbure ; il s'agit alors d'un procédé appelé « dispersing » [I-84]. Les dépôts sont denses et sont caractérisés par une liaison métallurgique avec le substrat. Plusieurs couches successives peuvent être empilées ce qui permet de former un revêtement de plusieurs millimètres d'épaisseur.

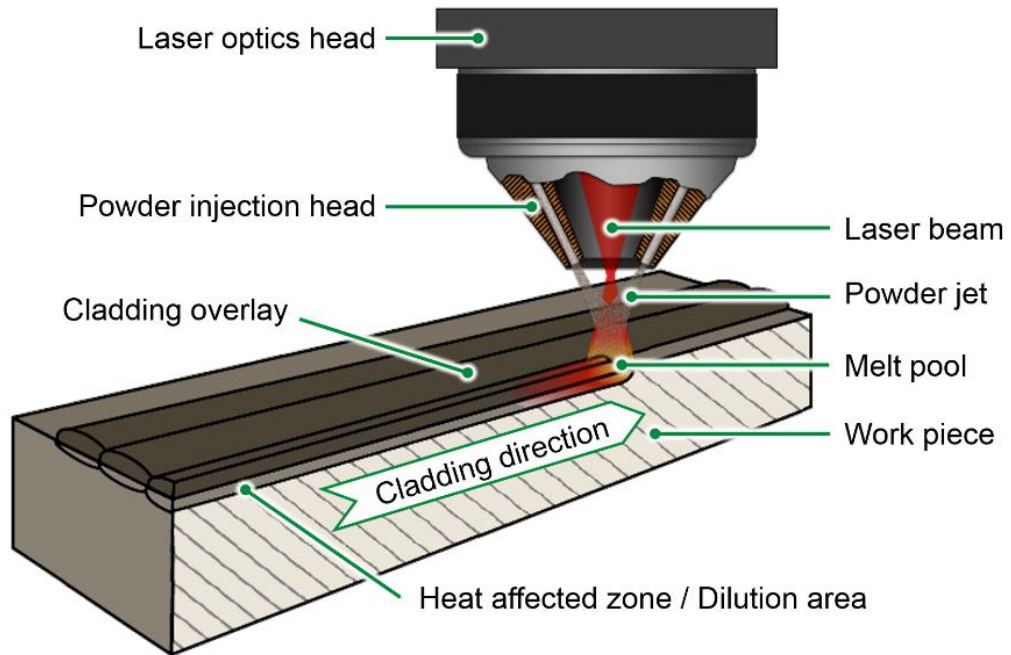


Figure I.17 : Principe de fonctionnement d'une torche de rechargement laser (ou laser cladding) [I-78].



## Conclusion

La dégradation des outils de coupe agricoles résulte de phénomènes complexes d'origine mécanique, thermique et chimique. Le cisaillement de la matière conduit à l'échauffement du système ce qui accentue le caractère oxydant du milieu (plus ou moins humide). La croissance d'une couche d'oxyde est alors favorisée tandis que le frottement de la matière végétale vient la dégrader grâce à son effet abrasif.

Les outils de coupe pour le travail des métaux ou du bois sont principalement en acier fortement allié, de haute dureté. Des revêtements céramiques en couche mince appliqués en phase vapeur (CVD ou PVD) peuvent être mis en œuvre pour protéger leurs surfaces. Les outils de coupe pour le machinisme agricole sont produits à partir d'aciers faiblement alliés pour des raisons de performances recherchées, de mise en œuvre et de coût. Pour augmenter les performances et la durabilité des outils, un revêtement composite Cermet à matrice NiCrBSi et renfort WC est déposé par projection flamme - poudre, combinée avec un post - traitement thermique.

Cette étude a pour objectif la mise au point d'un revêtement anti - usure à haute performance pour les outils de coupe agricoles. La voie principale d'amélioration des propriétés mécaniques de ces revêtements projetés est l'augmentation de la teneur en renfort (carbure de tungstène), limitée en projection flamme-poudre. Il s'avère en effet que la technologie de projection flamme - poudre est relativement peu énergétique, ce qui ne permettrait pas l'adhérence d'un matériau riche en carbure. La technologie de rechargement laser est alors étudiée car elle permet d'appliquer des revêtements de haute qualité à forte teneur en carbure. Une étude paramétrique est alors menée avec, dans un premier temps, la recherche de l'influence du procédé de dépôt sur la poudre de référence ; projection flamme - poudre ou rechargement laser. Ensuite, la recherche d'une composition optimale de la poudre projetée est effectuée à partir de quatre paramètres :

- La composition chimique de la poudre de matrice NiCrBSi
- La densité apparente de la poudre de carbure de tungstène
- La teneur massique en poudre de carbure de tungstène
- La granulométrie de la poudre de carbure de tungstène

Les différents revêtements produits sont alors caractérisés d'un point de vue structurale (DRX), microstructurale (MEB), mécanique (dureté) et tribologique (pion - disque G99). Les

propriétés fonctionnelles de résistance à l'usure lors de la coupe de matière végétale est évaluée grâce aux essais de coupe sur banc TEEMO.

### Références bibliographiques

- [I-1] M. F. Ashby, J. Abulawi, et H. S. Kong, « Temperature Maps for Frictional Heating in Dry Sliding », *Tribology Transactions*, vol. 34, n° 4, p. 577-587, janv. 1991, doi: 10.1080/10402009108982074.
- [I-2] F. Klocke, *Manufacturing Processes 1: Cutting*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 2011.
- [I-3] J. M. Mainé, M. Batista, D. García-Jurado, L. Shaw, et M. Marcos, « FVM based Methodology for Evaluating Adhesion Wear of Cutting Tools », *Procedia CIRP*, vol. 8, p. 552-557, janv. 2013, doi: 10.1016/j.procir.2013.06.149.
- [I-4] Z. Dadić, « Tribological principles and measures to reduce cutting tools wear », p. 7.
- [I-5] J. D. Gates, « Two-body and three-body abrasion: A critical discussion », *Wear*, vol. 214, n° 1, p. 139-146, janv. 1998, doi: 10.1016/S0043-1648(97)00188-9.
- [I-6] M. A. Moore, « A review of two-body abrasive wear », *Wear*, vol. 27, n° 1, p. 1-17, janv. 1974, doi: 10.1016/0043-1648(74)90080-5.
- [I-7] M. J. Neale et M. Gee, *Guide to Wear Problems and Testing for Industry*. William Andrew.
- [I-8] F. Gong, J. Zhao, Y. Jiang, H. Tao, Z. Li, et J. Zang, « Fatigue failure of coated carbide tool and its influence on cutting performance in face milling SKD11 hardened steel », *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, vol. 64, p. 27-34, avr. 2017, doi: 10.1016/j.ijrmhm.2017.01.001.
- [I-9] W. M. Haynes, D. R. Lide, et T. J. Bruno, Éd., *Handbook of Chemistry and Physics - 97th Edition (2016).pdf*, 97th éd. CRC Press, 2016.
- [I-10] S. D. Cramer et B. S. Covino, Éd., *Corrosion: Fundamentals, Testing, and Protection*, vol. 13A. ASM International, 2003.
- [I-11] L. Antoni et A. Galerie, « Corrosion sèche des métaux - Mécanismes », p. 18, 2003.
- [I-12] T. Misawa, K. Asami, K. Hashimoto, et S. Shimodaira, « The mechanism of atmospheric rusting and the protective amorphous rust on low alloy steel », *Corrosion Science*, vol. 14, n° 4, p. 279-289, janv. 1974, doi: 10.1016/S0010-938X(74)80037-5.
- [I-13] E. McCafferty, *Introduction to Corrosion Science*. Springer New York Dordrecht Heidelberg London, 2010.
- [I-14] « Guidelines for Optimal Production of Corn Silage.pdf ». [I-En ligne]. Disponible sur: [http://admin.hubbardlife.com/files/files/BeefTechLineSep09%20Guidelines%20for%20Optimal%20Production%20of%20Corn%20Silage\(1\).pdf](http://admin.hubbardlife.com/files/files/BeefTechLineSep09%20Guidelines%20for%20Optimal%20Production%20of%20Corn%20Silage(1).pdf).

- [I-15] Z. G. Weinberg et G. Ashbell, « Engineering aspects of ensiling », *Biochemical Engineering Journal*, p. 8, 2003.
- [I-16] A. G. Kaiser, J. Piltz, H. M. Burns, et N. W. Griffiths, « Successful silage .pdf ». Topfodder.
- [I-17] T. Rostek et W. Homberg, « Grading technologies for the manufacture of innovative cutting blades », Palermo, Italy, 2018, p. 100013, doi: 10.1063/1.5034953.
- [I-18] G. F. Vander Voort, Éd., *Atlas of time-temperature diagrams for irons and steels*. United States: ASM International, 1991.
- [I-19] « Le site des aciers spéciaux, de l'aluminium et des non-ferreux. » <http://www.aciersspeciaux.fr/>.
- [I-20] G. T. Smith, *Cutting tool technology: industrial handbook*. London: Springer, 2008.
- [I-21] A. K. Bhakat, A. K. Mishra, N. S. Mishra, et S. Jha, « Metallurgical life cycle assessment through prediction of wear for agricultural grade steel », *Wear*, vol. 257, n° 3, p. 338-346, août 2004, doi: 10.1016/j.wear.2004.01.003.
- [I-22] « Dossier technique: Les aciers à outils ». [http://outils.construiracier.com/acier\\_outils/alliage.htm](http://outils.construiracier.com/acier_outils/alliage.htm).
- [I-23] « Influence des éléments d'addition ». [http://philippe.berger2.free.fr/productique/ressources/metallurgie/trait\\_thermic/influence\\_des\\_elements\\_d.htm#Le%20Nickel](http://philippe.berger2.free.fr/productique/ressources/metallurgie/trait_thermic/influence_des_elements_d.htm#Le%20Nickel).
- [I-24] Z. Aydın, G. Aldıç, et H. Çimenoglu, « An investigation on the mechanical properties of the hard chromium layer deposited by brush plating process on AISI H13 steel », *Archives of Materials Science and Engineering*, p. 7.
- [I-25] Y. Guanghua *et al.*, « Effects of heat treatment on mechanical properties of h13 steel », *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 52, n° 7-8, p. 393-395, déc. 2010, doi: 10.1007/s11041-010-9288-4.
- [I-26] M. G. Faga et L. Settineri, « Innovative anti-wear coatings on cutting tools for wood machining », *Surface and Coatings Technology*, vol. 201, n° 6, p. 3002-3007, déc. 2006, doi: 10.1016/j.surfcoat.2006.06.013.
- [I-27] A. M. Bayer et B. A. Becherer, « High-Speed Tool Steels », p. 9.
- [I-28] I. Hacisalihoglu, F. Yildiz, et A. Alsaran, « Wear performance of different nitride-based coatings on plasma nitrided AISI M2 tool steel in dry and lubricated conditions », *Wear*, vol. 384-385, p. 159-168, août 2017, doi: 10.1016/j.wear.2017.01.117.
- [I-29] B. L. Strahin et G. L. Doll, « Tribological coatings for improving cutting tool performance », *Surface and Coatings Technology*, vol. 336, p. 117-122, févr. 2018, doi: 10.1016/j.surfcoat.2017.09.010.
- [I-30] K. M. Gupta, K. Ramdev, S. Dharmateja, et S. Sivarajan, « Cutting Characteristics of PVD Coated Cutting Tools », *Materials Today: Proceedings*, vol. 5, n° 5, Part 2, p. 11260-11267, janv. 2018, doi: 10.1016/j.matpr.2018.02.092.
- [I-31] L. Ceschini, C. Martini, et A. Morri, « Dry sliding wear of an induction-hardened, high-silicon medium-carbon microalloyed steel », *Tribology International*, vol. 92, p. 493-502, déc. 2015, doi: 10.1016/j.triboint.2015.07.032.

- [I-32] S. Gündüz et M. Acarer, « The effect of heat treatment on high temperature mechanical properties of microalloyed medium carbon steel », *Materials & Design*, vol. 27, n° 10, p. 1076-1085, janv. 2006, doi: 10.1016/j.matdes.2005.01.020.
- [I-33] « Etude comparative des procédés de découpe forte épaisseur - Institut Maupertuis - Bulletin technique N°27 - Aout 2011 ». .
- [I-34] « Comparer les procédés de découpe - Flow Waterjet ». <https://www.flowwaterjet.fr/Apprendre/Coupe-Comparative.aspx#waterjet>.
- [I-35] V. Walther, D. Stein, et K. Wild, « Change in knife sharpness on forage chopper and its consequences for knife sharpening », *LANDTECHNIK–Agricultural Engineering*, vol. 66, n° 3, p. 173–175, 2011.
- [I-36] V. Rudnev, D. Loveless, et R. L. Cook, *Handbook of Induction Heating, Second Edition*. .
- [I-37] G. Murry, « Transformations dans les aciers », p. 62, 1998.
- [I-38] J. Leclerc, « Techniques du vide - Introduction », p. 18, 1997.
- [I-39] K. Bobzin, « High-performance coatings for cutting tools », *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology*, vol. 18, p. 1-9, août 2017, doi: 10.1016/j.cirpj.2016.11.004.
- [I-40] H. Holleck et V. Schier, « Multilayer PVD coatings for wear protection », *Surface and Coatings Technology*, vol. 76-77, p. 328-336, nov. 1995, doi: 10.1016/0257-8972(95)02555-III.
- [I-41] C. Ducros, V. Benevent, et F. Sanchette, « Deposition, characterization and machining performance of multilayer PVD coatings on cemented carbide cutting tools », *Surface and Coatings Technology*, vol. 163-164, p. 681-688, janv. 2003, doi: 10.1016/S0257-8972(02)00656-4.
- [I-42] F. Sanchette, C. Ducros, T. Schmitt, P. Steyer, et A. Billard, « Nanostructured hard coatings deposited by cathodic arc deposition: From concepts to applications », *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, n° 23-24, p. 5444-5453, sept. 2011, doi: 10.1016/j.surfcoat.2011.06.015.
- [I-43] B. Warcholinski et A. Gilewicz, « Multilayer coatings on tools for woodworking », *Wear*, vol. 271, n° 11, p. 2812-2820, sept. 2011, doi: 10.1016/j.wear.2011.05.048.
- [I-44] M. Gauvent, E. Rocca, P. J. Meausoone, et P. Brenot, « Corrosion of materials used as cutting tools of wood », *Wear*, vol. 261, n° 9, p. 1051-1055, nov. 2006, doi: 10.1016/j.wear.2006.0III.036.
- [I-45] C. Labidi, « Amélioration de la durée de service d'outils d'usinage du bois par traitements de surface et préparation de l'arête de coupe », Arts et Métiers ParisTech, 2006.
- [I-46] S. N. Monteiro, A. L. D. Skury, M. G. de Azevedo, et G. S. Bobrovnitchii, « Cubic boron nitride competing with diamond as a superhard engineering material – an overview », *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 2, n° 1, p. 68-74, janv. 2013, doi: 10.1016/j.jmrt.201III.0III.004.
- [I-47] A. Proner, « Revêtements par projection thermique », p. 25, 1999.

- [I-48] « Advanced Coating - Projection thermique - Techniques », <http://www.advanced-coating.com/projection-techniques.htm>.
- [I-49] K. Bobzin, L. Zhao, M. Öte, et T. Königstein, « Development of a FeCrMnBC-based economical wear and corrosion resistant coating », *Surface and Coatings Technology*, vol. 362, p. 12-20, mars 2019, doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.01.074.
- [I-50] V. G. Efremenko *et al.*, « Structure refinement of high-Cr cast iron by plasma surface melting and post-heat treatment », *Materials & Design*, vol. 126, p. 278-290, juill. 2017, doi: 10.1016/j.matdes.2017.04.022.
- [I-51] R. Veinthal, F. Sergejev, A. Zikin, R. Tarbe, et J. Hornung, « Abrasive impact wear and surface fatigue wear behaviour of Fe-Cr-C PTA overlays », *Wear*, vol. 301, n° 1, p. 102-108, avr. 2013, doi: 10.1016/j.wear.2013.01.077.
- [I-52] N. Ur Rahman, M. B. de Rooij, D. T. A. Matthews, G. Walmag, M. Sinnaeve, et G. R. B. E. Römer, « Wear characterization of multilayer laser clad high speed steels », *Tribology International*, vol. 130, p. 52-62, févr. 2019, doi: 10.1016/j.triboint.2018.08.019.
- [I-53] S. J. Algodí, J. W. Murray, P. D. Brown, et A. T. Clare, « Wear performance of TiC/Fe cermet electrical discharge coatings », *Wear*, vol. 402-403, p. 109-123, mai 2018, doi: 10.1016/j.wear.2018.02.007.
- [I-54] G. Bolelli, T. Börner, F. Bozza, V. Cannillo, G. Cirillo, et L. Lusvarghi, « Cermet coatings with Fe-based matrix as alternative to WC-CoCr: Mechanical and tribological behaviours », *Surface and Coatings Technology*, vol. 206, n° 19, p. 4079-4094, mai 2012, doi: 10.1016/j.surfcoat.2012.03.094.
- [I-55] B. Maroli, S. Dizdar, et S. Bengtsson, « Iron based hardfacing alloys for abrasive and impact wear », p. 7, 2017.
- [I-56] L. Baiamonte *et al.*, « Tribological and high-temperature mechanical characterization of cold sprayed and PTA-deposited Stellite coatings », *Surface and Coatings Technology*, avr. 2019, doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.04.032.
- [I-57] P. Houle, « Résistance à la corrosion aqueuse des alliages de nickel.pdf ».
- [I-58] R. Rachidi, B. Elkihel, F. Delaunois, V. Vitry, et D. Deschuyteneer, « Anti-Wear Performance of NiCrBSi/NiCrBSi-WC Coatings Produced by Flame Thermal Spraying Process », p. 3, 2017.
- [I-59] K. Aoudia *et al.*, « Structural and Mechanical Properties of Arc-Sprayed Ni-Cr Coating Post-Treated by Surface Mechanical Attrition Treatment (SMAT) », *Coatings*, vol. 8, n° 12, p. 424, nov. 2018, doi: 10.3390/coatings8120424.
- [I-60] R. Rachidi, B. El Kihel, et F. Delaunois, « Microstructure and mechanical characterization of NiCrBSi alloy and NiCrBSi-WC composite coatings produced by flame spraying », *Materials Science and Engineering: B*, vol. 241, p. 13-21, févr. 2019, doi: 10.1016/j.mseb.2019.02.002.
- [I-61] J. R. Davis et ASM International, Éd., *Nickel, cobalt, and their alloys*, 1. printing. Materials Park, Ohio: ASM International, 2000.
- [I-62] T. Liyanage, G. Fisher, et A. P. Gerlich, « Influence of alloy chemistry on microstructure and properties in NiCrBSi overlay coatings deposited by plasma transferred arc welding (PTAW) », *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, n° 3, p. 759-765, oct. 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2010.07.095.

- [I-63] Y. Guo, S. Chen, Z. Yuan, et T. Guo, « FeCoNiAlTiCrSi high entropy alloy coating prepared by laser cladding », présenté à 5th International Conference on Information Engineering for Mechanics and Materials, Huhhot, Inner Mongolia, 2015, doi: 10.2991/icimm-15.2015.11III.
- [I-64] Y. Guo, C. Li, M. Zeng, J. Wang, P. Deng, et Y. Wang, « In-situ TiC reinforced CoCrCuFeNiSi<sub>0.2</sub> high-entropy alloy coatings designed for enhanced wear performance by laser cladding », *Materials Chemistry and Physics*, vol. 242, p. 122522, févr. 2020, doi: 10.1016/j.matchemphys.2019.122522.
- [I-65] Z. Cai, X. Cui, Z. Liu, Y. Li, M. Dong, et G. Jin, « Microstructure and wear resistance of laser clad Ni-Cr-Co-Ti-V high-entropy alloy coating after laser remelting processing », *Optics & Laser Technology*, vol. 99, p. 276-281, févr. 2018, doi: 10.1016/j.optlastec.2017.09.012.
- [I-66] C. Huang, Y. Zhang, R. Vilar, et J. Shen, « Dry sliding wear behavior of laser clad TiVCrAlSi high entropy alloy coatings on Ti-6Al-4V substrate », *Materials & Design*, vol. 41, p. 338-343, oct. 2012, doi: 10.1016/j.matdes.2012.04.049.
- [I-67] K. Yang, J. Li, Q. Wang, Z. Li, Y. Jiang, et Y. Bao, « Effect of laser remelting on microstructure and wear resistance of plasma sprayed Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-40%TiO<sub>2</sub> coating », *Wear*, vol. 426-427, p. 314-318, avr. 2019, doi: 10.1016/j.wear.2019.01.100.
- [I-68] « Slurry Erosive Wear Behavior of Plasma Sprayed Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Coatings on Steel Substrates - ScienceDirect ». <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785317311689>.
- [I-69] V. López, M. L. Escudero, et J. M. Belló, « Laser melting of plasma-sprayed alumina coatings », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 172, n° 1-2, p. 189-195, nov. 1993, doi: 10.1016/0921-5093(93)90440-P.
- [I-70] H. C. Fals, M. J. X. Belém, A. S. Roca, L. Fanton, et C. R. C. Lima, « Phase transformation of Nb<sub>2</sub>O<sub>5</sub> during the formation of flame sprayed coatings and its influence on the adhesion strength, abrasive wear and slurry erosive wear », *Wear*, vol. 426-427, p. 277-284, avr. 2019, doi: 10.1016/j.wear.2019.01.081.
- [I-71] M. S. Lamana, A. G. M. Pukasiewicz, et S. Sampath, « Influence of cobalt content and HVOF deposition process on the cavitation erosion resistance of WC-Co coatings », *Wear*, vol. 398-399, p. 209-219, mars 2018, doi: 10.1016/j.wear.2017.12.009.
- [I-72] A. Wank, B. Wielage, G. Reisel, T. Grund, et E. Friesen, « Performance of thermal spray coatings under dry abrasive wear conditions », p. 8.
- [I-73] A. Mate et H. Deore, « Review Paper on Effect of WC-Ni Content on Wear Behavior of Laser clad Ni- based alloys », vol. 5, n° 6, p. 11, 2017.
- [I-74] R. Seger, « Effect of tungsten carbides properties of overlay welded WC/NiSiB composite coatings », p. 64.
- [I-75] L. C. Betancourt-Dougherty et R. W. Smith, « Effects of load and sliding speed on the wear behaviour of plasma sprayed TiC-NiCrBSi coatings », *Wear*, vol. 217, n° 1, p. 147-154, avr. 1998, doi: 10.1016/S0043-1648(97)00212-III.
- [I-76] D. T. Cavanaugh, « Evaluation of titanium carbide metal matrix composites deposited via laser cladding », 2015.

- [I-77] M. R. Fernández, A. García, J. M. Cuetos, R. González, A. Noriega, et M. Cadenas, « Effect of actual WC content on the reciprocating wear of a laser cladding NiCrBSi alloy reinforced with WC », *Wear*, vol. 324-325, p. 80-89, févr. 2015, doi: 10.1016/j.wear.2014.12.021.
- [I-78] « Thermal Spray coating systems & equipment | HVOF - Plasma spray - Flame Wire Spray - Flame Powder Spray - Arc Wire Spray ». <https://www.fst.nl/systems/>.
- [I-79] S. H. Amin, « A Review on Thermal Spray Coating Processes », 2016.
- [I-80] T. Dong, L. Liu, G. Li, R. Wang, J. Yuan, et Y. Feng, « Effect of induction remelting on microstructure and wear resistance of plasma sprayed NiCrBSiNb coatings », *Surface and Coatings Technology*, vol. 364, p. 347-357, avr. 2019, doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.02.08III.
- [I-81] R. González, M. Cadenas, R. Fernández, J. L. Cortizo, et E. Rodríguez, « Wear behaviour of flame sprayed NiCrBSi coating remelted by flame or by laser », *Wear*, vol. 262, n° 3, p. 301-307, févr. 2007, doi: 10.1016/j.wear.2006.05.009.
- [I-82] D. M. Cosme, « Choisir la soudure par laser », p. 18, 201III.
- [I-83] C. C. Qu, J. Li, L. L. Bai, J. Z. Shao, R. Song, et J. L. Chen, « Effects of the thickness of the pre-placed layer on microstructural evolution and mechanical properties of the laser-clad coatings », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 644, p. 450-463, sept. 2015, doi: 10.1016/j.jallcom.2015.05.081.
- [I-84] C. Nölke, S. Claußen, S. Dudziak, H. Haferkamp, et S. Barcikowski, « Reduced wear and adhesion forces by laser dispersing of ceramics », *Physics Procedia*, vol. 5, p. 431-437, 2010, doi: 10.1016/j.phpro.2010.08.165.

---

*Chapitre II : Matériaux et techniques  
expérimentales*

---



## Chapitre II : Matériaux et techniques expérimentales

<b><u>Introduction</u></b> .....	<b>41</b>
<b><u>1.Substrats et élaboration des dépôts</u></b> .....	<b>42</b>
<b><u>a. Définition des substrats</u></b> .....	<b>42</b>
<b><u>b. Procédés de dépôt</u></b> .....	<b>45</b>
i. <u>Dépôt par projection flamme – poudre</u> .....	46
ii. <u>Rechargement laser</u> .....	47
<b><u>2.Techniques de caractérisation physico – chimique des revêtements</u></b> .....	<b>50</b>
<b><u>a. Analyses structurales par diffraction des rayons X (DRX)</u></b> .....	<b>51</b>
<b><u>b. Analyses microstructurales par microscopie électronique à balayage (MEB) et analyses chimiques par spectrométrie de rayons X par dispersion d'énergie (EDS)</u></b> .....	<b>51</b>
<b><u>3.Techniques de caractérisation mécaniques et tribologiques</u></b> .....	<b>52</b>
<b><u>a. Essais de dureté</u></b> .....	<b>52</b>
<b><u>b. Essai tribologique pion - disque</u></b> .....	<b>53</b>
<b><u>c. Banc d'essai TEEMO</u></b> .....	<b>56</b>
i. <u>Principe</u> .....	57
ii. <u>Détermination des paramètres d'usure</u> .....	59
iii. <u>Protocole d'essai</u> .....	61
<b><u>Conclusion</u></b> .....	<b>63</b>

## Introduction

Ce chapitre détaille les matériaux et les techniques expérimentales mis en œuvre au cours de cette étude. Les substrats utilisés et les protocoles d'élaboration des revêtements, notamment de traitement thermique, sont définis. Les procédés de dépôt par projection flamme - poudre et par rechargement laser sont détaillés avec leurs paramètres principaux. Les techniques de caractérisation physico - chimiques utilisées pour étudier les transformations opérées au cours du procédé de fabrication sont décrites. Des analyses structurales et microstructurales sont respectivement réalisées par diffraction des rayons X (DRX) et par microscopie électronique à balayage (MEB). Les propriétés mécaniques des revêtements sont caractérisées au moyen d'essais de dureté Vickers. Des tests de résistance aux phénomènes d'usure des revêtements sont menés ; d'abord lors de la sollicitation par frottement au cours d'essais standards pion - plan ; puis lors de la coupe de matière végétale sur le banc d'essai TEEMO. Le principe de ces essais, les protocoles utilisés et les moyens de caractérisation de l'usure des revêtements sont décrits.

## 1. Substrats et élaboration des dépôts

Cette partie définit les substrats utilisés ainsi que les protocoles de traitement associés. Les procédés de revêtement par projection flamme – poudre et rechargement laser sont décrits par la suite avec les paramètres clés de leur mise en œuvre.

### a. Définition des substrats

Les substrats utilisés sont produits à partir de la nuance d'acier 51CrV4 (Tableau II.1) qui est utilisée pour la production des outils coupants chez Deguy – Conge. Des échantillons sous forme de disques ou des couteaux sont utilisés pour l'étude (procédés d'élaboration et des propriétés des revêtements).

Élément chimique	C	Cr	Mn	Si	V	Cu	P	S
<b>Tolérance min.</b>	0,47 %	0,80 %	0,60 %	0,10 %	0,10 %			
<b>Tolérance max.</b>	0,55 %	1,10 %	1,00 %	0,40 %	0,25 %	0,40 %	0,020 %	0,008 %

Tableau II.1 : Composition nominale de la nuance d'acier 51CrV4.

- Echantillons

Des disques d'acier (Figure II.1) sont utilisés pour les analyses physico – chimiques, mécaniques et tribologiques des revêtements.

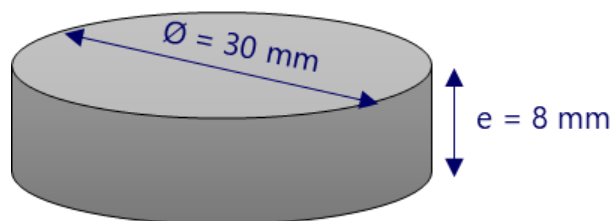


Figure II.1 : Géométrie des pions.

Le protocole de fabrication mis en œuvre pour la réalisation des échantillons est le suivant :

- Découpe laser dans une tôle d'acier 51CrV4 d'épaisseur 8 mm.

- Grenaillage pendant 1,5 minutes (dans une grenailluse à tambour rotatif) : l'objectif est d'éliminer la couche d'oxyde superficielle et de créer une rugosité de surface favorisant l'adhérence des revêtements.
- Marquage.
- Dégraissage avec un produit industriel.
- Revêtement intégral de la surface (10 échantillons par revêtement).
- Traitement thermique par induction de sept échantillons pour chaque revêtement selon les paramètres résumés dans le *Tableau II.2*.
- Grenaillage pendant trois minutes : l'objectif est d'éliminer la couche d'oxyde superficielle formée lors du traitement thermique.
- Rectification plane de la surface de trois échantillons traités thermiquement par revêtement pour s'affranchir de l'effet de la rugosité lors des analyses DRX et tribologiques (*Figure II.2*).
- Polissage mécanique manuel de la surface (jusqu'à l'obtention de surfaces polies miroir, papiers carbure de Silicium P600 et suspensions diamantées 9  $\mu\text{m}$ , 3  $\mu\text{m}$  et 1  $\mu\text{m}$ ).

<b>Trempe</b>	Chauffeuse par induction	HF 50 kW
	Montage coffret	Doubleur
	Réglage puissance	55 %
	Intensité (I)	36 A
	Tension (U)	481 V
	Puissance utilisée	15 kW
	Fréquence (f)	140 kHz
	Inducteur	N° 100
	Temps de chauffe (t)	24 s
	Fluide de trempe	Huile 40 °C
	Disposition des pièces	Par 7
	Température atteinte	≈ 1050 °C
<b>Revenu</b>	Four	Infrafour
	Température	220 °C
	Temps de maintien	2 h

*Tableau II.2 : Paramètres utilisés pour le traitement thermique des pions.*

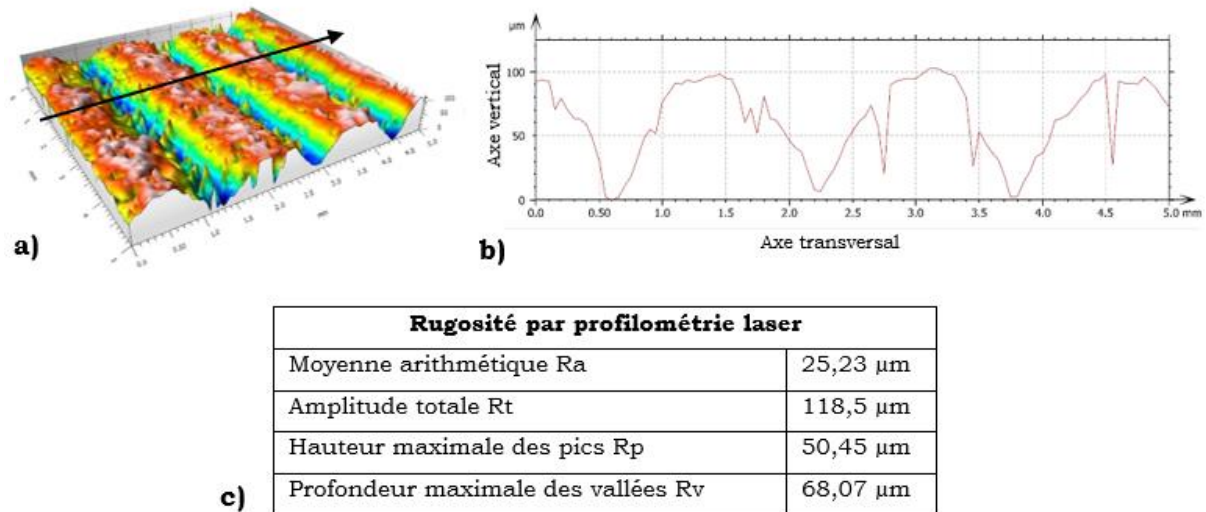


Figure II.2 : Analyse par profilométrie laser confocale de la surface après rechargement laser a) scan 3D de la surface b) profil caractéristique suivant la flèche noire et c) tableau des valeurs de rugosité déterminées sur la surface.

- Les couteaux :

Les couteaux utilisés lors des essais de coupe sur le banc d'essai TEEMO (décrit *Partie III.c*) sont réalisés selon la géométrie illustrée *Figure II.3*.

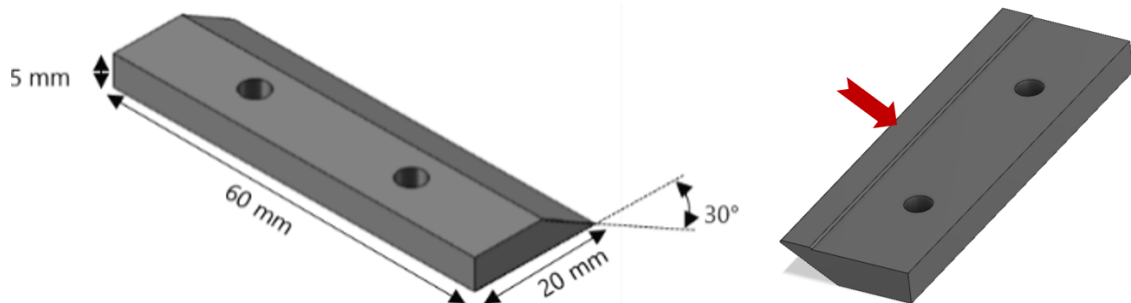


Figure II.3 : Géométrie des couteaux réalisés pour les essais de coupe sur le banc TEEMO.

La gamme de fabrication utilisée pour la fabrication des couteaux et leur revêtement est la suivante :

- Découpe laser de couteaux dans une tôle d'acier 51CrV4 d'épaisseur 5 mm.
- Grenailage pendant 1,5 minutes dans une grenailleuse à tambour rotatif.
- Marquage des couteaux.
- Dégraissage avec un produit industriel.
- Revêtement d'une bande de 5 mm (sur le dos de la face biseautée, flèche rouge *Figure II.3*) de 12 couteaux par composition de poudre.

- Traitement thermique par induction des couteaux (réalisé selon les paramètres du *Tableau II.3*).
- Grenailage pendant trois minutes dans une grenailleuse à tambour rotatif.
- Biseautage à 30° de la face opposée à celle revêtue sur une machine de meulage à commande numérique.
- Equilibrage et appairage des couteaux par trois (écart de poids inférieur à 0,1 g). Cette étape est nécessaire du fait de la rotation de l'outil à haute vitesse lors des essais sur le banc TEEMO.

<b>Trempe</b>	Chauffeuse par induction	HF 50 kW
	Montage coffret	Doubleur
	Réglage puissance	55 %
	Intensité (I)	36 A
	Tension (U)	481 V
	Puissance utilisée	15 kW
	Fréquence (f)	140 kHz
	Inducteur	N° 100
	Temps de chauffe (t)	17 s
	Fluide de trempe	Huile 40 °C
	Disposition des pièces	Par 4
Température atteinte	≈ 1050 °C	
<b>Revenu</b>	Four pot	Infrafour
	Température	220 °C
	Temps de maintien	2 h

Tableau II.3 : Paramètres de traitement thermique des couteaux pour les essais de coupe sur le banc TEEMO.

#### b. Procédés de dépôt

Les mélanges de poudre sont obtenus à partir de poudres de matrice NiCrBSi et de poudres de renfort en carbure de tungstène. Pour chaque composition, un pot de 5000 g est préparé à l'aide d'une balance électronique de précision KERN PNS 600-3 (d'une capacité de 620 g et d'une résolution de 0,001g). Le tableau de relevé des pesées effectuées pour préparer les mélanges est présenté en *Annexe II.1*. Les pots sont mélangés manuellement pendant cinq minutes avec un mouvement de double rotation (suivant l'axe longitudinal et l'axe et transversal du pot) de manière à obtenir un mélange homogène. Les technologies d'application des mélanges de poudre, les machines et les paramètres utilisés pour l'élaboration des revêtements sont détaillés dans cette partie.

i. Dépôt par projection flamme – poudre

La projection flamme – poudre repose sur le principe de l'injection d'un matériau à déposer (sous forme de poudre ou de fil) au travers d'une flamme (*Figure II.4 a*). Cette dernière résulte de la combustion d'un gaz carburant avec de l'oxygène dont la réaction est initiée par un système piézoélectrique. Le combustible le plus souvent utilisé est l'acétylène car il produit la plus haute température de flamme, de l'ordre de 3000 °C [II-1]. Cela reste faible par comparaison avec d'autres technologies de revêtement ou la température peut atteindre 12 000 °C dans le cas de la projection par plasma soufflé ou par arc transféré (PTA). La vitesse des particules est donnée par le gaz vecteur de la poudre (l'azote), elle atteint environ 40 m.s<sup>-1</sup>. Cela est faible par rapport à d'autres procédés de projection comme HVOF (High Velocity Oxy – Fuel) où la vitesse d'éjection des particules atteint 700 m.s<sup>-1</sup>. L'énergie globale apportée aux particules dans les procédés de projection est donnée par la conjonction de la vitesse et de la température des particules. De ce fait, le procédé de projection flamme – poudre est le moins énergétique des procédés de revêtement par projection du fait de sa température relativement basse et de la faible vitesse des particules. Cela limite ainsi les matériaux applicables, notamment ceux riches en particules céramiques dures dont l'adhérence avec le substrat est difficile. Le dépôt est constitué par empilement des particules à la surface du substrat ; certaines demeurent infondues et la formation d'oxydes est possible du fait de la température élevée et du milieu oxydant (*Figure II.4 b*). Le taux de porosité de la couche formée est relativement élevé de l'ordre de 10 à 20 %. Ce procédé de dépôt a un rendement moyen en poudre adhérent au substrat de l'ordre de 50 % ; cette adhérence est d'origine mécanique avec une faible force d'adhérence comprise entre 20 et 40 MPa. Un post traitement est couramment appliqué pour densifier la couche et générer une adhérence métallurgique avec le substrat ; il peut être réalisé au four, par induction ou encore par laser.

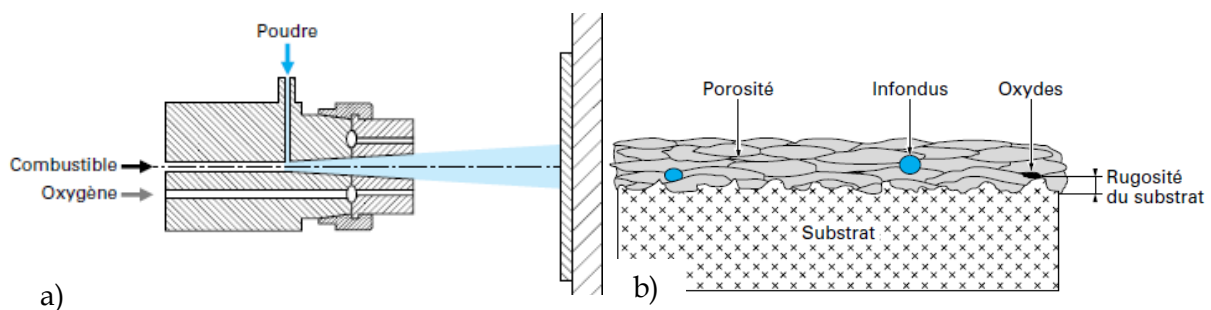
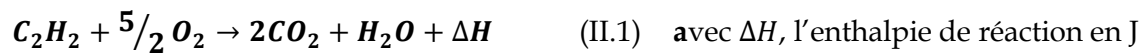


Figure II.4 : Projection flamme – poudre a) principe et b) constitution du dépôt [II-1].

L'application du dépôt par projection flamme - poudre est réalisée sur une ligne robotisée, utilisée pour la production industrielle chez Deguy-Conge. Les pièces sont disposées sur un montage incliné et sont maintenues grâce à des supports spécifiques. La torche, fixée à l'extrémité d'un bras robotisé 6 axes Kuka (KR120), balaye la surface du montage à une distance de 200 mm, avec une vitesse de 100 mm/s et un pas de 8 mm entre deux passes. Le débit de poudre réglé à 115 g/minute est contrôlé via un doseur à bol vibrant et de l'azote est utilisé comme gaz vecteur pour transporter la poudre jusqu'à la torche. La flamme oxyacétylénique est produite à l'extrémité de la torche ; les débits et les pressions d'oxygène (O<sub>2</sub>) et d'acétylène (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>) sont régulés grâce à une armoire de contrôle. La formation d'une flamme neutre respectant la stœchiométrie de l'équation de réaction (II.1) est recherchée.



#### ii. Rechargement laser

Le rechargement laser, appelé aussi « laser cladding », s'appuie sur l'utilisation d'une source d'énergie laser. La transmission d'énergie par radiation, s'effectue par l'interaction entre les photons du rayonnement laser et les électrons libres de la matière ; elle est régie par trois facteurs principaux qui sont [II-2] :

- La nature du matériau : les matériaux métalliques sont particulièrement sensibles du fait de la présence importante d'électrons libres, les céramiques sont quant à elles peu affectées.
- La rugosité de surface favorise l'absorptivité (au détriment de la réflectivité) d'un rayonnement par un matériau.
- La longueur d'onde du rayonnement,  $\lambda$  en nm ; est spécifique à la nature de la source du rayonnement laser [II-3] (Figure II.5).

La quantité d'énergie transmise à la pièce est définie par la densité de puissance  $\Phi$  en W.m<sup>-2</sup> et la durée d'interaction laser - matière en s.



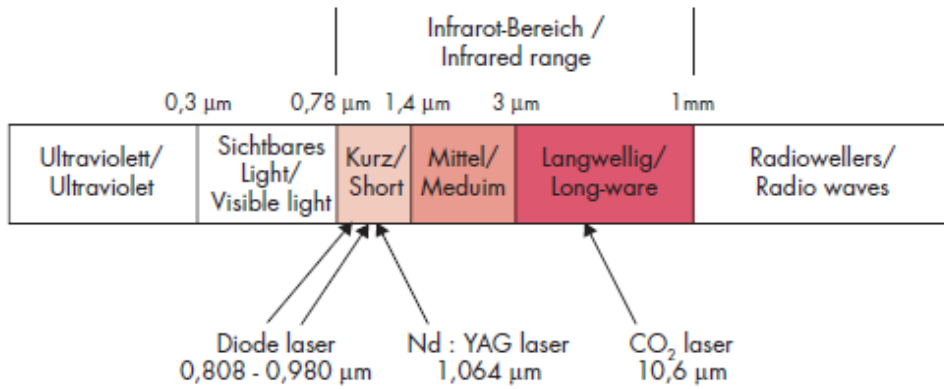


Figure II.5 : Longueur d'onde des rayonnements laser [II-3].

Au cours du rechargement laser, le rayonnement laser interagit avec le substrat métallique en créant un bain de fusion à sa surface (illustré en rouge Figure II.6 a). Il interagit également avec le matériau à déposer qui se présente sous forme de poudre ou de fil. Ce dernier est introduit au niveau de la buse et fond au contact du rayonnement (Figure II.6 b). Le matériau d'apport ainsi fondu se mélange au matériau du substrat sur une couche d'épaisseur variable à l'origine de la liaison métallurgique. Cela garantit une très forte adhérence du dépôt [II-4]. L'irradiation laser d'un métal conduit à des cinétiques de chauffe et de refroidissement rapides variant entre  $10^3$  et  $10^9$  K.s<sup>-1</sup>, à l'origine de microstructures fines [II-5].

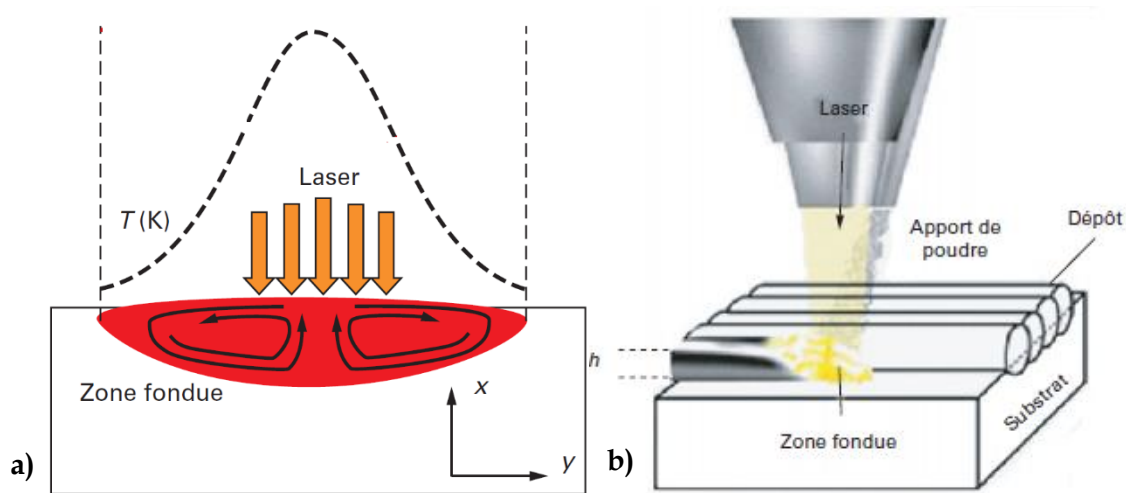


Figure II.6 : Rechargement laser a) principe et b) interaction avec la matière [II-5].

L'installation de rechargement laser utilisée a fait l'objet d'une prestation de sous-traitance auprès de la société Chpolansky (Marcoussis 91460 France). Il s'agit d'une cellule de rechargement robotisée TrueLaser Robot 5020 (Figure II.7 a) équipée d'une source TrueDisk 4001, (laser à solide Nd-YAG de longueur d'onde  $\lambda = 1030$  nm d'une puissance de 4000 W).

Une fibre optique (*Figure II.7 c*) permet de transférer la puissance laser depuis la source laser jusqu'à la tête de rechargement. Elle est montée à l'extrémité d'un bras robotisé 6 axes Kuka qui contrôle ses déplacements dans l'espace (*Figure II.7 a*). La puissance laser définie lors des opérations de rechargement est de 800 W pour un diamètre de faisceau laser, noté  $d$ , de 2,26 mm. Ce dernier est défini par trois paramètres (*Figure II.8*) :

- L'angle de divergence du rayonnement laser est noté  $\Theta$  en degré, il s'agit d'un paramètre machine, dépendant de la tête.
- La distance entre la buse et le point focal du faisceau laser est appelée distance de défocalisation du faisceau et notée  $f$  ; elle est ajustée grâce aux optiques de focalisation et atteint la distance de 15 mm
- La distance entre la buse de rechargement et le plan de la pièce noté  $h$  est de 16 mm.

Le rechargement laser est réalisé par balayage de la tête de rechargement avec un angle de  $5^\circ$  par rapport à la normale (pour prévenir la réflexion du rayonnement laser dans les optiques de la tête). Des passes successives sont appliquées en allés simples (de manière à limiter l'échauffement local du substrat) avec une vitesse de défilement de 15 mm/s et un recouvrement de 30 % entre les passes (pour assurer une continuité de l'épaisseur du revêtement). Le débit de poudre est régulé par un distributeur à plateau rotatif (*Figure II.7 b*), contrôlé en vitesse de rotation, de manière à obtenir un débit massique constant en sortie de buse. Une valeur de débit massique de  $15,5 \pm 1$  g / min est attendue, la vitesse de rotation du plateau est alors ajustée en fonction du mélange de poudre ; le contrôle de la valeur du débit est réalisé au moyen d'une pesée après deux minutes de distribution de la poudre dans un pot (*Annexe II.2*). L'Hélium (avec un débit de 10L/min) est utilisé pour transporter la poudre jusqu'à la buse à trois jets (*Figure II.7 c*). De l'Argon est injecté au niveau de la buse de rechargement laser (avec un débit de 7L/min) afin de protéger de l'oxydation les particules de poudre chauffées et le bain de fusion à la surface du substrat.

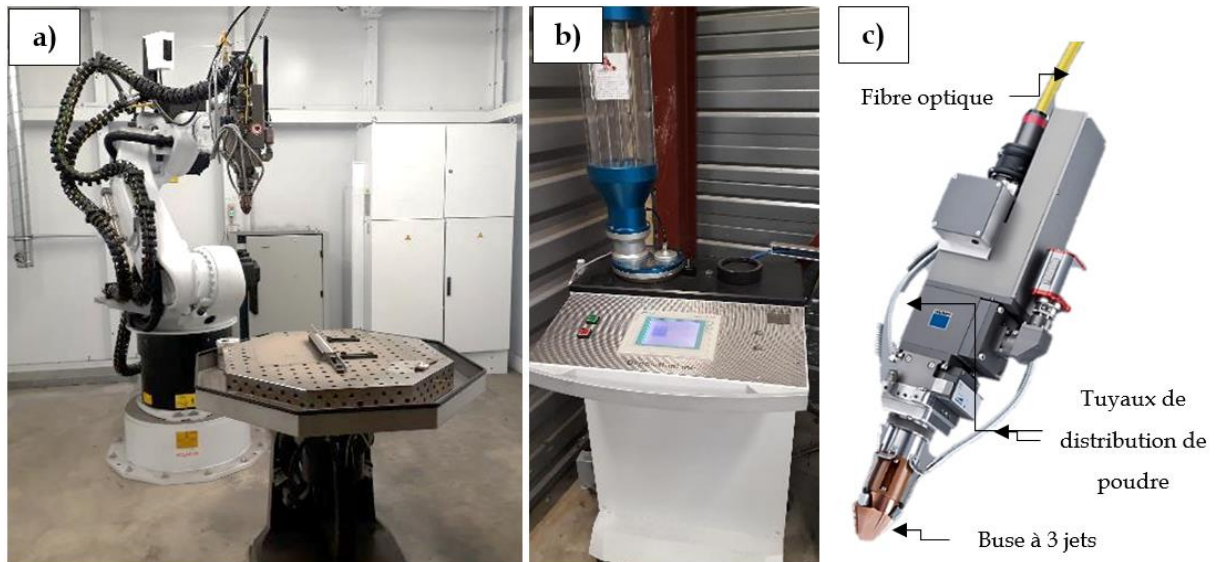


Figure II.7 : Cellule de rechargement laser robotisée utilisée pour l'élaboration des revêtements par rechargement laser (TrueLaser Robot 5020 Chpolansky) a) intérieur de la cabine, b) distributeur de poudre et c) tête de rechargement.

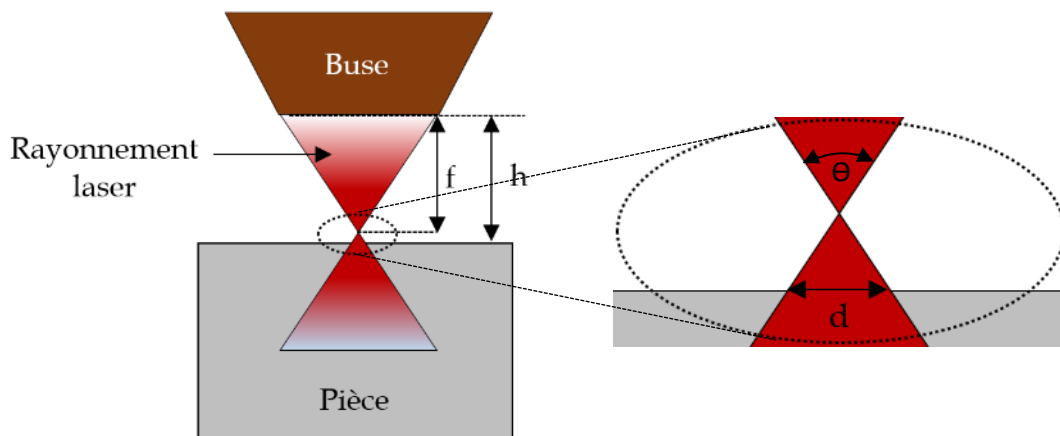


Figure II.8 : Relations défocalisation du rayonnement laser, distance pièce et diamètre de faisceau avec :  $f$  la distance de défocalisation (mm),  $h$  la distance pièce-buse (mm),  $\theta$  l'angle de divergence du faisceau ( $^{\circ}$ ) et  $d$  le diamètre de faisceau (mm).

## 2. Techniques de caractérisation physico – chimique des revêtements

La structure des revêtements est analysée par diffraction des rayons X (DRX) et la microstructure par microscopie électronique à balayage (MEB). Des analyses chimiques par spectroscopie de rayon X à dispersion d'énergie (EDS) permettent de compléter ces analyses.

a. Analyses structurales par diffraction des rayons X (DRX)

Les acquisitions par diffraction des rayons X ont été réalisées à l'aide d'un goniomètre Bruker D8 Advance. Une anticathode en cuivre avec une longueur d'onde  $\lambda$  de 1,5418 Å a été utilisée pour toutes les analyses. Les mesures sont réalisées en mode  $\theta/2\theta$  sur une plage  $2\theta$  (30 - 100 °) avec un incrément de 0,02 ° et une durée d'une seconde par pas. Une fente de 1 mm est montée sur le canon et un filtre nickel est utilisé pour filtrer les rayonnements de la raie  $K\alpha_2$  du cuivre.

Le post traitement des diffractogrammes réalisé à l'aide du logiciel DiffractEVA permet de :

- D'identifier les phases à l'aide de la base de données ICDD PDF-4 2018.
- De mesurer la taille moyenne des cristallites de la phase principale de la matrice d'après la méthode de Debye - Scherrer.
- De réaliser des estimations semi - quantitatives de la proportion de certaines phases.

Les mesures de diffraction sont réalisées sur toutes les poudres de matrice NiCrBSi et de carbure de tungstène. Les diffractogrammes des revêtements sont acquis sur les surfaces revêtues, rectifiées et polies miroir des pions, de manière à obtenir un signal optimal.

b. Analyses microstructurales par microscopie électronique à balayage (MEB) et analyses chimiques par spectrométrie de rayons X par dispersion d'énergie (EDS)

Les observations microstructurales ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) Hirox S4000. Il est équipé d'une sonde à spectrométrie des rayons X par dispersion d'énergie (EDS) Bruker XFlash et du software Quantax permettant de réaliser des analyses de composition chimique.

Les morphologies des poudres sont analysées en collant quelques particules de poudre sur du scotch carbone. Des vues en coupe sont réalisées suite à l'enrobage à chaud d'une petite quantité de poudre dans de la résine phénolique conductrice. La surface est ensuite polie de manière à atteindre le plan médian des grains de poudre.

Les microstructures et les compositions chimiques (par EDS) des revêtements sont étudiées sur les pions selon des observations en coupe transversale. Les échantillons sont coupés à l'aide d'une tronçonneuse équipée d'un système de refroidissement - lubrification par aspersion permettant de limiter l'échauffement des matériaux. Ils sont ensuite enrobés à chaud

sur leur tranche dans une résine phénolique conductrice choisie pour sa dureté et son faible retrait. La surface des enrobages est polie miroir, ils sont ensuite dégraissés pendant 3 minutes par immersion dans un bain à ultrason rempli d'éthanol. Les pistes de frottement générées lors des essais tribologiques ainsi que les arêtes de coupe des couteaux après les essais sur le banc TEEMO sont préparées / étudiées de la même façon.

### 3. Techniques de caractérisation mécaniques et tribologiques

Les propriétés mécaniques des revêtements ont été étudiées au travers d'essais de dureté Vickers, réalisés sur la surface rectifiée des revêtements. Leurs comportements tribologiques sont ensuite analysés au moyen d'essais de frottement pion - plan. Enfin les performances fonctionnelles de coupe et de durabilité sont testées à l'aide du banc d'essai TEEMO.

#### a. Essais de dureté

La dureté des revêtements est d'abord mesurée au niveau de la matrice NiCrBSi et des renforts en carbure de tungstène. La dureté du composite matrice plus carbure est ensuite évaluée à l'aide d'une charge d'essai supérieure. Un microduromètre Vickers Q10CHD Master (QNESS) à axe X, Y et Z motorisés est utilisé ; la charge, appliquée par cellule de force, peut varier dans une plage de valeurs comprises entre 50 g et 10 kg. Une tourelle équipée de quatre objectifs x4, x20, x40 et x65 et complétée par un zoom numérique x4, permet de sélectionner le grossissement adéquat pour mesurer les empreintes. Le système d'acquisition des images utilise une caméra numérique d'une résolution de 18 MP.

Les mesures de dureté sont réalisées sur la surface des pions revêtus, traités thermiquement, rectifiés et polis miroir.

- Matrices NiCrBSi et carbures de tungstène

La microdureté des matrices NiCrBSi et des renforts en carbure de tungstène des différents revêtements ont été mesurées avec une charge de 500 g. Cette dernière présente le meilleur compromis entre la taille des empreintes et la précision de lecture dans le cas des matrices. Lorsqu'il s'agit des carbures de tungstène, la charge de 500 g est également utilisée (une charge supérieure conduit à la fissuration excessive des carbures, rendant la mesure de l'empreinte impossible). Les valeurs de dureté des matrices présentées dans cette étude sont des moyennes

déterminées à partir de 15 mesures. La dureté des carbures de tungstène est quant à elle calculée à partir de 10 mesures (une indentation par grain de carbure).

- Composites

La dureté des composites matrice plus renfort est déterminée à l'aide d'une charge d'essai de 10 kg (limite supérieure du microduromètre) ; la valeur moyenne est calculée à partir de séries de 10 mesures.

### b. Essai tribologique pion - disque

L'essai de frottement par tribomètre pion - disque est reconnu pour l'étude des propriétés de frottement d'un couple de matériau dans des conditions expérimentales définies et reproductibles (il est utilisé depuis 1986 par la NASA pour évaluer la performance de films lubrifiants) [II-6]. Son principe repose sur la mise en rotation d'un échantillon, à la surface duquel un contre - corps frotte ; il peut s'agir d'un pion cylindrique ou d'une bille, sur lequel une charge définie est appliquée (Figure II.9).

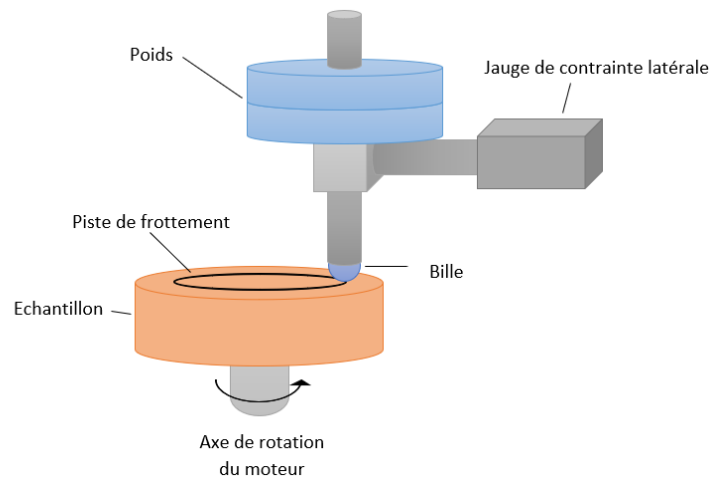


Figure II.9 : Principe de fonctionnement du tribomètre pion - disque.

Les essais tribologiques sont menés sur un tribomètre haute température (CSM) avec les conditions expérimentales suivantes :

- Rayon de la piste de frottement : 6,00 mm.
- Vitesse linéaire : 100 mm/s (soit 159,15 tours/min).
- Charge appliquée : 10 N (charge maximale d'essai disponible). Un équilibrage préalable du bras est réalisé avant chaque essai.
- Contre corps : bille en alumine ( $Al_2O_3$ ) de 6 mm de diamètre grade 24 (1500 HV10).

- Fréquence d'acquisition des données : 7,5 Hz.
- Distance de frottement : 10 000 m (soit 265 258 cycles pour une durée de 27,8 h). Cette distance est déterminée d'après une pré - étude de manière à générer une usure suffisante de la surface pour pouvoir la mesurer par profilométrie laser confocal.
- Température d'essai :  $23 \pm 2$  °C.
- Hygrométrie :  $40 \pm 10$  %.
- Pression atmosphérique.

Une première série d'essais est menée sans lubrification, elle est nommée « conditions sèches ». Elle a pour but d'évaluer la résistance des revêtements selon des conditions opératoires standards. On peut apparenter cela au processus de coupe d'une matière végétale sèche comme le foin.

Une seconde série d'essais est menée sous lubrification, elle est appelée « conditions humides ». Le but est alors d'évaluer l'effet de la lubrification sur les propriétés de frottement des revêtements. Cette série d'essais peut s'apparenter au processus de coupe d'une matière végétale fraîche comme la luzerne (destinée à la production d'ensilage après déshydratation). La solution de lubrification utilisée est produite à partir d'une infusion de luzerne déshydratée dans de l'eau déminéralisée ; elle est nommée par la suite « solution de luzerne ».

La solution de luzerne est produite d'après le protocole suivant :

- Pesée de 100 g de luzerne déshydratée (Rumiluz).
- Mesure du volume de 2 L d'eau déminéralisée.
- Mélange dans un flacon et macération pendant 96 h.
- Filtration de la solution.
- Stockage dans un flacon hermétique à l'abri de la lumière.

Le pH de cette solution est contrôlé à l'aide d'un pH-mètre HI 83141 (Hanna) préalablement étalonné. Le pH de la solution de luzerne diminue lors de l'infusion de la luzerne déshydratée entre 0 et 96 heures (*Figure II.10*). Après les 96 heures d'infusion, la solution est filtrée et conservée dans un flacon hermétique et à l'abri de la lumière. Le pH de la solution remonte alors légèrement pour se stabiliser dans une plage de valeur oscillant autour de  $5,5 \pm 0,2$ . Lors des essais tribologiques, le pH mesuré préalablement indique une valeur de 5,49. Cette valeur légèrement acide est cohérente avec celle de la matière végétale légèrement fermentée pour la production de fourrage.

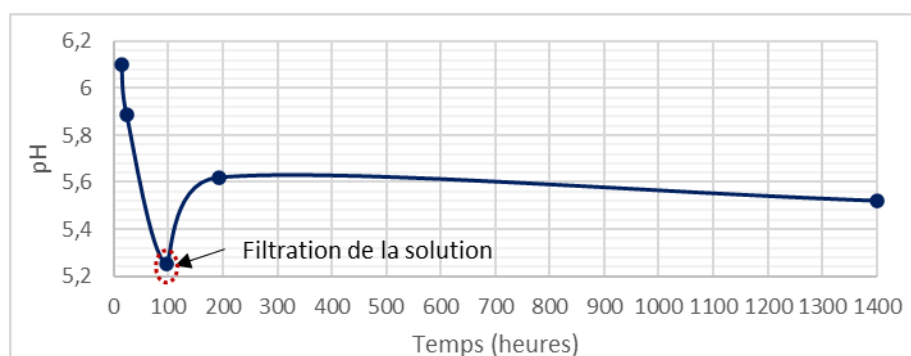


Figure II.10 : Evolution du pH de la solution de luzerne en fonction du temps d'infusion de la luzerne déshydratée dans l'eau déminéralisée.

Pour les essais en conditions lubrifiées avec la solution de luzerne, 20 mL de solution sont prélevés et placés dans le contenant servant au bridage de l'échantillon. En fin d'essai, la solution et les débris d'usure en suspension sont recueillis dans un flacon.

Les coefficients de frottement pour chaque essai sont déterminés en calculant la valeur moyenne entre 5 000 et 10 000 m de frottement (partie linéaire) afin de s'affranchir de la période de rodage. Une fois les essais de frottement terminés, les pions sont nettoyés pendant 3 minutes dans un bac à ultrasons rempli d'alcool pour éliminer les résidus de frottement. Les coefficients d'usure des différents revêtements (suivant les deux conditions de frottement) sont alors déterminés à l'aide d'un profilomètre confocal laser AltiSurf 500 (Altimet), équipé d'une sonde CL2(400). Un scan de la piste de frottement est réalisé sur une surface de 2 x 3 mm avec les paramètres d'acquisition résumés *Tableau II.4*.

<b>Fréquence</b>	200 Hz
<b>Pas d'acquisition en X et en Y</b>	10 $\mu\text{m}$
<b>Vitesse de scan en X</b>	50 $\mu\text{m/s}$

Tableau II.4 : Paramètres utilisés pour l'acquisition par profilométrie confocale laser.

Les scans sont post-traités de la manière suivante :

- Une mise à niveau ligne à ligne est utilisée pour redresser la surface
- Un lissage Gaussien est utilisé pour supprimer le bruit
- 1 profil sur 20 est récupéré (soit 16 profils au total)
- La surface de l'empreinte générée par le frottement de la bille est mesurée sur chaque profil.



- La surface moyenne usée et l'écart type sont calculés.
- Le volume usé est calculé d'après l'équation (II.2), en se basant sur le périmètre moyen de la piste de frottement.
- Le coefficient d'usure moyen pour chaque revêtement est alors calculé d'après l'équation (II.3).

$\bar{V}_u = \bar{S}_u \cdot 2 \cdot \pi \cdot r$  (II.2) avec  $\bar{V}_u$  le volume usé moyen en  $\text{mm}^3$ ,  $\bar{S}_u$  la surface usée moyenne en  $\text{mm}^2$  et  $r$  le rayon de la piste de frottement en  $\text{mm}$ .

$\bar{U} = \frac{\bar{V}_u}{F \cdot d}$  (II.3) avec  $\bar{U}$  le coefficient d'usure moyen du revêtement en  $\text{mm}^3/\text{N.m}$ ,  $\bar{V}_u$  le volume usé moyen en  $\text{mm}^3$ ,  $F$  la force appliquée en  $\text{N}$  et  $d$  la distance de frottement en  $\text{m}$ .

### c. Banc d'essai TEEMO

Le banc d'essai TEEMO a été mis au point pour les besoins de la thèse de Marc Gauvent [II-7] qui traite de l'« *Optimisation de la durée de vie d'un outil de coupe pour l'industrie du bois. Analyse et compréhension des modes d'usure. Mise au point de solutions innovantes avec tests industriels.* ». Cette machine a été développée par la société Process Industrie pour le laboratoire LERMAB de l'Université Henri Pointcarré, Nancy 1 et le CRITT (Centre Régional d'Innovation et de Transfert de Technologies) METALL 2T de Nancy. Cette machine a pour objectif de simuler de manière cyclique le frottement de matériaux, utilisés dans la fabrication des outils de coupe du bois, sur la tranche d'une bille de bois. Ce banc d'essai a également été utilisé par Guillaume Simonin [II-8] pour sa thèse qui traite de l'« *Amélioration des performances d'outils de coupe pour la première transformation du bois.* ».

Afin de reproduire le processus de coupe de la matière végétale des machines agricoles pour cette étude, la machine est adaptée pour usiner des panneaux de paille compressés. L'intérêt de l'utilisation de ce panneau réside dans son procédé de fabrication par pressage à chaud sans liant chimique, comme dans les travaux de Wang et al. [II-9]. Ces panneaux, normalement destinés à des applications d'isolation, mesurent  $2500 \times 1200 \times 58 \text{ mm}$  et ont une densité moyenne de  $22 \text{ kg/m}^3$ . Afin de pouvoir être manipulés par la machine TEEMO, ces panneaux sont recoupés en 15 petits panneaux de  $500 \times 300 \times 58 \text{ mm}$  (Figure II.11) (les extrémités sont retirées car leur densité s'est avérée trop élevée). La direction des fibres est un paramètre important pris en compte lors de la découpe des panneaux, l'objectif étant de réaliser une coupe transversale des fibres de manière à simuler le cas réel. L'épaisseur des panneaux étant relativement importante par rapport aux planches de bois initialement montées sur la

machine, le système de bridage est modifié et les rouleaux servant de butées de positionnement des panneaux sont rehaussés.

Pour les besoins de cette étude, 30 panneaux de paille compressés sont utilisés (soit 90 m<sup>2</sup> ou 660 kg).

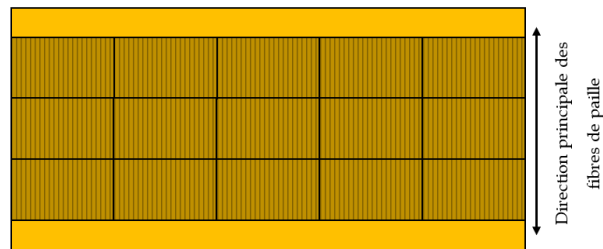


Figure II.11 : Trame de découpe des panneaux de paille.

#### i. Principe

Le banc TEEMO repose sur le principe du déplacement cyclique d'un panneau devant un outil en rotation venant usiner la tranche du panneau de paille (Figure II.12). La machine est composée d'un support de panneau monté sur deux chariots transbordeurs X et Y qui déplacent le panneau suivant ces deux axes (Figure II.12 a). Avant le lancement de l'essai, le panneau se trouve en position d'attente (Figure II.12 a) ; le cycle d'usinage se décompose en plusieurs phases :

- Mise en position d'usinage du panneau suivant deux translations en X- et en Y+ (Figure II.12 b et c), le panneau vient en butée sur les deux rouleaux pour indexer sa position en Y, la rotation du moteur est alors démarrée.
- Usinage du panneau avec une translation suivant X+ à vitesse contrôlée : c'est la vitesse d'avance (Figure II.12 c).
- Retour du panneau en position d'usinage : il translate suivant Y- pour l'écartier de l'outil (Figure II.12 d), il translate suivant X- et Y+ pour retourner en position d'usinage (Figure II.12 e et c).
- Lorsque la largeur du panneau atteint la valeur minimale de 60 mm, le moteur s'arrête et le panneau est mis en position d'attente (Figure II.12 a).
- Le renouvellement du panneau est actionné manuellement, le panneau translate dans la position de chargement (Figure II.12 g).

Un outil spécial est développé par la société Guillen (Dirigée par Marc Gauvent), permettant le montage de trois couteaux ( $Z = 3$ ) (Figure II.13 a). L'angle d'attaque  $\gamma$  est de

45°, l'angle de taillant  $\beta$  de 30 ° et l'angle de dépouille  $\alpha$  de 15 °. Ces couteaux sont réalisés chez Deguy - Conge d'après le plan présenté *Partie 1.a*. L'outil est monté sur un manchon hydraulique (formé d'une chambre à expansion remplie d'huile, contrôlée par le serrage d'une vis), il sert au serrage et au centrage de l'outil sur l'arbre du moteur (*Figure II.13 b*). L'ensemble outil et manchon hydraulique est monté sur l'arbre d'un moteur brushless de 3 kW qui entraîne directement l'outil en rotation. Cela permet alors de faire varier la vitesse de rotation de l'outil (entre 0 et 12 000 trs/min) et de récupérer des informations de couple et de vitesse via un système d'acquisition. La prise de passe de l'outil est définie d'après un réglage angulaire de la position de l'ensemble moteur + outil ; elle a été définie en début d'essai pour atteindre une valeur moyenne de 3,5 mm.

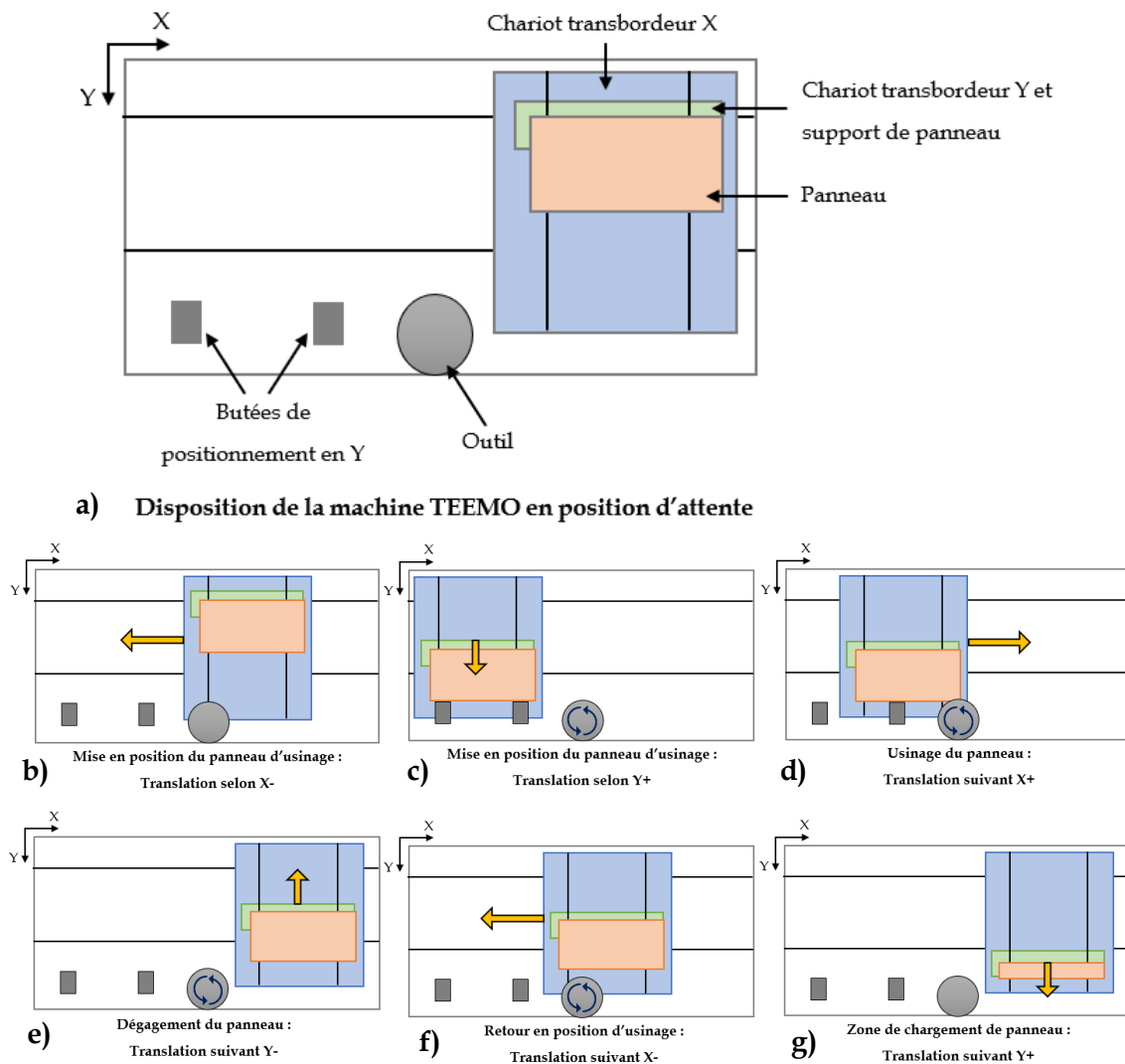


Figure II.12 : Banc d'essai TEEMO a) principe et b, c, d, e, f et g) cinématique.

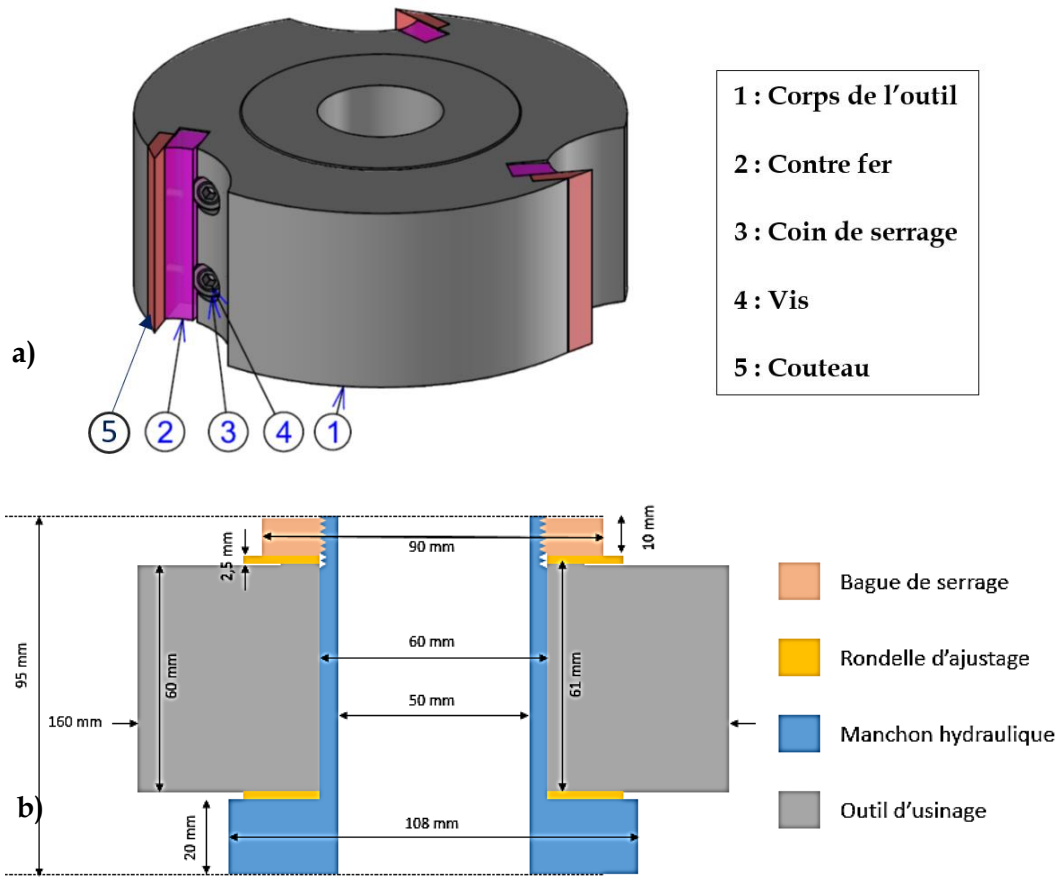


Figure II.13 : Outil utilisé pour l'usinage sur le banc TEEMO a) vue 3D de l'outil et b) montage de l'outil.

## ii. Détermination des paramètres d'usure

Au cours du processus de coupe, l'arête de coupe des couteaux s'use et donc recule. En s'inspirant des travaux de Jeon [II-10] qui reposent sur la quantification de l'usure d'outils de tournage par interférométrie laser ; une méthode similaire a été mise au point pour contrôler l'usure des couteaux, au cours du processus d'usinage des panneaux de paille. Le démontage des couteaux est alors proscrit, au risque de modifier leur mise en position à chaque mesure. La solution imaginée est donc de contrôler la position de l'arête des couteaux sur l'assemblage du manchon hydraulique avec l'outil et les couteaux. Pour ce faire, un montage spécifique est conçu (Figure II.14). Ce dispositif de contrôle s'appuie sur l'utilisation d'un micromètre laser avec un émetteur L-LAS-TB-6-T-CL et un récepteur L-LAS-TB-6-R-CL (Sensor Instrument). Ce matériel est choisi pour sa plage de mesure de 6,4 mm et sa résolution de 2  $\mu\text{m}$ . Ce dispositif est monté sur un rail garantissant l'alignement des deux équipements. Une équerre (mécano soudée) permet la mise en position horizontale du micromètre et de régler l'écart entre l'outil et le faisceau laser. Le micromètre est connecté à un ordinateur via un câble USB et l'interface L-LAS-TB-Scope V4.0 permet la mesure de la position absolue de l'arête de coupe (Figure

II.15) ; la valeur maximale est alors relevée pour chaque couteau lors de la rotation de l'outil. Un test de répétabilité du dispositif de contrôle est effectué en simulant plusieurs cycles montage-démontage de l'ensemble manchon hydraulique et outil ainsi qu'en modifiant la position des couteaux. L'écart type maximal mesuré est de 0,16 % et une légère excentricité de l'assemblage apparaît (voir *Annexe II.3*). L'indexation de la position de l'outil sur l'axe permet alors de s'affranchir des erreurs possibles liées à cette excentricité.

L'évolution de la position absolue de l'arête est alors tracée pour chaque couteau en fonction de la distance d'usinage réalisée (exemple, *Figure II.16*). Lors du premier cycle, la valeur augmente, cela correspond à la mise en place des couteaux. Une phase de rodage est généralement observée sur une distance d'environ 500 m. Le coefficient directeur de la partie linéaire de la courbe (entre 500 et 1250 m) est utilisé comme coefficient d'usure du couteau. La valeur moyenne est alors calculée sur les trois couteaux. De plus, la perte de masse des couteaux induite par l'usinage des panneaux de paille est systématiquement mesurée (à température ambiante).

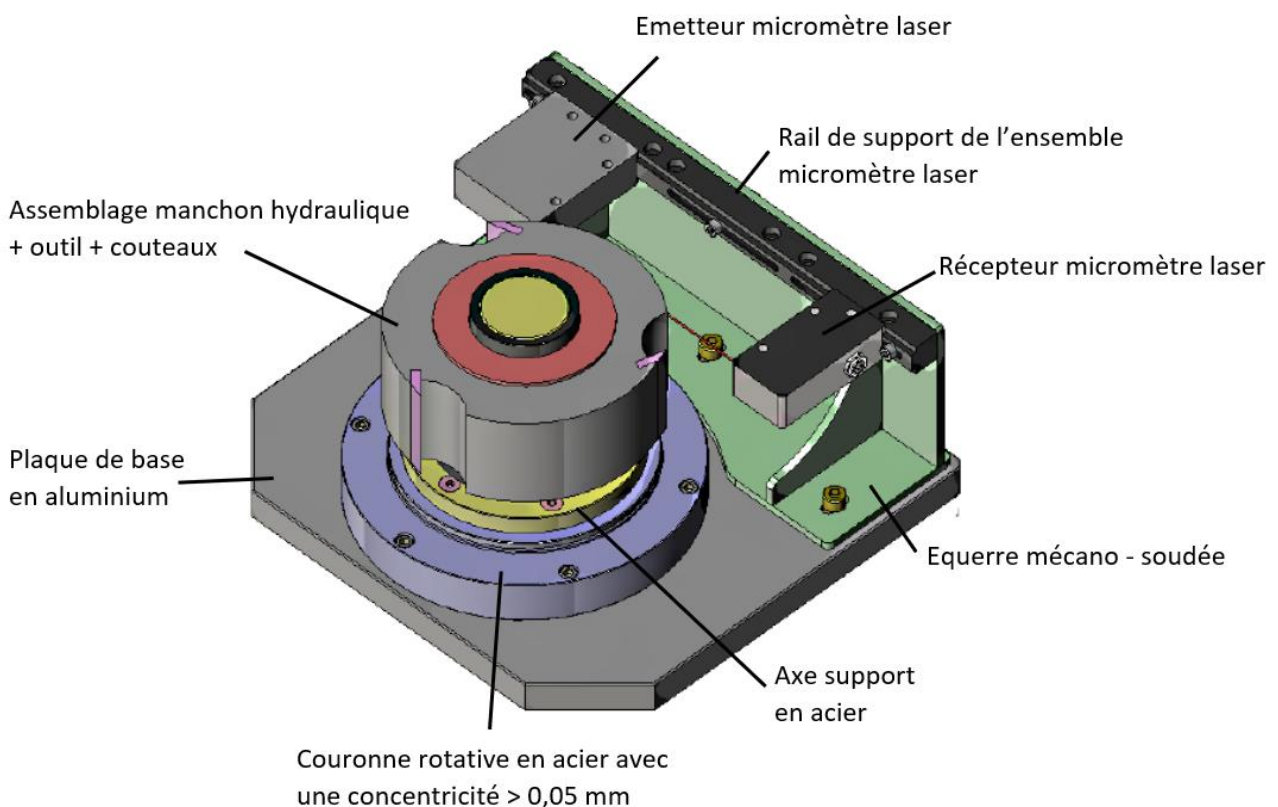


Figure II.14 : Dispositif de contrôle d'usure de l'arête de coupe des couteaux par micromètre laser.

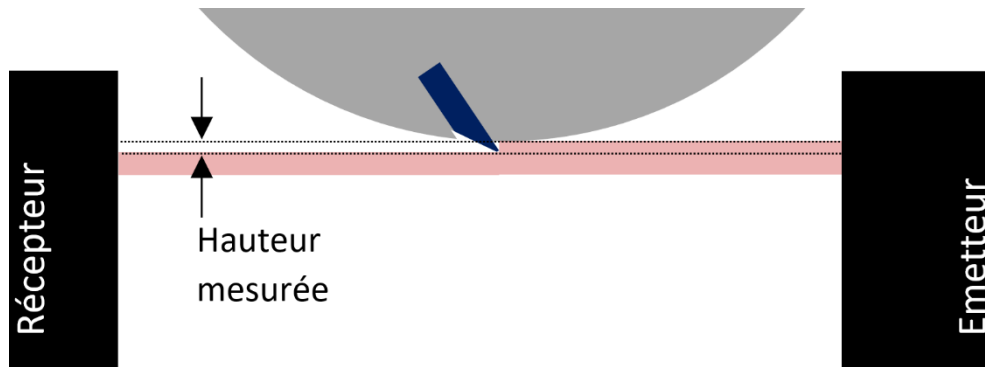


Figure II.15 : Principe de mesure de la position absolue de l'arête de coupe d'un couteau sur le dispositif de contrôle par micromètre laser.

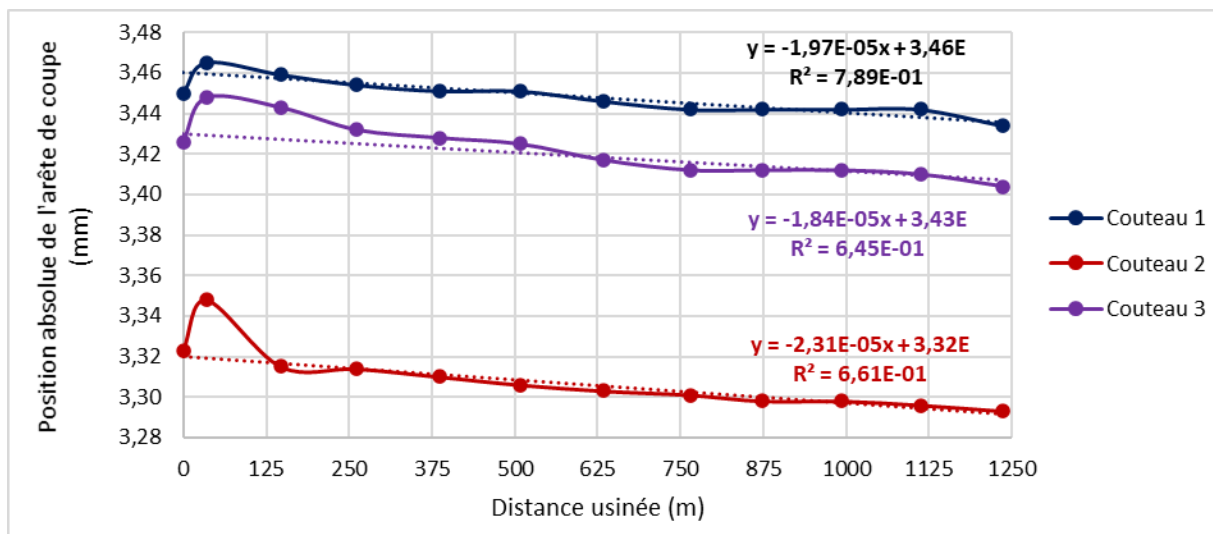


Figure II.16 : Courbe de la position absolue de l'arête de coupe des trois couteaux en fonction de la distance usinée.

L'exploitation des données enregistrées de couple et de vitesse de rotation du moteur ne sont pas exploitables du fait de la puissance parfois insuffisante du moteur lors de l'usinage des panneaux de paille. Le couple maximal de la machine est alors régulièrement atteint conduisant à une diminution de la vitesse de rotation de l'outil. Ce phénomène est principalement observé lorsqu'un panneau a une densité supérieure 24 kg/m<sup>2</sup> ou lors du chargement d'un nouveau panneau ; une puissance plus importante est nécessaire lors des premières passes pour rompre les liaisons entre les fibres.

### iii. Protocole d'essai

Une série préalable d'essais, basée sur des couteaux non revêtus, a permis de définir les paramètres utilisés pour la suite de l'étude :

- Vitesse de rotation de l'outil : 5000 trs/min (soit une vitesse de coupe de 41,9 m/s ; elle est définie en se basant sur la cinétique du tambour hacheur d'ensileuses voir *Annexe II.4*).
- Sens de rotation de l'outil : opposition (par rapport au sens d'avance du panneau)
- Vitesse d'avance du panneau : 5 m/min
- Nombre de cycles programmé : 2500 (soit 1250 m d'usinage)

Les grands panneaux de paille sont débités en petits panneaux, référencés et pesés afin de déterminer la densité surfacique de chacun. Une amplitude de variation importante de cette densité (entre 17 et 26 kg/m<sup>2</sup>) conduit à écarter les panneaux d'une densité inférieure à 20 kg/m<sup>2</sup> et supérieure à 25 kg/m<sup>2</sup>. La valeur moyenne de 22,5 kg/m<sup>2</sup> au cours des essais est visée.

Le protocole d'essai utilisé est le suivant :

- Montage d'un jeu de trois couteaux appairés sur l'outil en repérant leurs emplacements.
- Mesure de la position absolue initiale de l'arête de coupe de chaque couteau sur le dispositif de contrôle.
- Montage de l'outil sur l'arbre moteur du banc TEEMO.
- Usinage d'un panneau de paille.

L'outil est démonté après le premier panneau pour contrôler la mise en place des couteaux. Par la suite, un contrôle est effectué tous les trois panneaux jusqu'à ce que les 2500 passes de l'essai soient effectuées. En comptant un nombre de passes d'usinage moyen par panneau d'environ 75 ; à raison de 19 secondes par cycle on estime la durée d'usinage par jeu de couteaux à environ 13 heures. Le contrôle de la position de l'arête des trois couteaux est en moyenne réalisé 11 fois par essai. Le volume de paille broyée nécessite de vider deux fois par essai les sacs de la centrale d'aspiration.

## Conclusion

Les différents moyens d'élaboration et de caractérisation mis en œuvre au cours de cette étude sont présentés. Ils visent au développement d'un revêtement par rechargement laser à haute performance anti - usure pour les outils de coupe agricoles. Il est donc important d'intégrer cette technologie de revêtement dans le processus de fabrication des outils tout en conservant leurs propriétés mécaniques à cœur. Diverses caractérisations sont menées sur les revêtements élaborés avec d'une part les analyses structurale, microstructurale et chimique des revêtements, et d'autre part les propriétés mécaniques tribologiques et fonctionnelles. Elles ont pour but d'identifier le revêtement par rechargement laser assurant la meilleure résistance au phénomène de coupe et de quantifier ce gain par rapport au procédé de projection flamme - poudre.

## Références bibliographie

- [II-1] A. Proner, « Revêtements par projection thermique », p. 25, 1999.
- [II-2] R. Gras, « Traitements et revêtements de surface à usage tribologique », p. 27, 2011.
- [II-3] D. M. Cosme, « Choisir la soudure par laser », p. 18, 2011.
- [II-4] M. Xu, J. Li, J. Jiang, et B. Li, « Influence of Powders and Process Parameters on Bonding Shear Strength and Micro Hardness in Laser Cladding Remanufacturing », *Procedia CIRP*, vol. 29, p. 804-809, 2015, doi: 10.1016/j.procir.2015.02.088.
- [II-5] P. Peyre et V. Vignal, « Traitements de surface par laser et tenue à la corrosion aqueuse », p. 17, 2012.
- [II-6] R. L. Fusaro, « How to evaluate solid lubricant films using a pins-on-disk tribometer », p. 23, 1986.
- [II-7] M. Gauvent, « Optimisation de la durée de vie d'un outil de coupe pour l'industrie du bois. Analyse et compréhension des modes d'usure. Mise au point de solutions innovantes avec tests industriels. », Université Henri Pointcarré, Nancy 1.
- [II-8] G. Simonin, « Améliorations des performances d'outils de coupe pour la première transformation du bois », Nancy 1, 2010.
- [II-9] J. Wang, B. Wang, J. Liu, L. Ni, et J. Li, « Effect of Hot-Pressing Temperature on Characteristics of Straw-Based Binderless Fiberboards with Pulping Effluent », *Materials (Basel)*, vol. 12, n° 6, mars 2019, doi: 10.3390/ma12060922.
- [II-10] S. Jeon, C. K. Stepanick, A. A. Zolfaghari, et C. Lee, « Knife-edge interferometry for cutting tool wear monitoring », *Precision Engineering*, vol. 50, p. 354-360, oct. 2017, doi: 10.1016/j.precisioneng.2017.06.00



---

*Chapitre III : Caractérisation physico –  
chimique des revêtements*

---

## Chapitre III : Caractérisations physico – chimiques des revêtements

<b><u>Introduction</u></b> .....	<b>64</b>
<b><u>1.Dépôt de référence obtenu par projection flamme – poudre</u></b> .....	<b>65</b>
a. <u>Structure du dépôt de référence</u> .....	65
b. <u>Microstructure du dépôt de référence</u> .....	69
<b><u>2.Application par rechargement laser de la poudre de référence</u></b> .....	<b>75</b>
a. <u>Structure du dépôt issu de l'application de la poudre de référence par rechargement laser</u>	75
b. <u>Microstructure du dépôt issu de l'application de la poudre de référence par rechargement laser</u> .....	80
<b><u>3.Influence de la composition chimique de la matrice sur le dépôt obtenu par rechargement laser</u></b> .....	<b>86</b>
a. <u>Structure des dépôts laser avec les différentes matrices</u> .....	86
b. <u>Microstructure des dépôts laser avec les différentes matrices</u> .....	88
<b><u>4.Rôle de la poudre de carbure de tungstène dans les dépôts laser</u></b> .....	<b>91</b>
a. <u>Influence de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène sur les dépôts laser</u> .....	<b>91</b>
i. <u>Structure des dépôts</u> .....	91
ii. <u>Microstructure des dépôts</u> .....	93
b. <u>Influence de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène introduite dans le mélange de poudre sur les dépôts obtenus par rechargement laser</u> .....	<b>94</b>
i. <u>Structure des dépôts</u> .....	95
ii. <u>Microstructure des dépôts</u> .....	97
c. <u>Influence de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène sur les dépôts laser</u> ...	<b>98</b>
i. <u>Structure des dépôts</u> .....	99
ii. <u>Microstructure des dépôts</u> .....	100
<b><u>Conclusion</u></b> .....	<b>104</b>

## Introduction

Ce chapitre traite de l'étude des propriétés physico – chimiques des revêtements. Il s'agit de comparer les différents revêtements obtenus par rechargement laser avec le revêtement référence obtenu par projection flamme – poudre. D'abord, les structures sont analysées par diffraction des rayons X afin de mettre en évidence les modifications structurales associées aux différentes étapes d'élaboration. Il s'agit de transformations de phase mettant en jeu divers mécanismes tels que la précipitation, la diffusion chimique, la formation de solutions solides ou de composés intermétalliques. Ensuite, les microstructures de ces dépôts sont observées par microscopie électronique à balayage afin de les corrélérer aux transformations structurales.

Un état des lieux du dépôt Deguy – Conge, élaboré à partir de la projection flamme - poudre d'une poudre de référence est proposé. Ce revêtement de référence est ensuite comparé à celui obtenu à partir de la même poudre (dite de référence) mais déposé par rechargement laser. Un traitement thermique est alors appliqué pour donner les propriétés requises par les sollicitations mécaniques des outils coupants agricoles. L'effet est alors étudié sur les deux technologies de revêtement. Enfin, l'effet de la composition du mélange de poudre appliqué par rechargement laser (avec des paramètres figés) est étudié. Les paramètres variables de la poudre sont la composition chimique de la matrice NiCrBSi ; la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène ; le rapport matrice / carbure de tungstène (en teneur massique) et la granulométrie de la poudre de renfort (carbure de tungstène).

## 1. Dépôt de référence obtenu par projection flamme - poudre

Une étude préalable des caractéristiques physico – chimiques du dépôt actuellement mis en œuvre dans la société Deguy – Conge est nécessaire. L'objectif est de montrer l'effet du procédé d'élaboration du revêtement sur ses propriétés structurales et microstructurales. Il est élaboré par projection flamme - poudre à partir d'une « poudre de référence » notée  $P_{ref}$ . Il s'agit du mélange de 65 % massique de poudre de matrice NiCrBSi (à 17 % massique de chrome) avec 35 % massique de carbure de tungstène (carbures agglomérés frittés avec 12 % massique de liant cobalt) de densité apparente 5,0 g/cm<sup>3</sup>. Cette approche permettra par la suite de mettre en exergue les performances des dépôts élaborés par rechargement laser à partir de différents mélanges de poudre et de les comparer à celles de ce dépôt de référence.

### a. Structure du dépôt de référence

L'étude structurale par diffraction des rayons X permet d'étudier les transformations de phase qui s'opèrent au cours du procédé de traitement. Pour cela, des observations sont menées depuis la poudre de référence ( $P_{ref}$ ) et après chaque étape du procédé d'élaboration :

- Poudre de référence projetée par flamme ( $P_{ref}$  FPS),
- Poudre de référence projetée par flamme et refondue par induction ( $P_{ref}$  FPS + Fus),
- Poudre de référence projetée par flamme, refondue par induction et trempée dans un bain d'huile ( $P_{ref}$  FPS + Fus + Tr), et
- Poudre de référence, projetée par flamme, refondue par induction, trempée dans un bain d'huile et revenue au four sous conditions atmosphériques à 220°C pendant deux heures ( $P_{ref}$  FPS + Fus + Tr + Rv).

Un diffractogramme est réalisé après chaque étape du traitement (*Figure III.1*).

Sur le diffractogramme de la poudre de référence (*Figure III.1 a*) apparaît d'une part la phase issue de la poudre de carbure de tungstène à savoir WC ; et d'autre part la phase majoritaire de la matrice NiCrBSi : Ni( $\gamma$ ). La phase WC apparaît comme fortement présente ; l'intensité relative de ses pics de diffraction est élevée face à ceux de la phase Ni( $\gamma$ ). Ce résultat est surprenant compte – tenue de la faible proportion massique de renfort dans la poudre de projection (35 % massique). Dans l'étude de Gruzdyts [III-1] qui utilise des poudres similaires en terme de composition chimique, pour une teneur en renfort supérieur (45 % massique),

l'intensité relative des pics de la phase WC est très faible face à ceux de la phase Ni( $\gamma$ ). L'écart de granulométrie entre la poudre de carbure de tungstène et celle de la matrice (respectivement 22 – 45  $\mu\text{m}$  et 74 – 100  $\mu\text{m}$ ) peut être responsable de cet effet puisque dans notre cas, les deux poudres présentent des granulométries similaires (45 – 90  $\mu\text{m}$ ). Une granulométrie importante de la poudre de carbure conduit à l'augmentation significative de l'intensité de ses pics de diffraction. Les pics de diffraction de la phase principale de la matrice NiCrBSi Ni( $\gamma$ ) présentent un léger décalage vers les petits angles (Figure III.2). Du fait de leurs rayons atomiques différents de celui de nickel (nickel 135 pm, chrome et fer 140 pm, silicium 110 pm), les éléments de substitution conduisent à une augmentation du paramètre de la solution solide CFC Ni( $\gamma$ ). D'autres pics mineurs sont observés, il s'agit de composés intermétalliques ; notamment des borures ( $\text{Ni}_3\text{B}$ ) ou des siliciure ( $\text{Ni}_{31}\text{Si}_{12}$ ) issus de la matrice.

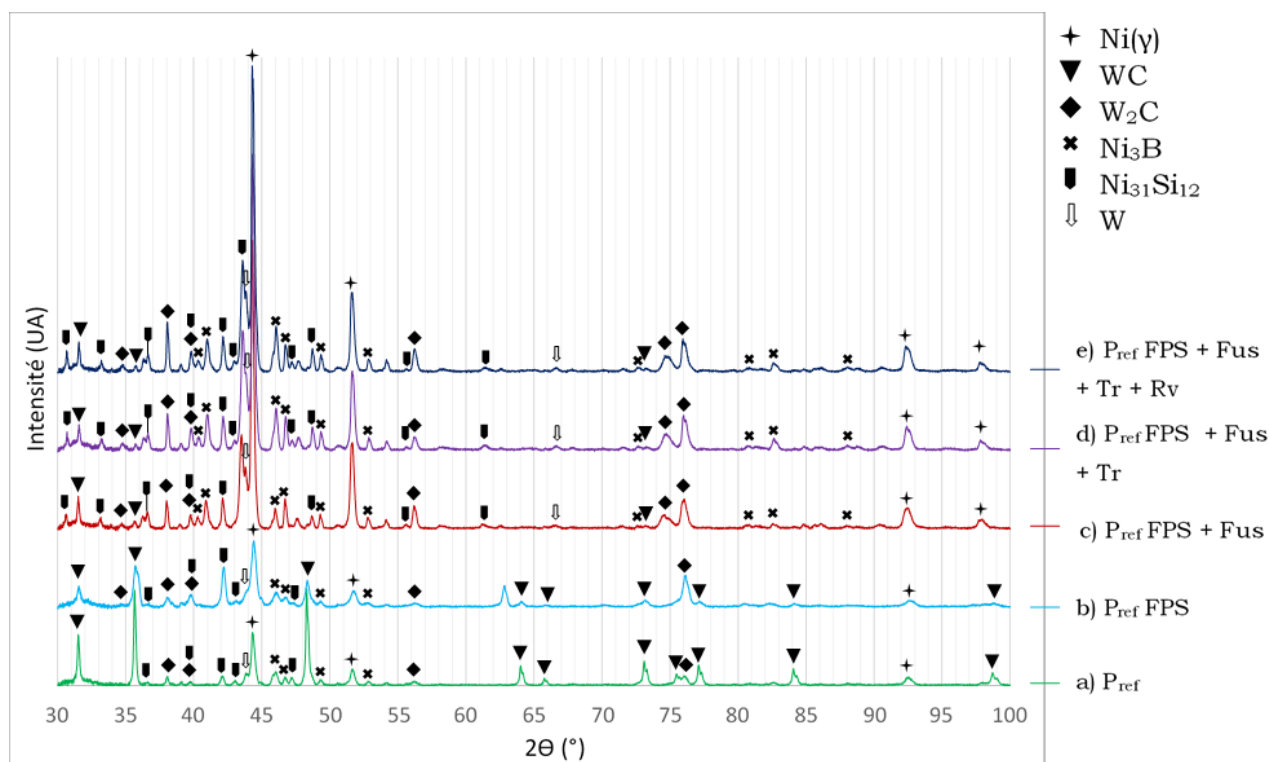


Figure III.1 : Diffractogrammes du dépôt de référence appliqué sur les couteaux au différentes étapes du procédé de fabrication Deguy – Conge : a) la poudre de référence (Pref) composée de 65 % massique de poudre de matrice NiCrBSi (à 17 % massique de chrome) et de 35 % massique de poudre de carbure de tungstène agglomérée frittée WC (DA = 5,0 g/cm<sup>3</sup>) ; b) la poudre de référence appliquée par projection flamme (Pref FPS) ; c) la poudre de référence appliquée par projection flamme et refondue en induction (Pref FPS + Fus) ; d) la poudre de référence appliquée par projection flamme, refondue en induction et trempée à l'huile (Pref FPS + Fus + Tr) et e) la poudre de référence par projection flamme, refondue en induction, trempée à l'huile et revenue à 220°C (Pref FPS + Fus + Tr + Rv).

La projection flamme de la poudre de référence (Figure III.1 b) n'entraîne pas de transformation significative des phases issues de la matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome. Toutefois,

des évolutions importantes sont visibles au niveau des carbures avec la formation de  $W_2C$ . Une étude du rapport molaire  $W_2C / WC$  a été réalisée en se basant sur la quantification relative de ces phases via DiffractEva (Figure III.3). Une nette diminution de la proportion de la phase WC au profit de  $W_2C$  est observée après la projection flamme. Ce phénomène s'explique par la décarburation des carbures en milieu oxydant à haute température causée par l'utilisation d'une flamme oxyacétylénique (3000 °C). Cette oxydation suit l'équation de réaction (III.1) comme cela a été montré par plusieurs auteurs [III-2 – III-4]. Il faut également noter que l'intensité relative des pics de la phase WC par rapport à celle de la phase Ni( $\gamma$ ) diminue fortement. Cela laisse penser que la décarburation de WC au cours de la projection flamme - poudre est un phénomène majeur.

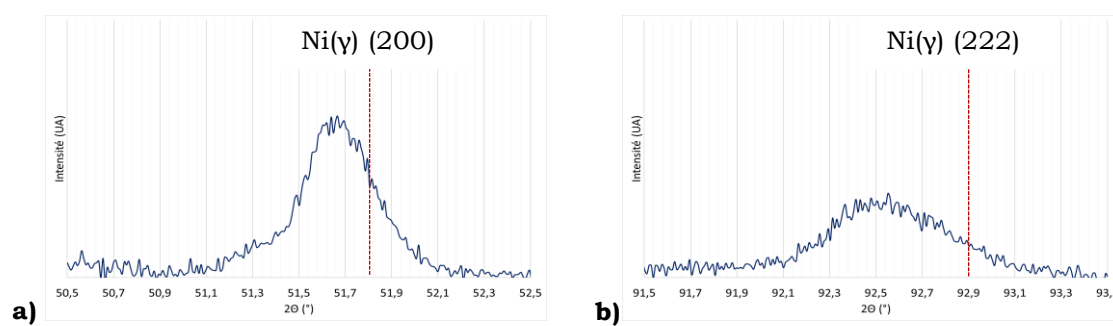
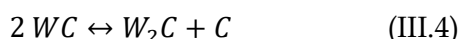
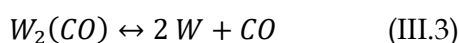
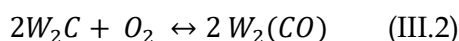
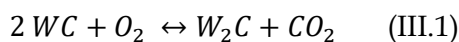


Figure III.2 : Vue détaillée des pics de diffraction (200) et (222) de la phase principale de la matrice sur les plages  $2\theta$  a)  $50,5 - 52,5^\circ$  et b)  $91,5 - 93,5^\circ$ .

Le processus de décarburation de WC se poursuit lors du post traitement du revêtement par induction, la phase  $W_2C$  est alors prédominante par rapport à WC (Figure III.3). La phase W( $\beta$ ) est également détectée avec l'identification du pic (320) à  $66,7^\circ$ . Si l'on se réfère aux travaux de Zhan [III-4], il est montré qu'à haute température les carbures de tungstène se transforment selon quatre réactions : équations (III.1), (III.2), (III.3) et (III.4). En s'appuyant sur les phases repérées et ces équations de réaction, WC pourrait se décomposer en  $W_2C$  qui se transforme à son tour en W par oxydation. L'équation (III.4) nécessite une énergie d'activation importante qui atteint environ  $58 \text{ kcal.mol}^{-1}$  dans le cas de la phase WC d'après Lassner & Schubert [III-5]. Le coefficient de diffusion du carbone dans cette phase n'est pas connu ; il est toutefois connu pour la phase  $W_2C$  où il atteint la valeur de  $8,1 \times 10^{-10} \text{ cm}^2.\text{s}^{-1}$  à  $1500^\circ\text{C}$ . Cela laisse supposer une très faible cinétique de diffusion du carbone dans WC étant donné la température de traitement de  $1100^\circ\text{C}$  et le temps de chauffe de 36 secondes. Il semble donc que les réactions de décarburation mises en jeu lors de l'étape de fusion du dépôt suivent les réactions (III.1), (III.2) et (III.3). La décarburation est donc causée par le chauffage qui active la réaction entre

les carbures et l’oxygène emprisonné dans les porosités lors de la projection comme l’explique Serres [III-6]. Il faut noter que ces réactions entraînent le dégagement de produits de réaction gazeux dans le revêtement, d’abord CO<sub>2</sub> puis CO.



Les mêmes observations que celles faites sur l’échantillon refondu par induction sont valables pour la pièce qui a été trempée. La décarburation des carbures se fait donc au cours du processus de chauffage malgré la cinétique relativement rapide du procédé d’induction. Le mode de refroidissement (à l’air ou dans un bain d’huile) n’influe pas de manière significative sur les transformations de WC et de W<sub>2</sub>C, évoquées plus haut. De même, le revenu n’entraîne pas d’évolution notable au niveau de la transformation des phases de carbure de tungstène. La température de 220 °C est alors trop faible pour catalyser de manière efficace la réaction d’oxydation.

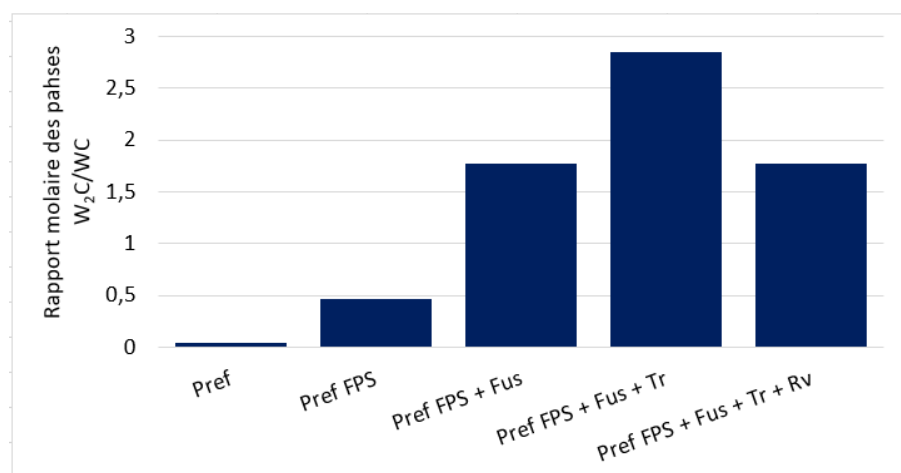


Figure III.3 : Evolution du rapport molaire de phases W<sub>2</sub>C / WC (issues de de la poudre de carbure de tungstène) au cours du procédé d’élaboration du revêtement Deguy – Conge à partir de la poudre de référence.

Une évolution de la taille moyenne des cristallites de la phase Ni(γ) est évaluée au cours de l’élaboration du dépôt (Tableau III.1). Ces valeurs ont été déterminées à l’aide du logiciel Eva qui s’appuie sur la formule de Debye-Scherrer. Les mesures ont été réalisées sur les plans (200) et (311) de la phase Ni(γ). Une légère diminution de la taille des cristallites lors de la projection

flamme de la poudre est mesurée. Cette diminution s’explique par le refroidissement rapide des particules fondues lors de leur impact à la surface de la pièce froide. Après le traitement thermique, la taille moyenne des cristallites de la phase Ni( $\gamma$ ) revient à un niveau très proche de celle de l’état initial de la poudre de référence. Les chiffres ne sont pas présentés dans ce tableau mais les valeurs pour les états intermédiaires du traitement thermique sont équivalentes à celles en fin de traitement. Cette augmentation s’opère donc lors de la fusion par induction du revêtement. Le substrat en acier et la matrice NiCrBSi (qui sont des matériaux ferromagnétiques) sont chauffés par effet Joule (lors du chauffage par induction) et l’énergie thermique se dissipe dans la pièce par conduction. La masse chauffée étant relativement importante, la vitesse de refroidissement lors de la trempe dans le bain d’huile est suffisamment faible pour permettre une bonne cristallisation du matériau. Le traitement thermique est alors à l’origine de la recristallisation du dépôt comme l’explique Liu [III-7].

Enfin, les composés intermétalliques Ni<sub>31</sub>Si<sub>12</sub> et Ni<sub>3</sub>B se trouvent stabilisés. Ceci est caractérisé par l’augmentation de l’intensité de leurs pics de diffraction après fusion.

Plans de diffraction	(200)
Angle de diffraction 2 $\theta$	51,8°
P <sub>ref</sub>	32,3 nm
P <sub>ref</sub> FPS	20,4 nm
P <sub>ref</sub> FPS + Fus + Tr + Rv	31,3 nm

Tableau III.1 : Evolution de la taille des cristallites de la solution solide Ni( $\gamma$ ) au cours du procédé d’élaboration du dépôt à partir de la poudre de référence par le procédé flamme - poudre.

#### b. Microstructure du dépôt de référence

L’observation, par microscopie électronique à balayage (MEB) de la microstructure aux différentes étapes d’élaboration des revêtements permet de préciser les transformations structurales montrées dans la *Partie I.a*.

La coupe transversale d’un grain de la matrice NiCrBSi (à 17 % massique de chrome) observée en électrons rétrodiffusés (*Figure III.4 a*) montre deux phases :

- La première en gris clair est une solution solide de chrome, de fer et de silicium en substitution dans la maille CFC de Ni( $\gamma$ ).



- La seconde phase en gris sombre est quant à elle constituée de nickel et de bore ; cette phase correspond très probablement au composé intermétallique  $Ni_3B$  mis en évidence en DRX. Il s'est formé lors du procédé d'atomisation de la poudre. La spectrométrie EDS ne permet pas de quantifier les éléments légers tels que le bore.

Les particules de carbure de tungstène sont formées de grains qui apparaissent en blanc (*Figure III.4 b*). Ils présentent des tailles variables ; quelques gros grains font plusieurs dizaines de micromètres (le plus gros entouré en rouge fait environ 50  $\mu m$  de longueur sur 15  $\mu m$  de largeur) ; la majorité des autres grains sont fins avec un diamètre moyen inférieur à 10  $\mu m$ . Ils sont agglomérés entre eux par un liant cobalt qui apparait en gris en imagerie électronique à balayage (*Figure III.4 b*). Les grains de morphologie sphérique présentent des porosités internes, cependant la quantification visuelle est faussée lors du polissage par l'effet d'érosion préférentielle du liant cobalt par rapport aux grains de carbures de tungstène.

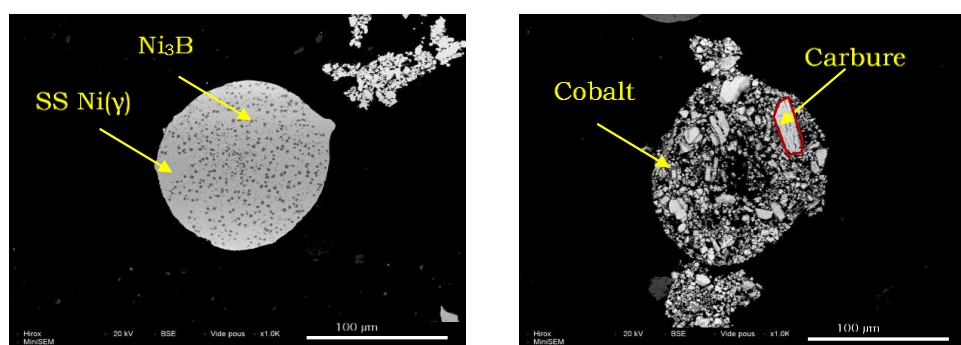


Figure III.4 : Observations micrographiques MEB (BSE) de la poudre de référence en coupe a) d'un grain de matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome et b) d'un grain de carbure aggloméré fritté WC ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ).

Lors de la projection, les grains de la matrice NiCrBSi fondent en grande partie lors de leur traversée de la flamme du fait de leur basse température de fusion (1040 °C). Ils s'aplatissent lorsqu'ils impactent la surface du substrat et s'empilent de manière aléatoire pour constituer le dépôt (*Figure III.5 a*). Ce caractère aléatoire de l'empilement lors de la projection est responsable de la formation de nombreuses porosités de taille importante dans le revêtement (en noir *Figure III.5 b*) ; ces dernières contiennent un mélange gazeux avec notamment de l'oxygène. Cependant, certaines particules de matrice demeurent infondues et conservent leur morphologie sphérique dans la couche (*Figure III.5 b*). On distingue également des fissures inter-lamellaires entre les grains de matrice (*Figure III.5 c*). Comme l'explique Molins [III-8], ces fissures résultent de l'oxydation superficielle des particules durant la projection ce qui réduit l'adhérence interfaciale. A cela s'ajoute les contraintes résiduelles de traction induites par le refroidissement rapide des particules fondues lors de leur impact qui peut favoriser la

décohésion des particules comme l'explique Fanicchia et al [III-9]. Les phases en présence au niveau de la matrice après projection flamme de la poudre de référence (*Figure III.5 c*) sont les mêmes que celle de la poudre matrice ; la solution solide Ni( $\gamma$ ) est en gris et les fins globules gris foncé sont du Ni<sub>3</sub>B.

Les particules de carbure de tungstène apparaissent en blanc sur la micrographie MEB (*Figure III.5*). La forme aplatie après la projection flamme suppose la fusion des grains. L'observation à plus fort grossissement (*Figure III.5 c*) montre que seul le liant cobalt a été affecté par la projection flamme ; les grains fins de carbure qui composent les particules de renfort ont conservé leur morphologie originelle. L'énergie accumulée par les particules de renfort durant leur temps de résidence dans la flamme est donc suffisante pour fondre le liant cobalt (dont la température de fusion est de 1495 °C) ; ainsi la déformation des grains de renfort s'opère lors de leur impact. Cependant, les grains fins de carbure de tungstène ne sont pas affectés du fait de leur température de fusion de 2800 °C. Malgré sa température de près de 3000 °C de la flamme oxyacétylénique, ce procédé n'est pas suffisamment énergétique pour fondre intégralement les renforts agglomérés frittés.

Lors du post traitement du revêtement par induction, la matrice NiCrBSi fond pour former un dépôt dense et adhérent. La rugosité du dépôt chute alors significativement de près de 85 % (*Figure III.6 a*), l'épaisseur du dépôt diminue de près de 22 % (*Figure III.6 b*). Le profil EDS (*Figure III.7 d*), montre un gradient de composition chimique à l'interface substrat – revêtement, cette zone atteint une épaisseur d'environ 22  $\mu$ m. Ce phénomène est dû à l'interdiffusion du nickel et du fer, responsable de la liaison métallurgique. Daram et Banjonprasert [III-10] ont clairement montré ce phénomène lors du post traitement à la flamme et au four d'un alliage NiCrMoAl projeté par arc à la surface d'un substrat en acier. L'alliage à base de nickel fond sous l'effet de la température élevée (de l'ordre de 1100 °C) ce qui favorise ce type d'interface du fait de son affinité chimique avec le fer.

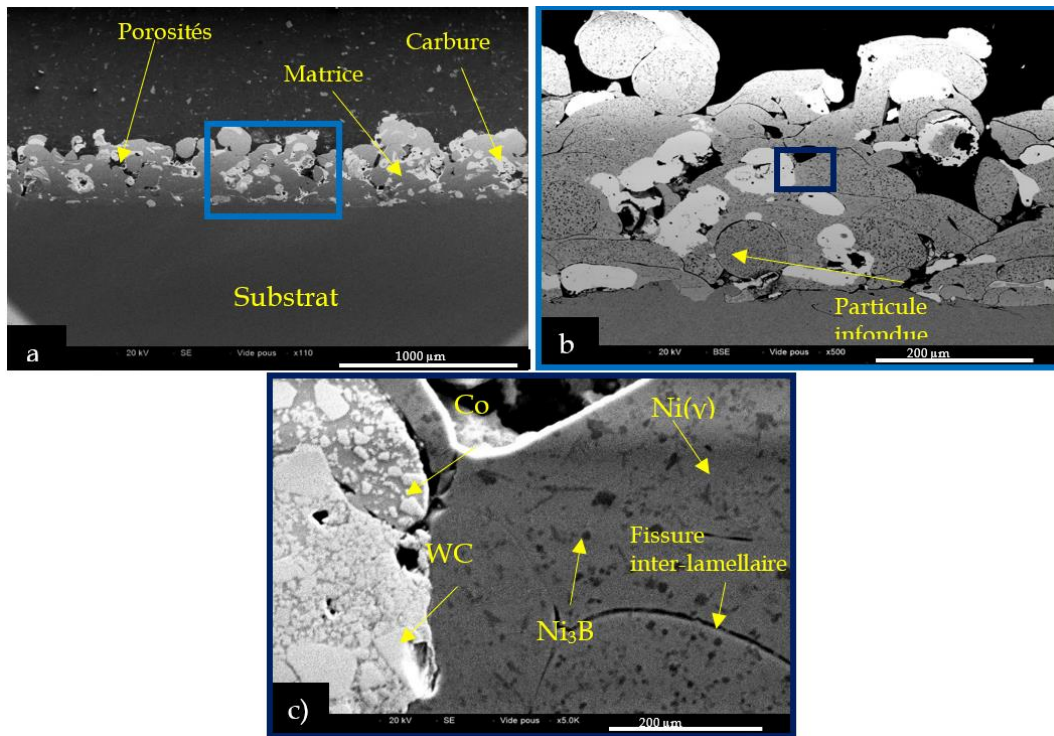


Figure III.5 : Micrographies MEB de la poudre de référence (Pref) appliquée par projection flamme - poudre a) grandissement x110, b) grandissement x500 & c) grandissement x5000. Sur la vue a), la matrice apparaît en gris moyen, les carbures en blanc et les porosités en noir ; sur la vue c), les grains de WC sont blanc avec une forme angulaire, le liant cobalt gris clair les entoure, la phase Ni(γ) est gris moyen et le composé intermétallique Ni<sub>3</sub>B est sous la forme de fins globules gris foncés.

De fines porosités sphéroïdales se forment autour des particules de carbure de tungstène (Figure III.7 c). Elles sont le résultat du processus de décarburation de WC (décrit dans la Partie 1.a), qui conduit à la formation des produits gazeux (CO<sub>2</sub> et CO), par réaction avec l'oxygène contenu dans les porosités formées lors de la projection.

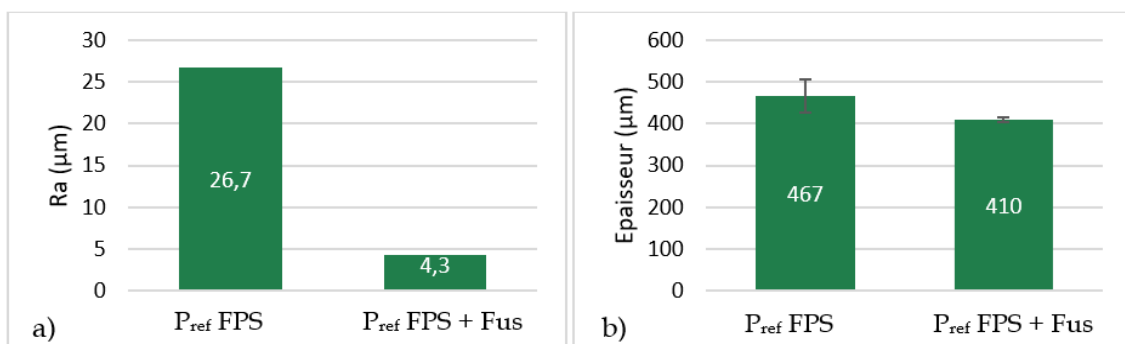


Figure III.6 : Influence du post traitement de fusion par induction du dépôt sur sa rugosité et son épaisseur a) rugosité moyenne du dépôt en surface et b) épaisseur du dépôt.

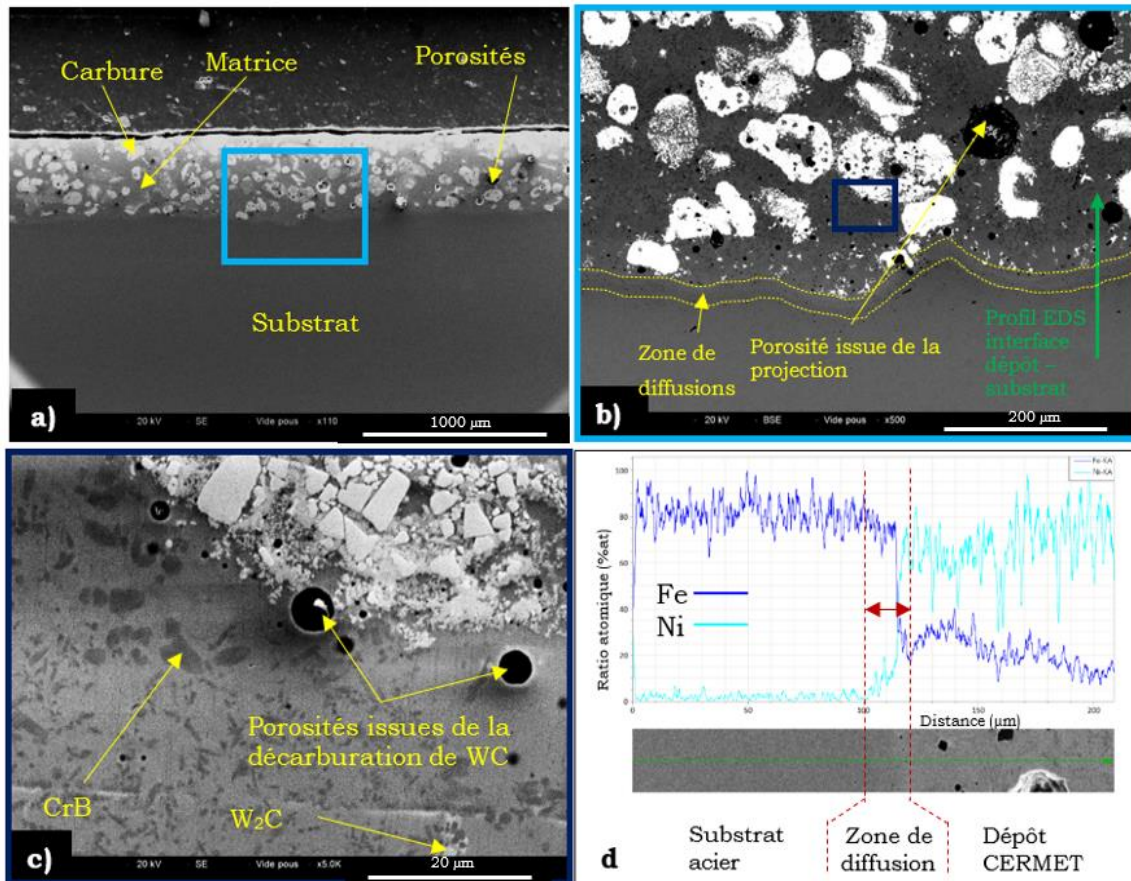


Figure III.7 : Micrographies MEB du dépôt de référence Deguy-Conge appliqué à la flamme et refondu par induction a) grandissement x110, b) grandissement x5000, c) grandissement x5000 et d) profil de composition EDS du nickel et du fer à l'interface dépôt – substrat.

### Résumé

Il a été mis en évidence que la matrice est une solution solide de chrome, de fer et de silicium en substitution dans la maille CFC du Ni( $\gamma$ ). Au cours du procédé de projection flamme - poudre, la couche se forme par empilement de particules conduisant à la formation de porosités contenant de l'air ; deux phénomènes apparaissent alors :

- Les particules de matrices fondent lors de leurs traversées de la flamme oxyacétylénique et se solidifient en se déformant à la surface du substrat. Des fissures interlamellaires apparaissent ; elles résultent de l'oxydation en surface des grains de poudre de la matrice et des contraintes thermiques résiduelles de traction induites par leur refroidissement rapide. Aucun changement de phase n'a été mis en évidence, cependant une réduction de la taille des cristallites de la phase Ni( $\gamma$ ) est observée ; elle est attribuée à la cinétique de refroidissement élevée des particules.

- Les particules de carbure de tungstène subissent une décarburation de WC, sous l'effet de la température, lors de la projection. La phase  $W_2C$  apparaît alors dans des proportions importantes après projection.

Lors du post – traitement thermique du revêtement par induction (effectué conjointement avec le traitement thermique de l'acier) il apparaît que :

- La matrice fond ce qui conduit à une chute importante de la rugosité du revêtement ainsi qu'à une diminution de son épaisseur. Une zone d'interdiffusion se forme entre le substrat et la matrice, elle favorise l'adhérence du revêtement. La taille des cristallites de la phase  $Ni(\gamma)$  augmente pour revenir à un niveau semblable à celui de la poudre de départ du fait d'une vitesse de refroidissement relativement faible. Aucune modification n'est observée au cours du revenu.
- Le processus de décarburation des carbures de tungstène amorcé lors de la projection se poursuit par réaction avec l'air contenu dans les porosités lors du chauffage par induction. Cela conduit à une proportion importante de la phase  $W_2C$  face à WC, et la présence de tungstène métallique W est détectée. Ces réactions de décarburation entraînent la libération de produits gazeux ( $CO_2$  et de CO), responsables de la formation de fines porosités dans la matrice.

## 2. Application par rechargement laser de la poudre de référence

Lors du rechargement laser, la poudre est chauffée par l'interaction avec le rayonnement laser. Les grains de matrice NiCrBSi (l'alliage auto-fusible) fondent et les particules s'agglomèrent dans le bain de fusion à la surface du substrat pour former une couche dense. Pour rappel, les paramètres de rechargement laser utilisés pour l'élaboration de tous les dépôts sont restés les mêmes dans la suite de cette étude. Les travaux de Vostřák [III-11] ont montré que les paramètres choisis peuvent avoir une influence importante sur la qualité du dépôt, sa structure, sa microstructure, sa dureté et sa résistance à l'usure. Cette étude du procédé de rechargement laser est réalisée sur la poudre de référence (*Partie 1*, elle est composée de 35 % massique de poudre de carbure de tungstène aggloméré fritté WC ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ) mélangée avec la matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome). Cela permet alors de comparer les résultats à ceux obtenus avec le procédé de projection flamme – poudre.

L'élaboration d'outils coupants nécessite un traitement thermique afin d'obtenir les propriétés mécaniques requises. Ya et al [III-12] montrent que le rechargement laser induit un fort gradient de température entre l'extrême surface de la pièce (en fusion) et le cœur du substrat (quelques centaines de degrés). Cela induit une zone affectée thermiquement (ZAT) au niveau de l'acier. Cette dernière dégraderait alors fortement le traitement thermique d'un outil préalablement traité. C'est pourquoi, le traitement thermique est réalisé après l'opération de rechargement. Il s'agit d'un chauffage par induction (noté Fus) suivi d'une trempe en bain d'huile (notée Tr) et d'un revenu à 220 °C sous conditions atmosphériques pendant deux heures (noté Rv). L'objectif est d'évaluer l'influence du traitement thermique sur la structure et la microstructure du revêtement obtenu par rechargement laser, à partir de la poudre de référence.

### a. Structure du dépôt issu de l'application de la poudre de référence par rechargement laser

Cette partie est axée sur les transformations structurales qui s'opèrent lors du rechargement laser de la poudre de référence et du traitement thermique de ce revêtement. Une étude comparative est alors réalisée entre :

- La poudre de référence ( $P_{\text{ref}}$ )
- Le dépôt laser de la poudre de référence ( $P_{\text{ref LC}}$ )

- Le dépôt laser de la poudre de référence après chauffe par induction, trempe dans un bain d'huile et revenu au four à 220°C sous conditions atmosphériques ( $P_{ref}$  LC + Fus + Tr + Rv).

Les analyses structurales présentées dans ce paragraphe (et dans la suite de l'étude sur le rechargement laser) sont faites sur des surfaces rectifiées et polies miroir.

Le rechargement laser de la poudre de référence conduit à une modification de la phase principale Ni( $\gamma$ ) de la matrice NiCrBSi (Figure III.8). Une analyse plus fine de la plage  $2\theta$  (50,5 – 52,5 °) (Figure III.9) met en évidence la transformation de la solution solide Ni ( $\gamma$ ) (Figure III.9 a) en Ni<sub>3</sub>Fe après rechargement laser (Figure III.9 b). De la même manière que sur la poudre de référence (voir Partie 1.a), les pics de diffraction de cette phase se trouvent décalés vers de petits angles. Cela est attribué à la présence d'éléments d'addition en substitution dans la solution solide comme le chrome ou le silicium. Contrairement au procédé de projection flamme - poudre, un composé intermétallique métastable Cr<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>Si est détecté dans le cas du dépôt obtenu par rechargement laser. La précipitation de cette phase est attribuée à la diminution de la limite de solubilité du chrome et du silicium dans la phase Ni<sub>3</sub>Fe par rapport à cette limite dans Ni( $\gamma$ ).

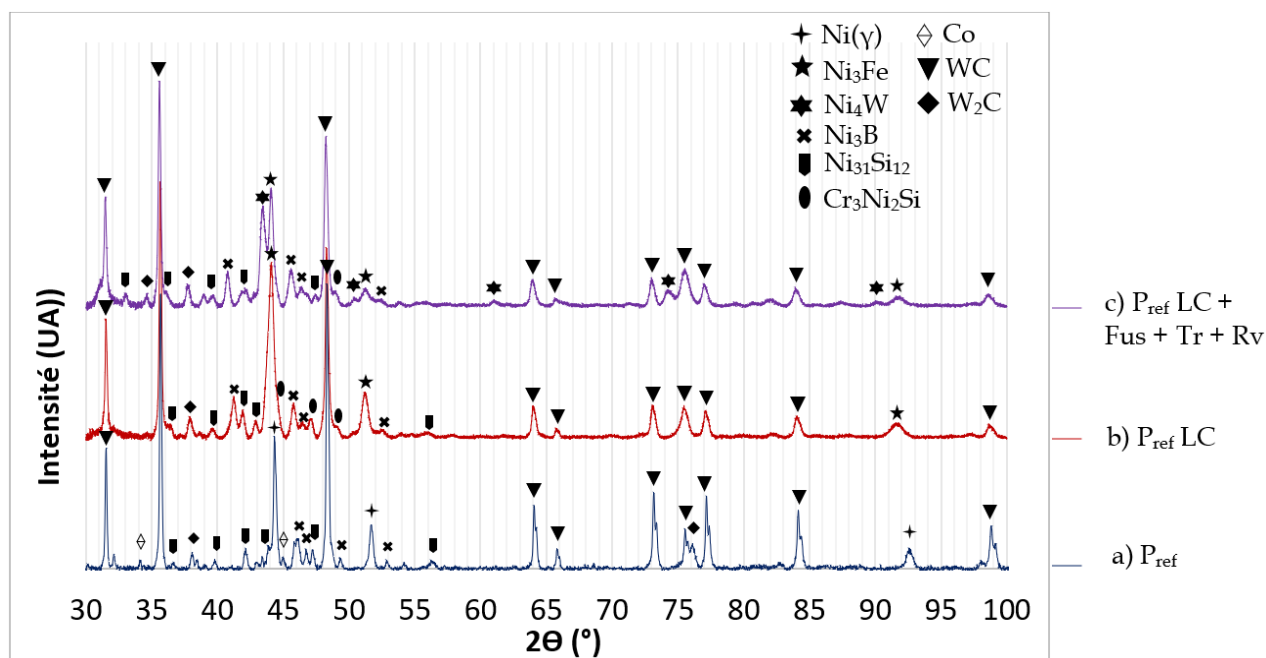


Figure III.8 : Diffractogrammes de la poudre de référence appliquée par rechargement laser sur les pions aux différentes étapes du procédé de fabrication : a) la poudre de référence ( $P_{ref}$ ) composée de 65 % massique de poudre de matrice NiCrBSi (à 17 % massique de chrome) et de 35 % massique de poudre de carbure de tungstène WC ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ) ; b) la poudre de référence appliquée par rechargement laser ( $P_{ref}$  LC) et c) la poudre de référence appliquée par rechargement laser refondue en induction, trempée à l'huile et revenue à 220 °C ( $P_{ref}$  LC + Fus + Tr + Rv).

La Figure III.9 montre des pics de diffraction plus larges pour la phase  $Ni_3Fe$  formée après rechargement laser (Figure III.9 b) par rapport à ceux de la phase  $Ni(\gamma)$  de la poudre de référence (Figure III.9 a). La taille des cristallites pour ces deux phases a été déterminée à l'aide de DiffractEva (Tableau III.2) ; il apparaît une diminution importante de leurs tailles après rechargement laser. L'effet est plus marqué que lors de la projection flamme, ce qui s'explique par les cinétiques de chauffage et de refroidissement élevées, caractéristiques du procédé de rechargement laser. Ce dernier est connu comme permettant l'obtention d'une microstructure fine comparé à d'autres procédés de rechargement [III-13].

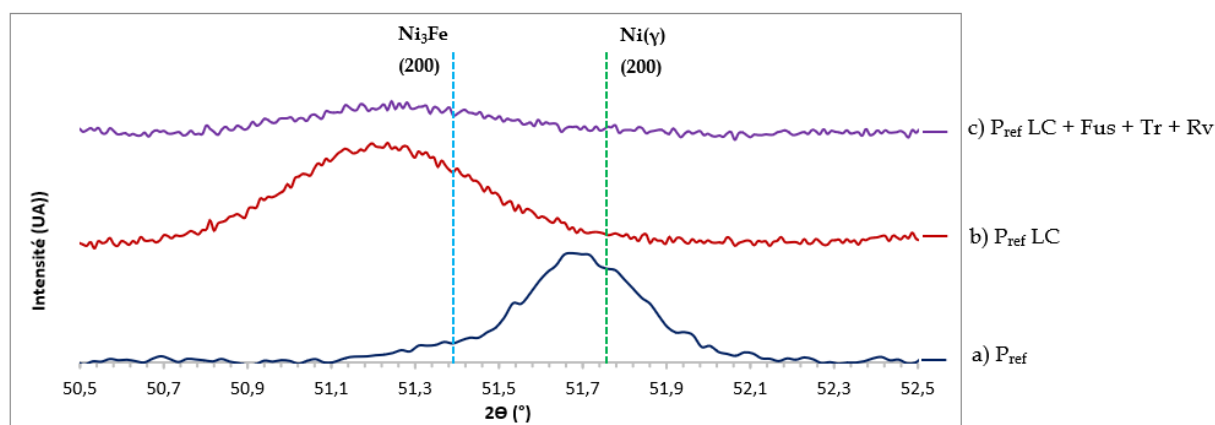


Figure III.9 : Etude comparative de l'angles de diffraction du plan (200) de la phase principale de la matrice NiCrBSi a) de la poudre de référence, b) après rechargement laser et c) après traitement thermique.

Le diagramme de phase fer – nickel (Figure III.10) montre le domaine d'existence de  $Ni_3Fe$ . Cette phase apparaît à température ambiante dès 4 % massique de fer en formant un domaine biphasé avec  $Ni(\gamma)$  (symbolisé par la zone rouge clair) ; puis le domaine est monophasé entre 10 et 28 % massique de fer (symbolisée par la zone rouge foncé). Seuls les pics de la phase  $Ni_3Fe$  sont identifiés (Figure III.8) ce qui indique une teneur en fer supérieure à 10 % massique. La poudre de matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome contient seulement 4 % massique de fer ; cela suppose alors un enrichissement de la matrice en fer important lors du procédé de rechargement laser. Comme l'explique Van Acker [III-14], la formation du bain de fusion à la surface du substrat en acier est responsable de ce phénomène. Dans son étude, il observe la formation de la phase NiFe ce qui suggère un enrichissement en fer plus important que dans notre cas. Cela peut être expliqué par des paramètres de mise en œuvre du rechargement laser plus intenses que ceux de notre étude (une puissance laser supérieure ou une vitesse de balayage de la surface plus faible).



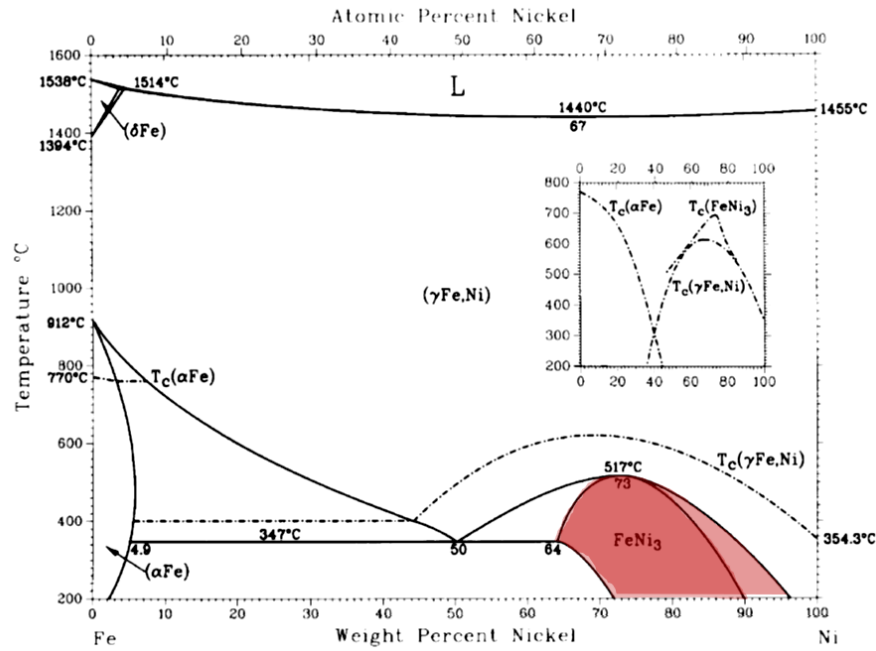


Figure III.10 : Diagramme de phase Fer - Nickel.

	$P_{ref}$	$P_{ref} LC$	$P_{ref} LC + Fus + Tr + Rv$
Phase	Ni	Ni <sub>3</sub> Fe	Ni <sub>3</sub> Fe
Plan de diffraction	(200)	(200)	(200)
Angle de diffraction $2\theta$	51,8 °	51,4 °	51,4 °
Taille des cristallites	32,3 nm	18,7 nm	27,1 nm

Tableau III.2 : Effet du rechargement laser et du traitement thermique sur la taille des cristallites de la phase principale de la matrice d'après Scherrer.

Le processus de décarburation des carbures de tungstène ne semble pas intervenir de façon significative comme lors de la projection flamme - poudre. En effet, l'intensité des pics de la phase  $W_2C$  est faible. L'étude semi quantitative (avec DiffractEva) de la proportion relative des phase WC et  $W_2C$  sur le dépôt confirme que ce phénomène de décarburation est difficilement quantifiable aux vues de la variation du rapport  $W_2C / WC$  (Figure III.11). Cela s'explique par l'utilisation d'un gaz neutre, l'argon, lors de l'application du rechargement laser. Il est utilisé pour former une atmosphère protectrice entre la sortie de la buse et le bain de fusion ; cela prévient ainsi l'oxydation des particules durant leur trajet entre la buse de la tête de rechargement laser et le substrat.

Après le traitement thermique du revêtement laser de la poudre de référence, la formation de la phase  $Ni_4W$  est observée (Figure III.8). Guo et al. [III-15] qui ont étudiés l'effet de la teneur

massique en poudre de carbure de tungstène lors du rechargement laser (avec des paramètres laser fixes) de composites Cermet à matrice NiCrBSi, ont observés la formation de la phase  $Ni_4W$  lorsque la teneur en poudre de carbure atteint 50 % massique. Ils attribuent cela à la décomposition de WC, sous l'effet de l'intensité du rayonnement laser. La formation de cette phase lors du traitement thermique de la poudre de référence appliquée par laser peut être attribuée à la dissolution de WC à l'interface matrice carbure, sous l'effet de la température de traitement. Cela peut être relié à la présence du chrome, car lorsqu'il est en proportion importante dans la matrice, il favorise la décomposition des carbures de tungstène. Il induit alors la précipitation de nouvelles phases comme l'explique Sundaramoorthy [III-16]. Une teneur élevée en chrome dans la matrice réduit la limite de solubilité du tungstène d'après Sheppard et Koiprasert [III-17] ce qui est cohérent avec la précipitation de la phase  $Ni_4W$ . Le diagramme ternaire Ni-Si-W (Figure III.12) extrait des travaux de Wang [III-18] (qui portent sur la fusion laser du mélange de poudres pures de nickel, de silicium et de tungstène) montre le domaine d'existence de la phase  $Ni_4W$  (indiquée par la flèche rouge). Sa teneur atomique en tungstène de 25 % et la forte intensité du pic de diffraction suppose que la décomposition de WC, selon l'équation (III.4), est un phénomène majeur. La décarburation n'est cependant pas relevée et ceci se traduit par une nette prédominance de la phase WC par rapport à  $W_2C$  (Figure III.11). Dans le cas du dépôt flamme – poudre traité thermiquement, la phase  $Ni_4W$  n'est pas observée du fait de la réaction préférentielle de WC avec l'oxygène.

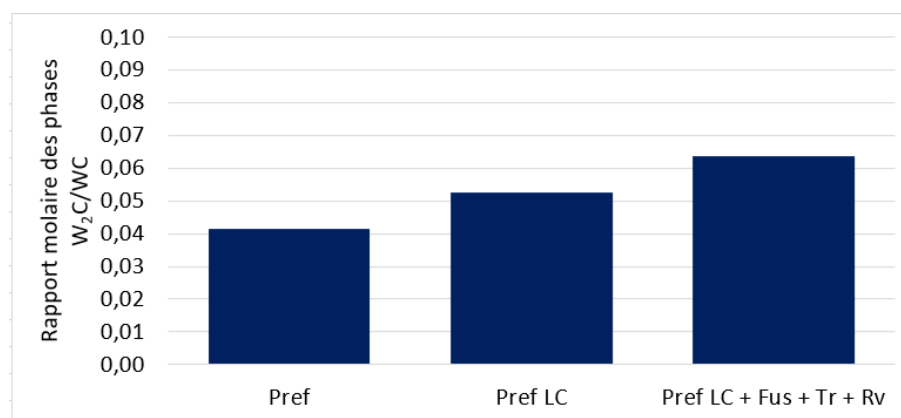


Figure III.11 : Effet du procédé de réalisation des échantillons par rechargement laser à partir de la poudre de référence (Pref) sur le rapport molaire des phase  $W_2C / WC$  déterminé à partir de l'étude semi quantitative via *DiffractEva*.

Le traitement thermique du revêtement laser conduit à une augmentation de la taille des cristallites de la phase  $Ni_3Fe$  de la matrice (Tableau III.2) ; elle reste toutefois inférieure à la taille

des cristallites de la phase Ni( $\gamma$ ) de la poudre de référence. La vitesse de refroidissement plus faible lors du traitement thermique (par rapport au procédé de rechargement laser) est responsable de l'augmentation de la taille de grain, comme observé lors de l'étude du revêtement par projection flamme – poudre. En revanche, la taille des cristallites reste sensiblement inférieure à celle mesurée sur le dépôt obtenu par projection flamme - poudre après traitement thermique. Cela peut être attribué à la taille initiale des cristallites du dépôt par rechargement laser qui est inférieure à celle des dépôts obtenus par projection flamme - poudre.

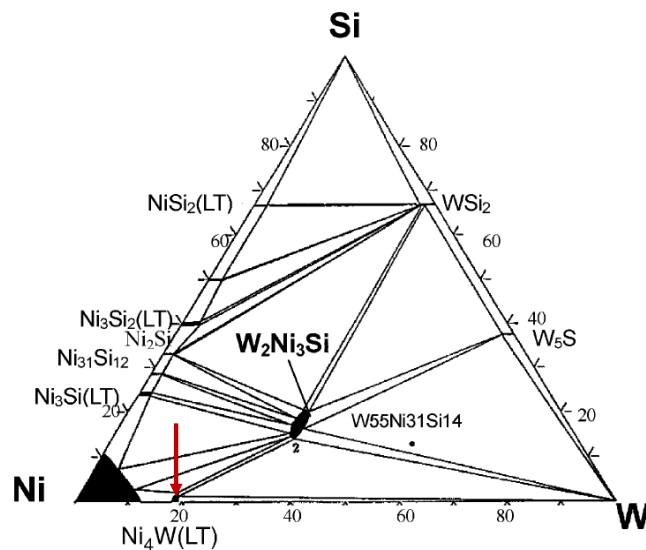


Figure III.12 : Diagramme de phase ternaire Ni-Si-W à 800 °C [III-18]

#### b. Microstructure du dépôt issu de l'application de la poudre de référence par rechargement laser

L'observation selon une coupe transversale du revêtement formé par rechargement laser à partir de la poudre de référence permet d'étudier l'interface dépôt – substrat. Ensuite, la microstructure du dépôt laser et les transformations au cours du traitement thermique sont analysées, comparativement au dépôt obtenu par projection flamme – poudre.

Au cours du rechargement laser, l'apport énergétique se fait par l'interaction rayonnement – matière (Chapitre I Partie 3). Le substrat absorbant une partie de cette énergie, cela crée un bain de fusion sur quelques dizaines de micromètres de profondeur. Les particules sont projetées dans cette zone et un mélange se forme entre le matériau d'apport et le substrat, il s'agit de la zone de dilution du substrat (illustré par les zones jaunes Figure III.13 a). Ceci explique la cristallisation de la phase de la matrice riche en fer Ni<sub>3</sub>Fe identifiée en diffraction des rayons

X. Une continuité métallurgique entre le substrat et le dépôt est ainsi formée, favorisant l'adhérence du dépôt.

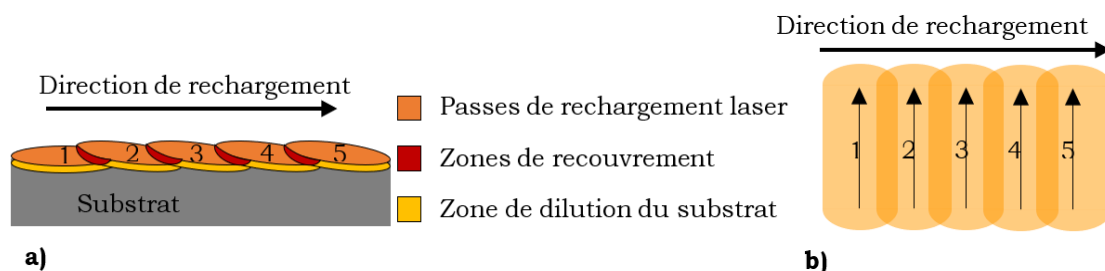


Figure III.13 : Schéma d'un dépôt obtenu par rechargement laser a) vue en coupe et b) vue de dessus.

Le profil d'acquisition EDS de l'interface dépôt-substrat (Figure III.14 a) montre la formation d'une zone de dilution d'environ 45  $\mu\text{m}$  de profondeur lors du rechargement laser. La composition chimique de la matrice NiCrBSi après rechargement laser (déterminée par EDS) (Figure III.14 b) montre une teneur en fer de près de 17 % massique après rechargement laser, alors qu'elle est seulement de 4 % massique dans la poudre de la matrice. Cela confirme alors l'enrichissement en fer de la matrice induit par la dilution du substrat, sous l'effet de la formation du bain de fusion. La variation progressive de la composition chimique entre le substrat et la matrice assure une continuité métallurgique, ce qui assure une adhérence compatible avec des applications mécaniques sous fortes sollicitations. Du cobalt est également détecté dans la matrice ; ceci traduit le fait que le liant métallique des particules de renfort a diffusé dans la matrice lors du rechargement laser.

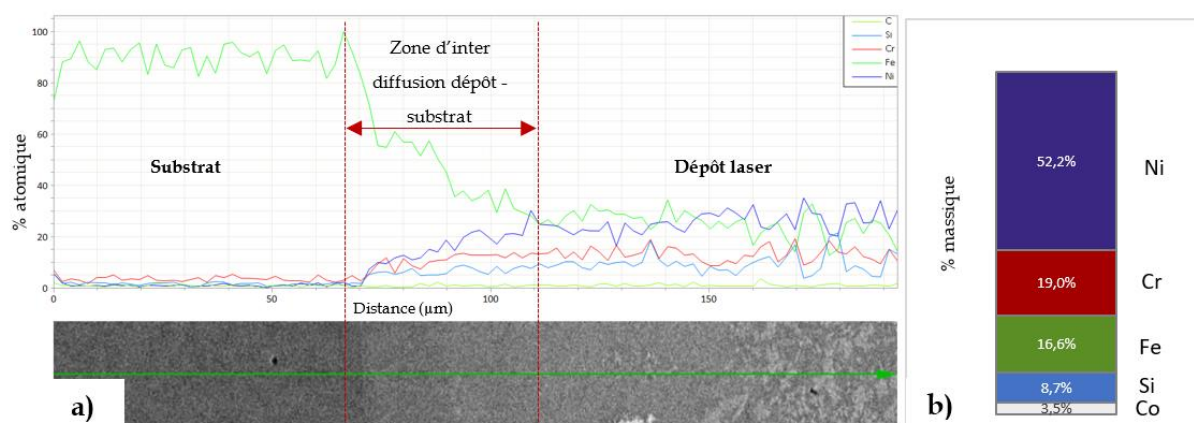


Figure III.14 : a) Profil de composition chimique obtenu par EDS de la zone dilution à l'interface substrat – dépôt induite par le rechargement laser et b) composition chimique en teneur massique moyenne de la matrice après application par laser de la poudre de référence à 35 % massique de carbures WC (DA = 5,0 g/cm<sup>3</sup>) mélangés à la matrice à 17 % massique de chrome.

L'image obtenue en microscopie électronique à balayage d'une coupe transversale du revêtement montre la géométrie de l'interface générée lors des passes de rechargement laser (en vert, *Figure III.15 a*). Sa forme laisse penser que l'intensité du faisceau laser n'est pas uniforme sur toute sa surface. En effet, comme le montre Jiazzu [III-19], la distribution d'un rayonnement laser circulaire est répartie selon une loi Gaussienne par rapport à un plan axiale. La forme de cette Gaussienne est largement dépendante de paramètres machines tels que la source laser. La distribution du rayonnement laser présente alors un pic d'intensité au centre comme l'observe Serres [III-20]. Le substrat est affecté de manière plus intense au centre du faisceau. Le procédé de rechargement laser étant réalisé en multi-passes avec un recouvrement entre chacune d'elles (symbolisées par les zones orange sur la *Figure III.13 b*), cela entraîne une sensible modulation de la microstructure du dépôt comme l'a mis en évidence Vostřák [III-11].

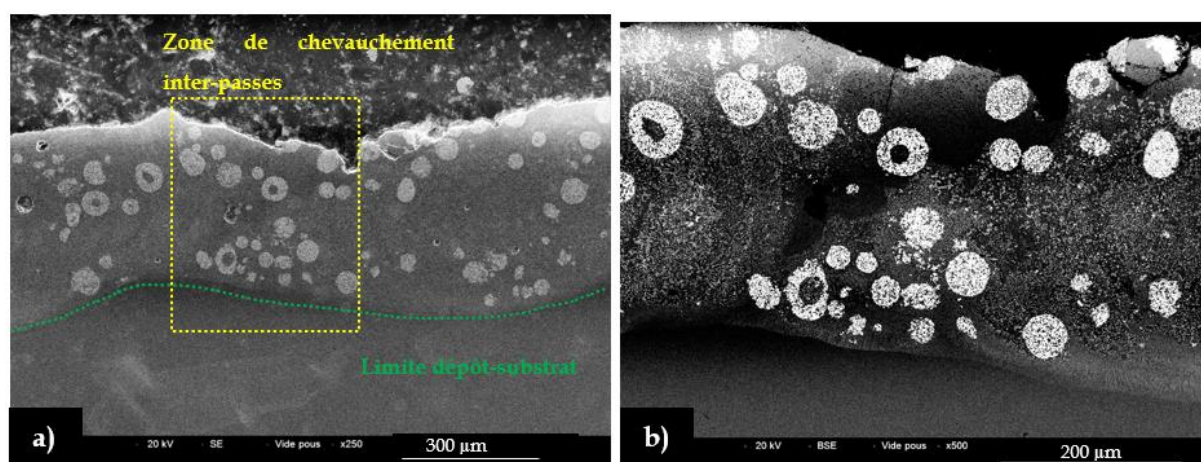


Figure III.15 : Micrographie MEB en coupe du dépôt laser de la poudre de référence a) en mode SE et b) en mode BSE.

Le recouvrement entre les passes génère un apport thermique plus élevé dans cette zone (zone rouge *Figure III.13 a*) ; ce chevauchement entre deux passes est repéré par le rectangle jaune sur la *Figure III.15 a*. Une phase qui apparaît en gris clair sur les images MEB (indiquée par la flèche jaune *Figure III.16 a*) précipite lors du rechargement laser à partir de la poudre de référence. Celle-ci n'a pas été observée sur le dépôt obtenu par projection flamme - poudre avant ou après traitement thermique. Les cartographies établies par EDS (*Figure III.16 b, c, d, e et f*) montrent que cette phase est majoritairement composée de chrome, de nickel et de silicium ; elle semble alors correspondre à la phase  $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}$  identifiée par DRX (*Partie 2.a*) avec du fer en solution. L'absence de cette phase dans la zone de recouvrement semble indiquer qu'elle est mise en solution lors du second passage du faisceau laser. Lors de l'application de la seconde passe de rechargement laser, la poudre de matrice projetée se mélange à la matrice

enrichie en fer de la première passe. Cela dilue alors le fer contenu dans la matrice de la première passe de rechargement. Ainsi, la concentration en fer des zones de recouvrement est plus faible, ce qui augmente la limite de solubilité du chrome et du silicium et explique la mise en solution de la phase  $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}$ .

La répartition des particules de renforts (en blanc, *Figure III.15 b*) est uniforme dans le dépôt, sans réduction notable de la densité de renfort dans la zone de recouvrement. Il faut ajouter que les grains de carbure de tungstène ont conservé leur morphologie sphérique ; leur interaction avec le rayonnement laser est limitée. Peu de porosités sont visibles sur la vue en coupe transversale du revêtement laser (*Figure III.15*).

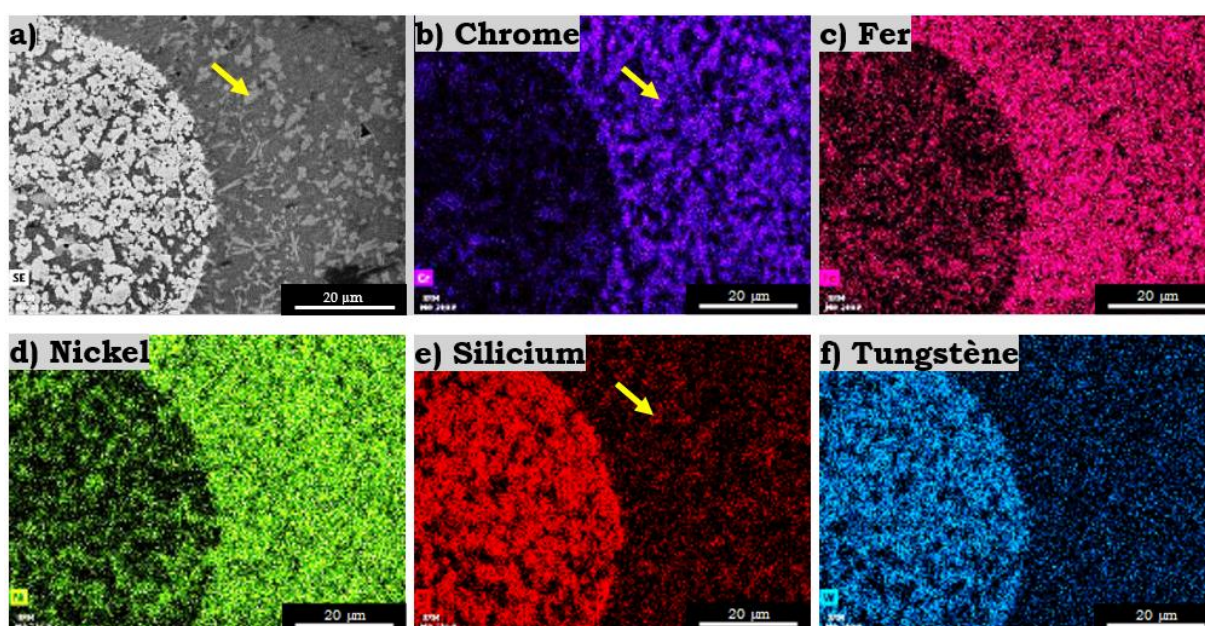


Figure III.16 : Dépôt de référence, obtenu par rechargement laser, observé en microscopie électronique à balayage a) mode SE et b, c, d, e, f) cartographie EDS des éléments chimiques du dépôt.

L'étude comparative de la microstructure du dépôt avant et après traitement thermique (*Figure III.17 a et b*) montre que les précipités qui apparaissent en gris clair se sont transformés sous forme de dendrites. Leur taille est nettement plus grossière après traitement thermique ce qui est donc cohérent avec l'augmentation de la taille des cristallites de la phase  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  mise en évidence par DRX. L'analyse de la composition chimique de la structure dendritique qui se forme après traitement thermique est réalisée par analyse EDS, sur les zones identifiées par des cercles en pointillés jaunes (*Figure III. 17 b*). La composition chimique moyenne correspondante (*Figure III.17 c*) montre une composition riche en nickel, chrome, tungstène et silicium. Cela semble correspondre à un mélange des phases  $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}$  et  $\text{Ni}_4\text{W}$  identifiées en

DRX. Des analyses plus poussées par microscopie à transmission et/ou microsonde de Castaing permettraient de distinguer ces deux phases.

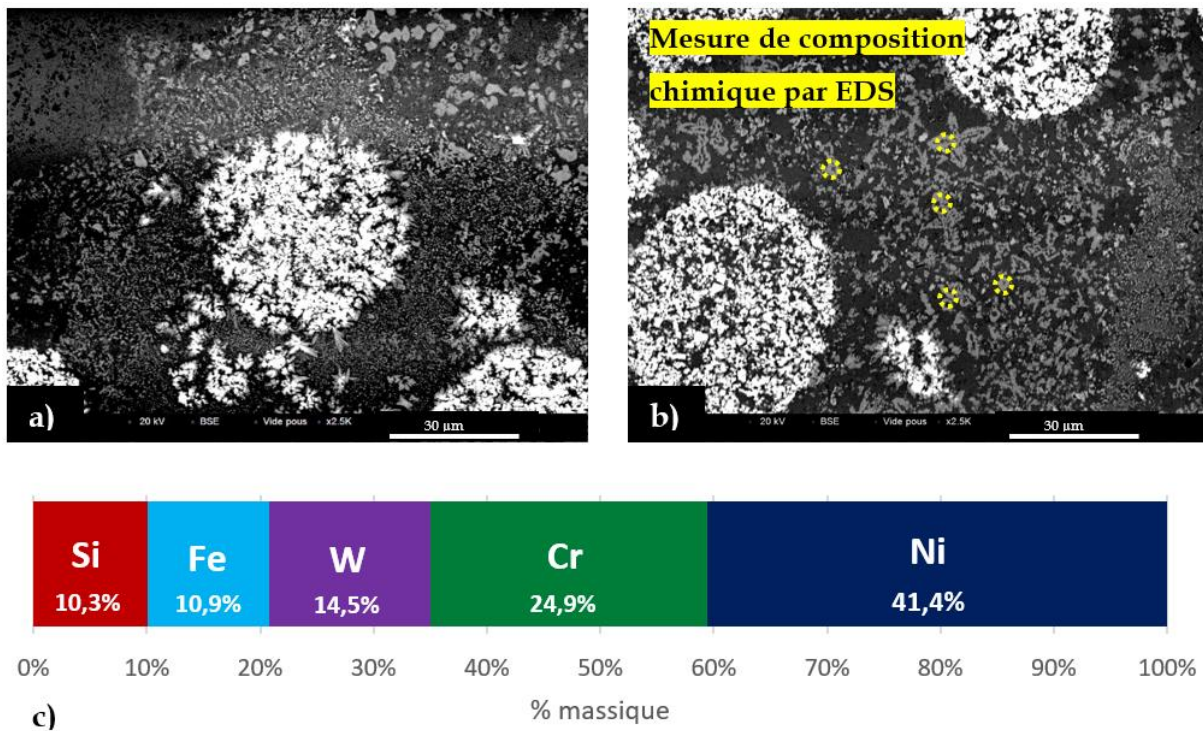


Figure III.17 : Microstructure du dépôt obtenu par rechargement laser a) avant traitement thermique, b) après traitement thermique et c) composition chimique moyenne en pourcentage atomique des précipités obtenue à partir des relevés marqués en jaune sur l'image 17 b.

## Résumé

Le rechargement laser permet le dépôt de revêtements très denses avec très peu de porosité et une faible rugosité comparativement aux dépôts obtenus par projection flamme - poudre. L'utilisation d'un gaz protecteur au niveau de la buse d'injection de la poudre permet de prévenir le phénomène de décarburation observé lors de la projection flamme - poudre ; une légère décarburation est détectée, elle est attribuée à la diffusion du carbone sous l'effet de la température. La forme des grains de carbure n'est pas modifiée au cours du rechargement laser et la répartition volumique sur la coupe transversale est homogène.

La formation d'un bain de fusion à la surface du substrat en acier apparaît lors du rechargement laser, il est responsable d'une zone de dilution d'environ 45  $\mu\text{m}$  de profondeur. Celle-ci constitue une continuité métallurgique entre le revêtement et le substrat. Un enrichissement en fer de la matrice NiCrBSi est alors observé, ce qui induit la transformation de la solution solide Ni( $\gamma$ ) en Ni<sub>3</sub>Fe. Cette phase semble posséder une limite de solubilité en chrome et en silicium plus faible que Ni( $\gamma$ ) ; ce qui favorise la précipitation de la phase Cr<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>Si. Les zones de recouvrement entre les passes de rechargement laser sont cependant exemptes de cette phase, sa mise en solution est attribuée à l'enrichissement en nickel lors du recouvrement.

Les cinétiques importantes de chauffe et de refroidissement lors du rechargement laser conduisent à la diminution de la taille des cristallites de la phase principale de la matrice Ni<sub>3</sub>Fe. Ce phénomène est plus marqué que lors de la projection flamme - poudre. Le traitement thermique du dépôt obtenu par rechargement laser conduit à une augmentation de la taille des cristallites de la phase principale de la matrice Ni<sub>3</sub>Fe. De la même manière que dans le cas du dépôt flamme - poudre, cela est attribué à la vitesse de refroidissement plus faible après traitement thermique. La taille des cristallites du dépôt obtenu par rechargement laser traité thermiquement demeure toutefois légèrement inférieure à celles du dépôt obtenu par projection flamme - poudre traité thermiquement ; cela est attribué à la différence de taille des cristallites avant traitement thermique.

Lors du traitement thermique du revêtement laser, la phase Ni<sub>4</sub>W apparaît. Elle est attribuée à la dissolution de WC à l'interface matrice - carbure sous l'effet de la température en l'absence d'oxygène. La teneur en chrome élevée de la matrice réduisant la limite de solubilité du tungstène dans la matrice, cela favorise la précipitation de Ni<sub>4</sub>W. Le traitement thermique conduit à la solidification sous forme dendritique des précipités Ni<sub>4</sub>W et Cr<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>Si.



### 3. Influence de la composition chimique de la matrice sur le dépôt obtenu par rechargement laser

Dans cette partie, l'influence de la composition chimique de la matrice NiCrBSi sur la structure et la microstructure des revêtements obtenus par rechargement laser est étudiée. Ces matrices sont mélangées avec 35 % massique de poudre de renfort en carbure de tungstène agglomérés frittés WC ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ). Les analyses sont faites sur des revêtements qui ont été traités thermiquement comme décrit dans les *Parties 1 et 2* du présent chapitre. Il s'agit d'abord de montrer l'effet de l'addition de cuivre et de molybdène (qui servent à améliorer la résistance à la corrosion de l'alliage) sur les caractéristiques structurales et microstructurales des dépôts. L'effet de la teneur en chrome est également analysé. La composition chimique des matrices employées sont listées dans le (*Tableau III.3*).

	Composition chimique en % massique							
	Ni	Cr	Si	Fe	B	C	Cu	Mo
Matrice à 17 % massique de chrome	70,5	17	4	4	3,5	1		
Matrice à 17 % massique de chrome enrichie en cuivre et molybdène	66,7	17	4	3	3,7	0,6	2,5	2,5
Matrice à 17 % massique de chrome	79,85	11	3,7	2,75	2,2	0,5		
Matrice à 17 % massique de chrome	84,55	7,5	3,5	2,5	1,7	0,25		

Tableau III.3 : Composition chimique des alliages de matrice NiCrBSi employés.

#### a. Structure des dépôts laser avec les différentes matrices

Lors de l'enrichissement en cuivre et en molybdène (2,5 % massique chacun) de la matrice NiCrBSi avec une teneur en chrome de 17 % massique, un pic intense à  $2\theta = 43,8^\circ$  apparaît (*Figure III.18*). Il correspond au pic principale (200) de la phase  $\text{Mo}_2(\text{B}, \text{C})$ . Aucune phase riche en cuivre n'est identifiée ce qui laisse penser qu'il se trouve en solution solide dans la phase  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ . Le rayon atomique du cuivre étant identique à celui du nickel (135 pm) aucun décalage des pics de diffraction de la phase  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  n'est observé. Un élargissement des pics de diffraction de la phase principale de la matrice  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  est toutefois visible pour les valeurs de  $2\theta$  égales à  $51,4^\circ$  et  $92,0^\circ$  ; cela suggère une diminution de la taille moyenne de ses cristallites. Les mesures de leur taille déterminées à l'aide DiffractEva (*Tableau III.4*) montrent une diminution significative lors de l'addition de faibles quantités de cuivre et de molybdène. Cette réduction est attribuée à la présence du molybdène grâce à l'augmentation du potentiel de nucléation de

la matrice comme l'explique Farahmand et Kovaceric [III-21]. La précipitation de la phase  $\text{Mo}_2(\text{B}, \text{C})$  semble donc responsable de ce phénomène, du fait de sa température de fusion élevée (supérieure à 2500 °C). Cela favorise la germination des grains à partir de ces micro-ségrégations qui demeurent infondues au cours du procédé de fabrication des échantillons. L'absence de la phase  $\text{Ni}_4\text{W}$  dans le cas de cet alliage de matrice laisse supposer que le tungstène issu de la décomposition de WC est en substitution dans  $\text{Mo}_2(\text{B}, \text{C})$  comme le montre Lejay [III-22].

La diminution de la teneur en chrome de la matrice NiCrBSi n'entraîne pas de modification des diffractogrammes (Figure III.18 a, c et d). Cela est attribué à sa présence en solution solide dans  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ , du fait de son affinité chimique avec le nickel et le fer, comme le montre le diagramme de phase ternaire Ni-Cr-Fe à 1373 K (Figure III.19). La proportion de la phase  $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}$  est probablement affectée par la variation de la teneur en chrome. Liyanage et al. [III-23] ont montré que l'augmentation de la teneur en chrome dans une matrice NiCrBSi favorise la décomposition de WC et la précipitation de phases riches en tungstène, notamment des carbures mixtes. La précipitation de la phase  $\text{Ni}_4\text{W}$  ne semble cependant pas affectée lors de la variation de la teneur en chrome de la matrice. Seule une diminution sensible de la taille des cristallites de la phase  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  apparaît lors de la diminution de la teneur en chrome (Tableau III.3).

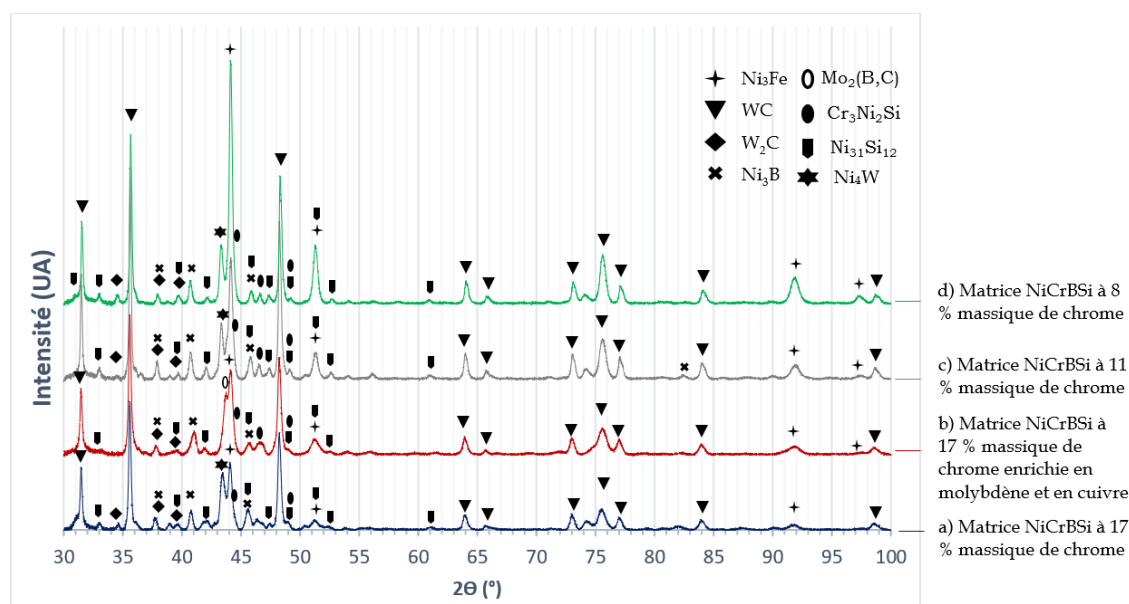


Figure III.18 : Diffractogramme des dépôts obtenus par rechargement laser pour différentes compositions chimiques de matrice mélangés avec 35 % massique de carbures agglomérés frittés WC ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ) a) matrice de référence NiCrBSi à 17 % massique de chrome, b) matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome enrichie en molybdène et en cuivre, c) matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome et d) matrice NiCrBSi à 8 % massique de chrome.

Taille de cristallites de la phase Ni <sub>3</sub> Fe d'après Scherrer	
Angle de diffraction 2θ	51,3°
Plan de diffraction	(200)
Matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome	27,0 nm
Matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome enrichie en molybdène et en cuivre	16,0 nm
Matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome	21,8 nm
Matrice NiCrBSi à 8 % massique de chrome	26,4 nm

Tableau III.4 : Taille des cristallites de la phase Ni<sub>3</sub>Fe des dépôts laser traités thermiquement, élaborés à partir des mélanges de poudre avec les différentes compositions chimiques de matrice NiCrBSi.

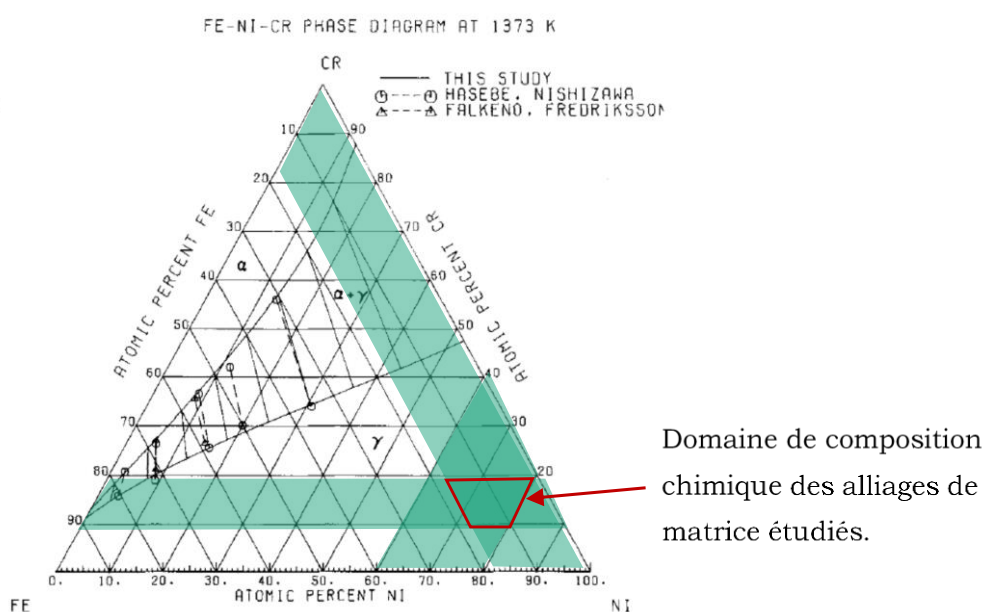


Figure III.19 : Diagramme ternaire Ni-Fe-Cr à 1373 K.

### b. Microstructure des dépôts laser avec les différentes matrices

L'addition de cuivre et de molybdène à la matrice NiCrBSi avec 17 % massique de chrome diminue la taille des dendrites gris clair (flèche jaune, Figure III.20 a et b). L'analyse par cartographie EDS (Figure III.21) montre qu'elles sont principalement composées de nickel de chrome et de silicium. Cela est cohérent avec la phase identifiée Cr<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>Si comme dans le dépôt laser de la poudre de référence (avec la matrice à 17 % massique de chrome, Partie 2.b). La croissance de ces dendrites s'effectue de manière radiale autour de grains de carbure de tungstène. Les fins globules noires (indiqués par la flèche bleue Figure 21 a) peuvent correspondre aux précipités riches en molybdène Mo<sub>2</sub>(B, C), responsables de l'augmentation du potentiel de nucléation de la matrice. Les cartographies par EDS du molybdène (Figure

III.21 f) ne permettent pas d'identifier clairement s'il s'agit de cette phase étant donné la faible taille de ces précipités distribués uniformément dans la matrice. L'absence de la phase  $Ni_4W$  lors de l'utilisation de cette matrice, couplé à la cartographie du tungstène (Figure III.21 e) laisse penser que l'enrichissement en tungstène de la phase  $Mo_2(B, C)$  est possible.

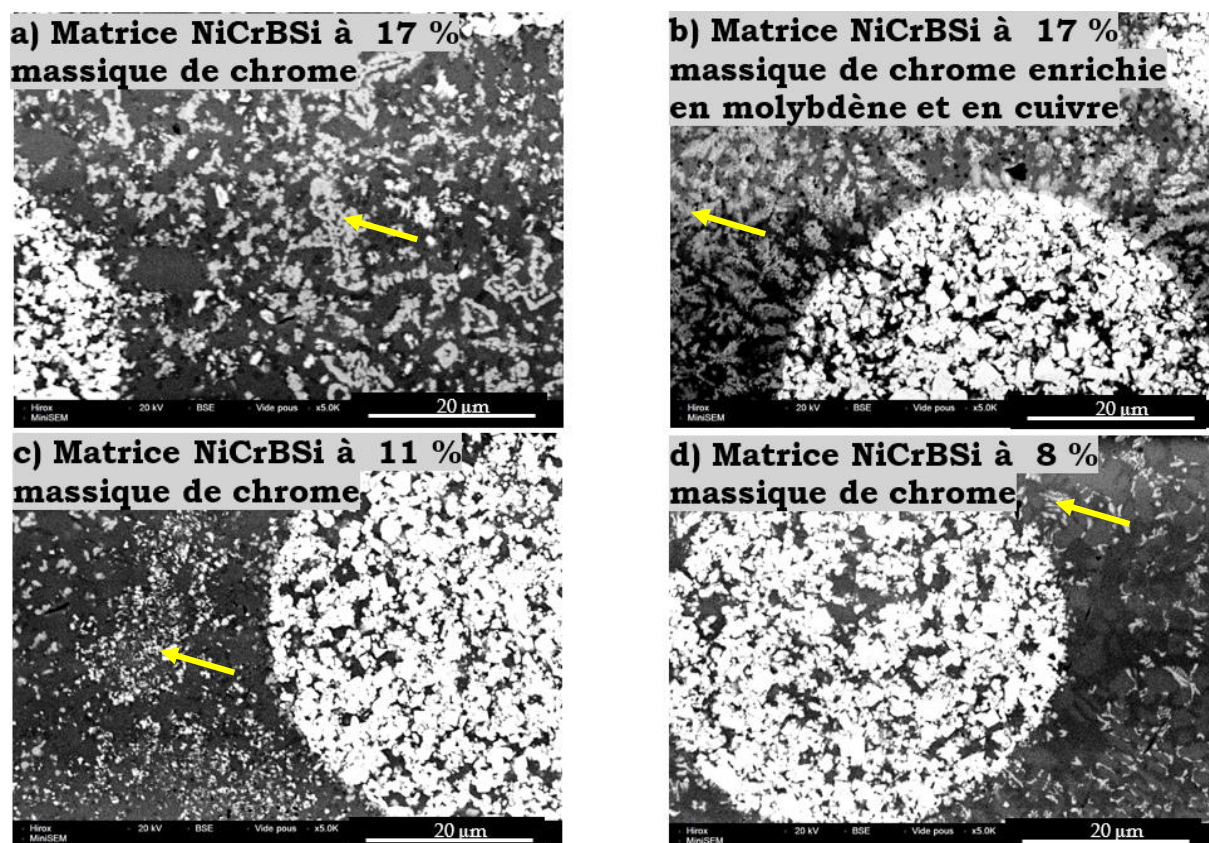


Figure III.20 : Micrographies MEB (BSE) sur les coupes transversales des dépôts obtenus par rechargement laser à partir des mélanges de 35 % massique de carbures WC ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ) avec a) la matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome (Pref), b) la matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome enrichie en molybdène & en cuivre, c) la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome et d) la matrice NiCrBSi à 8 % massique de chrome.

Bien que l'intensité des pics de diffraction des phases  $Ni_4W$  et  $Cr_3Ni_2Si$  n'indique pas de variation significative lors de la diminution de la teneur en chrome de la matrice, les images MEB montrent une nette diminution de la phase gris clair représentant ces phases (flèches jaunes Figure 20 a, c et d). Il apparaît également que la taille de ces précipités diminue avec la teneur en chrome de la matrice NiCrBSi ce qui est cohérent avec la diminution de la taille des cristallites de  $Ni_3Fe$  lorsque la teneur en chrome baisse.

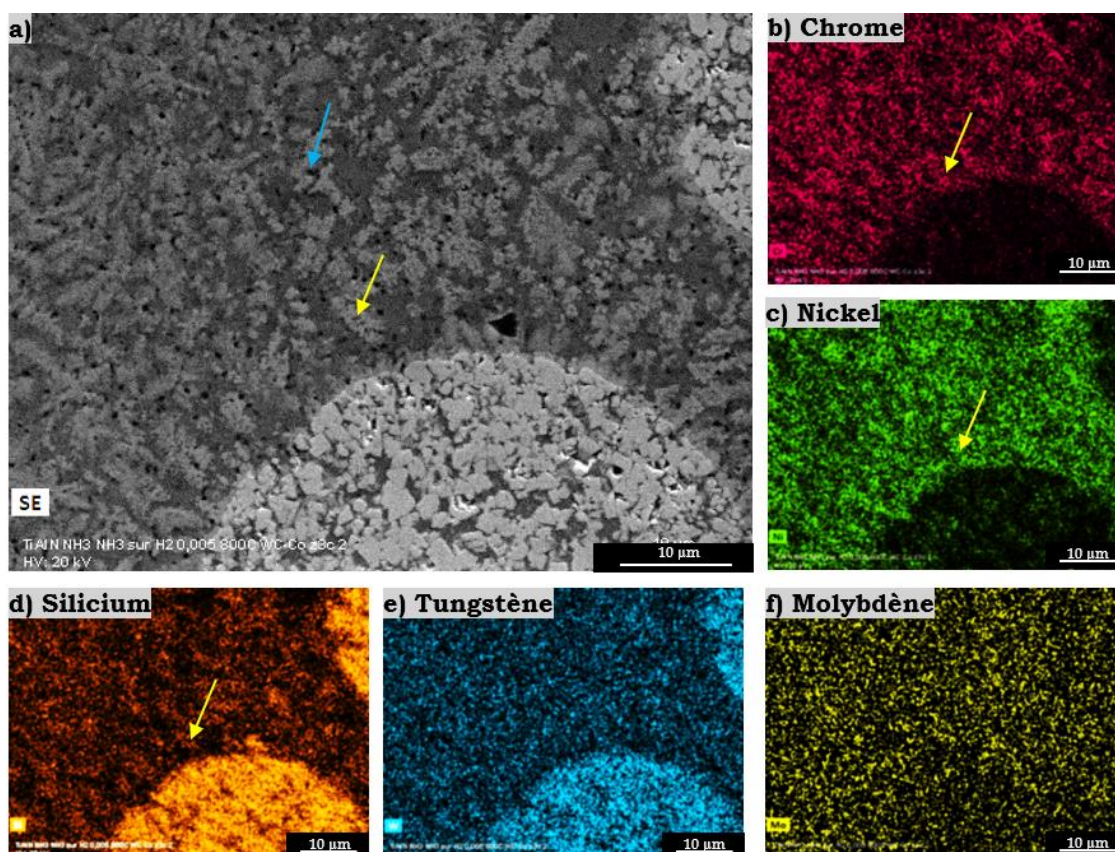


Figure III.21 : a) Micrographie MEB en mode SE du mélange de 65 % massique de poudre de matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome enrichi en molybdène et en cuivre mélangée avec la poudre de carbure aggloméré fritté WC (DA = 50, g/cm<sup>3</sup>) appliqué par laser et b), c), d), e), f) cartographies EDS.

### Résumé

L'addition de molybdène et de cuivre dans de faibles proportions (2,5 % massique chacun) à la matrice NiCrBSi avec une teneur en chrome de 17 % massique, est à l'origine de la précipitation de la phase Mo<sub>2</sub>(B, C). Sa présence sous forme de fins globules à haut point de fusion augmente le potentiel de nucléation lors de la solidification de l'alliage. Cela conduit à une diminution de la taille des cristallites de la phase Ni<sub>3</sub>Fe ; et à un affinement de la microstructure dendritique du composé intermétallique Cr<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>Si. La phase Ni<sub>4</sub>W n'est pas détectée avec cette matrice, cela suppose que le tungstène issu de la décomposition de WC viendrait alors enrichir la phase Mo<sub>2</sub>(B, C).

La variation de la teneur en chrome de la matrice n'entraîne pas de modification significative de la structure de la matrice du fait de la présence du chrome en solution solide dans la phase Ni<sub>3</sub>Fe. La dissolution de WC à l'interface matrice - carbure induisant la précipitation de Ni<sub>4</sub>W semble toutefois favorisée par une teneur élevée en chrome ; ce dernier réduit alors la limite de solubilité du tungstène dans la matrice. La précipitation de la phase Cr<sub>3</sub>Ni<sub>2</sub>Si suit la même évolution.

## 4. Rôle de la poudre de carbure de tungstène dans les dépôts laser

Cette partie traite de l'effet des caractéristiques des particules de carbure de tungstène sur la structure et la microstructure des dépôts obtenus par rechargement laser. Les différentes poudres de carbure de tungstène sont mélangées avec la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome. L'influence de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène est d'abord étudiée. L'effet de la teneur massique en carbure de tungstène introduit dans le mélange de poudre appliqué est ensuite analysé. Enfin, l'effet de la granulométrie des particules de carbure de tungstène pour un type de renfort défini est étudié. Il faut noter que, comme dans la *Partie 3*, toutes les analyses ont été effectuées après traitement thermique.

### a. Influence de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène sur les dépôts laser

Quatre poudres de carbure de tungstène de densité apparente variable (décrites dans le *Chapitre II Partie 1.b*) sont comparées, dont celle issue de la poudre de référence. La densité apparente d'une poudre correspond à la masse par unité de volume de poudre généralement donnée en  $\text{g}/\text{cm}^3$ . Il s'agit d'une propriété dépendante évidemment de la densité intrinsèque du matériau qui est liée à sa composition chimique dans le cas du carbure de tungstène ( $d_{\text{WC}} = 15,6 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$  et  $d_{\text{W}_2\text{C}} = 17,2 \text{ g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ). La morphologie des grains et leur granulométrie peuvent également influencer sa valeur. Seule la densité apparente varie dans ces revêtements déposés à partir du mélange de 65 % de matrice NiCrBSi (à 11 % massique de chrome), et de 35 % massique de poudre de carbure de tungstène.

#### i. Structure des dépôts

La structure des revêtements (*Figure III.22*) montre que la phase  $\text{Ni}_4\text{W}$  n'est pas identifiée dans le revêtement issu du mélange avec la poudre de carbure de tungstène la plus dense WC ( $\text{DA} = 9,9 \text{ g}/\text{cm}^3$ ) (*Figure III.22 d*). Cela suggère que l'utilisation d'une poudre de carbure de haute densité et de morphologie sphérique ralentit le mécanisme de dissolution de WC et donc la précipitation de phases enrichies en tungstène. Les pics des phases  $\text{Ni}_{31}\text{Si}_{12}$  et  $\text{Ni}_3\text{B}$  sont moins intenses que dans les autres revêtements. Il est possible d'attribuer cela à une puissance laser par volume de poudre supérieure induisant la dilution partielle de ces phases.

Les dépôts élaborés à partir des poudres de renfort les plus denses (de structure biphasée WC/ $\text{W}_2\text{C}$ ), présentent des pics intenses de la phase  $\text{W}_2\text{C}$  (*Figure III.22 c et d*). A partir des

quantifications de phases WC et W<sub>2</sub>C réalisées à partir des diffractogrammes DRX (à l'aide de DiffractEva), le rapport W<sub>2</sub>C/WC (Figure III.23) a été calculé pour chaque poudre de carbure ainsi que pour les revêtements correspondants (après traitement thermique).

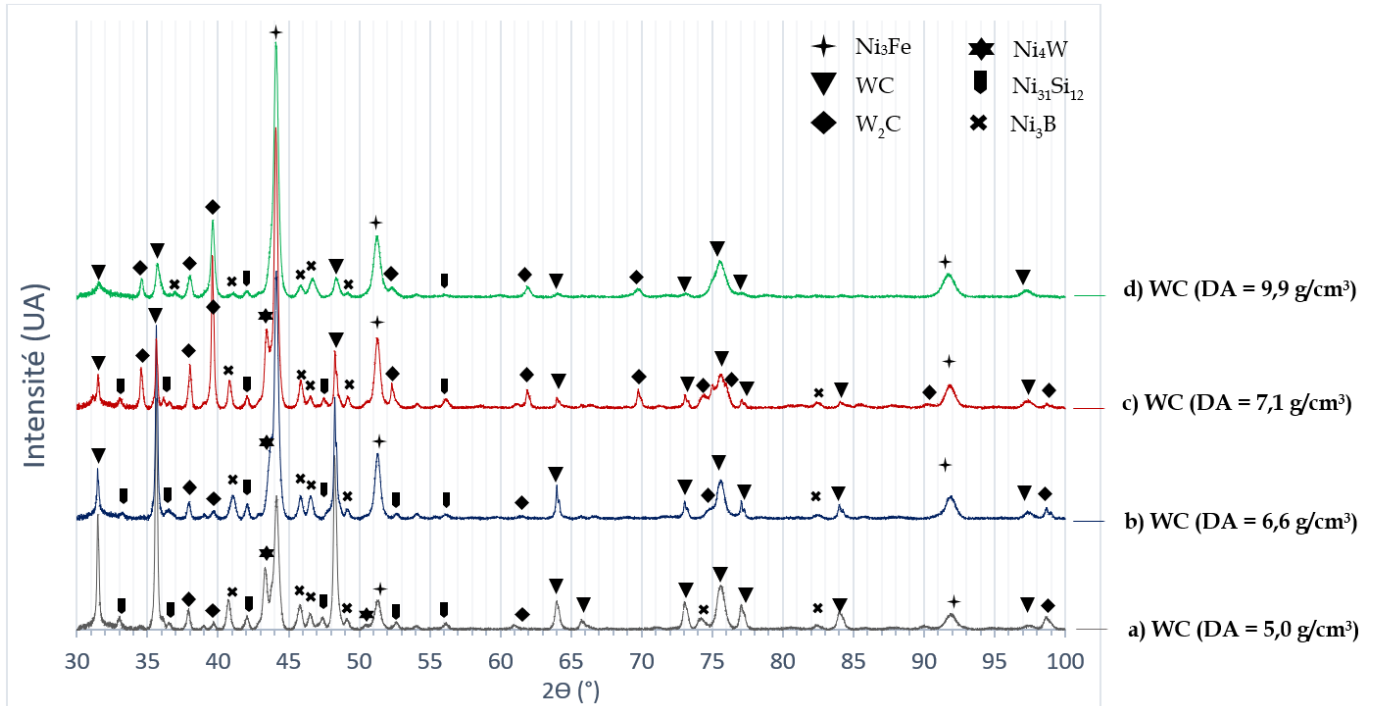


Figure III.22 : Diffractogrammes des dépôts appliqués par rechargement laser à partir des mélanges de 65 % massique de matrice NiCrBSi à 11 % massiques de Chrome avec de 35 % massique de renforts a) WC (DA = 5,0 g/cm<sup>3</sup>) b) WC (DA = 6,6 g/cm<sup>3</sup>) c) WC (DA = 7,1 g/cm<sup>3</sup>) et d) WC (DA = 9,9 g/cm<sup>3</sup>).

Les deux poudres les moins denses WC (DA = 5,0 g/cm<sup>3</sup>) et WC (DA = 6,6 g/cm<sup>3</sup>) présentent des structures quasiment monophasée WC qui n'évolue que très peu après l'application du revêtement par laser et traitement thermique. De la même manière que dans la partie relative à la poudre de référence (*Partie 2*), le procédé d'élaboration des revêtements a un impact faible sur le phénomène de décarburation de WC. Les deux poudres les plus denses WC (DA = 7,1 g/cm<sup>3</sup>) et WC (DA = 9,9 g/cm<sup>3</sup>) présentent toutes deux une proportion importante de phase W<sub>2</sub>C ; cela est attribué à leur procédé de fabrication commun par fusion. Dans ces cas, il apparaît alors que la proportion de la phase W<sub>2</sub>C des revêtements correspondants est favorisée avec une augmentation d'environ 14 % des rapports W<sub>2</sub>C/WC dans les deux cas. La présence de la phase W<sub>2</sub>C dans la poudre de carbure de tungstène semble favoriser le mécanisme de décarburation. Ce phénomène peut être attribué aux sites octaédriques libres dans la structure W<sub>2</sub>C favorisant ainsi la diffusion du carbone [III-5].

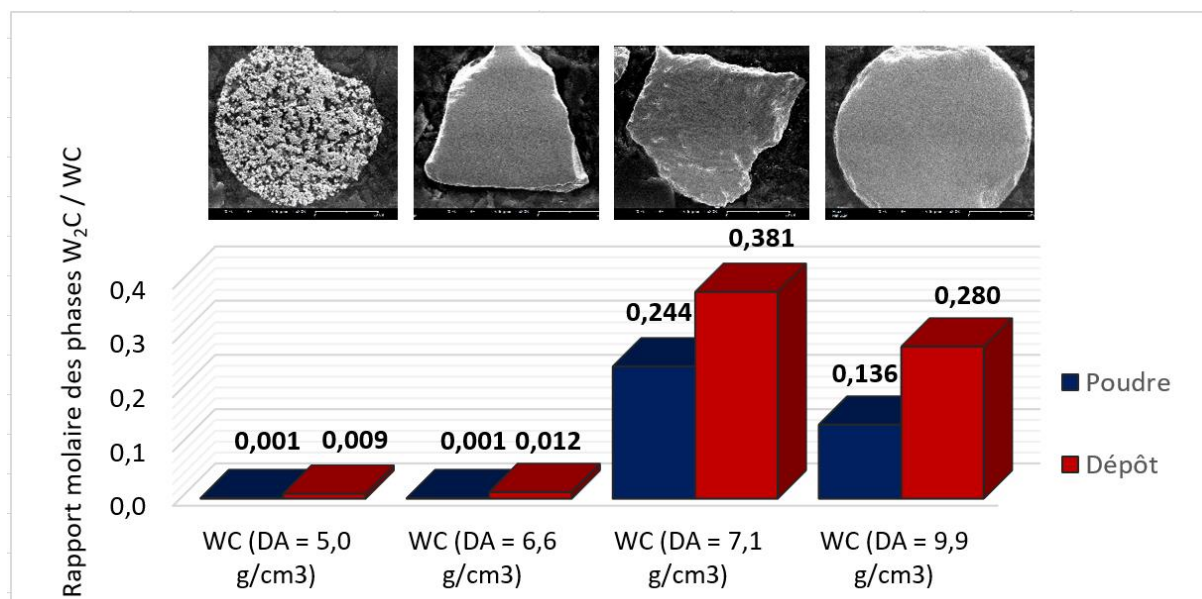


Figure III.23 : Evolution du rapport  $W_2C / WC$  entre la poudre de carbure de tungstène et le dépôt obtenu par rechargement laser en fonction de la densité de la poudre de carbure. Ces rapports ont été calculés à partir des pourcentages molaire  $W_2C$  et  $WC$  déterminés à partir de quantification des phases sur les spectres de DRX via Diffractera. Les photos correspondent aux images MEB en coupe des grains de chaque poudre de carbure.

## ii. Microstructure des dépôts

Les images MEB des coupes transversales (Figure III.24) montrent que la répartition volumique des renforts dans le dépôt est très homogène dans le cas des carbures les moins denses  $WC$  ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ) (Figure III.24 a). Cela s'explique par la très faible différence de densité apparente entre les poudres de matrice et de renfort (respectivement  $4,42 \text{ g/cm}^3$  et  $5 \text{ g/cm}^3$ ). Pour les autres dépôts (Figure III.24 b, c et d), une légère hétérogénéité de la répartition des renforts est visible avec une densité en carbure sensiblement plus élevée à l'interface dépôt – substrat. Ce phénomène, observé par Fernández et al [III-23], semble d'autant plus marqué que la densité apparente de la poudre de carbure augmente. La poudre de carbure de tungstène la plus dense  $WC$  ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) est particulièrement sensible à ce phénomène. Fernández et al expliquent que la forme sphérique des particules de carbure favorise leur écoulement dans un fluide ce qui accentue leurs concentrations à l'interface.

La Figure III.25 montre que l'épaisseur moyenne des dépôts diminue lorsque la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène augmente. Cela est cohérent avec la diminution du volume de poudre de carbure induit par préparation des mélanges de poudre en fraction massique ; ainsi qu'avec la régulation en débit massique de la quantité de poudre injectée au niveau de la torche de rechargement laser.



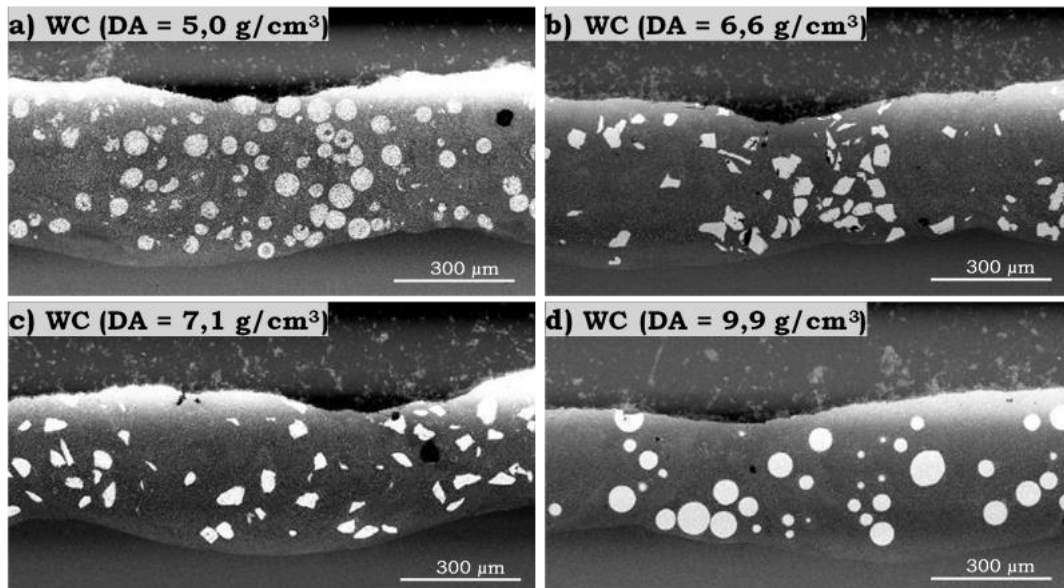


Figure III.24 : Micrographies MEB (BSE) des coupes transversales des revêtements laser des mélanges de 65 % massique de matrice NiCrBSi à 11 % massique de Chrome avec 35 % massique de poudre de carbure de tungstène a) WC (DA = 5,0 g/cm<sup>3</sup>), b) (DA = 6,6 g/cm<sup>3</sup>), c) (DA = 7,1 g/cm<sup>3</sup>) et d) (DA = 9,9 g/cm<sup>3</sup>).

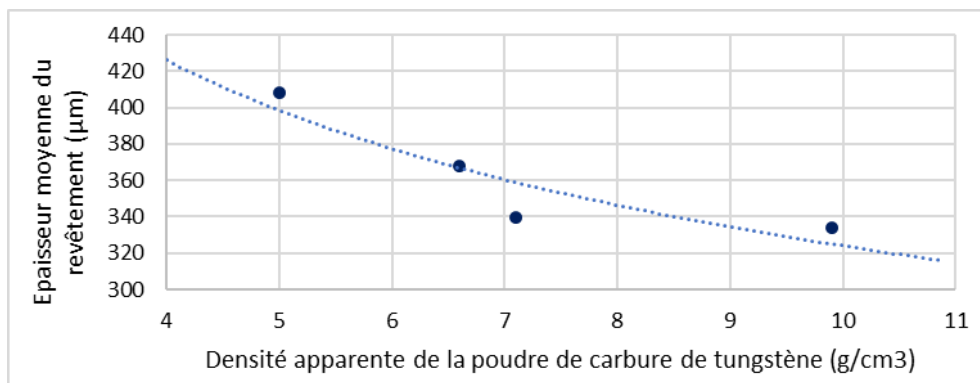


Figure III.25 : Evolution de l'épaisseur moyenne du dépôt obtenu par rechargement laser en fonction de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène.

- b. Influence de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène introduite dans le mélange de poudre sur les dépôts obtenus par rechargement laser

Dans cette partie, la poudre de carbure de tungstène la plus dense WC (DA = 9,9 g/cm<sup>3</sup>) est mélangée dans des proportions variables avec la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome.

- i. Structure des dépôts

Lors de l'augmentation de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène dans le mélange de poudre appliqué par rechargement laser, il apparaît un décalage des pics de diffraction de la phase principale Ni<sub>3</sub>Fe de la matrice (Figure III.26). Une étude plus détaillée

des principaux pics de diffraction de cette phase (*Figure III.27*), montre que lorsque la teneur en poudre de carbure de tungstène augmente, les réflexions (111), (200), (311) de cette phase se déplacent vers les petits angles jusqu'à pouvoir indexer les pics de diffraction dans la phase NiFe. Cela sous-entend un enrichissement en fer de la solution solide de substitution Ni<sub>3</sub>Fe jusqu'à former la phase NiFe. Quand la teneur en carbure dans la poudre appliquée par rechargement laser atteint 70 % massique, le décalage vers de petits angles des pics de diffraction se poursuit, signe de l'augmentation du paramètre de maille. Cela laisse supposer un enrichissement en fer de la solution solide de substitution NiFe, en effet, le rayon atomique du fer est supérieur à celui du nickel (140 contre 135 Å). Gowtham [III-25] a montré dans de son travail sur les paramètres de rechargement laser qu'une puissance trop importante et un débit de poudre trop faible conduit à une dilution du substrat. D'autres auteurs [III-25 - III-26] ont également mis en évidence la dilution du substrat comme un phénomène présent lors du rechargement laser. Ainsi, l'enrichissement en fer de la phase principale de la matrice peut être attribué à l'augmentation de l'importance du bain de fusion (à la surface du substrat), du fait de la réduction de la quantité de matrice à fusionner, associée à l'augmentation de la fraction massique de carbure de tungstène dans le mélange de poudre.

Comme attendu, quand la fraction massique de carbure de tungstène introduite dans le mélange de poudre appliqué par rechargement laser augmente, l'intensité des pics de diffraction des phases issues des carbures WC et W<sub>2</sub>C augmente, tandis que celle de la phase principale de la matrice diminue (*Figure III.26*). Le rapport molaire W<sub>2</sub>C/WC des phases issues des grains de renforts (*Figure III.28*) (calculé à partir de la proportion des phases WC et W<sub>2</sub>C estimée via DiffractEva), montre une croissance presque linéaire en fonction de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène. La diffusion du carbone de WC est alors favorisée. Cela est attribué à l'augmentation de la quantité d'énergie transmise par rayonnement aux particules de carbure de tungstène du fait de la réduction de la quantité de matrice dans le mélange de poudre appliqué. La formation de la phase Ni<sub>4</sub>W est également favorisée par l'augmentation de la teneur élevée en carbure ce qui est cohérent avec l'augmentation de la densité d'interface carbure – matrice.

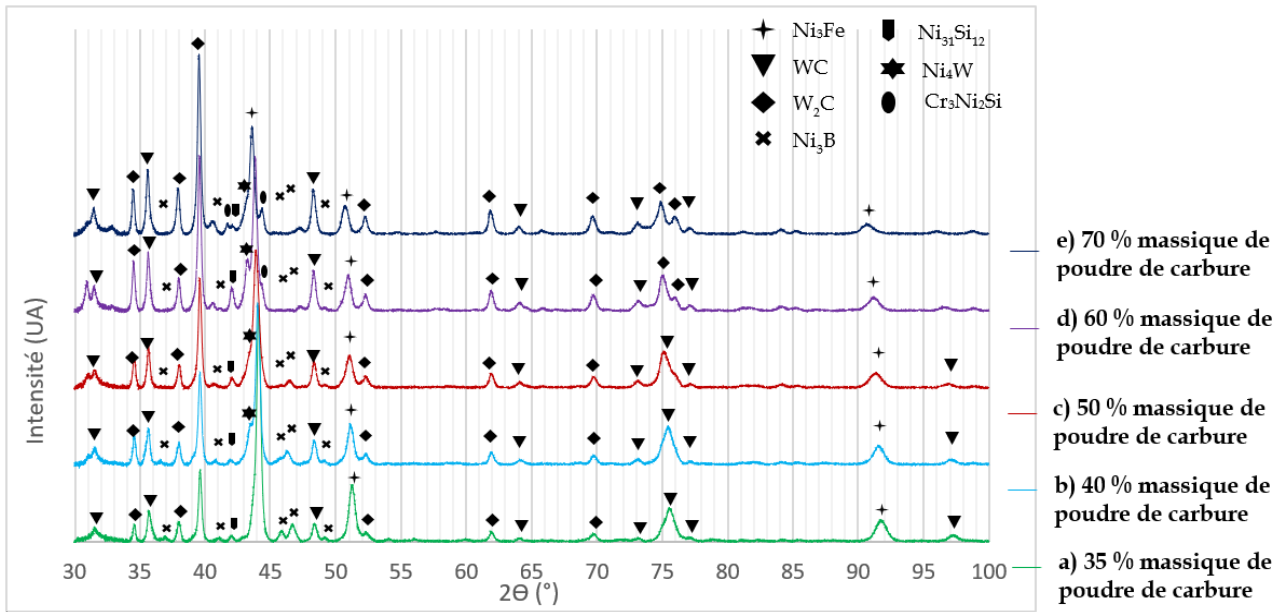


Figure III.26 : Diffractogrammes des dépôts laser élaborés avec des teneurs variables de poudre de carbure de tungstène dense WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) mélangés avec la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome : 35 % massique, 40 % massique, 60 % massique & 70 % massique.

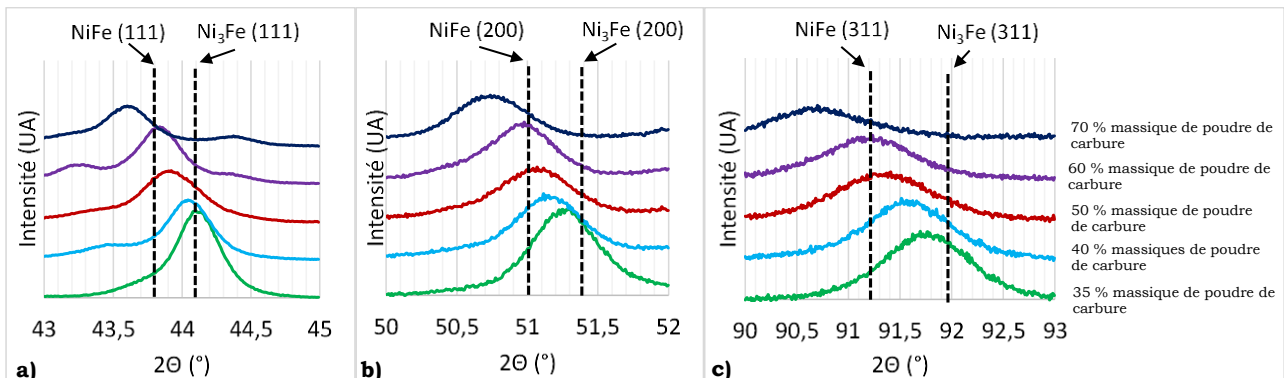


Figure III.27 : Vue détaillée des pics de diffraction de la phase principale de la matrice sur les plages de  $2\theta$  de diffraction a)  $43 - 45^\circ$  (110), b)  $50 - 52^\circ$  (200) et c)  $90 - 93^\circ$  (311) lors de la variation de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène mélangé à la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome.

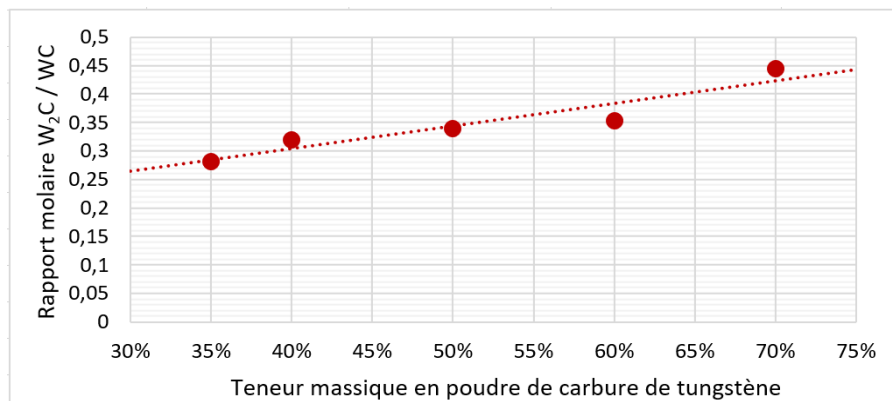


Figure III.28 : Evolution du rapport molaire  $W_2C/WC$  en fonction de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) mélangé avec la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome.

ii. Microstructure des dépôts

Comme le montre Gowtham et al. [III-25], le taux de dilution du substrat lors du rechargement laser peut être déterminé en observant la profondeur affectée par le rechargement laser à la surface du substrat. Ce principe de calcul qualitatif s’applique à un rechargement laser réalisé en une seule passe afin de pouvoir mesurer le cordon. En procédant de manière analogue, la dilution du substrat peut être estimée de manière qualitative en appliquant l’équation (III.5) comme illustré *Figure III.29*. Les valeurs ont été déterminées par analyse d’image via ImageJ.

L’évolution du taux de dilution du substrat et de la teneur en fer de la matrice (déterminée par EDS) lors de l’augmentation de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène sont représentées *Figure III.30*. Lorsque la teneur massique en renfort augmente, le taux de dilution du substrat et la teneur massique en fer de la matrice augmente ; ceci est cohérent avec l’enrichissement en fer de la solution solide de la matrice. Pour rappel, la teneur nominale en fer dans la poudre de matrice à 11 % massique de chrome est de 2,8 %, la dilution du substrat est donc un phénomène majeur. Une optimisation des paramètres d’application laser permettrait de minimiser cet effet.

Si l’augmentation de la fraction massique de carbure de tungstène dans le mélange de poudre est bien visible après synthèse du dépôt par rechargement laser (*Figure III.31*), la fraction volumique dans le dépôt ne correspond pas à celle de la poudre. L’enrichissement de la matrice NiCrBSi en fer induit par la dilution du substrat conduit une augmentation de son volume.

La répartition des particules de carbure apparaît comme homogène quelle que soit cette fraction massique (*Figure III.31*).

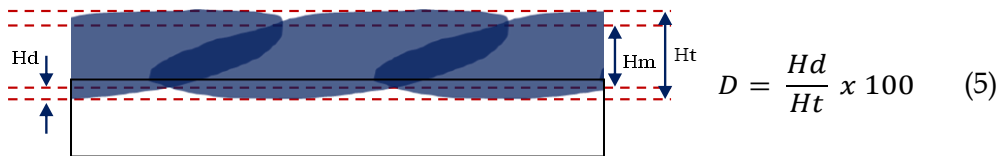


Figure III.29 : Méthode de détermination du taux de dilution des dépôts élaborés en rechargement laser avec :  $D$  = taux de dilution (%),  $H_t$  = hauteur totale ( $\mu m$ ),  $H_m$  = hauteur minimale de dépôt ( $\mu m$ ) et  $H_d$  = hauteur de dilution du substrat ( $\mu m$ ) [III-25].

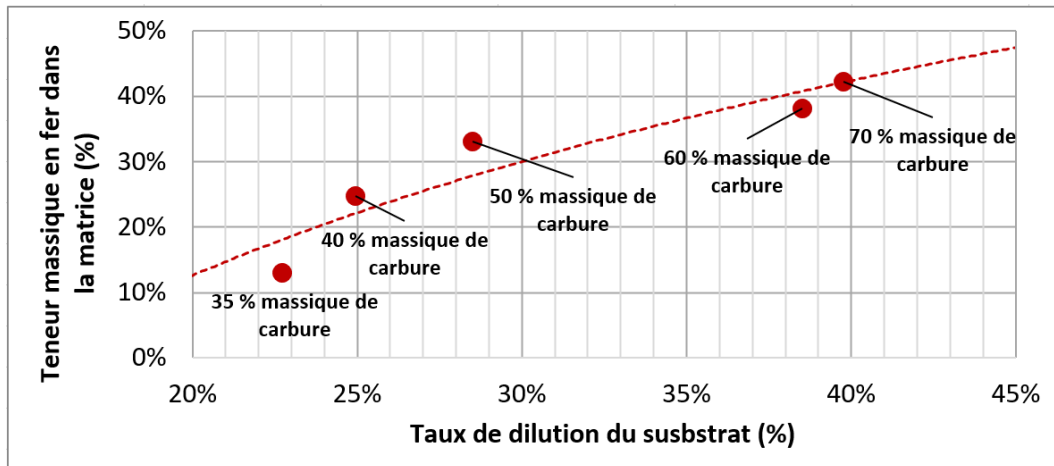


Figure III.30 : Evolution de la teneur massique en fer dans la matrice NiCrBSi en fonction du taux de dilution du substrat lors de l'augmentation de la fraction massique en poudre de carbure WC (DA = 9,9 g/cm<sup>3</sup>) dans la poudre de projection appliquée par rechargement laser.

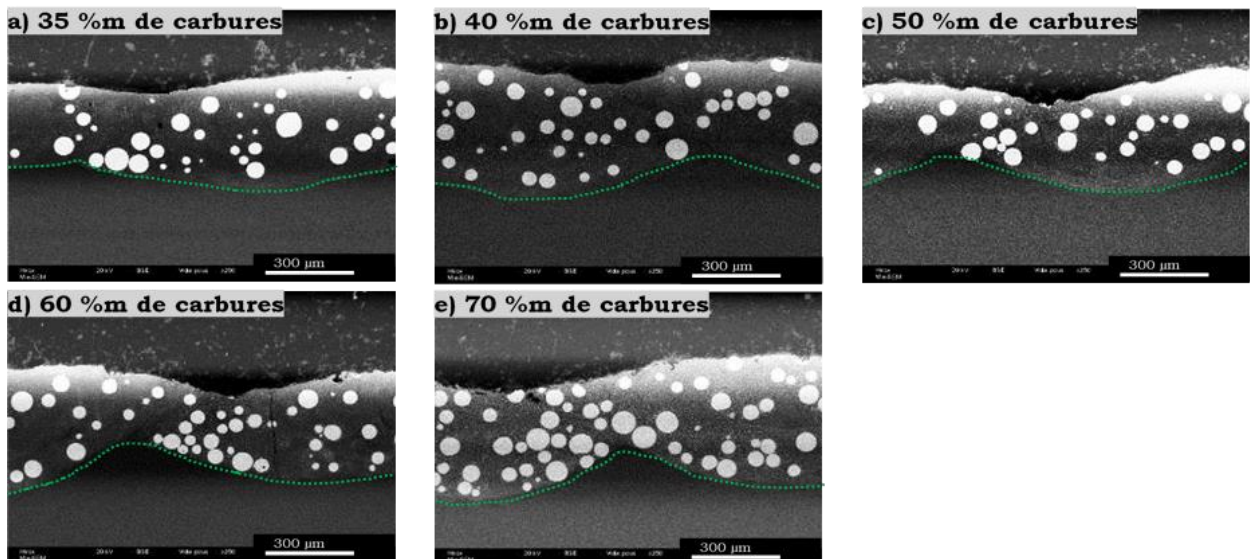


Figure III.31 : Micrographie MEB (BSE) en coupe des dépôts laser des mélanges de la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome avec une teneur en carbures sphériques dense variable a) 35 % massique, b) 40 % massique, c) 50 % massique, d) 60 % massique et e) 70 % massique.

### c. Influence de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène sur les dépôts laser

Cette partie traite de l'effet de la granulométrie des particules de carbure de tungstène (Figure III.32) sur les propriétés structurales et microstructurales des revêtements obtenus par rechargement laser. La poudre de carbure de tungstène utilisée est celle présentant la densité apparente la plus élevée WC (DA = 9,9 g/cm<sup>3</sup>). Le mélange effectué est constitué de 60 % massique de cette poudre et de la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome.

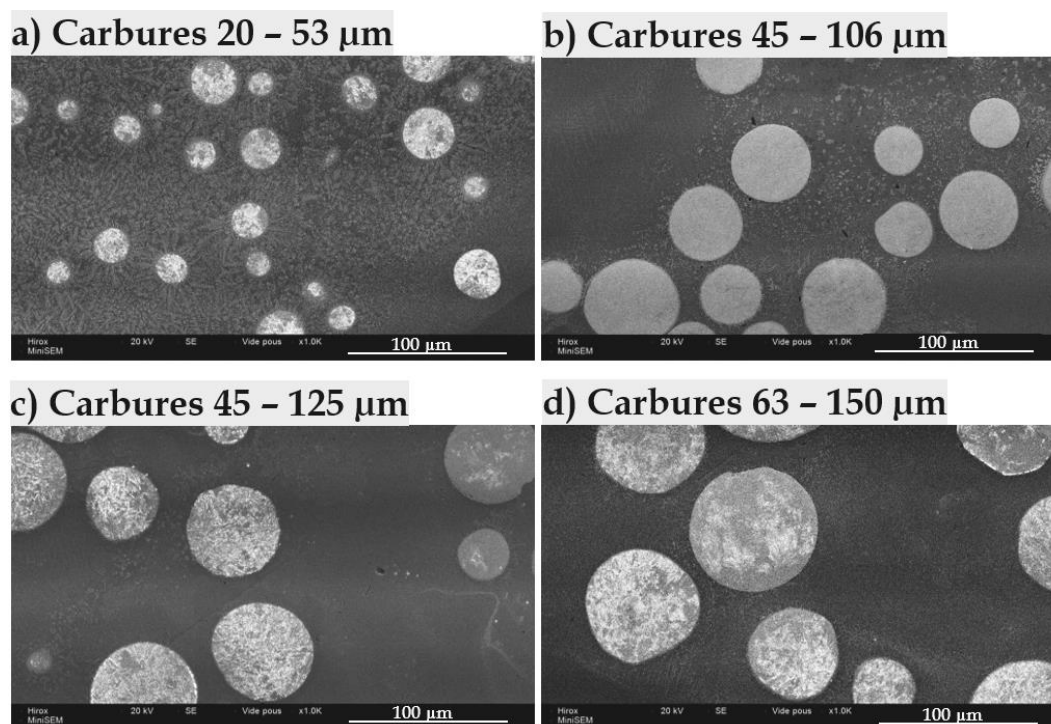


Figure III.32 : Micrographie MEB des particules de carbure de tungstène WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) de différentes granulométries.

i. Structure des dépôts

La Figure III.33 montre la diminution de l'intensité du pic de diffraction du plan (121) de la phase  $\text{Ni}_4\text{W}$  (situé à  $2\Theta = 43,5^\circ$ ) lorsque la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène augmente. Cela suggère que la décomposition de WC est favorisée par une granulométrie fine des particules de carbure de tungstène. Ce phénomène peut être corrélé avec l'augmentation de la surface spécifique induite par la diminution de la granulométrie de la poudre de carbure. La diffusion du carbone de la phase  $\text{W}_2\text{C}$  est alors favorisée grâce à la surface d'échange entre la matrice chauffée et les grains de carbure de tungstène.

Le rapport  $\text{W}_2\text{C}/\text{WC}$  (calculé à partir de la quantification de phase sur DiffractEva) a tendance à diminuer avec l'augmentation de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène (Figure III.34). Cela confirme qu'une granulométrie fine de la poudre de carbure de tungstène favorise sa décomposition comme l'ont observé Van Acker et al. [III-14]. La granulométrie la plus fine (20 - 53  $\mu\text{m}$ ) montre cependant une proportion de la phase  $\text{W}_2\text{C}$  équivalente à celle de la granulométrie (45 - 106  $\mu\text{m}$ ). En couplant cette observation avec la précipitation importante de la phase  $\text{Ni}_4\text{W}$ , cela suggère que la dissolution de WC au cours du traitement thermique dans le cas de la granulométrie la plus fine est un phénomène majeur.

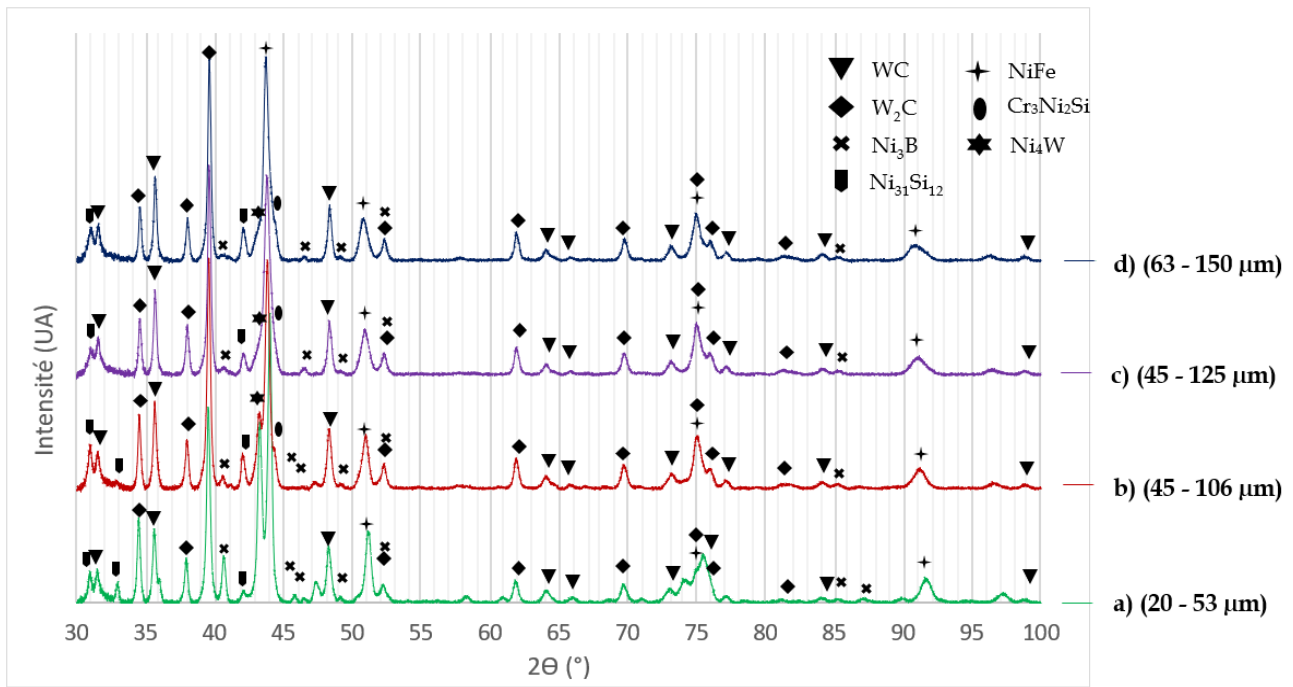


Figure III.33 : Diffractogrammes des dépôts laser élaborés à partir des mélanges de poudre avec la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome renforcée avec 60 % massique de carbures de tungstène WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) de granulométrie variable.

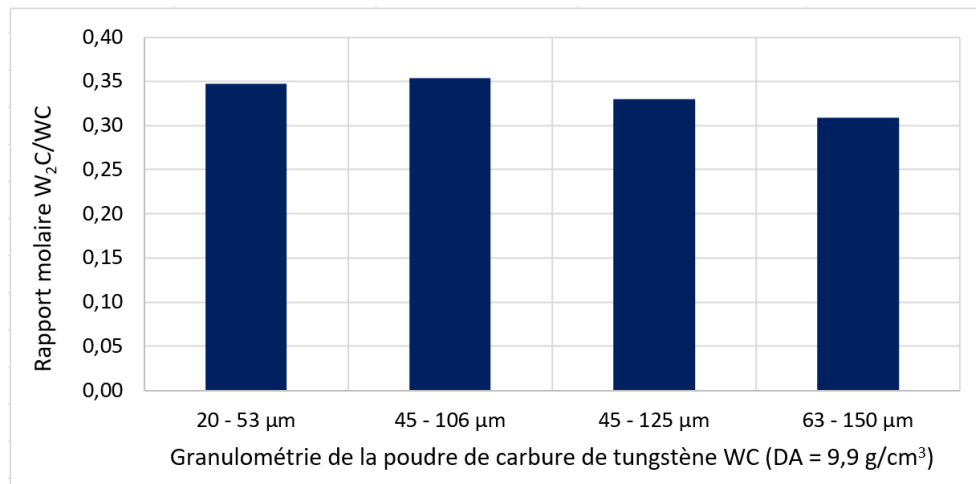


Figure III.34 : Evolution du rapport  $W_2C/WC$  dans les dépôts élaborés par rechargement laser avec 60 % massique de poudre de carbure WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) de granulométrie variable mélangé à la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome.

## ii. Microstructure des dépôts

La variation de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène ne semble pas affecter l'homogénéité de la répartition des carbures de tungstène dans le dépôt (Figure III.35). En revanche, Van Acker [III-14] a observé une répartition hétérogène lors de l'augmentation de la granulométrie des particules de carbure de tungstène. Ce phénomène peut être attribué à

l'épaisseur importante de ces revêtements (de l'ordre de 1000  $\mu\text{m}$  contre 300  $\mu\text{m}$  dans cette étude) ce qui induit une vitesse de solidification du revêtement plus faible.

Sur les micrographies à plus fort grossissement (*Figure III.36*), une phase semble germer dans la matrice (en blanc) à partir de l'interface avec les grains de carbure de tungstène (indiquée par une flèche verte *Figure III.36 a*). Cette phase occupe alors une proportion très importante dans le cas de la granulométrie la plus fine de la poudre de carbure de tungstène (20 – 53  $\mu\text{m}$ ). Lorsque la granulométrie des particules de carbure de tungstène augmente, sa présence est atténuée pour devenir négligeable dans le cas de la granulométrie la plus grossière (63 – 150  $\mu\text{m}$ ) (*Figure III.36 d*). On peut alors corrélérer cela avec l'intensité décroissante des pics de diffraction de la phase  $\text{Ni}_4\text{W}$  lors de l'augmentation de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène.

Les cartographies de composition chimique par EDS (*Figure III.37*) montrent que ces précipités (indiqués par des flèches vertes) sont riches en nickel (*Figure III.37 b*) et en tungstène (*Figure III.37 c*). Cela confirme l'hypothèse de la précipitation de  $\text{Ni}_4\text{W}$  par décomposition du  $\text{W}_2\text{C}$ , plus particulièrement dans le cas d'une granulométrie fine de la poudre de carbure de tungstène.

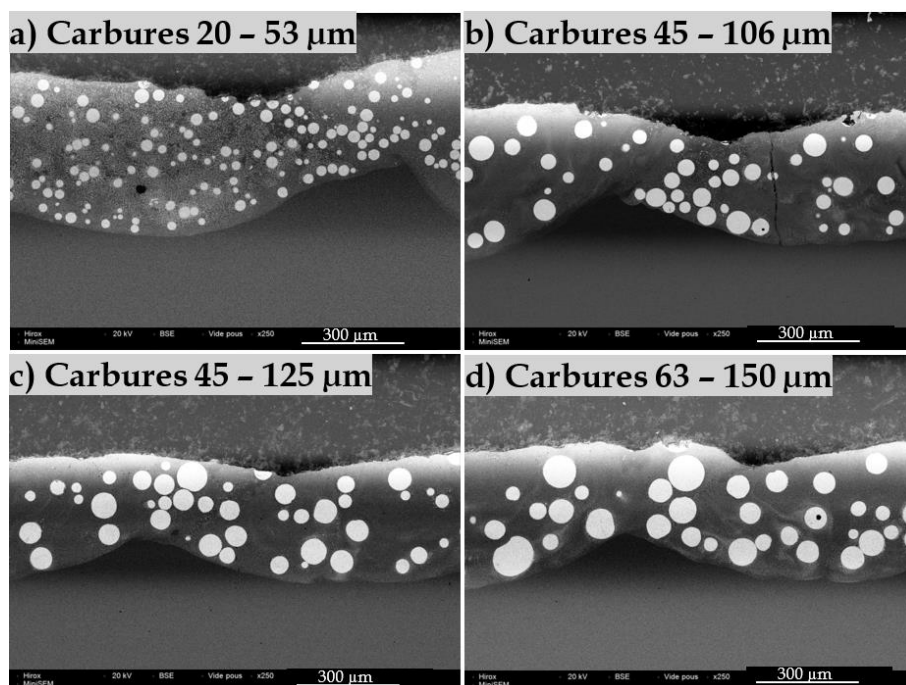


Figure III.35 : Images MEB (BSE) à faible grossissement des coupes transversales des revêtements obtenus par rechargement laser élaborés à partir des mélanges de 40 % massique de matrice  $\text{NiCrBSi}$  à 11 % massique de chrome avec 60 % massique de poudre de carbure dense de granulométrie variable a) 20 – 53  $\mu\text{m}$ , b) 45 – 106  $\mu\text{m}$ , c) 45 – 125  $\mu\text{m}$  et d) 63 – 150  $\mu\text{m}$ .



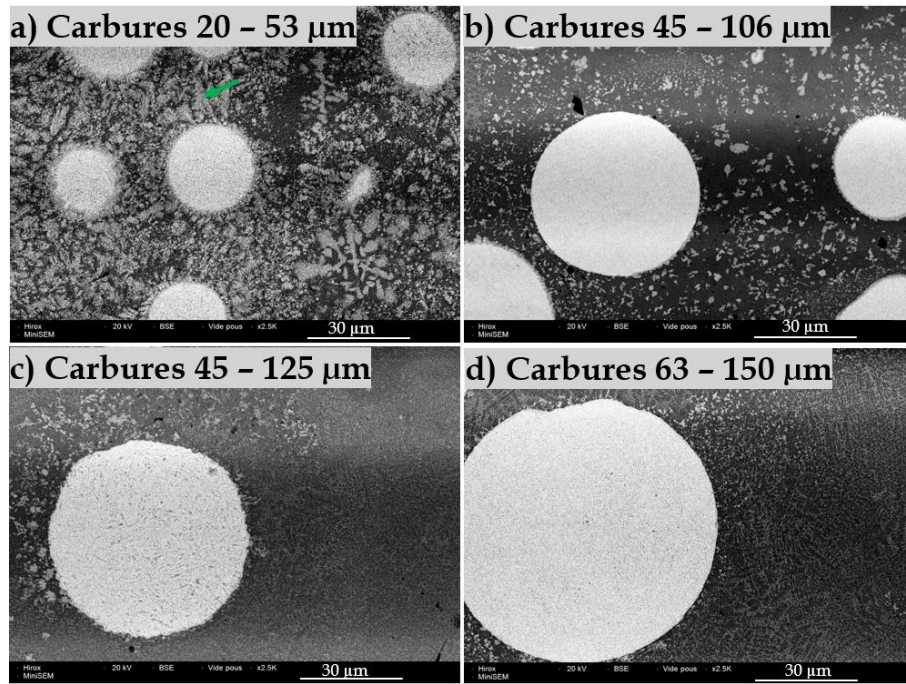


Figure III.36 : Micrographie MEB (BSE) à plus fort grossissement des coupes transversales des revêtements laser élaborés à partir des mélanges de 40 % massique de matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome avec 60 % massique de poudre de carbure dense de granulométrie variable a) 20 – 53 μm, b) 45 – 106 μm, c) 45 – 125 μm et d) 63 – 150 μm.

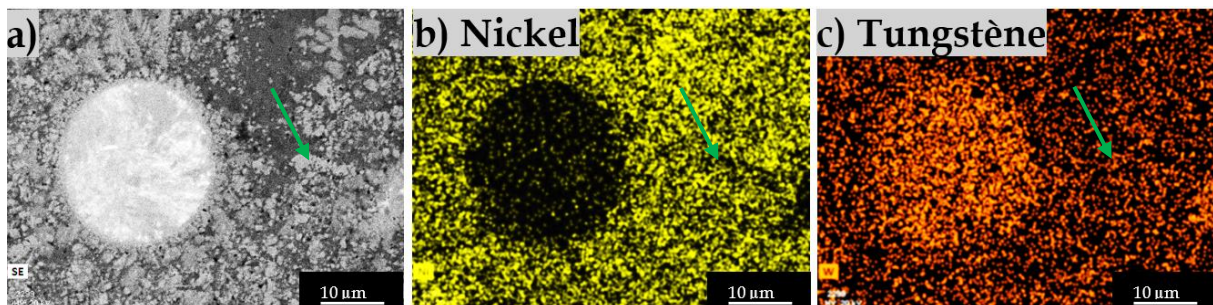


Figure III.37 : Cartographie EDS en coupe transversale du revêtement laser élaborés à partir des mélanges de 40 % massique de matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome avec 60 % massique de poudre de carbure dense de granulométrie fine (20 – 53 μm) a) vue en électrons secondaire, b) cartographie du silicium et c) cartographie du tungstène.

## Résumé

L'étude de l'effet des caractéristiques des poudres de carbure de tungstène sur la structure et la microstructure des revêtements peut être résumée comme suit.

La densité apparente de la poudre de carbure de tungstène joue un rôle important sur sa décomposition au cours du processus d'élaboration. Les poudres monophasées WC (les moins denses) ne sont pas soumises au phénomène de décarburation tandis que les poudres biphasées (les plus denses) le sont. Cela est attribué à la présence de la phase  $W_2C$  qui, grâce à ses sites octaédriques libres, favorise la diffusion du carbone sous l'effet de la température. En revanche, la précipitation de la phase  $Ni_4W$  issue de la dissolution de WC par réaction avec la matrice NiCrBSi (lors du traitement thermique) se trouve favorisée dans le cas des poudres les moins denses du fait de l'augmentation de la densité d'interface matrice – carbure.

L'augmentation de la fraction massique en poudre de carbure de tungstène accroît le phénomène de dilution du substrat. L'enrichissement en fer de la matrice NiCrBSi, lorsque la fraction massique de poudre de renfort augmente dans le mélange, croît jusqu'à la formation de la phase NiFe. La proportion de la phase  $W_2C$ , liée au mécanisme de diffusion du carbone lors du rechargement laser, augmente du fait de la réduction de la quantité de matrice à fusionner. L'augmentation de la teneur en carbure de tungstène de la poudre appliquée par rechargement laser favorise la précipitation du composé intermétallique  $Ni_4W$ .

L'utilisation d'une poudre de carbure de tungstène de granulométrie fine favorise la proportion de la phase  $W_2C$ . Cela est attribué à l'augmentation de la surface spécifique de la poudre favorisant l'interaction entre les particules de carbure et le rayonnement laser. De la même manière, la surface spécifique régie la précipitation de la phase  $Ni_4W$  par réaction entre les particules de carbure et la matrice NiCrBSi lors du traitement thermique.

## Conclusion

Le rechargement laser, réalisé en plusieurs passes, permet l'obtention de dépôts denses, avec une répartition homogène des renforts en carbure de tungstène. Une microstructure plus fine que celle des dépôts obtenus par projection flamme-poudre est observée grâce à une plus grande cinétique de refroidissement. Il a été mis en évidence que le rechargement laser crée une dilution du substrat qui est à l'origine d'un enrichissement important en fer de la matrice à base nickel. Le mécanisme de diffusion entre le fer du substrat et le nickel de la matrice NiCrBSi est responsable de la liaison métallurgique du revêtement. Lors du traitement thermique post-rechargement laser, la phase  $Ni_4W$  précipite par dissolution de WC à l'interface carbure matrice.

La composition chimique de la matrice a une influence sur la microstructure du dépôt. Une teneur en chrome élevée favorise la précipitation de phases intermétalliques comme  $Cr_3Ni_2Si$ . Le mécanisme de dissolution de WC, conduisant à la précipitation de  $Ni_4W$ , est également accru du fait de la diminution de la solubilité du tungstène dans la matrice lors de l'ajout de chrome. L'addition de molybdène prévient la formation de  $Ni_4W$  par la mise en solution du tungstène dans des micro-ségrégations à haut point de fusion riches en molybdène, de type Mo(B, C). Ceci favorise la précipitation de la phase  $Cr_3Ni_2Si$  sous forme dendritique qui croît de manière radiale par rapport aux particules de renfort.

Au cours du rechargement laser, les carbures sont soumis à d'intenses phénomènes thermiques et sont amenés à se décomposer sous la forme  $W_2C$ , malgré l'emploi d'un gaz protecteur. Il est apparu que les poudres de carbure biphasés WC/ $W_2C$  (les plus denses) sont particulièrement sensibles à ce phénomène. Cela est attribué à la présence des sites octaédriques libres dans la structure de  $W_2C$  facilitant la diffusion du carbone. Il a également été montré qu'une granulométrie fine ou une teneur importante de la poudre de carbure de tungstène accentue ce phénomène ainsi que la dissolution de WC. Ceci est attribué à l'augmentation de la surface spécifique et donc de la quantité d'énergie reçue par rayonnement.

Enfin, il a été vu que la dilution du substrat, responsable de l'enrichissement important en fer de la matrice, est d'autant plus marquée que la teneur en carbure de tungstène augmente. Une optimisation des paramètres de rechargement laser permettrait de limiter cet effet et de garantir la composition des revêtements.

## Références bibliographiques

- [III-1] E. Grudzys, Š. Meškinis, et A. Juraitis, *Influence of WC/Co Concentration on Structure and Mechanical Properties of the Thermally Sprayed WC/Co-NiCrBSi Coatings*. 2008.
- [III-2] V. Katranidis, S. Gu, T. R. Reina, E. Alpay, B. Allcock, et S. Kamnis, « Experimental study of high velocity oxy-fuel sprayed WC-17Co coatings applied on complex geometries. Part B: Influence of kinematic spray parameters on microstructure, phase composition and decarburization of the coatings », *Surface and Coatings Technology*, vol. 328, p. 499-512, nov. 2017, doi: 10.1016/j.surfcoat.2017.09.027.
- [III-3] D. Kekes, P. Psyllaki, et M. Vardavoulias, « Wear Micro-Mechanisms of Composite WC-Co/Cr-NiCrFeBSiC Coatings. Part I: Dry Sliding. », *Tribology in Industry*, vol. 36, n° 4, 2014.
- [III-4] Q. Zhan, L. Yu, F. Ye, Q. Xue, et H. Li, « Quantitative evaluation of the decarburization and microstructure evolution of WC-Co during plasma spraying », *Surface and Coatings Technology*, vol. 206, n° 19, p. 4068-4074, mai 2012, doi: 10.1016/j.surfcoat.2012.03.091.
- [III-5] E. Lassner et W.-D. Schubert, *Tungsten: properties, chemistry, technology of the element, alloys, and chemical compounds*. New York: Kluwer Academic/Plenum Publishers, 1999.
- [III-6] N. Serres, F. Hlawka, S. Costil, C. Langlade, et F. Machi, « Microstructures and environmental assessment of metallic NiCrBSi coatings manufactured via hybrid plasma spray process », *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, n° 4, p. 1039-1046, nov. 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2010.03.048.
- [III-7] L. Liu, H. Xu, J. Xiao, X. Wei, G. Zhang, et C. Zhang, « Effect of heat treatment on structure and property evolutions of atmospheric plasma sprayed NiCrBSi coatings », *Surface and Coatings Technology*, vol. 325, p. 548-554, sept. 2017, doi: 10.1016/j.surfcoat.2017.07.011.
- [III-8] R. Molins, B. Normand, G. Rannou, B. Hannoyer, et H. Liao, « Interlamellar boundary characterization in Ni-based alloy thermally sprayed coating », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 351, n° 1, p. 325-333, juin 2003, doi: 10.1016/S0921-5093(02)00839-0.
- [III-9] F. Fanicchia *et al.*, « Residual stress and adhesion of thermal spray coatings: Microscopic view by solidification and crystallisation analysis in the epitaxial CoNiCrAlY single splat », *Materials & Design*, vol. 153, p. 36-46, sept. 2018, doi: 10.1016/j.matdes.2018.04.040.
- [III-10] P. Daram et C. Banjongprasert, « The influence of post treatments on the microstructure and corrosion behavior of thermally sprayed NiCrMoAl alloy coating », *Surface and Coatings Technology*, vol. 384, p. 125166, févr. 2020, doi: 10.1016/j.surfcoat.2019.125166.
- [III-11] M. Vostřák, Š. Houdková, M. Bystrianský, et Z. Česánek, « The influence of process parameters on structure and abrasive wear resistance of laser clad WC-NiCrBSi coatings », *Materials Research Express*, vol. 5, n° 9, p. 096522, août 2018, doi: 10.1088/2053-1591/aad859.
- [III-12] W. Ya, B. Pathiraj, et S. Liu, « 2D modelling of clad geometry and resulting thermal cycles during laser cladding », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 230, p. 217-232, avr. 2016, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2015.11.012.

- [III-13] C. T. Kwok, H. C. Man, F. T. Cheng, et K. H. Lo, « Developments in laser-based surface engineering processes: with particular reference to protection against cavitation erosion », *Surface and Coatings Technology*, vol. 291, p. 189-204, avr. 2016, doi: 10.1016/j.surfcoat.2016.02.019.
- [III-14] K. Van Acker, D. Vanhoyweghen, R. Persoons, et J. Vangrunderbeek, « Influence of tungsten carbide particle size and distribution on the wear resistance of laser clad WC/Ni coatings », *Wear*, vol. 258, n° 1, p. 194-202, janv. 2005, doi: 10.1016/j.wear.2004.09.041.
- [III-15] C. Guo *et al.*, « Effects of WC–Ni content on microstructure and wear resistance of laser cladding Ni-based alloys coating », *Surface and Coatings Technology*, vol. 206, n° 8-9, p. 2064-2071, janv. 2012, doi: 10.1016/j.surfcoat.2011.06.005.
- [III-16] R. Sundaramoorthy, S. X. Tong, D. Parekh, et C. Subramanian, « Effect of matrix chemistry and WC types on the performance of Ni-WC based MMC overlays deposited by plasma transferred arc (PTA) welding », *Wear*, vol. 376-377, p. 1720-1727, avr. 2017, doi: 10.1016/j.wear.2017.01.027.
- [III-17] P. Sheppard et H. Koiprasert, « Effect of W dissolution in NiCrBSi–WC and NiBSi–WC arc sprayed coatings on wear behaviors », *Wear*, vol. 317, n° 1, p. 194-200, sept. 2014, doi: 10.1016/j.wear.2014.06.008.
- [III-18] H. M. Wang, D. Y. Luan, et L. Y. Zhang, « Microstructure and wear resistance of laser melted W/W<sub>2</sub>Ni<sub>3</sub>Si metal silicides matrix in situ composites », *Scripta Materialia*, vol. 48, n° 8, p. 1179-1184, avr. 2003, doi: 10.1016/S1359-6462(02)00571-7.
- [III-19] W. Jiazhu, T. Liu, H. Chen, F. Li, H. Wei, et Y. Zhang, « Simulation of laser attenuation and heat transport during direct metal deposition considering beam profile », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 270, p. 92-105, août 2019, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2019.02.021.
- [III-20] S. Nicolas, « Réalisation et caractérisation de revêtements épais écorespectueux réalisés par voie sèche destinés à remplacer des dépôts électrolytiques ».
- [III-21] P. Farahmand et R. Kovacevic, « Corrosion and wear behavior of laser clad Ni–WC coatings », *Surface and Coatings Technology*, vol. 276, p. 121-135, août 2015, doi: 10.1016/j.surfcoat.2015.06.039.
- [III-22] P. Lejay, B. Chevalier, J. Etourneau, P. Hagenmuller, et P. Peshev, « The borocarbides Mo<sub>2</sub>–xW<sub>x</sub>BC (0 ≤ x ≤ 1.1), a new family of refractory superconducting materials », *Synthetic Metals*, vol. 4, n° 2, p. 139-145, déc. 1981, doi: 10.1016/0379-6779(81)90029-1.
- [III-23] T. Liyanage, G. Fisher, et A. P. Gerlich, « Influence of alloy chemistry on microstructure and properties in NiCrBSi overlay coatings deposited by plasma transferred arc welding (PTAW) », *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, n° 3, p. 759-765, oct. 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2010.07.095.
- [III-24] M. R. Fernández, A. García, J. M. Cuetos, R. González, A. Noriega, et M. Cadenas, « Effect of actual WC content on the reciprocating wear of a laser cladding NiCrBSi alloy reinforced with WC », *Wear*, vol. 324-325, p. 80-89, févr. 2015, doi: 10.1016/j.wear.2014.12.021.
- [III-25] A. Gowtham, G. Chaitanya, J. K. Katiyar, A. Chandak, et T. V. K. Gupta, « Experimental investigations on laser cladding of NiCrBSi + WC coating on SS410 », *Materials Today: Proceedings*, oct. 2019, doi: 10.1016/j.matpr.2019.09.044.

[III-26] D. Tanigawa *et al.*, « Suppression of dilution in Ni-Cr-Si-B alloy cladding layer by controlling diode laser beam profile », *Optics & Laser Technology*, vol. 99, p. 326-332, févr. 2018, doi: 10.1016/j.optlastec.2017.09.019.

---

*Chapitre IV : Etude des propriétés  
mécaniques, des comportement tribologiques  
et de la performance de coupe des  
revêtements*

---

## Chapitre IV : Propriétés mécaniques, comportements tribologique et performances de coupe des revêtements

<b><u>Introduction</u></b> .....	<b>108</b>
<b><u>1.Dureté et essais de frottement</u></b> .....	<b>109</b>
a. <u>Effet du procédé d'élaboration</u> .....	109
b. <u>Effet de la composition chimique de la poudre de matrice NiCrBSi</u> .....	116
c. <u>Effet de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène</u> .....	120
d. <u>Effet de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène</u> .....	123
e. <u>Effet de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène.</u> .....	125
<b><u>2.Essais de caractérisation in-situ via le banc d'essai TEEMO</u></b> .....	<b>129</b>
a. <u>Test de référence sur des couteaux non revêtus</u> .....	129
b. <u>Etude de la performance des revêtements lors du processus de coupe des panneaux de paille compressés sur banc TEEMO</u> .....	133
i. <u>Effet de la composition chimique de la poudre de matrice NiCrBSi</u> .....	133
ii. <u>Effet de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène</u> .....	135
iii. <u>Effet de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène</u> .....	136
iv. <u>Effet de la granulométrie des particules de carbure de tungstène</u> .....	137
<b><u>Conclusion</u></b> .....	<b>140</b>



## Introduction

Ce chapitre traite de l'étude des propriétés mécaniques des dépôts ayant subi un traitement thermique. Les essais de dureté et les performances en frottement sont d'abord discutés avant de s'intéresser à la performance fonctionnelle des revêtements lors d'essais de coupe de matière végétale sur le banc TEEMO. Les effets du procédé de dépôt ainsi que de la composition de la poudre de rechargement laser sur les propriétés mécaniques sont décrits.

Les duretés de la matrice et des grains de carbure sont mesurées séparément. Celle du dépôt (composite matrice plus carbure) est ensuite déterminée sous forte charge. Une corrélation est alors établie avec les propriétés structurales et microstructurales des dépôts étudiées dans le *Chapitre III*. Parallèlement, les propriétés tribologiques des revêtements sont analysées aux moyens de l'essais de frottement pion - disque. Deux conditions opératoires sont utilisées (conditions sèches ou humides). Cela permet de déterminer l'effet du milieu sur l'usure des revêtements.

Enfin, la résistance des différents revêtements aux sollicitations de coupe de la matière végétale est étudiée à travers des tests sur le banc d'essai TEEMO. Ces résultats sont discutés en fonction de la dureté et des propriétés tribologiques déterminées lors des essais pion - disque.

## 1. Dureté et essais de frottement

La dureté et les essais de frottement permettent d'évaluer la résistance des revêtements à des phénomènes d'usure. Ces caractérisations sont menées sur des pions revêtus, traités thermiquement, et dont la surface a été préalablement rectifiée et polie miroir.

### a. Effet du procédé d'élaboration

La *Figure IV.1* montre l'influence du procédé de dépôt sur la dureté du revêtement. La matrice est significativement plus dure quand le revêtement est obtenu par rechargement laser. Ceci peut être attribué à la précipitation de la phase  $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}$  mis en évidence dans le *Chapitre III Partie 2*. Yin et al [IV-1] qui ont étudiés l'application par laser d'une poudre Ni40-Cr47-Si13, ont montré que les phases  $\text{Cr}_3\text{Ni}_5\text{Si}_2$  et  $\text{Cr}_{13}\text{Ni}_5\text{Si}_2$  possèdent respectivement des duretés de 8,5 et 15,8 GPa. Il est possible que la phase  $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}$  montre un niveau de dureté relativement élevé et joue un rôle de renforcement de la matrice du dépôt obtenu par rechargement laser. De plus, la microstructure plus fine de la matrice NiCrBSi obtenue par rechargement laser (voir *Chapitre III Partie 2.a*) participe également à l'augmentation de sa dureté, comme l'a constaté également Gomez [IV-2].

Les particules de carbure de tungstène présentent également une dureté supérieure dans le cas du rechargement laser (*Figure IV.1*). Le procédé de projection flamme - poudre est à l'origine d'un état de décomposition avancé des particules de carbure de tungstène par réaction du carbone avec l'oxygène (voir *Chapitre III Partie 1.a*). Cela limite donc la précipitation de carbures secondaires comme observé sur le revêtement obtenu par rechargement laser. Malgré la proportion plus élevée de la phase  $\text{W}_2\text{C}$  dure (30 GPa pour  $\text{W}_2\text{C}$  contre 17 GPa pour WC d'après Zakharova [IV-3]) dans le dépôt obtenu par projection flamme-poudre, la dureté des carbures est plus faible.

La présence d'une matrice et de particules de carbure de tungstène plus dures dans le cas du revêtement obtenu par rechargement laser conduit à une dureté supérieure du dépôt. Toutefois, la dureté du revêtement est inférieure à celle de ses deux constituants. La formation de la phase  $\text{W}_2\text{C}$  par décarburation se produit aux interfaces matrice - carbure, d'après Cheniti et al [IV-4]. Cette phase, présentant un comportement fragile face à WC d'après Stoica et al. [IV-5], diminue la résistance des interfaces. De plus, la différence de dureté des matrices

obtenues par ces deux procédés n'est pas significative ; cette différence n'a donc pas d'influence sous forte charge.

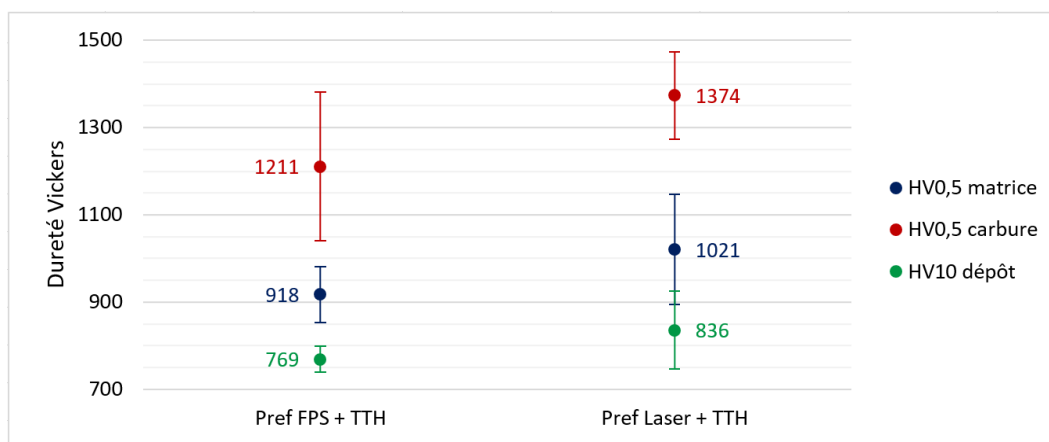


Figure IV.1 : Dureté des dépôts, traités thermiquement, élaborés à partir de la poudre de référence. Dépôt obtenu par projection flamme – poudre (à gauche) et par rechargement laser (à droite).

Le procédé n'a pas d'influence significative sur le coefficient d'usure (Figure IV.2). Néanmoins, la légère baisse observée quand le revêtement est déposé par rechargement laser, pour les deux conditions de frottement (sèches et humides), peut être attribuée à sa plus grande dureté. La Figure IV.2 met en évidence des coefficients de frottement et d'usure significativement plus faibles en conditions humides. Cheniti et al [IV-4] et Ahmed & Kaiser [IV-6] observent un effet semblable lors de l'addition d'une solution aqueuse dans un système frottant. Le liquide remplit les aspérités de surface du disque ce qui conduit à une modification des conditions de contact entre les deux surfaces en mouvement relatif.

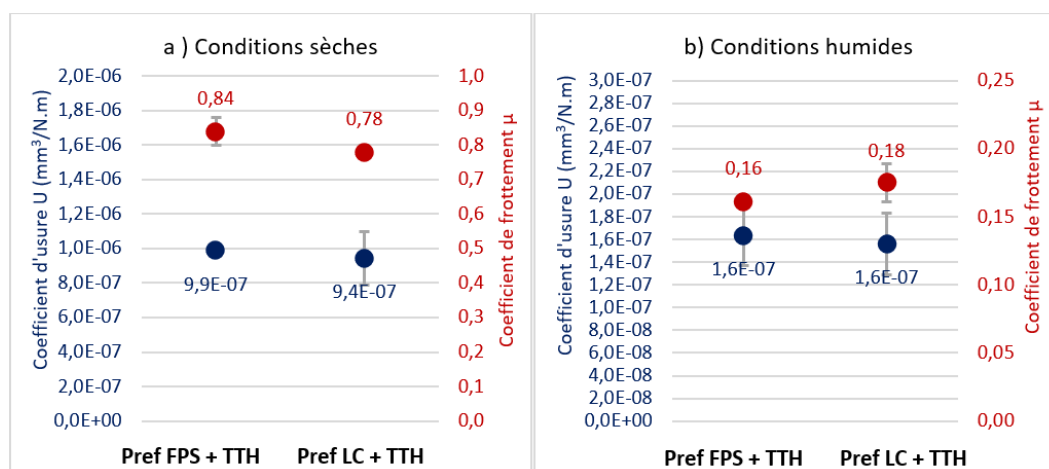


Figure IV.2 : Effet du procédé d'application de la poudre de référence Pref sur la performance tribologique des revêtements lors du frottement pion – disque a) en conditions sèches et b) en conditions humides.

Cette différence entre les conditions sèches et humides est également mise en évidence *Figure IV.III*. La valeur initiale est relativement proche dans les deux cas, elle correspond au mécanisme d'adhérence entre la bille et la surface du revêtement. Ce comportement est habituellement observé sur ce type de revêtement d'après Betancourt [IV-7].

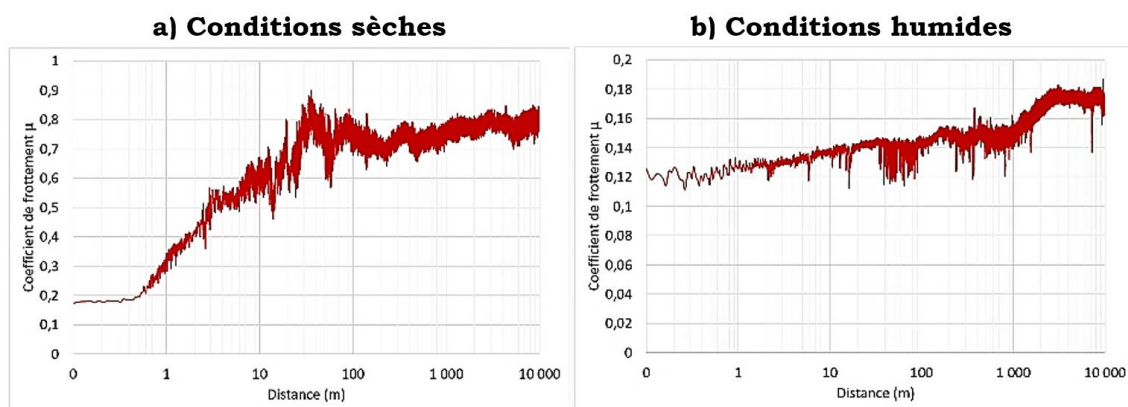


Figure IV.3 : Evolution du coefficient de frottement au cours de l'essai pion disque du dépôt obtenu par rechargement laser de la poudre de référence, Pref, en conditions a) sèche et b) lubrifiées.

- Conditions sèches :

Des cycles successifs d'augmentation et de diminution du coefficient de frottement apparaissent avant sa stabilisation après une centaine de mètres. Ces variations sont attribuées à l'oxydation de la surface du revêtement formant un tribofilm (*Figure IV.4 a*) et à la fragilisation de ce dernier, comme décrit par Serres et al [IV-8]. L'analyse quantitative en éléments chimiques contenus dans ce tribofilm confirme qu'il est issu de l'oxydation de la matrice NiCrBSi comme l'observent Garcia et al [IV-9]. La présence de l'aluminium à l'état de trace permet d'écarter le mécanisme de transfert par adhérence de la bille comme source du tribofilm (montré par Rachidi [IV-10]). L'oxydation des métaux sont des réactions chimiques spontanées (ayant des enthalpies de formation négatives) qui s'opèrent en milieu oxydant (l'atmosphère dans ce cas). La température du système est un catalyseur de ces réactions. Dans ce cas, le frottement entre les deux corps produit de la chaleur du fait de la dissipation d'énergie à l'interface [IV-11]. La température flash générée à l'interface peut alors atteindre des valeurs élevées de manière ponctuelle, sur une durée très courte. La mesure de cette valeur de manière directe ou indirecte est cependant délicate. Abdullah [IV-12] a mesuré via une caméra infrarouge une température de 170°C après 15 secondes de frottement lors d'un essai pion disque acier - acier (avec une pression de contact de 0,2 MPa et un coefficient de frottement de 0,3). Kennedy [IV-13] a déterminé des valeurs de 243°C et 158°C lors de la

simulation du frottement d'une bille en alliage ferreux à la surface de disques en zircon et en acier inoxydable.

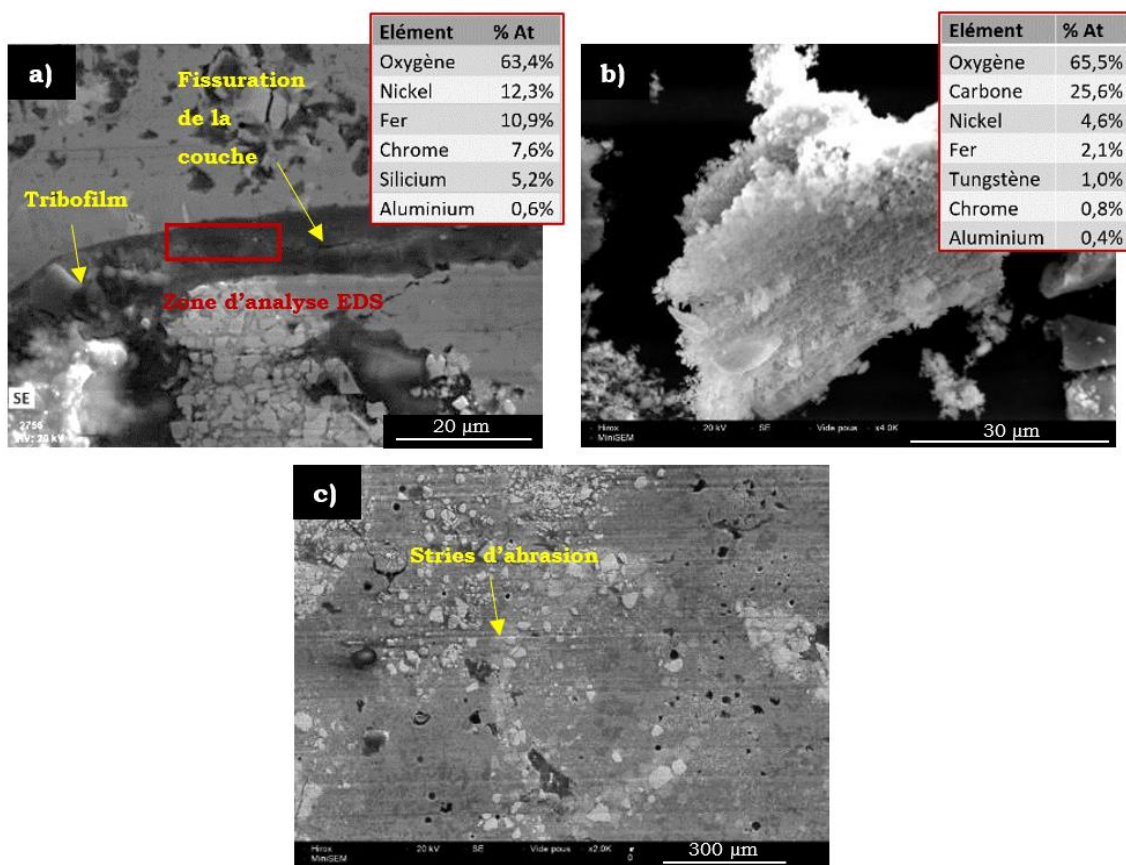


Figure IV.4 : Etude de la dégradation de la surface du revêtement obtenu par rechargement laser de la poudre de référence lors du frottement en conditions sèches a) micrographies MEB et composition chimique du tribofilm b) micrographie MEB et composition chimique des débris d'usure et c) micrographie MEB de la surface abradée du revêtement.

Anton van Beek de l'Université de Technologie de Delft (NL) a développé un solveur permettant d'approximer la température d'un système frottant et la température flash à l'interface des deux corps [IV-14]. Cette méthode de calcul, basée sur le modèle d'Ashby [IV-15], permet d'estimer et un régime thermique établi de 71 °C et une température flash de 128 °C lors du frottement pion - disque.

Ces valeurs sont déterminées à partir des données du *Tableau IV.1* et des paramètres suivants :

- La dureté de la bille d'alumine est de 1500 HV (soit 13,7 GPa en Brinell).
- Le rayon de contact de 0,05 mm.
- La force appliquée de 10 N.

- Le coefficient de frottement moyen de 0,7.
- La vitesse de glissement est de 0,1 m/s.

Matériau	Module d'Young	Coefficient de Poisson	Rayon	Coefficient de conductivité thermique
Dépôts cermet NiCrBSi + WC	220 GPa [16]	0,2 [16]	0 mm (plan)	12,6 W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup>
Bille alumine	380 GPa	0,3	3 mm	36 W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> (à 25 °C)

Tableau IV.1 : Données sur les matériaux du système frottant.

La fragilisation du tribofilm par fissuration (*Figure IV.4 a*) est attribuée à deux phénomènes :

- Le cisaillement de sa surface induit par le frottement de la bille.
- La nature et l'épaisseur du film d'oxyde pouvant être à l'origine de contraintes de compression (suivant son PRB, voir *Chapitre I Partie 1.b*).

Les particules arrachées (débris, *Figure IV.4 b*) interviennent comme un troisième corps dans le tribosystème. Elles jouent ainsi un rôle abrasif générant des stries à la surface du revêtement (*Figure IV.4 c*) du fait de leur dureté élevée, comme le montre Habib et al [IV-16]. La présence de tungstène et de carbone dans ces débris (*Figure IV.4 b*) implique l'arrachement de particules de renfort ; cet effet est probablement accentué par la présence du troisième corps. La dégradation des revêtements lors du frottement en conditions sèches peut être synthétisé par le schéma *Figure IV.5*.

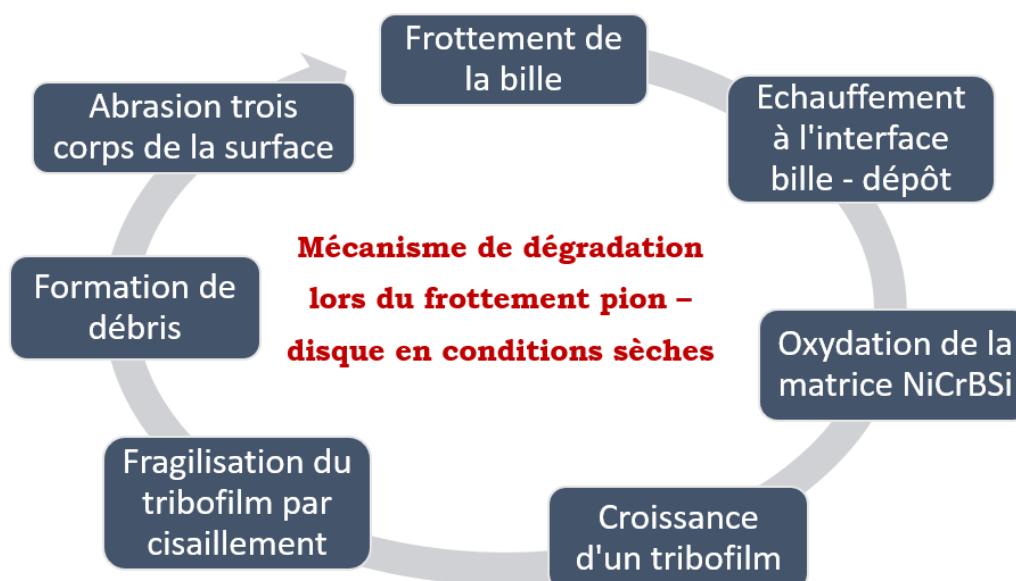


Figure IV.5 : Mécanisme de dégradation des revêtements lors du frottement en conditions sèches.

- Conditions humides :

Le coefficient de frottement augmente progressivement jusqu'à se stabiliser après 2500 mètres (*Figure IV.3 b*). Cela est attribué à une température plus faible du tribosystème. L'effet catalytique sur les réactions d'oxydation du dépôt est limité, ce qui diminue la vitesse de croissance du tribofilm. La conséquence est un coefficient de frottement nettement plus faible, comparativement à l'essai en conditions sèches, ce qui limite aussi l'échauffement interfacial. Cela est attribué au rôle lubrifiant joué par la solution de luzerne qui dissipe une partie de l'énergie du système.

L'observation de la surface du revêtement (*Figure IV.6 a*) montre une large surface recouverte par le tribofilm et la présence de débris. La forme recourbée des débris (*Figure IV.6 b*) est issue de la relaxation des contraintes internes du film d'oxyde. Zheng et al. [IV-17] décrivent le mécanisme à l'origine de la forme recourbée vers l'extérieur de ces débris sous l'effet des contraintes de compression induites par la croissance du tribofilm (*Figure IV.7*). L'analyse de la composition chimique des débris d'usure ne détecte pas la présence du silicium. Cela suggère que la solution de luzerne de pH 5,6 modifie l'équilibre thermodynamique et agit comme un électrolyte. Les diagrammes de Pourbaix (*Annexe IV.1*) permettent d'extrapoler les réactions chimiques du système. Le silicium apparaît alors en solution aqueuse sous la forme  $H_4SiO_4$  ce qui correspond à la dissolution de  $SiO_2$  avec l'eau. Les oxydes solides identifiés sont  $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$ ,  $Cr_2O_3$ ,  $Fe_2NiO_4$  et  $Cr_2FeO_4$ . La valeur de pH atteinte en fin d'essai (6,4) est cohérente avec la formation de la phase aqueuse  $H_4SiO_4$ . De plus, l'analyse des solutions avant et après essai tribologique par spectrométrie plasma à couplage inductif (*Tableau IV.2*) montrent une sensible augmentation de la concentration en silicium. La très forte augmentation de la teneur en fer dans la solution après l'essai tribologique suggère la formation d'une couche d'oxide riche en fer. L'observation de la surface du revêtement après l'essai tribologique en conditions humides laisse apparaître un film brunâtre (*Figure IV.8 a*) caractéristique de  $Fe_2O_3$ , également appelé hématite. La reconstitution 3D par profilométrie laser de la surface frottée montre la formation de 2 sillons périphériques à la piste de frottement. Ils résultent de l'érosion de la surface induite par les débris en suspension dans la solution. Dans le cas du frottement en conditions humides, le mécanisme de dégradation peut être résumé par le schéma *Figure IV.9*.

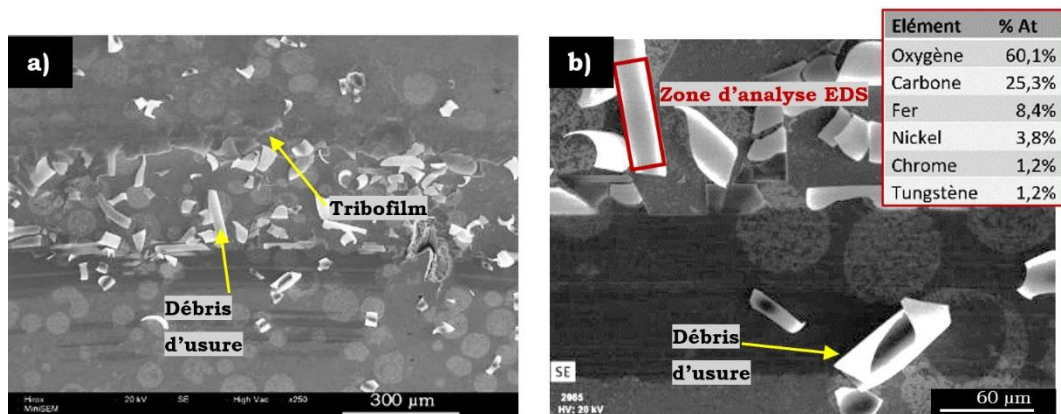


Figure IV.6 : Micrographie MEB de la surface du dépôt obtenu par rechargement laser de la poudre de référence après frottement en conditions humides a) faible grossissement et b) fort grossissement et analyse chimique EDS.

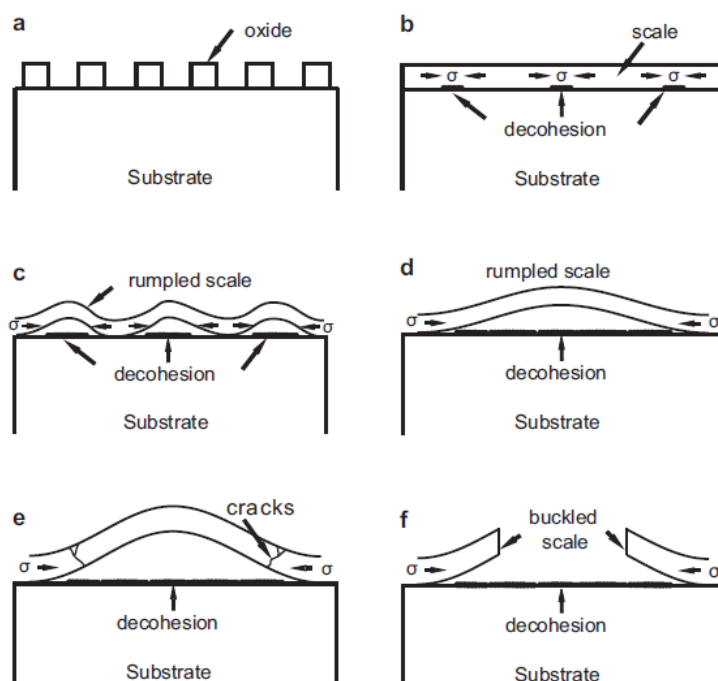


Figure IV.7 : Schéma illustrant la croissance, la fragilisation et l'écaillage d'un film d'oxyde [IV-17] : a) nucléation de l'oxyde, b) croissance du film d'oxyde et développement de contraintes internes de compression initiant la décohesion locale à l'interface, c) déformation du film d'oxyde sous l'effet des contraintes internes dans les zones de décohesion locales d) connexion des zones de décohesion, e) croissance du film d'oxyde et fissuration sous l'effet de la déformation et f) écaillage de la zone déformée de l'oxyde et recourbure de l'oxyde.

Elément Chimique	Solution avant l'essai tribologique (Référence)	Solution après l'essai tribologique
Chrome	< 1 mg / L	1,4 mg / L
Fer	< 1 mg / L	450 mg / L
Nickel	< 1 mg / L	1,7 mg / L
Silicium	1,5 mg / L	4,0 mg / L

Tableau IV.2 : Résultats des analyses spectrométriques par plasma à couplage inductif de la solution de luzerne avant et après essai tribologique.



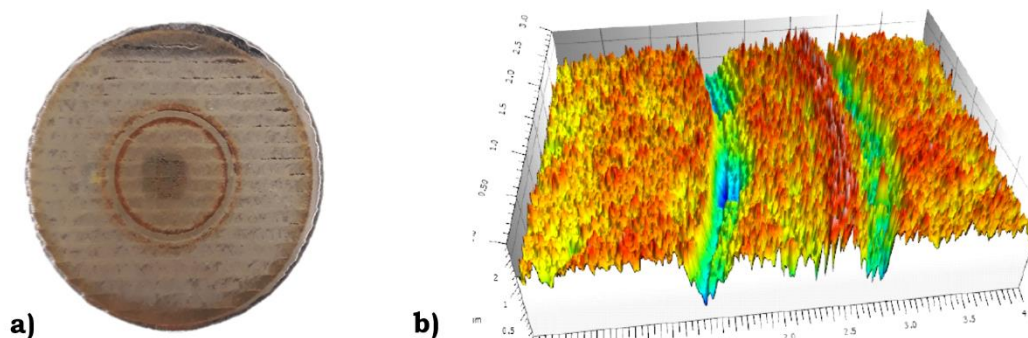


Figure IV.8 : Surface du revêtement de la poudre de référence appliquée par rechargement laser après l'essai de frottement en conditions humides a) photo de la surface et b) scan de la piste de frottement par profilométrie.

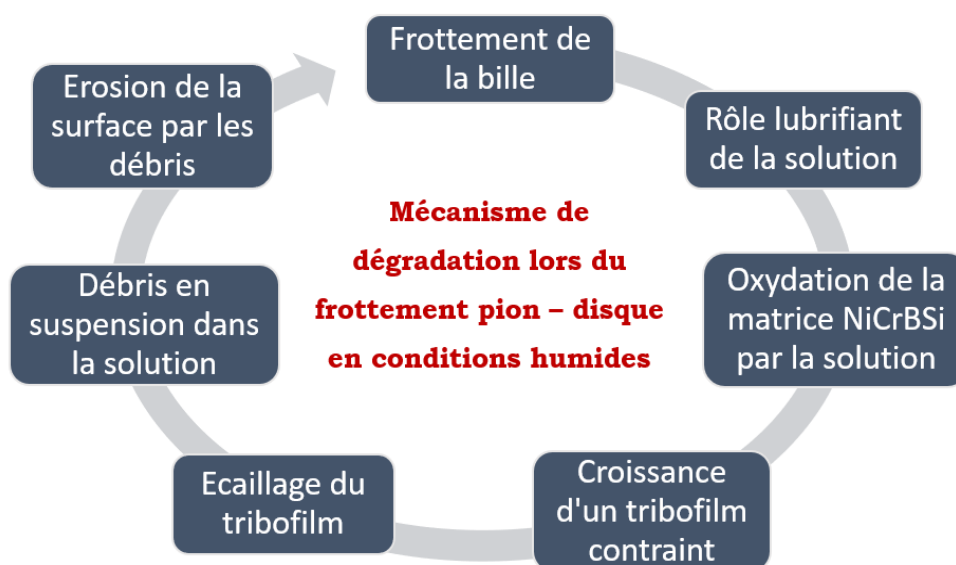


Figure IV.9 : Mécanisme de dégradation du revêtement lors du frottement en conditions humides.

#### b. Effet de la composition chimique de la poudre de matrice NiCrBSi

Il s'agit d'évaluer les effets de la composition de la poudre de la matrice sur la dureté ainsi que sur les résultats des tests de frottement des dépôts obtenus par rechargement laser.

Les mesures de dureté effectuées au niveau des différentes matrices NiCrBSi révèlent des valeurs supérieures à leurs valeurs nominales données par le fournisseur (symbolisées par les pointillés Figure IV.10). Ceci peut être attribué à la microstructure fine du revêtement ainsi qu'à la précipitation de  $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}$  induite par le rechargement laser (voir Chapitre III Partie 2). La dureté de la matrice augmente avec la teneur en chrome. Il s'agit d'un durcissement par solution solide du chrome en substitution dans la phase  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ . De plus, les teneurs en bore et en carbone augmentent dans le même temps ce qui favorise la précipitation de carbures et/ou borures. Ces phases n'ont pas pu être mises en évidence par DRX mais certains auteurs les ont

identifiées comme Liyanage et al [IV-18]. Ces phases présentent des valeurs de dureté dépassant les 25 GPa d'après Kvashnin et al [IV-19], leur précipitation pourrait participer au durcissement de la matrice. L'addition de cuivre et de molybdène à une matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome ne montre pas d'effet significatif, malgré la précipitation de la phase  $Mo_2(B, C)$  évoquée au Chapitre III Partie III. Sa présence sous forme de très fins précipités pourrait l'expliquer.

La dureté des carbures augmente pour des teneurs plus importantes en chrome de la matrice (Figure IV.10). Le phénomène de décomposition de WC en  $W_2C$  favorisé par l'augmentation de la teneur en chrome (voir Chapitre 3 Partie 3.a) explique ce phénomène du fait de la dureté supérieure de  $W_2C$ . De plus, comme le montre Sundaramoorthy [IV-20], la présence de chrome dans la matrice NiCrBSi favorise la décomposition de la phase  $W_2C$  et diminue la solubilité du tungstène dans la phase Ni( $\gamma$ ). La précipitation de carbures mixtes (de type  $Ni_4Cr_5Si_2W_4C_{4.5}$ ) à partir des interfaces matrice - carbure est alors favorisée comme le montre Liyanage [IV-21], ce qui conduit à un durcissement. L'enrichissement en cuivre et en molybdène de la matrice à 17 % massique de chrome n'a pas d'effet sur la dureté des carbures.

Pour résumer, la dureté du dépôt augmente avec la teneur en chrome de la matrice compte tenu du durcissement de la matrice et des carbures. L'enrichissement en cuivre et en molybdène d'une matrice NiCrBSi n'induit pas de modification de la dureté du dépôt.

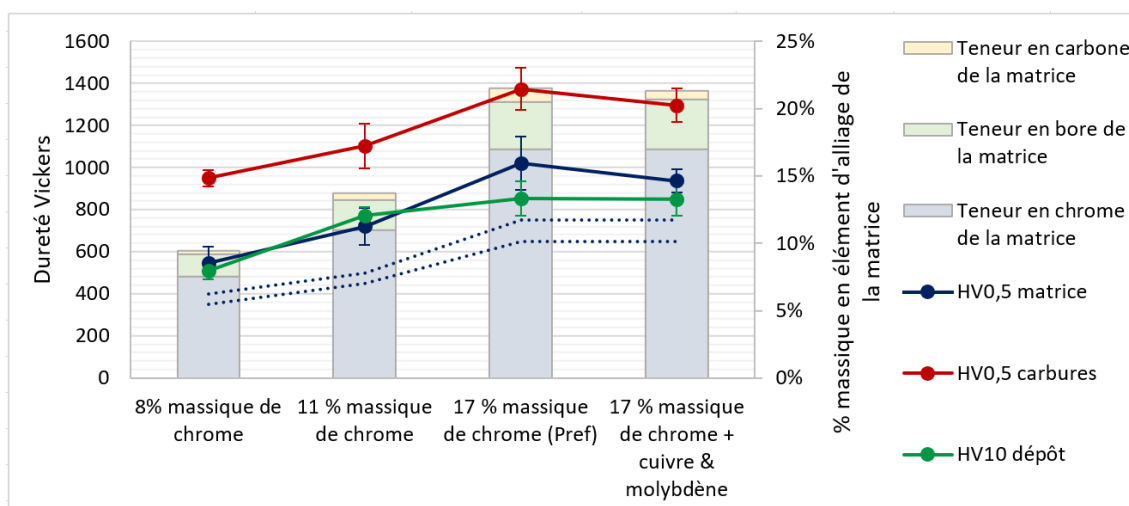


Figure IV.10 : Dureté des dépôts obtenus par rechargement laser en fonction de la composition chimique de la poudre de matrice NiCrBSi. Les courbes en pointillés représentent les valeurs de dureté nominales minimales et maximales de chaque matrice.

L'étude du frottement en conditions sèches (*Figure IV.11 a*) ne montre pas d'effet significatif de la composition chimique de la matrice NiCrBSi sur le coefficient d'usure. Toutefois, le coefficient de frottement est sensiblement amélioré dans le cas de la matrice enrichie en cuivre et en molybdène. Ce résultat peut être attribué à la nature du tribofilm. Dilawary et al. [IV-22] ont montré que l'addition de molybdène à une matrice NiCrBSi conduit à la formation de l'oxyde  $\text{MoO}_3$  dans des conditions de frottement sévères. Zhang et al [IV-23] ont fait des observations similaires en mettant en évidence la formation d'un film riche en  $\text{MoO}_2$ , responsable du ralentissement de l'usure du revêtement. Dans ce cas, le tribofilm semble agir comme un lubrifiant solide, à la manière de  $\text{MoS}_2$  dans les applications mécaniques industrielles. Quoi qu'il en soit, ces oxydes de molybdène n'ont pas été mis en évidence lors de cette étude.

En conditions humides (*Figure IV.11 b*), le coefficient de frottement est plus de quatre fois plus faible qu'en conditions sèches. La solution joue le rôle de lubrifiant, et ce, quelque soit la composition chimique de la matrice NiCrBSi. Il ressort aussi que la matrice la moins riche en chrome et celle additionnée de cuivre et de molybdène présentent les coefficients d'usure les plus bas. Cela peut de nouveau être attribué à la nature du tribofilm. Une faible teneur en chrome de ce dernier est susceptible de réduire ses contraintes internes de compression, ce qui pourrait améliorer son adhérence. L'addition de cuivre et de molybdène à la matrice NiCrBSi semble à l'origine de la formation d'un tribofilm protecteur, comme vu en conditions sèches.

La piste de frottement génère la formation de sillons périphériques à la piste dans le cas de la poudre de référence (*Figure IV.12 a*). Cependant, la matrice enrichie en cuivre et en molybdène ne présente pas ce phénomène (*Figure IV.12 b*). Cela est attribué à une résistance plus élevée du tribofilm vis à vis des débris en suspension dans la solution de luzerne.

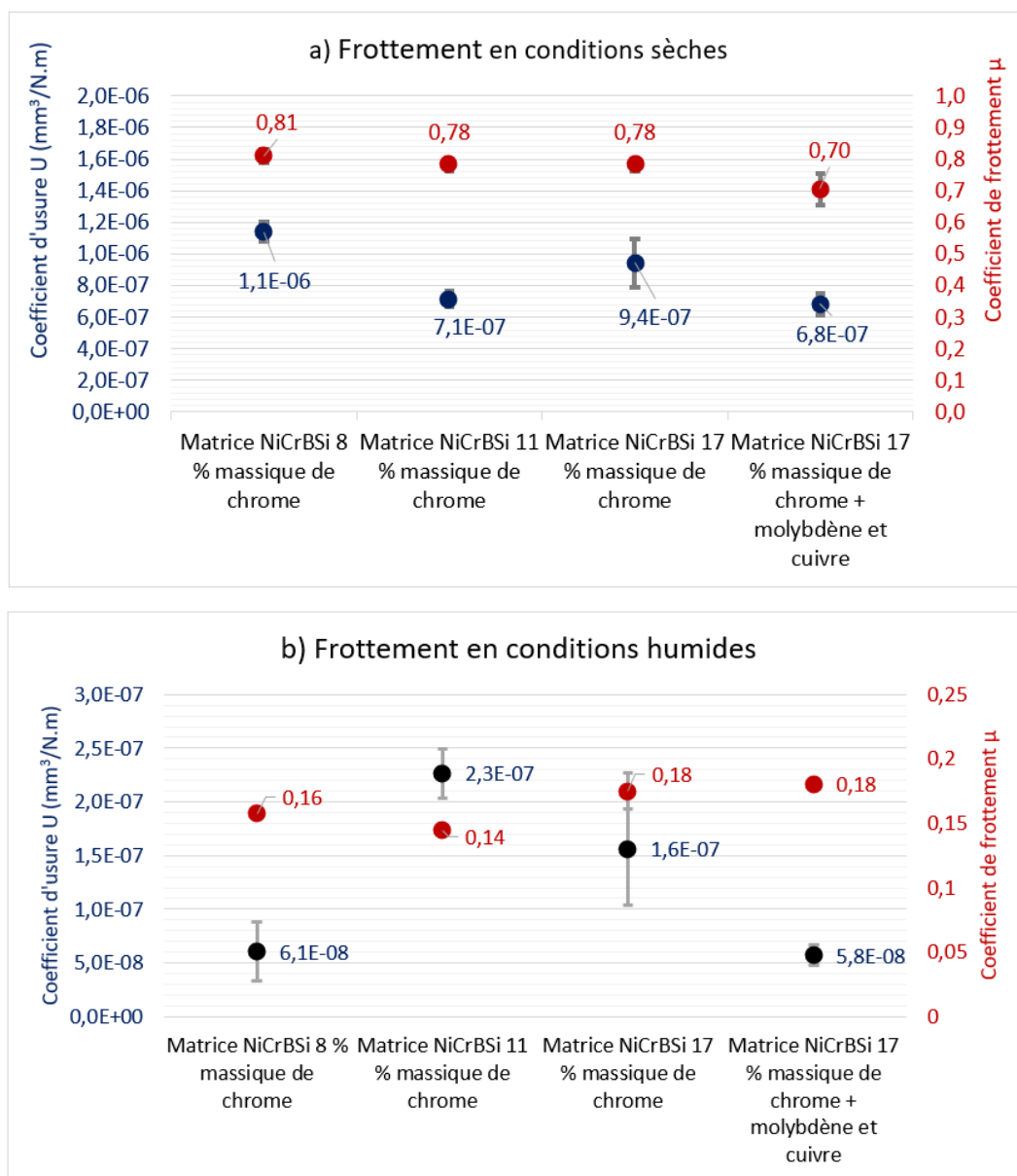


Figure IV.11 : Effet de la composition chimique de la matrice NiCrBSi sur la performance tribologique des revêtements appliqués par rechargement laser lors du frottement pion – disque a) en conditions sèches et b) en conditions humides.

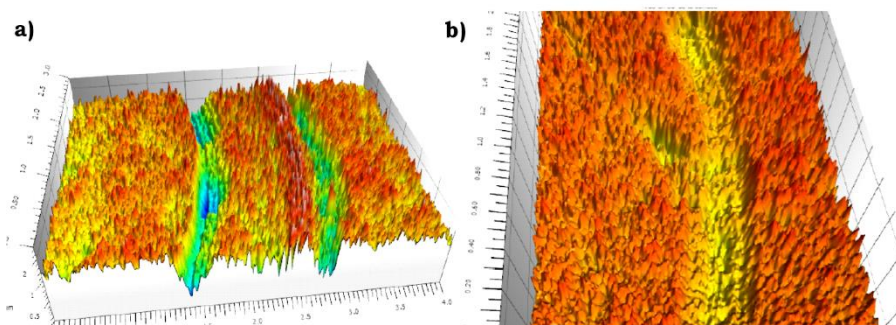


Figure IV.12 : Piste de frottement formée à la surface du revêtement lors du frottement en condition humide des revêtements laser élaborés à partir de a) la matrice à 17 % massique de chrome (Pref) et b) la matrice à 17 % massique de chrome enrichie en cuivre et en molybdène.

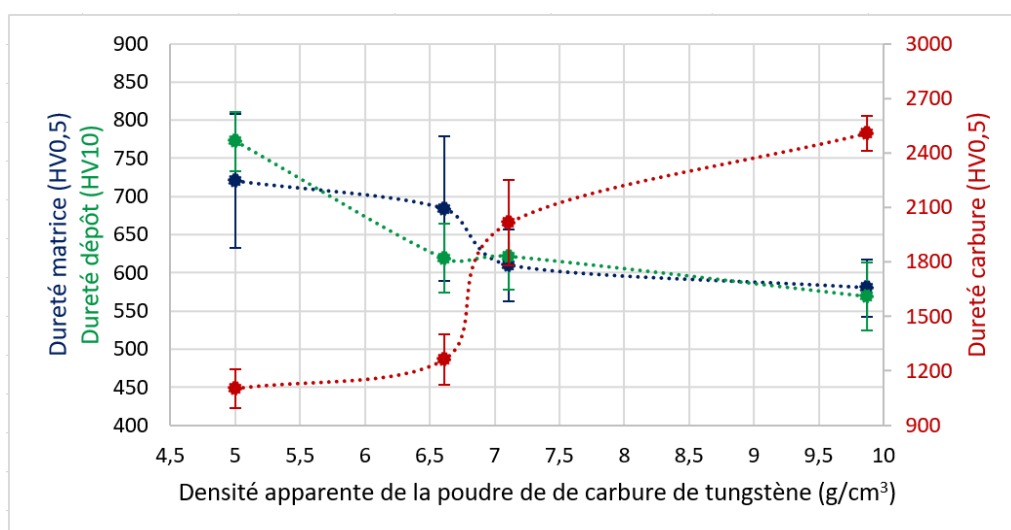
### c. Effet de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène

L'augmentation de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène est responsable de l'augmentation de la dureté de ses grains (courbe rouge *Figure IV.13*). Ce comportement est attribué à la microstructure des grains :

- La poudre la moins dense WC ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ) est composée de grains fins de carbure de tungstène agglomérés grâce à du cobalt. La faible valeur de dureté mesurée est attribuée à la présence de ce liant métallique. La plasticité de ce dernier conduit à sa rupture par cisaillement sous l'effet du pénétrateur (fissures tangentielles *Figure IV.14 a*).
- Les carbures WC ( $DA = 6,6 \text{ g/cm}^3$ ) ont une dureté sensiblement supérieure du fait de l'absence de liant. Leur structure monocristalline induit un comportement plastique comme en témoigne les lignes de déformation plastique (flèche rouge *Figure IV.14 b*). Elles sont issues du cisaillement du matériau selon les plans denses de WC. Des fissures radiales apparaissent aux sommets de l'indentation, elles résultent de la faible ténacité de WC.
- La poudre de carbure de tungstène WC ( $DA = 7,1 \text{ g/cm}^3$ ) possède une structure biphasée WC/W<sub>2</sub>C. Cette dernière est responsable de l'augmentation de la densité apparente de la poudre du fait de la densité intrinsèque de la phase W<sub>2</sub>C face à WC ( $17,1 \text{ g/cm}^3$  contre  $15,8 \text{ g/cm}^3$ ). Sa valeur de dureté est supérieure à celle de la poudre de carbure monophasée du fait de la présence de la phase W<sub>2</sub>C d'une dureté supérieure à WC [IV-3]. La structure polycristalline entrave la propagation des dislocations ce qui induit un durcissement du matériau. Cela induit alors un comportement fragile des particules de carbure de tungstène. Les fissures radiales issues des sommets de l'empreinte (*Figure IV.14 c*) en témoignent. Selon le modèle de Palmqvist [26], elles proviennent de la rupture par cisaillement et sont caractéristiques de la faible ténacité du matériau.
- La poudre de carbure de tungstène la plus dense WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) de structure biphasée présente la dureté la plus élevée ; et ce, malgré la proportion plus faible de la phase W<sub>2</sub>C par rapport à WC ( $DA = 7,1 \text{ g/cm}^3$ ). Son procédé de fabrication par sphéroïdisation plasma pourrait expliquer cette différence par une diminution de la taille des cristallites d'après la loi de Hall - Petch. Les fissures radiales formées montrent le comportement fragile du matériau (*Figure IV.14 d*).

L'augmentation de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène induit une diminution du volume de renfort (étant donné la préparation des mélanges de poudre en teneurs massiques). De ce fait, la surface d'interaction entre la matrice NiCrBSi et les grains de carbure diminue. L'intensité du phénomène de décomposition interfaciale des carbures diminue donc du fait de la réduction de la densité d'interface ; ceci est cohérent avec une réduction de la précipitation de la phase Ni<sub>4</sub>W. Cela explique alors la diminution de la dureté de la matrice lors de l'augmentation de la densité apparente de la poudre de carbure (courbe bleue *Figure IV.13*).

La dureté du dépôt diminue lorsque la densité apparente de la poudre de carbure augmente du fait de la diminution de la dureté de la matrice NiCrBSi et de la réduction du volume de particules de carbure de tungstène.



*Figure IV.13 : Effet de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène sur la dureté de la matrice NiCrBSi, des carbures et du dépôt.*

Les résultats des tests de frottement en conditions sèches montrent une dégradation lors de l'augmentation de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène (*Figure IV.15 a*). Ce résultat est attribué à la diminution de la dureté de la matrice et du volume de renfort. Dans ces conditions, le coefficient de frottement ne présente pas de variation significative.

L'utilisation de la solution de luzerne dans le tribosystème (*Figure IV.15 b*) réduit drastiquement le coefficient de frottement moyen grâce à son rôle lubrifiant. Dans ces conditions, les coefficients d'usure diminuent lorsque la densité de la poudre de renfort augmente. Dans ce cas, la performance du revêtement semble alors dépendante de la dureté des carbures.

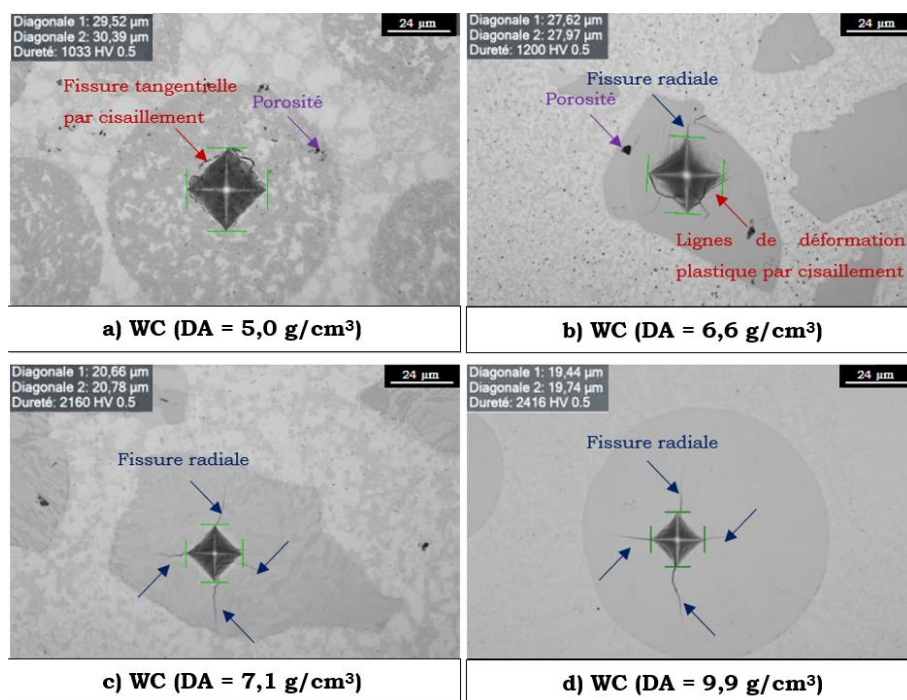


Figure IV.14 : Empreinte de microdureté dans les grains de carbure de tungstène dans les dépôts laser élaborés à partir des mélanges de poudre de la matrice à 11 % massique de chrome avec 35 % massique de renfort.

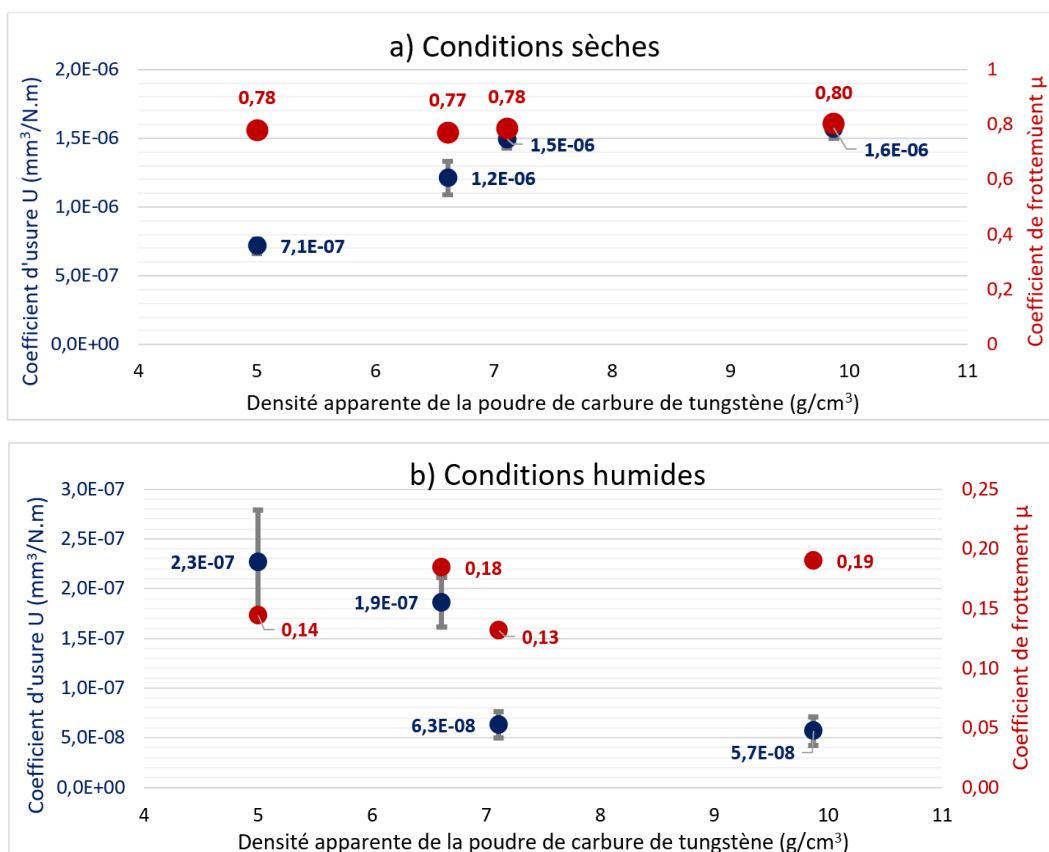


Figure IV.15 : Effet de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène sur la performance tribologique des revêtements appliqués par rechargement laser lors du frottement pion – disque a) en conditions sèches et b) en conditions humides.

#### d. Effet de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène

L'augmentation de la teneur massique en carbure de tungstène dans le mélange de poudre (appliqué par rechargement laser) n'a pas d'influence significative sur la dureté des particules de carbure (courbe rouge *Figure IV.16*). L'augmentation de la proportion relative de la phase  $W_2C$  avec la teneur en carbure du mélange de poudre (mis en évidence par DRX) n'induit donc pas de variation de sa dureté. Ceci s'explique par la décomposition et la précipitation de  $W_2C$  aux interfaces matrice - carbure, cela n'affecte donc pas la dureté intrinsèque des grains de carbure.

La matrice NiCrBSi montre une valeur de dureté stable entre 35 et 60 % massique de poudre de carbure avant d'augmenter significativement lorsque la concentration atteint 70 % (courbe bleue *Figure IV.16*). Ce résultat peut - être corrélé avec la dilution du substrat qui s'intensifie entre 35 et 60 %, avant de se stabiliser (voir *Chapitre III Partie III.b.ii*). L'enrichissement progressif en fer de la matrice NiCrBSi ( $Ni_3Fe$  vers NiFe) n'induit pas de variation significative de sa dureté contrairement à ce que tend à montrer Sousa et al [IV-24]. Le durcissement de la matrice observé lorsque la teneur massique en poudre de renfort atteint 70 % massique peut être expliqué par l'intensification de la décomposition de WC. La précipitation de la phase  $Ni_4W$  se trouve alors favorisée étant donné l'augmentation de la surface interfaciale matrice - carbure.

La dureté du dépôt (courbe verte *Figure IV.16*) suit la même tendance que la dureté de la matrice ; sa valeur est stable entre 35 et 60 % massique de renfort et une nette amélioration est observée lorsqu'elle atteint 70 %. Ce résultat est attribué à la dilution du substrat qui limite la densité volumique de renfort dans le dépôt entre 35 et 60 % (voir *Chapitre III Partie 4.b*). La densité d'interface matrice - carbure ne variant pas significativement, la précipitation de  $Ni_4W$  dans la matrice se trouve limitée. Ces deux phénomènes expliquent la stabilisation de la dureté du dépôt. L'augmentation de la dureté observée lorsque la teneur en carbure atteint 70 % est attribuée au ralentissement de la dilution du substrat. Ainsi, la densité volumique en carbure est supérieure ce qui favorise la densité d'interface matrice - carbure à l'origine de la précipitation de  $Ni_4W$ .



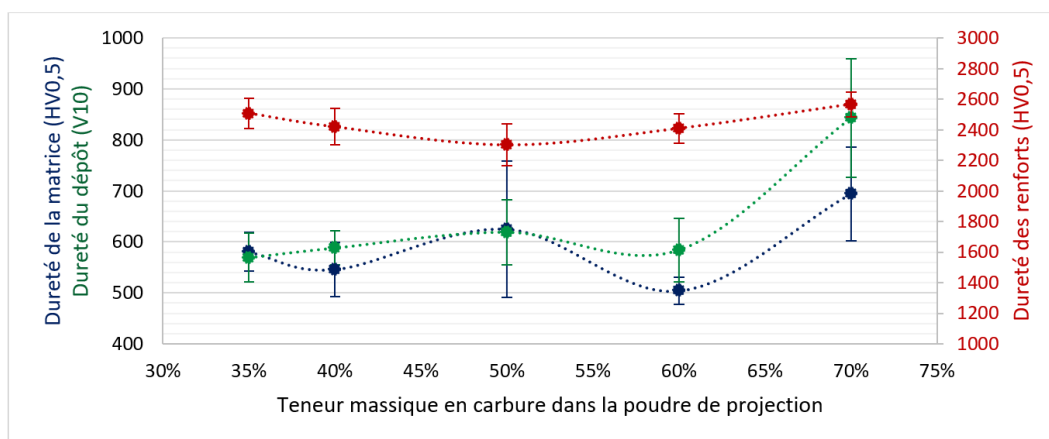


Figure IV.16 : Effet de la teneur massique en carbure de tungstène du mélange de poudre appliqué par rechargement laser sur la dureté de la matrice NiCrBSi, des carbures et du dépôt.

Le coefficient d'usure en conditions sèches (Figure IV.17 a) diminue lorsque la concentration en poudre de carbure passe de 35 à 40 % massique. Au-delà, l'augmentation de la teneur en carbure de la poudre ne montre pas d'effet significatif sur le coefficient d'usure des revêtements. Van Acker et al. [IV-25] qui étudient l'effet de la teneur en poudre de carbure des revêtements montrent une décroissance logarithmique du coefficient d'usure lors de l'augmentation de la teneur en carbure entre 0 et 50 % volumique. Dans les conditions de la présente étude, l'augmentation de la dureté du revêtement avec 70 % massique de poudre de carbure de tungstène n'est pas suffisante pour influencer les résultats du test de frottement.

En conditions humides, aucune tendance claire ne peut être dégagée des résultats (Figure IV.17 b) de frottement avec l'augmentation de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène dans le revêtement. Il est cependant possible d'affirmer que la solution de luzerne joue un rôle lubrifiant du fait de la très nette diminution du coefficient d'usure moyen par rapport à ceux mesurés en conditions sèches.

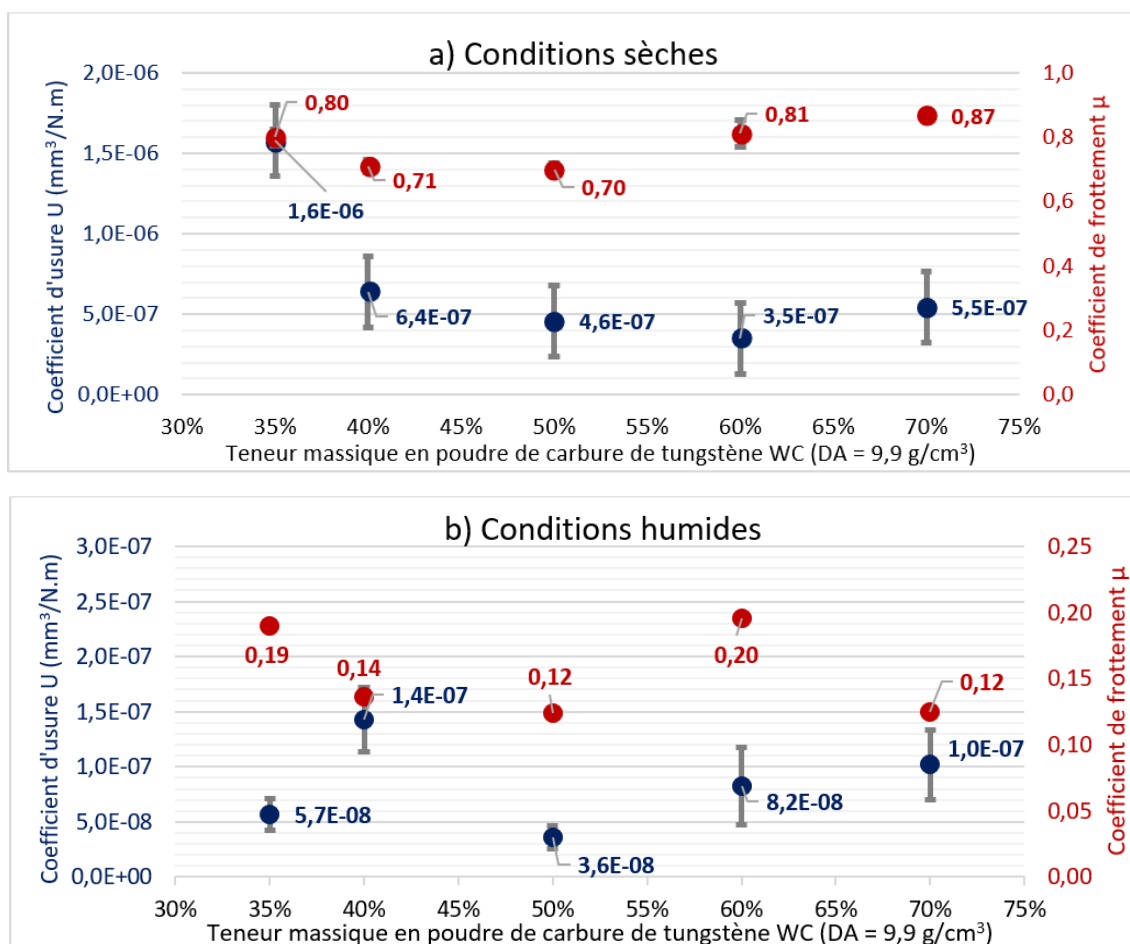


Figure IV.17 : Effet de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène sur la performance tribologique des revêtements appliqués par rechargement laser lors du frottement pion – disque a) en conditions sèches et b) en conditions humides.

e. Effet de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène.

La modulation de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène ne montre pas d'effet significatif sur sa dureté (courbe rouge *Figure IV.18*). Il a été montré dans le *Chapitre III Partie III.c* qu'une granulométrie fine de la poudre favorise la décomposition des carbures et la formation de  $W_2C$  aux interfaces (densité d'interface élevée). Ce mécanisme s'opérant en périphérie des grains, il n'affecte pas leur dureté intrinsèque.

La matrice NiCrBSi montre une valeur plus élevée dans le cas de la granulométrie la plus fine (courbe bleue *Figure IV.18*). Ce résultat est de nouveau attribué à la décomposition des carbures de tungstène aux interfaces matrice – carbure. La précipitation de la phase  $Ni_4W$  est promue dans la matrice NiCrBSi ce qui améliore sa dureté comme le montre Liyanage et al [IV-18].

La dureté des dépôts augmente avec la granulométrie de la poudre de carbure (courbe verte Figure IV.18). La présence de la phase  $W_2C$  en périphérie des grains fragilise les interfaces qui se fissures sous l'effet de la contrainte (flèches violettes Figure IV.19 a). De plus, la fissuration de la matrice NiCrBSi apparaît sous l'effet de sa plastification (flèches bleues Figure IV.19 a). Cela tend à montrer que la présence des précipités  $Ni_4W$  dans la matrice semble réduire sa résistance au cisaillement. Dans le cas de la granulométrie la plus importante (Figure IV.19 b), les interfaces et la matrice sont nettement moins sensibles à la fissuration ce qui explique la dureté plus élevée du dépôt.

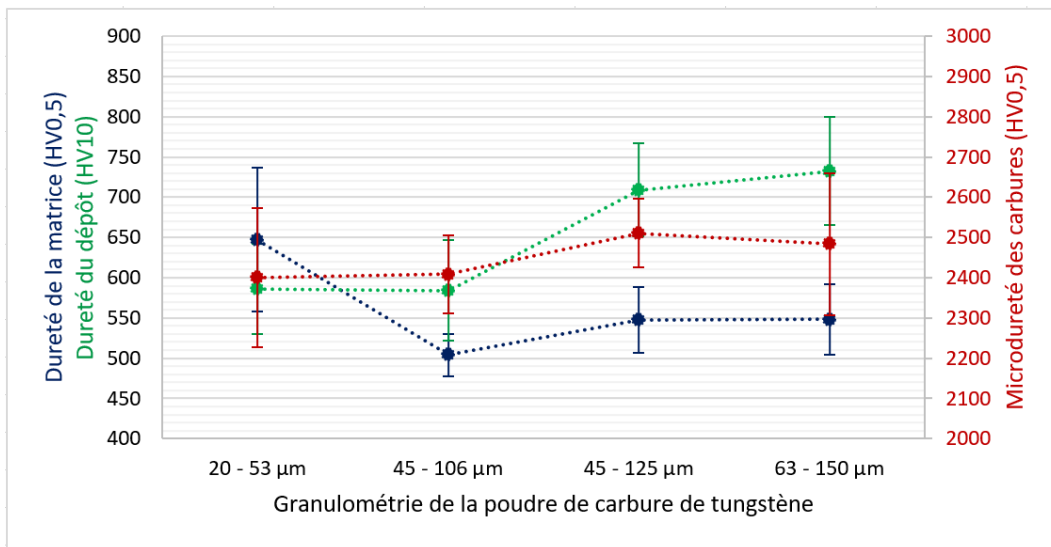


Figure IV.18 : Effet de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène du mélange appliqué par rechargement laser sur la dureté de la matrice NiCrBSi, des carbures et du dépôt.

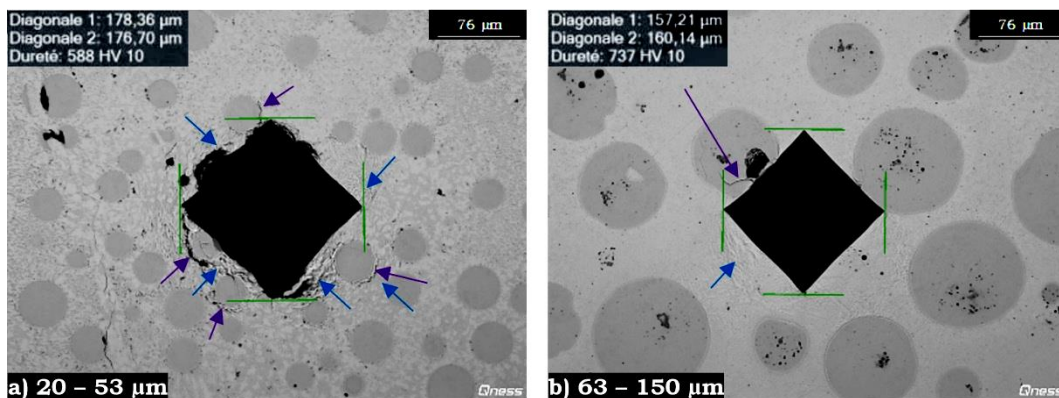


Figure IV.19 : Effet de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène sur la dureté HV10 des revêtements appliqués par laser sur la dureté HV10 à partir du mélange de 60 % massique de poudre de carbure WC ( $DA = 9,9 g/cm^3$ ) avec la matrice à 11 % massique de chrome.

Les essais de frottement pion - disque en conditions sèches et humides montrent que la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène a peu d'influence sur le coefficient

d'usure et le coefficient de frottement des revêtements (Figure IV.20). L'état de décomposition des particules de carbure de tungstène (favorisée par une granulométrie fine) n'a pas d'effet notable sur la dégradation du revêtement (lors de l'essai pion - disque réalisé dans les conditions opératoires de cette étude). Van Acker et al [IV-25] qui ont étudiés les effets couplés de la teneur et de la granulométrie de la poudre de carbure ont montrés que l'utilisation d'une poudre de faible granulométrie améliore significativement la résistance du revêtement pour de faibles concentrations en carbure. Lorsque celle - ci devient importante (50 % volumique), l'effet devient négligeable. Les résultats peu significatifs obtenus peuvent donc être attribués à la densité élevée en carbure de tungstène des revêtements. La charge d'essai de 10 N ne semble pas suffisante pour discriminer les revêtements avec de tels concentrations en renfort.

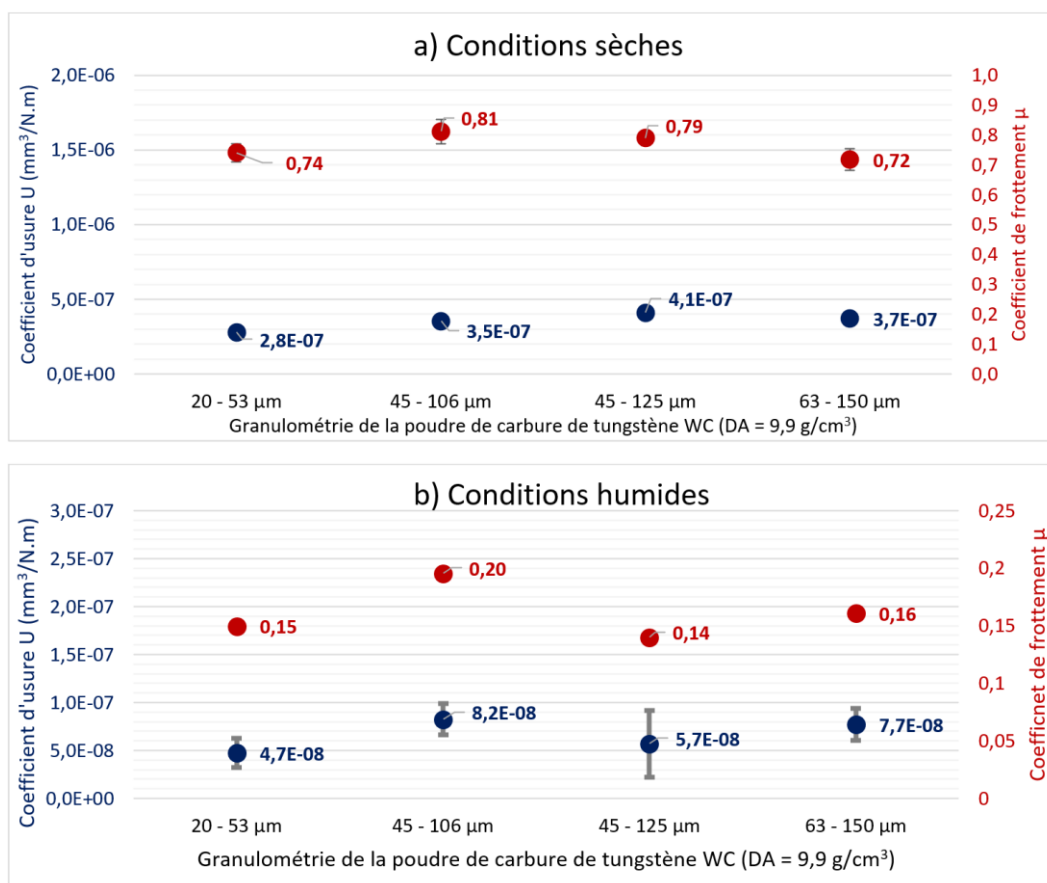


Figure IV.20 : Effet de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène sur la performance tribologique des revêtements appliqués par rechargement laser lors du frottement pion - disque a) en conditions sèches et b) en conditions humides.

## Résumé

La dureté des revêtements, obtenus à partir du même mélange de poudre, est plus élevée, quand ils sont élaborés par rechargement laser. Ceci peut s'expliquer notamment par la

précipitation de  $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}$  ainsi qu'à la faible taille de la microstructure de la phase majoritaire  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ . Cela n'a pas d'effet notable sur le comportement en frottement des dépôts.

L'enrichissement en chrome de la matrice  $\text{NiCrBSi}$  conduit à son durcissement par solution solide. Néanmoins, aucune tendance claire ne peut être établie concernant l'influence de la composition de la matrice sur le comportement au frottement. L'enrichissement en cuivre et en molybdène d'une matrice  $\text{NiCrBSi}$  ne modifie pas la dureté du revêtement. Lors du frottement en conditions humides le molybdène améliore sensiblement la résistance du revêtement. La présence d'oxydes de molybdène dans le tribofilm semble être à l'origine de cet effet.

L'augmentation de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène, limitant la dissolution des carbures, conduit à une diminution de la dureté de la matrice et du dépôt, alors que celle des carbures augmente. Les résultats tribologiques ont montré que la performance des revêtements est conditionnée par la dureté de la matrice en conditions sèches et par la dureté des renforts en conditions humides.

L'augmentation de la teneur en carbure de tungstène ne montre pas d'effet significatif sur la dureté de la matrice et du dépôt entre 35 et 60 % massique de renfort. Cet effet est attribué à l'intensification de la dilution du substrat lorsque la teneur en renfort augmente. Cela limite ainsi la densité volumique de renfort dans le dépôt et donc le durcissement du composite. Seule la teneur de 70 % massique de poudre de carbure de tungstène montre une augmentation significative de la dureté du composite ; cela provient de la saturation de l'effet de la dilution du substrat. Les essais tribologiques en conditions sèches ont montré une amélioration de la performance des revêtements pour des teneurs en renfort comprises entre 40 et 50 % massique de carbure ; au-delà, l'effet n'est plus significatif. Aucune tendance n'est clairement définie en conditions humides.

La dureté de la matrice augmente quand la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène diminue. Cela est attribué à la décomposition interfaciale matrice - carbure qui est favorisée lorsque la granulométrie de la poudre de carbure est fine. Cela conduit alors au renforcement de la matrice par la précipitation de la phase  $\text{Ni}_4\text{W}$ . La dureté du dépôt se trouve cependant diminuée du fait de la fragilisation des interfaces matrice - carbure. Dans nos conditions d'essai, l'évolution de la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène n'a pas d'influence sur le comportement au frottement.

**L'addition de la solution de luzerne dans le tribosystème permet de réduire considérablement les coefficients de frottement et d'usure des revêtements. Cela est attribué au rôle lubrifiant de la solution.**

## 2. Essais de caractérisation in-situ via le banc d'essai TEEMO

Des tests d'usure ont été menés sur le banc d'essai TEEMO dans le but de reproduire, de manière contrôlée, le processus de coupe d'une matière végétale sèche. Cet essai permet de réaliser une étude comparative du comportement des différents revêtements dans des conditions proches de celles de l'utilisation finale. Tous les revêtements n'ont pas pu être testés compte – tenu de la durée des tests. Le choix des revêtements caractérisés s'est porté sur le revêtement de référence ainsi que ceux conduisant aux meilleurs comportements tribologiques obtenus en pion disque.

### a. Test de référence sur des couteaux non revêtus

Les premiers tests de coupe avec le banc TEEMO ont été effectués sur des couteaux en acier traités thermiquement et non revêtus, ce qui constitue la référence. La distance d'usinage est de 570 m. Le système d'acquisition permet d'enregistrer l'évolution du couple et la vitesse de l'outil au cours de l'essai (*Figure IV.21*). Dès lors que le couple moteur augmente au-delà de 2,5 N/m, la vitesse de rotation de l'outil diminue jusqu'à un niveau inférieur à la consigne de 5000 tr/min. Ce phénomène apparaît de manière périodique, il correspond au remplacement du panneau. Les premiers cycles d'usinage d'un panneau nécessitent un couple plus élevé pour « casser » les liaisons entre les fibres comme le décrivent Wang et al. [IV-26] (*Figure IV.22*). La puissance du moteur est insuffisante face à l'effort de cisaillement nécessaire pour rompre ces liaisons. Des régressions linéaires ont été réalisées sur le couple moteur et la vitesse de rotation de l'outil (lignes en pointillés *Figure IV.21*) afin de visualiser l'effet de l'usure des couteaux sur ces deux paramètres. Le couple moteur suit une tendance croissante (équation de  $C$  *Figure IV.21*) tandis que la vitesse de rotation de l'outil décroît (équation de  $\omega$  *Figure IV.21*). Ces phénomènes peuvent être corrélés à l'usure de l'arête de coupe au cours de l'essai.

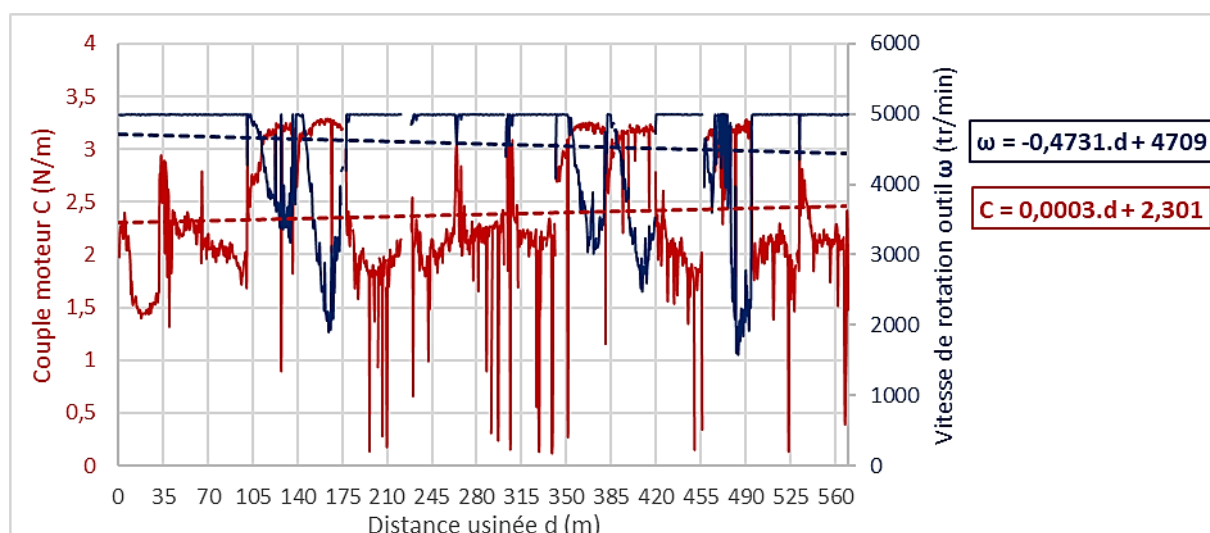


Figure IV.21 : Exemple d'évolution de la vitesse de rotation ( $\omega$ ) de l'outil et du couple moteur ( $C$ ) au cours de l'essai de coupe de panneaux de paille. Cas des couteaux traités thermiquement non revêtus.

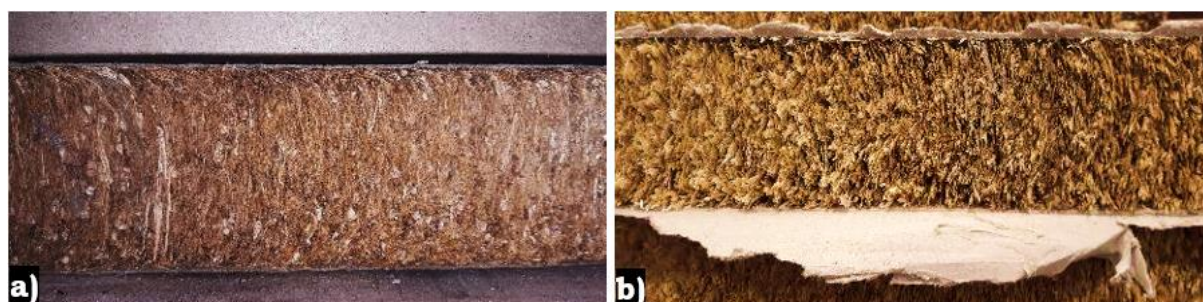


Figure IV.22 : Panneau de paille a) avant usinage et b) après usinage.

L'épaisseur de l'arête de coupe d'un couteau en acier traité non revêtu est multipliée par un facteur supérieur à 2,5 après 570 m d'usinage (Figure IV.23 a et c). La surface de contact outil – paille augmente ce qui explique la variation du couple moteur, étant donné l'effort supérieur nécessaire pour cisailer la matière. L'arête de coupe montre une usure uniforme avec la formation de rayures (flèches jaunes Figure IV.23 d) parallèles à la direction de coupe (flèche rouge Figure IV.23 d). Elles caractérisent l'usure abrasive lors du frottement des brins de paille dans la zone de cisaillement tertiaire, définie Figure IV.24. L'usure de la face d'attaque du couteau apparaît sur la vue en coupe transversale (zone rouge Figure IV.23 c) ; la surface usée atteint  $0,021 \text{ mm}^2$  (déterminée avec ImageJ). Elle est issue de l'abrasion de la surface induite par le frottement des copeaux sur l'outil ; Yaich [IV-27] décrit ce phénomène dans cette zone dite de cisaillement secondaire (Figure IV.24). L'énergie générée par le cisaillement de la matière et les frottements se dissipe en partie sous forme de chaleur dans la pièce usinée, dans le copeau et dans l'outil (Figure IV.24).

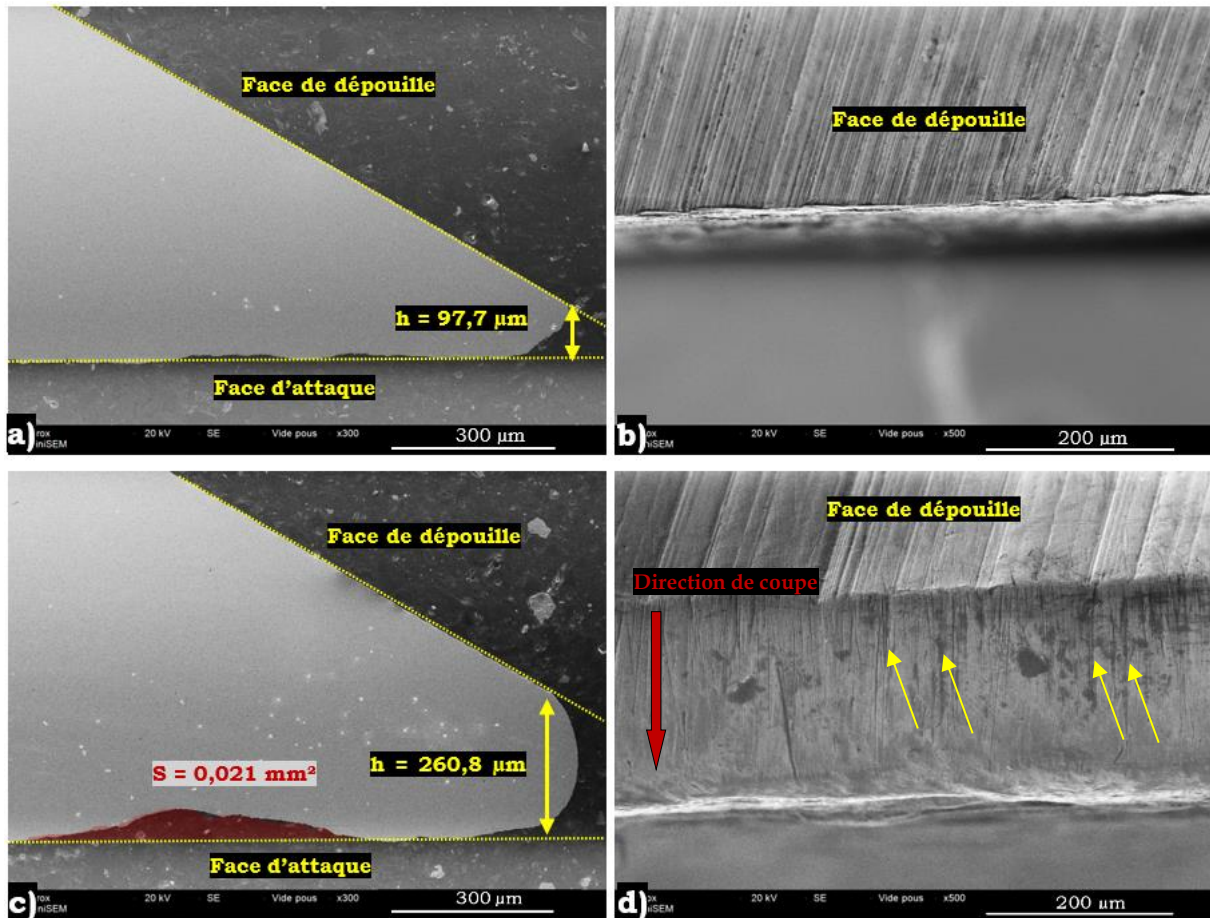


Figure IV.23 : Micrographies MEB des couteaux non revêtus a) vue en coupe transversales d'un couteau neuf, b) arête de coupe d'un couteau neuf, c) vue en coupe transversales d'un couteau après 570 m d'usinage et d) arête de coupe d'un couteau après 570 m d'usinage.

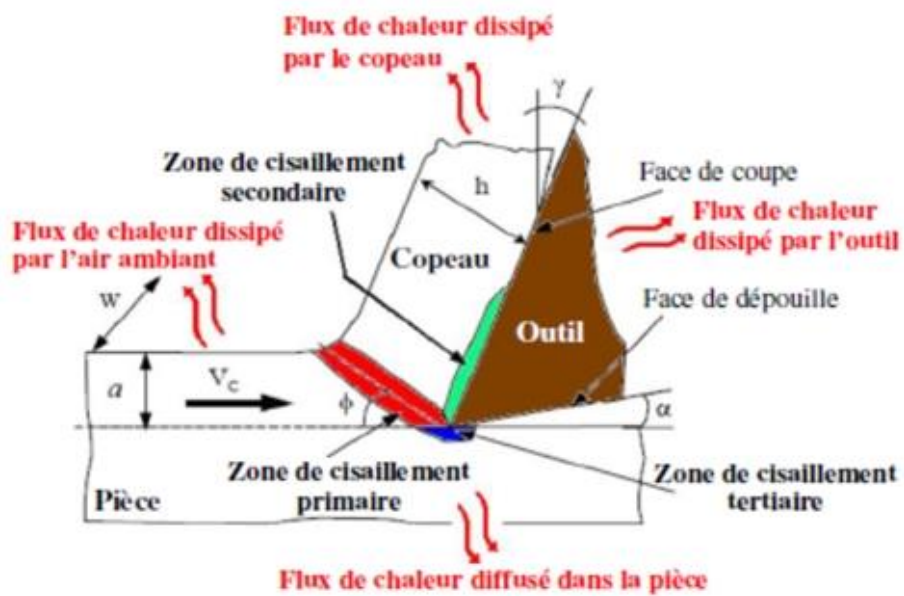


Figure IV.24 : Schéma simplifié en deux dimensions de la coupe orthogonale [IV-27].



Les mesures de microdureté HV0,05 réalisées sur la coupe transversale du couteau après usinage (Figure IV.25) montrent une diminution des valeurs de dureté sur une couche superficielle au niveau de l'arête de coupe et de la face d'attaque. L'effet est plus marqué au niveau de la zone de cisaillement secondaire où la diminution atteint 18 % contre 8 % au niveau de l'arête. Ces baisses de dureté suggèrent que des températures supérieures à la température de revenu de 220 °C ont été atteintes localement. En se référant à la courbe de dureté en fonction de la température de revenu de l'acier 50CrV4 (Figure IV.26), il est possible d'estimer que :

- La température de la face d'attaque du couteau a atteint 400 °C.
- La température de l'arête de coupe du couteau a atteint 275 °C.

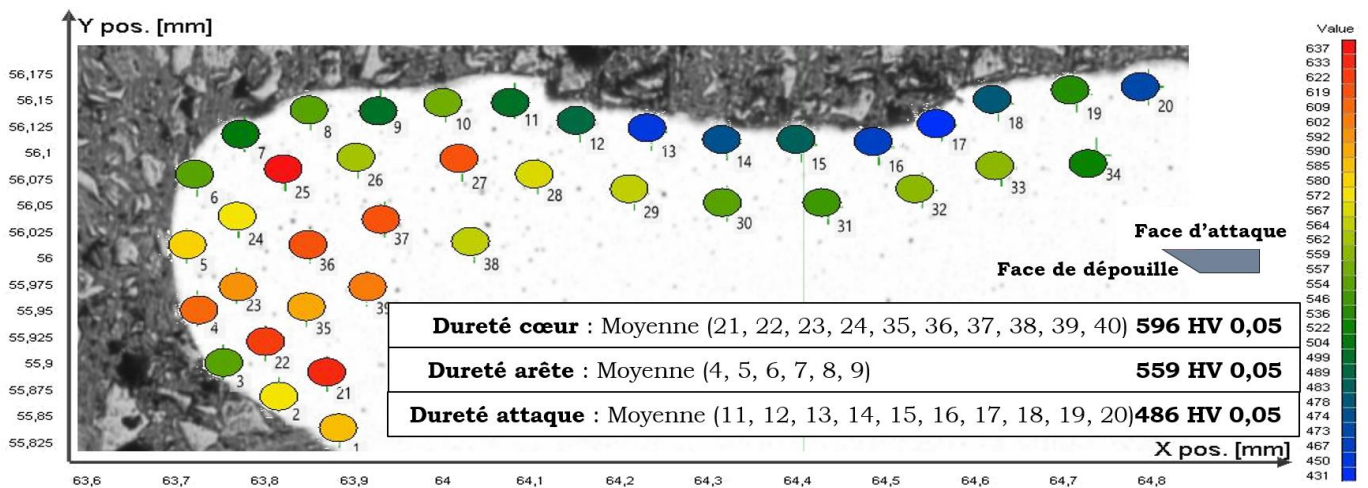


Figure IV.25 : Valeur de microdureté HV0,05 sur vue en coupe transversale d'un couteau sans revêtement traité thermiquement après 570 m d'usinage.

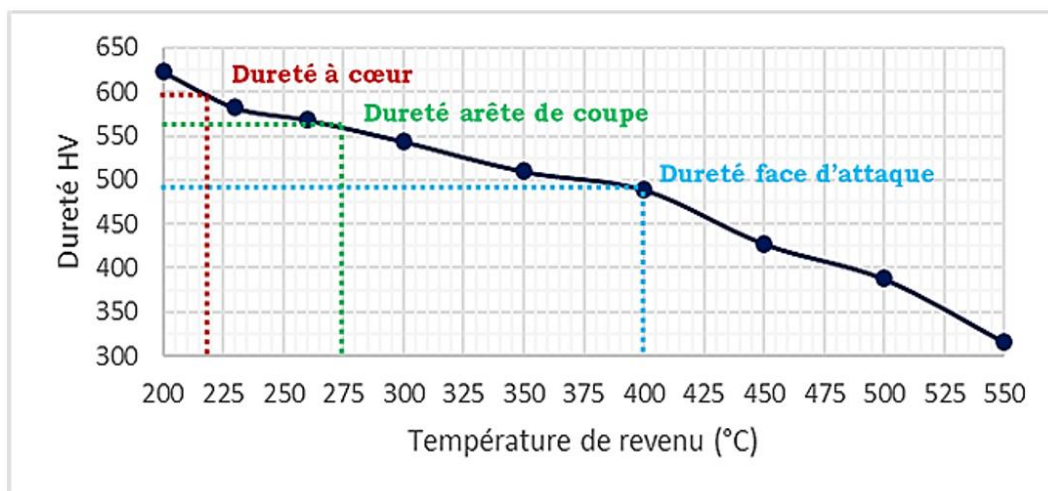


Figure IV.26 : Courbe d'évolution de la dureté au cours du revenu de l'acier 50CrV4 Deguy – Conge.

L'observation détaillée en coupe transversale de la zone de cisaillement secondaire après usinage avec un couteau non revêtu (Figure IV.27 a) semble montrer une transformation superficielle sur une profondeur d'environ 5  $\mu\text{m}$ . La cartographie EDS montre une concentration en oxygène plus élevée dans cette zone (Figure IV.27 b). L'échauffement local de l'outil favorise alors les réactions d'oxydation de la surface de l'outil en acier.

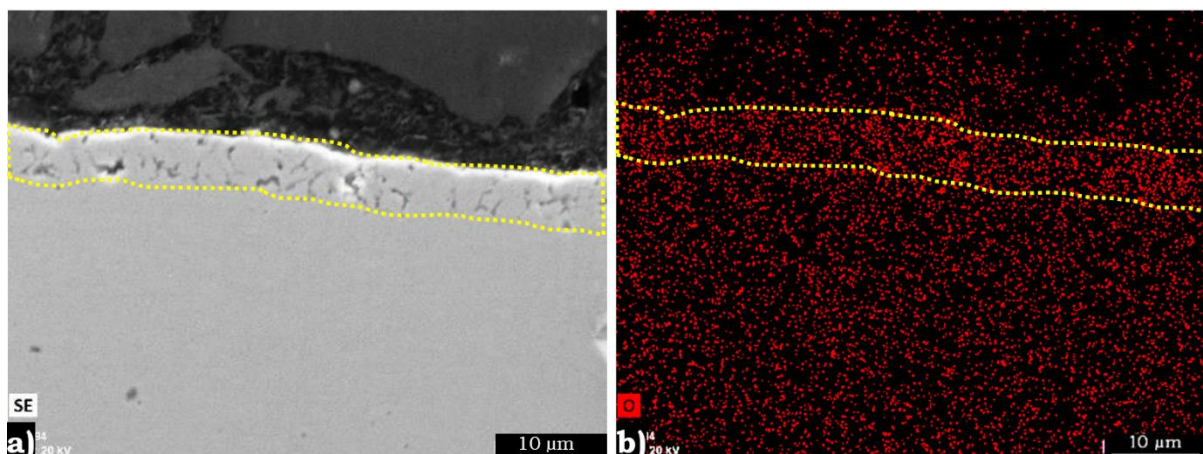


Figure IV.27 : Vue en coupe de la face d'attaque d'un couteau en acier après 570 m d'usinage a) micrographie MEB en électrons secondaires et b) cartographie EDS de l'oxygène.

#### b. Etude de la performance des revêtements lors du processus de coupe des panneaux de paille compressés sur banc TEEMO

Cette partie est axée sur l'influence des paramètres du mélange de poudre sur les performances en coupe des couteaux revêtus lors des tests TEEMO. Deux critères sont suivis ; la vitesse de recul de l'arête de coupe en fonction de la distance usinée et la perte de masse des couteaux au cours de l'essai. En combinant ces deux mesures avec le mécanisme d'usure défini précédemment, la performance du revêtement lors du processus de coupe peut être estimée.

##### i. Effet de la composition chimique de la poudre de matrice NiCrBSi

La composition chimique de la poudre de matrice n'a pas d'influence significative sur la vitesse d'usure des dépôts (Figure IV.28). Ceci est cohérent avec les résultats du test pion-disque.

Néanmoins, le revêtement issu de la matrice à 11 % massique de chrome présente une vitesse de recul de l'arête de coupe 12 % plus faible que celui de la poudre de référence (à 17 % massique de chrome) pour des pertes de masse similaires. L'observation des arêtes de coupe montre une largeur 10 % supérieure dans le cas de la matrice NiCrBSi à 11 % massique de

chrome (Figure IV.29). La combinaison de ces résultats suppose une usure importante du substrat en acier (au niveau de la face de dépouille). Les stries verticales (Figure IV.29 b) résultent de l'effet de protection joué par les particules de carbure de tungstène. Cela semble alors indiquer une meilleure résistance de la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome, et ce, malgré sa microdureté plus faible. Ce résultat peut être attribué à la formation d'une couche superficielle d'oxyde ayant une meilleure adhérence du fait de sa plus faible teneur en chrome. L'essai de frottement en conditions humides a laissé supposer un phénomène similaire au niveau de la matrice la moins riche en chrome (voir Partie 1.b).

La matrice à 17 % massique de chrome enrichie en cuivre et en molybdène affiche une vitesse de recul de l'arête de coupe similaire à celle du dépôt de référence mais avec une perte de masse 15 % plus faible (Figure IV.28). Cela suggère une usure plus faible de la face d'attaque au niveau de la zone de cisaillement secondaire. Une meilleure résistance de la matrice aux phénomènes de corrosion pourrait expliquer ce résultat comme lors des essais tribologiques en condition humides (voir Partie 1.b). Cela peut être attribué à la présence du molybdène qui forme une couche d'oxyde protectrice et adhérente.

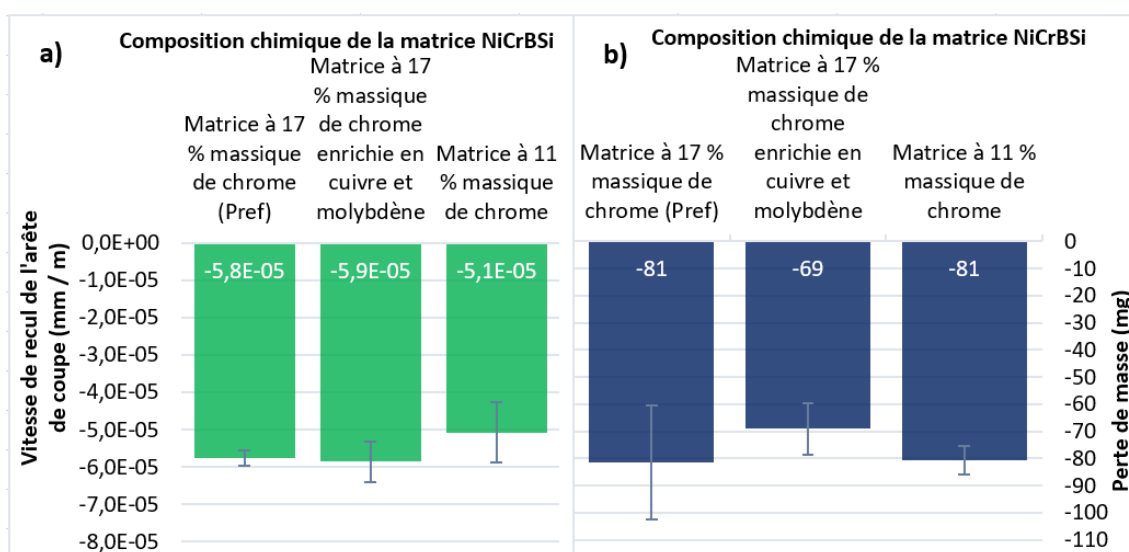


Figure IV.28 : Performance lors des essais de coupe TEEMO des couteaux revêtus par rechargement laser à partir des mélanges de 35 % massique de carbure WC ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ) avec différentes matrices après 1250 m d'usinage a) vitesse de recul de l'arête par mètre d'usinage et b) perte de masse des couteaux.

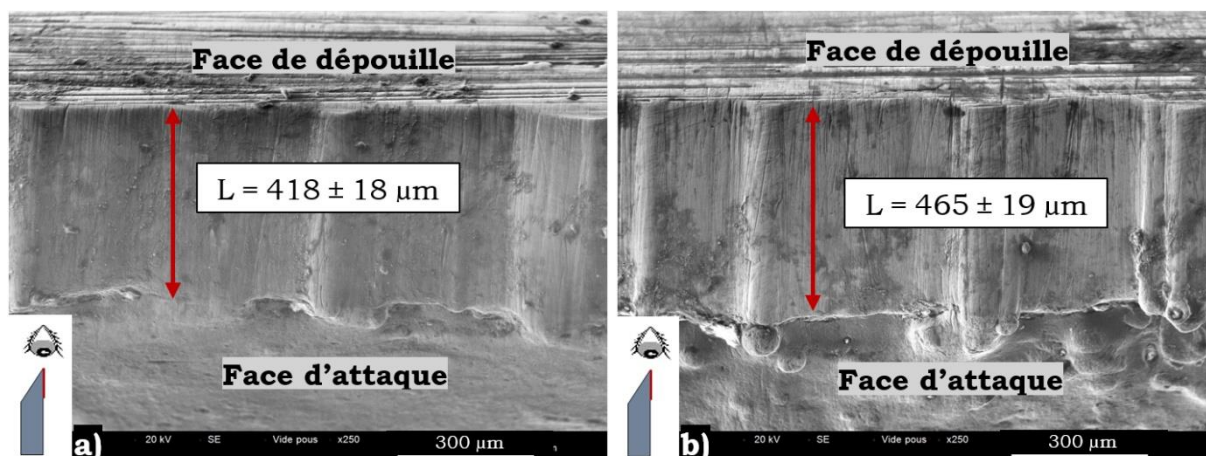


Figure IV.29 : Micrographies MEB en électrons secondaires des arêtes de coupe des couteaux après 1250 m d'usinage de panneaux de paille a) matrice à 17 % massique de chrome (Pref) et b) matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome.

ii. Effet de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène

La densité apparente de la poudre de carbure de tungstène influence significativement la résistance du revêtement obtenu par rechargement laser lors des essais tribologiques (voir *Partie 1.c*). Lors des essais TEEMO, la poudre WC ( $DA = 7,1 \text{ g/cm}^3$ ) donne le meilleur résultat (*Figure IV.30*) ; contrairement à ce qui a été observé lors des essais tribologiques selon les deux conditions opératoires (sèches et humides). Le coefficient d'usure et la perte de masse de ce revêtement sont 10 % plus faibles que celui du dépôt élaboré à partir de WC ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ). Ce résultat est attribué aux propriétés des poudres de carbure de tungstène. En considérant que l'usure s'opère préférentiellement au niveau de la matrice lors de l'essai de coupe sur le banc TEEMO, cela conduit au déchaussement des renforts. La structure composite des particules de renfort WC ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ) avec de fins grains agglomérés peut être responsable de l'intensification de ce phénomène. La poudre WC ( $DA = 7,1 \text{ g/cm}^3$ ) qui présente le meilleur compromis entre la dureté élevée des particules de carbure et la densité apparente de la poudre, assure alors une protection plus efficace de l'arête de coupe.

Dans le cas de la poudre la plus dense WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ), la vitesse de recul de l'arête de coupe est proche de celle de WC ( $DA = 5,0 \text{ g/cm}^3$ ), malgré des duretés très différentes des matrices et des renforts. En revanche, la perte de masse est 19 % plus élevée dans le premier cas. Ceci suggère une forte usure de la face d'attaque du revêtement du fait de la faible dureté de sa matrice et du faible volume de renfort.

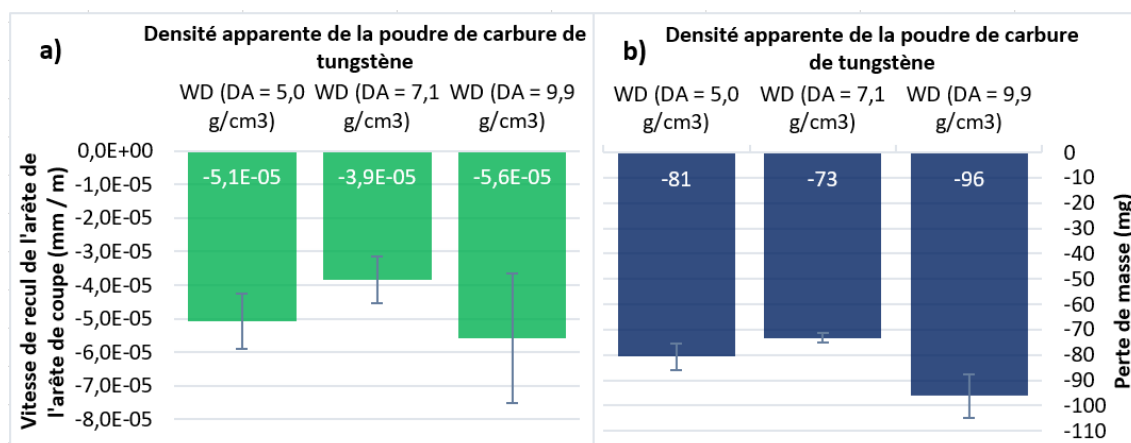


Figure IV.30 : Performance lors des essais de coupe TEEMO des couteaux revêtus par rechargement laser à partir des mélanges de 35 % massique de différentes poudres de carbure avec la matrice à 11 % massique de chrome après 1250 m d'usinage a) vitesse de recul de l'arête par distance usinée et b) perte de masse des couteaux.

### iii. Effet de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène

Dans cette partie, les revêtements obtenus par rechargement laser à partir de poudres avec 35, 40, 50 et 60 % massique de carbure ont été testés. Les résultats du revêtement avec 40 % massique de renfort ne sont pas présentés car une pierre noyée au milieu d'un panneau de paille a entraîné un effondrement de l'arête de coupe, rendant l'analyse impossible pour cette nuance.

Les résultats obtenus au cours des essais de coupe sur banc TEEMO montrent que l'amélioration de la performance d'un revêtement par l'augmentation de sa teneur en carbure de tungstène est limitée (Figure IV.31). Néanmoins, ces résultats montrent qu'il est nécessaire d'augmenter la teneur massique en poudre de carbure de tungstène au-delà de 35 %, jusqu'à 50 %, pour obtenir un effet sur le recul de l'arête et la perte de masse. Le même phénomène a été observé lors des essais tribologiques pion - disques en conditions sèches (voir Partie 1.d). Lorsque la teneur en carbure de tungstène passe de 35 à 50 % massique, la vitesse de recul de l'arête diminue de 27 % et la perte de masse diminue de 24 %. Ces résultats sont attribués à la densité accrue en carbure de tungstène qui améliore la résistance à l'usure abrasive du dépôt. Augmenter la teneur massique en poudre de carbure de tungstène au-delà et jusqu'à 60 % n'a pas d'effet.

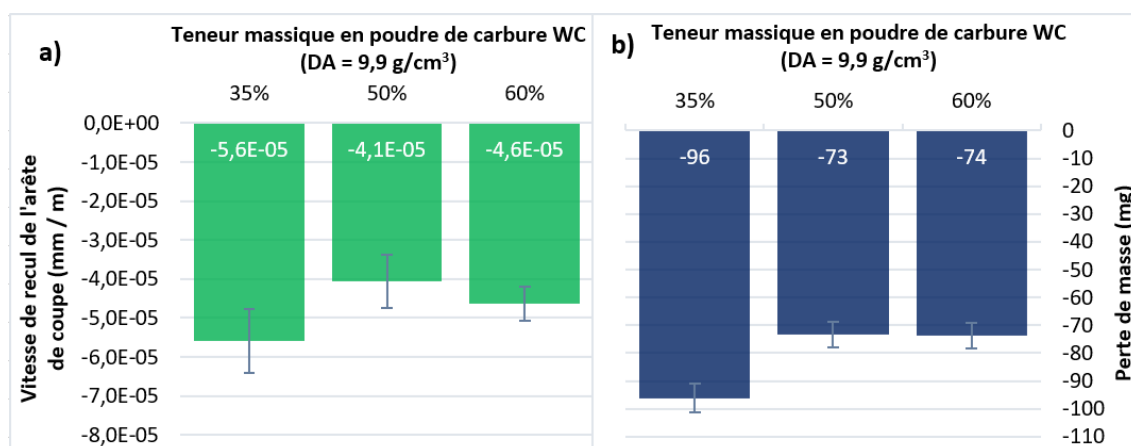


Figure IV.31 : Effet de la teneur massique en poudre de carbure de tungstène WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) mélangée avec la matrice à 11 % massique de chrome appliqué par rechargement laser sur la performance de coupe de végétaux sur le banc d'essai TEEMO.

#### iv. Effet de la granulométrie des particules de carbure de tungstène

La granulométrie de la poudre de carbure de tungstène standard ( $45 - 106 \mu\text{m}$ ) (utilisée dans les essais précédents) conduit à la vitesse de recul de l'arête la plus élevée (Figure IV.32). La granulométrie la plus fine ( $20 - 53 \mu\text{m}$ ) conduit, quant à elle, à des valeurs les plus basses mesurées au niveau de la vitesse de recul de l'arête de coupe et de la perte de masse. Ces valeurs intéressantes, à faible granulométrie, sont attribuées à plusieurs effets :

- La faible dimension des particules améliore leur répartition volumique dans le revêtement.
- La perte de masse induite par le déchaussement d'un carbure augmente proportionnellement avec la granulométrie de la poudre de carbure de tungstène WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ).
- La dureté supérieure de la matrice NiCrBSi, du fait de la précipitation de  $\text{Ni}_4\text{W}$  améliore sa résistance (voir Partie 1.d).

L'arête de coupe du revêtement dont la granulométrie est la plus fine (Figure IV.33 a) affiche une épaisseur importante par rapport à ce qui est observé pour une granulométrie de référence  $45 - 106 \mu\text{m}$  (Figure IV.33 b). Cela peut être expliqué par une usure préférentielle de l'acier du couteau ce qui semble montrer l'efficacité du revêtement.

L'utilisation de la granulométrie de carbure de tungstène la plus grossière ( $63 - 150 \mu\text{m}$ ) n'induit pas de modification significative de la vitesse de recul de l'arête de coupe et de la perte de masse des couteaux par rapport à la granulométrie  $45 - 106 \mu\text{m}$  (Figure IV.32). Cependant, l'arête de coupe présente une augmentation significative de sa largeur par rapport

à celle correspondant à la granulométrie standard (+ 54 %) (Figure IV.33 c). Ainsi, l'usure des couteaux s'effectue préférentiellement au niveau de l'acier ce qui témoigne du pouvoir de protection joué par le revêtement. Ce résultat peut être corrélé avec la dureté supérieure du revêtement (voir Partie 1.e).

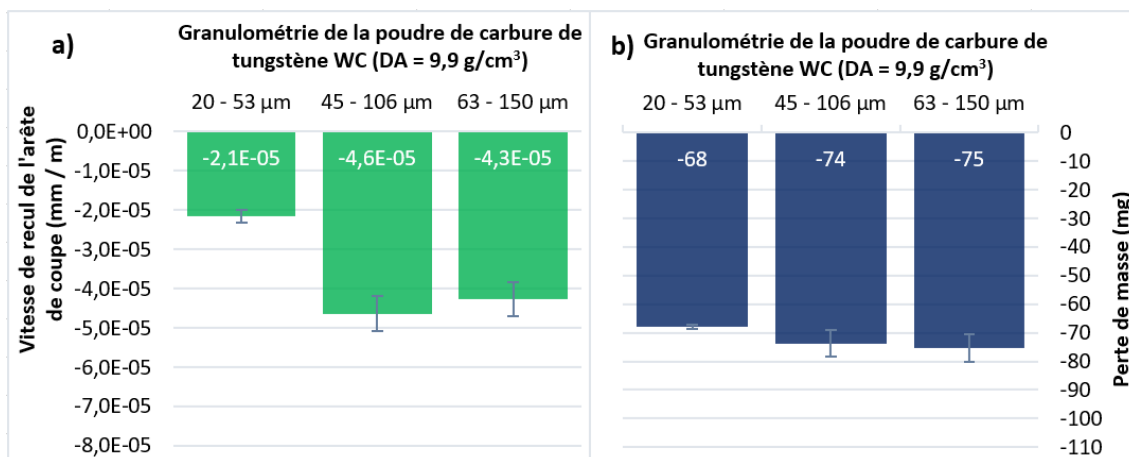


Figure IV.32 : Effet de la granulométrie de la poudre carbure de tungstène WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) mélangé avec 40 % massique de matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome, sur la performance de coupe avec le banc d'essai TEEMO.

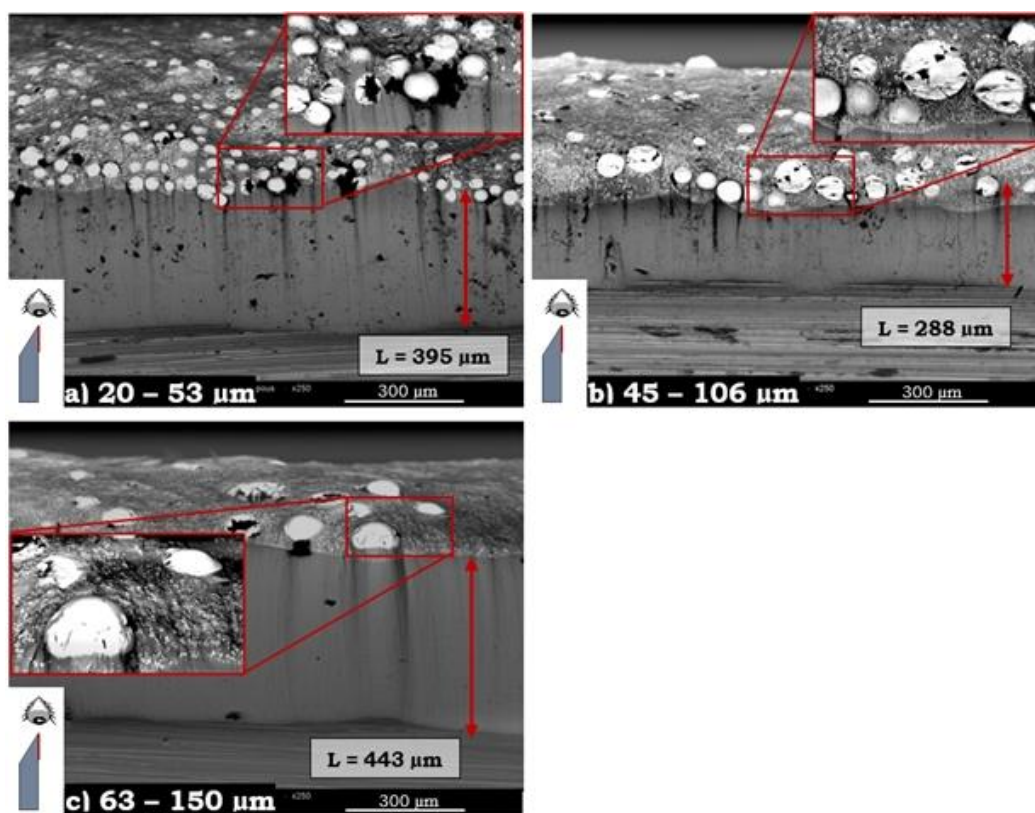


Figure IV.33 : Micrographie MEB en électrons rétrodiffusés de l'arête de coupe des couteaux revêtus par rechargement laser à partir de la matrice NiCrBSi à 11 % massique de chrome mélangé avec 60 % massique de poudre de carbure WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) de différentes granulométries après 1250 m d'usinage.

### **Résumé**

L'usure des couteaux non revêtus lors de la coupe de la matière végétale est localisée au niveau de l'arête de coupe et de la zone de cisaillement secondaire au niveau de la face d'attaque des couteaux. L'échauffement généré induit la dégradation de la surface de la matrice par une combinaison de phénomènes d'oxydation et d'abrasion.

La résistance de la matrice NiCrBSi lors de la sollicitation de coupe est améliorée dans le cas d'une teneur en chrome de 11 % massique. Ceci pourrait s'expliquer par la formation d'un tribofilm adhérent à la surface du revêtement.

La poudre de carbure WC ( $DA = 7,1 \text{ g/cm}^3$ ) fournit la meilleure performance car elle présente le meilleur compromis entre la dureté de ses particules et la densité apparente.

De la même manière que lors des essais tribologiques, l'augmentation de la teneur en carbure jusqu'à 50 % massique permet d'améliorer la résistance du revêtement. Au-delà de cette valeur, aucune amélioration n'est observée.

Enfin, la granulométrie la plus fine présente la protection la plus efficace de l'arête de coupe. Cela s'explique par la dureté de sa matrice (grâce à la précipitation de  $\text{Ni}_4\text{W}$ ), la répartition des carbures et la faible perte de masse induite par leur déchaussement lors de l'usure de la matrice (qui est beaucoup moins dure).



## Conclusion

Le revêtement obtenu par rechargement laser de la poudre de référence Pref a une microstructure plus fine que celle du revêtement déposé par projection flamme – poudre. Le matériau déposé est alors plus dur que ce soit au niveau de la matrice (grâce à la précipitation de  $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}$ ), qu’au niveau des carbures ou du composite. Cela n’induit cependant pas d’effet significatif sur la résistance à l’usure du revêtement.

La dureté de la matrice NiCrBSi augmente quand la teneur en chrome augmente. Cependant, les caractérisations tribologiques en frottement pion disque ainsi que l’essai TEEMO n’ont pas mis en évidence d’effet de la proportion en chrome. L’enrichissement en molybdène et en cuivre de la matrice NiCrBSi à 17 % massique de chrome ne modifie pas sa dureté. En revanche, les performances tribologiques montrent toutefois de meilleurs résultats en conditions lubrifiées avec l’ajout de molybdène et de cuivre. Ceci est attribué à la formation de l’oxyde de molybdène  $\text{MoO}_3$  dans le tribofilm. Ce dernier formerait une couche protectrice adhérente et relativement dure. L’essai TEEMO semble corroborer ce résultat en mettant en évidence une usure plus faible de la face d’attaque du revêtement.

L’étude de la poudre de renfort en carbure de tungstène montre que sa dureté augmente avec sa densité apparente ; ce résultat dépend principalement de sa composition chimique. La dureté de la matrice NiCrBSi est quant à elle favorisée dans le cas d’une densité apparente faible de la poudre de carbure. La surface interfaciale entre la matrice et les particules de carbure est plus importante ce qui favorise le mécanisme de décomposition des carbures. La précipitation de la phase  $\text{Ni}_4\text{W}$  apparaît alors par diffusion du tungstène dans la matrice ; cet intermétallique agit alors comme un renfort dans la matrice. Dans le cas de la sollicitation tribologique en conditions sèches, c’est le volume de renfort qui donne la résistance au revêtement. En conditions humides, il s’agit de la dureté des particules. Les essais TEEMO ont montrés que la poudre de carbure WC ( $\text{DA} = 7,1 \text{ g/cm}^3$ ) présentant le meilleur compromis entre ces deux paramètres donne la meilleure résistance à l’usure.

L’augmentation de la teneur massique en carbure de tungstène WC ( $\text{DA} = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) dans la poudre appliquée par rechargement laser conduit à l’enrichissement en fer de la matrice du fait de la dilution du substrat pendant le dépôt. Cela n’impacte pas clairement la dureté du revêtement. En revanche, lorsque la teneur en carbure atteint 70 % massique, la forte densité d’interface matrice – carbure favorise la précipitation de  $\text{Ni}_4\text{W}$ , ce qui améliore la dureté de la

matrice et du dépôt. Les résultats tribologiques montrent un effet d'amélioration de la performance des revêtements jusqu'à 40 % massique, au-delà, le bénéfice est négligeable. L'essai TEEMO montre un résultat similaire avec une résistance optimale du revêtement pour une teneur en poudre de carbure de tungstène de 50 % massique.

Une granulométrie fine de la poudre de carbure de tungstène favorise la décomposition des carbures à l'interface avec la matrice, du fait de l'augmentation de la surface d'échange. La précipitation de la phase  $Ni_4W$  est alors favorisée ce qui conduit à une augmentation de la dureté de la matrice  $NiCrBSi$ . Ce mécanisme implique la présence importante de la phase  $W_2C$  en périphérie des grains de renfort. Les interfaces matrice - carbure sont alors fragilisées ce qui conduit à une faible dureté du dépôt. Les revêtements élaborés à partir des poudres de carbure de tungstène de granulométries supérieures sont moins sensibles à ces phénomènes ; étant donné la réduction de la surface interfaciale. Le durcissement de la matrice et la fragilisation des interfaces matrice - carbure sont limités ; cela se traduit alors par une dureté du dépôt plus élevée. Les propriétés tribologiques lors de l'essai pion - disque ne montrent pas d'effet significatif de la granulométrie de la poudre de carbure sur la performance des revêtements. Cependant, l'essai TEEMO montre un réel intérêt de l'utilisation d'une granulométrie fine de par :

- La densité en précipités  $Ni_4W$  qui renforcent la matrice
- La répartition volumique en carbures qui renforce efficacement la matrice

D'une manière générale, le mécanisme de dégradation des revêtements au cours des essais tribologiques et de coupe sur le banc TEEMO est le suivant :

- L'échauffement dû aux frottements
- L'oxydation de la surface de la matrice  $NiCrBSi$ , ce qui constitue le tribofilm
- La fragilisation du tribofilm par cisaillement
- Formation d'un troisième corps abrasif
- Abrasion et / ou érosion de la surface de la matrice
- Fragilisation ou déchaussement des particules de carbure de tungstène

## Références bibliographiques

- [IV-1] J. Yin, D. Wang, L. Meng, L. Ke, Q. Hu, et X. Zeng, « High-temperature slide wear of Ni-Cr-Si metal silicide based composite coatings on copper substrate by laser-induction hybrid cladding », *Surface and Coatings Technology*, vol. 325, p. 120-126, sept. 2017, doi: 10.1016/j.surfcoat.2017.06.06III.
- [IV-2] T. Gómez-del Río, M. A. Garrido, J. E. Fernández, M. Cadenas, et J. Rodríguez, « Influence of the deposition techniques on the mechanical properties and microstructure of NiCrBSi coatings », *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 204, n° 1, p. 304-312, août 2008, doi: 10.1016/j.jmatprotec.2007.11.042.
- [IV-3] E. S. Zakharova, I. Y. Markova, A. L. Maslov, N. I. Polushin, et A. I. Laptev, « Morphology of powders of tungsten carbide used in wear-resistant coatings and deposition on the PDC drill bits », *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 857, p. 012058, mai 2017, doi: 10.1088/1742-6596/857/1/012058.
- [IV-4] B. Cheniti *et al.*, « Investigation of WC decarburization effect on the microstructure and wear behavior of WC-Ni hardfacing under dry and alkaline wet conditions », *Materials Chemistry and Physics*, vol. 208, p. 237-247, avr. 2018, doi: 10.1016/j.matchemphys.2018.01.052.
- [IV-5] V. Stoica, R. Ahmed, et T. Itsukaichi, « Influence of heat-treatment on the sliding wear of thermal spray cermet coatings », *Surface and Coatings Technology*, vol. 199, n° 1, p. 7-21, sept. 2005, doi: 10.1016/j.surfcoat.2005.0III.026.
- [IV-6] S. Ahmed et M. Kaiser, « Wet Sliding Wear and Frictional Behavior of Commercially Available Perspex », *International Journal of Mechanical and Materials Engineering*, oct. 2017.
- [IV-7] L. C. Betancourt-Dougherty et R. W. Smith, « Effects of load and sliding speed on the wear behaviour of plasma sprayed TiC-NiCrBSi coatings », *Wear*, vol. 217, n° 1, p. 147-154, avr. 1998, doi: 10.1016/S0043-1648(97)00212-III.
- [IV-8] N. Serres, F. Hlawka, S. Costil, C. Langlade, et F. Machi, « Microstructures and environmental assessment of metallic NiCrBSi coatings manufactured via hybrid plasma spray process », *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, n° 4, p. 1039-1046, nov. 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2010.0III.048.
- [IV-9] A. García, M. R. Fernández, J. M. Cuetos, R. González, A. Ortiz, et M. Cadenas, « Study of the Sliding Wear and Friction Behavior of WC + NiCrBSi Laser Cladding Coatings as a Function of Actual Concentration of WC Reinforcement Particles in Ball-on-Disk Test », *Tribology Letters*, vol. 63, n° 3, sept. 2016, doi: 10.1007/s11249-016-0734-III.
- [IV-10] R. Rachidi, B. El Kihel, F. Delaunois, V. Vitry, et D. Deschuyteneer, « Wear Performance of Thermally Sprayed NiCrBSi and NiCrBSi-WC Coatings Under Two Different Wear Modes », *Journal of Materials and Environmental Sciences*, vol. 8, n° 12, p. 4550-4559, oct. 2017, doi: 10.26872/jmes.2017.8.12.480.
- [IV-11] B. Bhushan, *Principles and applications of tribology*, 2. ed. Chichester: Wiley, 201III.
- [IV-12] O. I. Abdullah et J. Schlattmann, « Temperature analysis of a pin-on-disc tribology test using experimental and numerical approaches », *Friction*, vol. 4, n° 2, p. 135-143, juin 2016, doi: 10.1007/s40544-016-0110-1.
- [IV-13] F. E. Kennedy, Y. Lu, et I. Baker, « Contact temperatures and their influence on wear during pin-on-disk tribotesting », *Tribology International*, vol. 82, p. 534-542, févr. 2015, doi: 10.1016/j.triboint.201III.10.022.
- [IV-14] « T-maps Ashby, calculation of contact temperature ». [https://www.tribology-abc.com/calculators/e3\\_2.htm](https://www.tribology-abc.com/calculators/e3_2.htm) (consulté le janv. 10, 2021).

- [IV-15] M. F. Ashby, J. Abulawi, et H. S. Kong, « Temperature Maps for Frictional Heating in Dry Sliding », *Tribology Transactions*, vol. 34, n° 4, p. 577-587, janv. 1991, doi: 10.1080/10402009108982074.
- [IV-16] K. A. Habib, D. L. Cano, J. A. Heredia, et Á. Vicente-Escuder, « Effect of debris size on the tribological performance of thermally sprayed coatings », *Tribology International*, vol. 143, p. 106025, mars 2020, doi: 10.1016/j.triboint.2019.106025.
- [IV-17] L. Zheng, M. Zhang, R. Chellali, et J. Dong, « Investigations on the growing, cracking and spalling of oxides scales of powder metallurgy Rene95 nickel-based superalloy », *Applied Surface Science*, vol. 257, n° 23, p. 9762-9767, sept. 2011, doi: 10.1016/j.apsusc.2011.06.005.
- [IV-18] T. Liyanage, G. Fisher, et A. P. Gerlich, « Influence of alloy chemistry on microstructure and properties in NiCrBSi overlay coatings deposited by plasma transferred arc welding (PTAW) », *Surface and Coatings Technology*, vol. 205, n° 3, p. 759-765, oct. 2010, doi: 10.1016/j.surfcoat.2010.07.095.
- [IV-19] A. G. Kvashnin, A. R. Oganov, A. I. Samtsevich, et Z. Allahyari, « Computational Search for Novel Hard Chromium-Based Materials », *The Journal of Physical Chemistry Letters*, vol. 8, n° 4, p. 755-764, févr. 2017, doi: 10.1021/acs.jpcllett.6b02821.
- [IV-20] R. Sundaramoorthy, S. X. Tong, D. Parekh, et C. Subramanian, « Effect of matrix chemistry and WC types on the performance of Ni-WC based MMC overlays deposited by plasma transferred arc (PTA) welding », *Wear*, vol. 376-377, p. 1720-1727, avr. 2017, doi: 10.1016/j.wear.2017.01.027.
- [IV-21] T. Liyanage, G. Fisher, et A. P. Gerlich, « Microstructures and abrasive wear performance of PTAW deposited Ni-WC overlays using different Ni-alloy chemistries », *Wear*, vol. 274-275, p. 345-354, janv. 2012, doi: 10.1016/j.wear.2011.10.001.
- [IV-22] S. A. A. Dilawary, A. Motallebzadeh, E. Atar, et H. Cimenoglu, « Influence of Mo on the high temperature wear performance of NiCrBSi hardfacings », *Tribology International*, vol. 127, p. 288-295, nov. 2018, doi: 10.1016/j.triboint.2018.06.022.
- [IV-23] C. Zhang, L. Liu, H. Xu, J. Xiao, G. Zhang, et H. Liao, « Role of Mo on tribological properties of atmospheric plasma-sprayed Mo-NiCrBSi composite coatings under dry and oil-lubricated conditions », *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 727, p. 841-850, déc. 2017, doi: 10.1016/j.jallcom.2017.08.195.
- [IV-24] J. M. S. de Sousa, F. Ratusznei, M. Pereira, R. de M. Castro, et E. I. M. Curi, « Abrasion resistance of Ni-Cr-B-Si coating deposited by laser cladding process », *Tribology International*, vol. 143, p. 106002, mars 2020, doi: 10.1016/j.triboint.2019.106002.
- [IV-25] K. Van Acker, D. Vanhoyweghen, R. Persoons, et J. Vangrunderbeek, « Influence of tungsten carbide particle size and distribution on the wear resistance of laser clad WC/Ni coatings », *Wear*, vol. 258, n° 1, p. 194-202, janv. 2005, doi: 10.1016/j.wear.2004.09.041.
- [IV-26] J. Wang, B. Wang, J. Liu, L. Ni, et J. Li, « Effect of Hot-Pressing Temperature on Characteristics of Straw-Based Binderless Fiberboards with Pulping Effluent », *Materials (Basel)*, vol. 12, n° 6, mars 2019, doi: 10.3390/ma12060922.
- [IV-27] M. Yaich, « Contribution à la fiabilisation de la modélisation numérique de l'usinage des pièces en titane », Arts et Metiers ParisTech, 2017.

---

## *Conclusion générale*

---

L'industrialisation des techniques de production agricole est apparue dans un contexte de croissance démographique couplée à l'évolution des modes de consommation et à la réduction de la surface des terres arables. Ainsi, les engins agricoles ont dû être adaptés en mettant en œuvre des solutions technologiques. Les machines utilisées pour le traitement des végétaux sont particulièrement concernées compte tenu de la saisonnalité des productions. La fiabilité de ces équipements est donc recherchée de manière à limiter les opérations de maintenance en cours d'utilisation. Dans ce contexte, les outils de coupe, qui sont des pièces d'usure, constituent un aspect stratégique. Des revêtements composites Cermets sont largement mis en œuvre pour leurs résistances aux phénomènes d'usure. Il s'agit dans la majorité des cas d'une matrice NiCrBSi (appelée alliage auto - fusible) renforcée par des particules céramiques en carbure de tungstène. Ces matériaux sont déposés par projection thermique, technologies relativement simples et peu coûteuses à mettre en œuvre, permettant de synthétiser des revêtements épais (plusieurs centaines de micromètres). L'objet de cette étude vise à augmenter la durée de vie des outils de coupe par l'amélioration de la résistance à l'usure de ce revêtement. Une des pistes identifiées repose sur l'augmentation de la teneur en carbure de tungstène de la couche déposée. Cependant, la technologie de projection flamme - poudre mise en œuvre par la société Deguy - Conge ne s'avère pas suffisamment énergétique pour y parvenir. Cette étude a donc été focalisée sur le rechargement laser qui permet de déposer des revêtements NiCrBSi avec de fortes teneurs en carbure de tungstène.

La première partie de ce mémoire a servi à décrire la diversité des mécanismes d'usure auxquels sont soumis les outils de coupe de manière générale. Il a ainsi été vu que les outils de coupe pour le machinisme agricole sont majoritairement soumis à des phénomènes couplés de natures mécanique et chimique.

La température de coupe, associée à des cisaillements intenses, apparaît comme un paramètre important. Elle a pu être quantifiée par modèle grâce au banc d'essai TEEMO équipé de couteaux en acier ; elle est ainsi estimée à 275 °C au niveau de l'arête de coupe et 400°C au niveau de la face d'attaque. L'oxydation superficielle des outils sous l'effet catalytique de la température conduit à la formation d'un tribofilm. Il est apparu lors des essais pion - disque que l'humidité du milieu d'essai joue un rôle important quant à la nature de cette couche d'oxyde. Le tribofilm formé est alors dégradé sous l'action mécanique induite par le frottement de la matière végétale. Les revêtements sont donc efficaces pour augmenter la résistance des outils de coupe face à ce mécanisme complexe de dégradation.

L'objectif principal est la définition de la composition d'une poudre de rechargement laser, permettant une amélioration significative de la durée de vie d'un outil de coupe des végétaux. Une étude comparative des procédés de revêtement est d'abord réalisée entre la projection flamme - poudre et le rechargement laser. Ce travail est basé sur la poudre actuellement employée par la société Deguy - Conge, appelée poudre de référence et notée  $P_{ref}$ . Ensuite, une étude paramétrique de la poudre appliquée par rechargement laser est ensuite réalisée ; celle - ci s'intéresse à :

- La composition chimique de la matrice NiCrBSi (taux de chrome)
- La densité apparente de la poudre de carbure de tungstène (influencée par le rapport  $W_2C / WC$ )
- La teneur massique en poudre de carbure de tungstène
- La granulométrie de la poudre de carbure de tungstène

Les effets de chaque paramètre sont étudiés d'un point de vue structurale et microstructurale. Ces résultats sont ensuite corrélés aux caractérisations mécaniques :

- La dureté des revêtements
- La performance tribologique lors du frottement pion - disque selon deux conditions opératoires (en milieu sec et humide)
- Les propriétés fonctionnelles de résistance à la coupe de végétale

L'étude comparative des procédés de dépôt, effectuée avec la poudre de référence mise en œuvre chez Deguy-Conge, a permis de mettre en évidence le fait que la projection flamme - poudre est à l'origine d'un phénomène important de décarburation des renforts en carbure de tungstène. Le revêtement déposé par cette technique est poreux et peu adhérent (liaison mécanique) du fait des faibles énergies mises en jeu. Le post - traitement de fusion par induction permet d'améliorer nettement ces deux caractéristiques, cependant, la décarburation des carbures se poursuit par réaction avec l'oxygène contenu dans les porosités. Le rechargement laser permet quant à lui l'obtention d'un revêtement avec peu de porosité et très adhérent grâce à la formation d'un bain de fusion à la surface du substrat (liaison métallurgique). Ce bain de fusion est à l'origine de l'enrichissement en fer de la phase principale de la matrice du revêtement avec la formation de  $Ni_3Fe$ , dont la microstructure est fine, et de la précipitation de la phase intermétallique  $Cr_3Ni_2Si$ . La décarburation des carbures par réaction avec l'oxygène n'intervient pas grâce à l'injection d'un gaz protecteur, l'argon, au niveau de la buse. Le post - traitement thermique par induction est réalisé afin de conférer aux outils coupants en acier leur résistance mécanique à cœur. La précipitation de la phase  $Ni_4W$

par décomposition des carbures à l'interface matrice - carbure est alors observée. La précipitation de ces deux phases intermétalliques ( $\text{Cr}_3\text{Ni}_2\text{Si}$  et  $\text{Ni}_4\text{W}$ ) améliore la dureté du revêtement obtenu par rechargement laser ; cependant, cela n'a pas montré d'effet significatif sur la résistance au frottement du revêtement.

L'étude paramétrique réalisée a ensuite permis d'identifier plusieurs phénomènes lors des modifications de la composition de la poudre de rechargement.

- Le mécanisme de précipitation de la phase  $\text{Ni}_4\text{W}$ , responsable du durcissement de la matrice peut être favorisé par différents facteurs. L'utilisation d'un alliage NiCrBSi riche en chrome réduit la limite de solubilité du tungstène dans la matrice. La surface interfaciale matrice - carbure joue également un rôle déterminant dans le mécanisme de précipitation de cette phase. Plusieurs paramètres peuvent jouer un rôle déterminant comme l'utilisation d'une poudre de renfort de densité apparente faible, l'augmentation de la concentration en carbure de tungstène dans le mélange de poudre de rechargement ou la réduction de la granulométrie de la poudre de renfort. Lorsque le phénomène de précipitation de la phase  $\text{Ni}_4\text{W}$  est trop important, la fragilisation des interfaces est constatée ce qui peut réduire la dureté du composite.
- L'enrichissement en cuivre et en molybdène de la matrice NiCrBSi permet d'affiner sa microstructure, ce phénomène est attribué à la présence de précipités de type  $\text{Mo}_2(\text{B}, \text{C})$ . Une réduction du coefficient de frottement est observée, ce qui peut être attribuée à la nature du film d'oxyde, notamment du fait de la présence de l'oxyde de molybdène qui agirait comme un lubrifiant solide.
- La dureté d'une poudre de carbure varie proportionnellement avec sa densité apparente ; toutefois, la dureté du revêtement diminue du fait de la réduction du volume de renfort pour des proportions massiques en poudre de carbure de tungstène équivalentes.
- Il apparaît nécessaire d'ajuster la puissance laser utilisée lors du rechargement avec la concentration en carbure de tungstène de la poudre de rechargement. La diminution de la proportion en matrice dans la poudre de rechargement implique une quantité de matériau à fusionner moins importante. L'apport énergétique requis étant plus faible, l'utilisation de paramètres de rechargement figés conduit alors à la formation d'un bain de fusion plus important à la surface du substrat. Cela conduit à un enrichissement de la matrice NiCrBSi en fer ce qui réduit alors la densité en carbure dans le dépôt.



Il apparaît lors des essais de frottement pion – disque que le milieu d’essai a une forte influence sur les phénomènes à l’interface entre la bille et le revêtement. Ainsi, le coefficient de frottement est 3,5 fois plus faible en conditions humides par comparaison avec les conditions sèches. Cela est attribué à la solution de luzerne qui joue un rôle lubrifiant en modifiant les conditions de contact entre les deux corps. Les coefficients d’usure en conditions humides sont alors près de 10 fois plus faibles.

Le revêtement de référence appliqué par la société Deguy – Conge montre une bonne résistance au frottement dans les conditions d’essais utilisées.

Bien que la variation de la composition chimique de la matrice NiCrBSi n’ait pas montré d’effet significatif sur la résistance au frottement lors de l’essai pion – disque ; il apparaît que l’utilisation de la poudre de matrice NiCrBSi ayant une teneur massique en chrome de 11 % permet de réduire sensiblement la vitesse d’usure du revêtement sur le banc d’essai TEEMO. Ce résultat est attribué au compromis présenté par cet alliage entre sa dureté et l’adhérence du tribofilm formé à sa surface. Son adhérence diminue lorsque la teneur en chrome de l’alliage est élevée du fait de l’augmentation du niveau de contrainte interne. Cette dernière peut – être attribuée à la présence de l’oxyde de chrome.

La densité apparente de la poudre de carbure de tungstène régie la dureté des particules de renfort. Une poudre dense a une dureté élevée, cependant, cela implique un volume de renfort plus faible. Au cours des essais de frottement, la densité apparente de la poudre a montré deux effets différents selon les conditions opératoires. En conditions sèches, le volume de carbure améliore la résistance du revêtement ; tandis qu’en conditions humides, il s’agit de la dureté des carbures qui favorise la tenue du dépôt. Les essais TEEMO ont montré que la poudre de carbure WC ( $DA = 7,1 \text{ g/cm}^3$ ) a permis de réduire la vitesse du recul de l’arête de coupe de près de 30 % et la perte de masse de 10 %. Ce résultat est attribué au compromis présenté par cette poudre entre la dureté élevée de ses particules et sa densité apparente.

L’augmentation de la teneur en carbure de tungstène de la poudre de rechargement montre un effet bénéfique lorsqu’elle évolue de 35 à 50 % ; au – delà de ce seuil, il n’y a pas d’amélioration. Le revêtement élaboré à partir du mélange de 50 % massique de poudre de carbure WC ( $DA = 9,9 \text{ g/cm}^3$ ) présente un coefficient d’usure deux fois plus petit que celui du dépôt de référence lors du frottement en conditions sèches. Lors des essais sur le banc TEEMO, la vitesse de recul de l’arête de coupe des couteaux revêtus avec ce dépôt est 30 % plus faible par rapport à la référence. L’étude de la granulométrie de la poudre de carbure (dans le cas de

mélanges à 60 % massique de poudre de carbure) n'a pas montré d'effet significatif lors des essais pion - disque. Il s'avère toutefois que la granulométrie la plus fine (20 - 53  $\mu\text{m}$ ) montre un réel potentiel d'amélioration lors de l'essai TEEMO avec une réduction de 60 % de la vitesse de recul de l'arête de coupe des couteaux.

A l'issue de cette étude, il apparaît que le rechargement laser présente un fort potentiel d'amélioration de la durée de vie des outils de coupe utilisés pour la coupe des végétaux. Il permet d'appliquer des revêtements de haute qualité pouvant contenir de fortes concentrations en renfort. Il apparaît toutefois qu'une optimisation fine des paramètres de rechargement laser peut être nécessaire pour l'obtention des propriétés optimales du dépôt. La sélection de la composition de la poudre de rechargement nécessite alors un soin particulier, tout comme les paramètres laser qui conditionnent largement la qualité des revêtements. Il est alors possible de définir une composition de la poudre de rechargement en se basant sur les résultats obtenus. Il semblerait qu'une poudre formulée à partir de la matrice à 11 % massique de chrome et renforcée par 50 % massique de poudre de carbure de tungstène WC ( $\text{DA} = 7,1 \text{ g/cm}^3$ ) de granulométrie 20 - 53  $\mu\text{m}$  constituerait une solution capable d'améliorer nettement la durée de vie des couteaux actuellement revêtus chez Deguy-Conge. L'application de cette poudre de rechargement laser après une mise au point fine des paramètres laser constitue l'une des perspectives industrielles de ce projet pour l'entreprise Deguy - Conge.

L'un des objectifs de ce projet était d'évaluer la performance fonctionnelle lors de la sollicitation de coupe d'un outil revêtu. Le banc d'essai TEEMO et les moyens de contrôles développés ont permis d'évaluer des différences au niveau de la résistance des revêtements lors de la coupe d'une matière végétale. Cependant, la puissance insuffisante du moteur n'a pas permis d'exploiter l'évolution du couple moteur au cours des essais ce qui aurait permis de suivre l'impact de l'usure sur les besoins en énergie. De plus, la variabilité importante de la densité des panneaux de paille est apparue ce qui impacte directement le couple moteur.

Un second objectif de cette étude était d'établir une corrélation entre les résultats obtenus sur le banc TEEMO et les essais de frottement pion - disque dans le but de qualifier facilement le potentiel d'un matériau. Suite aux essais réalisés, il s'avère difficile d'établir une corrélation précise entre les résultats tribologiques de frottement pion - disque en conditions sèches ou humides et les essais de coupe. Cet essai tribologique ne semble pas être suffisamment représentatif de la sollicitation réelle des outils.

Les outils agricoles sont soumis à des sollicitations complexes en conditions réelles avec une dimension supplémentaire, qui n'a pas été abordée, qui est la résistance aux impacts. Ainsi, la décomposition des carbures, qui semble en partie responsable de l'amélioration de la résistance à l'usure des dépôts, est susceptible d'augmenter leur sensibilité aux chocs. De plus, il apparaît nécessaire de mener une étude précise des phénomènes de tribocorrosion qui semblent dépendants du milieu.

A la suite de cette étude, il semble nécessaire d'entreprendre la qualification in - situ des solutions qui présentent le plus fort potentiel. Cependant, cela constitue un véritable défi pour les acteurs du secteur agricole car les essais de terrain se déroulent sur des périodes de plusieurs mois et nécessitent un suivi précis.



## Annexes

## Annexe II.1 : Préparation des mélanges de poudre en proportions massiques

Référence	Poudre de matrice à base Nickel					Poudre de carbure de Tungstène							Mélange			
	Fraction massique	Masse nominale (g)	Masse (g)				Référence	Fraction massique	Masse nominale (g)	Masses (g)						
			M1	M2	M3	M4				M tot	M 1	M 2		M 3	M 4	M tot
Ni17Cr	65%	3250	1000,42	999,57	1000,41	249,62	3250,02	WC/AF	35%	1750	1032,14	717,91			1750,05	5000,07
Ni17CrCuMo	65%	3250	1134,76	1119,77	995,50		3250,03	WC/AF	35%	1750	1011,38	738,73			1750,11	5000,14
Ni11Cr	65%	3250	1118,71	1111,92	1019,39		3250,02	WC/AF	35%	1750	1017,01	733,05			1750,06	5000,08
N8Cr	65%	3250	1062,94	1143,11	1043,97		3250,02	WC/AF	35%	1750	1136,47	613,54			1750,01	5000,03
Ni11Cr	65%	3250	1135,65	1139,39	974,99		3250,03	WC/CB	35%	1750	1065,12	684,92			1750,04	5000,07
Ni11Cr	65%	3250	1133,64	1132,43	983,95		3250,02	WC/FB	35%	1750	1027,53	722,48			1750,01	5000,03
Ni11Cr	65%	3250	1132,68	1128,34	989,02		3250,04	WC/FBD	35%	1750	1007,38	742,62			1750,00	5000,04
Ni11Cr	60%	3000	1123,43	1138,33	738,27		3000,03	WC/FBD	40%	2000	1001,35	998,69			2000,04	5000,07
Ni11Cr	50%	2500	1099,41	1010,03	390,62		2500,06	WC/FBD	50%	2500	1036,74	1011,35	451,93		2500,02	5000,08
Ni11Cr	40%	2000	1061,12	938,90			2000,02	WC/FBD (45-106 µm)	60%	3000	1131,34	975,23	893,47		3000,04	5000,06
Ni11Cr	30%	1500	758,75	741,27			1500,02	WC/FBD	70%	3500	965,59	1060,91	914,15	559,38	3500,03	5000,05
Ni11Cr	40%	2000	1085,65	914,37			2000,02	WC/FBD (20-53 µm)	60%	3000	1000,76	1063,46	935,78		3000,00	5000,02
Ni11Cr	40%	2000	1007,66	992,36			2000,02	WC/FBD (45-125 µm)	60%	3000	1133,40	963,20	903,43		3000,03	5000,05
Ni11Cr	40%	2000	1023,13	977,91			2001,04	WC/FBD (63-150 µm)	60%	3000	1005,68	996,49	997,88		3000,05	5001,09

Annexe II.2 : Débits de poudre programmés sur le distributeur en fonction des mélanges de poudres appliqués

	<b>Vitesse de rotation du plateau (tr/min)</b>	<b>Masse en 2 minutes (g)</b>	<b>Débit de poudre (g/min)</b>
Ni17Cr-35WC/AF	1,1	30,0	15,00
Ni17CrCuMo-35WC/AF	1,2	29,9	14,95
Ni11Cr-35WC/AF	1,2	29,1	14,55
Ni8Cr-35WC/AF	1,2	31,3	15,65
Ni11Cr-35WC/CB	1,2	31,5	15,75
Ni11Cr-35WC/FB	1,1	29,3	14,65
Ni11C-35WC/FBD	1,0	31,7	15,85
Ni11C-40WC/FBD	1,0	31,9	15,95
Ni11C-50WC/FBD	0,9	30,9	15,45
Ni11C-60WC/FBD	0,9	33,1	16,55
Ni11C-70WC/FBD	0,8	32,5	16,25
Ni11C-60WC/FBD	0,9	33,1	16,55
Ni11C-60WC/FBD	0,9	29,9	14,95
Ni11C-60WC/FBD	0,9	30,1	15,05

Annexe II.3 : Test de répétabilité du dispositif de contrôle de la position absolue de l'arête des couteaux

Couteau	Position	Mesure 1	Mesure 2	Mesure 3	Mesure 4	Mesure 5	Mesure 6	Mesure 7	Mesure 8	Mesure 9	Mesure 10	Moyenne	ecart type
1	1	3,570	3,570	3,571	3,570	3,570	3,570	3,568	3,568	3,573	3,573	3,570	0,16%
2	2	3,562	3,562	3,560	3,562	3,564	3,560	3,560	3,562	3,562	3,562	3,562	0,12%
3	3	3,387	3,385	3,384	3,385	3,387	3,384	3,385	3,384	3,387	3,385	3,385	0,12%
Couteau	Position	Mesure 1	Mesure 2	Mesure 3	Moyenne	ecart type							
1	2	3,512	3,510	3,509	3,510	0,12%							
2	3	3,614	3,612	3,612	3,613	0,09%							
3	1	3,442	3,443	3,443	3,443	0,05%							
Couteau	Position	Mesure 1	Mesure 2	Mesure 3	Moyenne	ecart type							
1	3	3,453	3,453	3,450	3,452	0,14%							
2	1	3,595	3,596	3,598	3,596	0,12%							
3	2	3,371	3,370	3,370	3,370	0,05%							

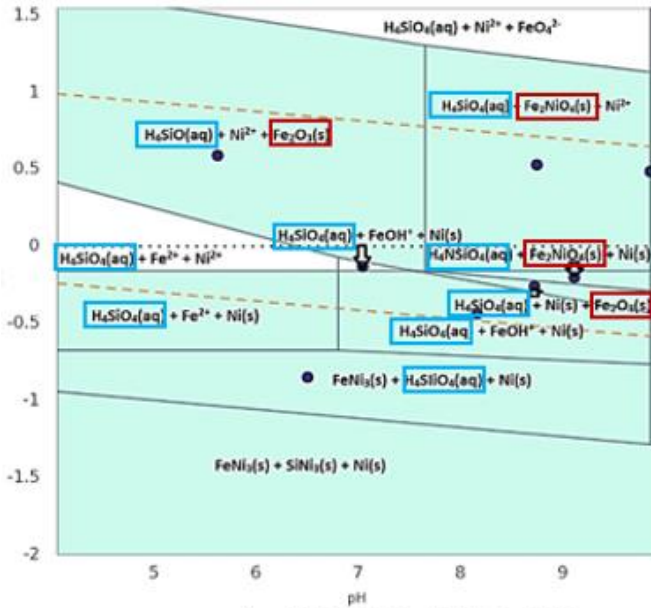


## Annexe II.4 : Paramètres caractéristiques du tambour hacheur d'ensileuses

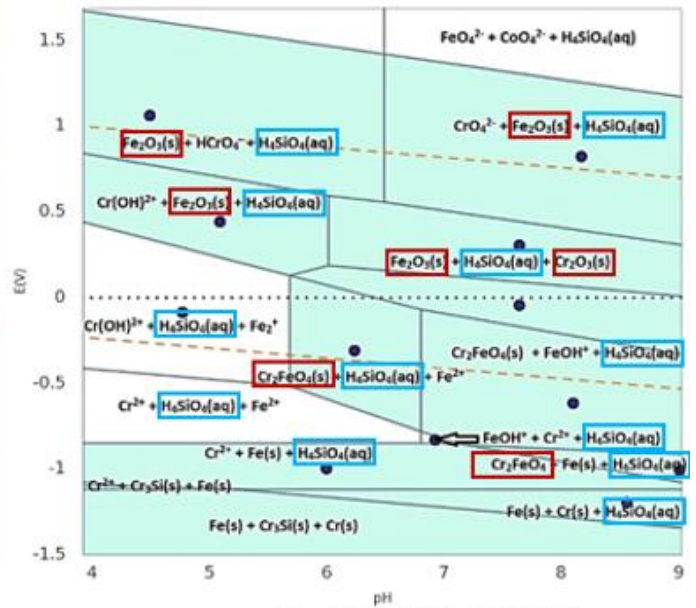
Marque	Modèle	Diamètre outils d (mm)	Fréquence de rotation n (trs/min)	Vitesse de coupe Vc (m/s) $V_c = (n \cdot \pi \cdot d) / (1000 \cdot 60)$	Nombre de couteaux Z	Nombre de rangées de couteaux R	Perimètre P (mm) $P = \pi \cdot d$	Distance inter-couteau Dc (mm) $D_c = P / (Z / R)$	Nombre de coupe par minute Nc (coupe/min) $N_c = n \cdot P / D_c$
FENDT	KATANA 85	720	1150	43,4	28	2	2261,9	161,6	16100
JOHN DEERE	8.800	670	1150	40,3	56	4	2104,9	150,3	16100
KRONE	BIG X 1100	660	1245	43,0	28	2	2073,5	148,1	17430
NEW HOLLAND	FR 850	710	1130	42,0	24	2	2230,5	185,9	13560
GOMEL	FS8060	630	1260	41,6	40	4	1979,2	197,9	12600
ROTSELMASH	RSM 1403	630	1200	39,6	24	2	1979,2	164,9	
	Moyenne			41,4				168,1	15032
	TEEMO	160	5000	41,9	3	1	502,7	167,6	15000

Annexe IV.1 : Diagramme de Pourbaix édités via Materials Project [30] pour les alliages a) Ni<sub>84</sub>Fe<sub>12</sub>Si<sub>4</sub>, b) Cr<sub>42</sub>Fe<sub>42</sub>Si<sub>16</sub>, c) Ni<sub>76</sub>Cr<sub>12</sub>Fe<sub>12</sub> et d) Ni<sub>84</sub>Cr<sub>12</sub>Si<sub>4</sub>. Les phases d'oxides métalliques solides sont encadrées en rouge et les composés en solution aqueuse en bleu.

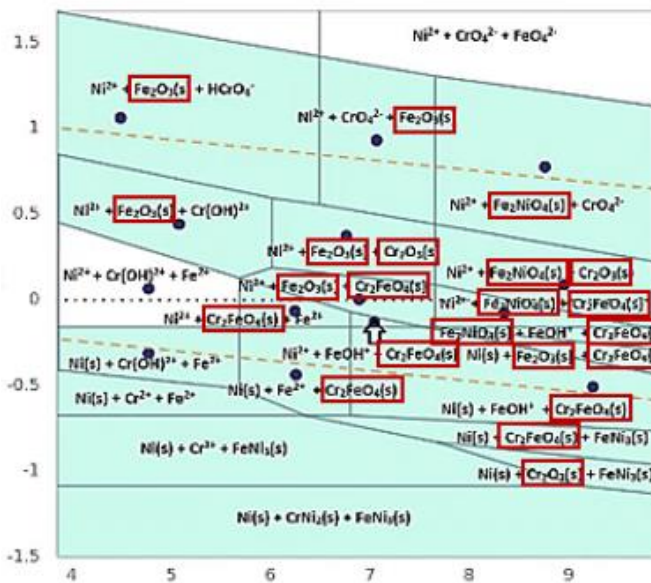
**a) Ni<sub>84</sub>Fe<sub>12</sub>Si<sub>4</sub>**



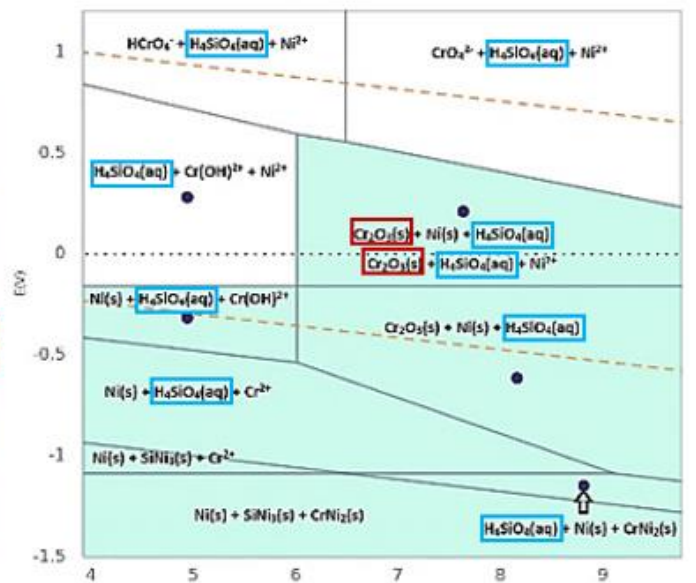
**b) Cr<sub>42</sub>Fe<sub>42</sub>Si<sub>16</sub>**



**c) Ni<sub>76</sub>Cr<sub>12</sub>Fe<sub>12</sub>**



**d) Ni<sub>84</sub>Cr<sub>12</sub>Si<sub>4</sub>**



# Thibaut PERRIN

Doctorat : Matériaux, Mécanique, Optique, Nanotechnologie

Année 2021

## Elaboration et caractérisation de revêtements base Ni, obtenus par projection, pour outils de coupe agricoles

Sous l'impulsion du développement technologique et démographique, les exploitations agricoles ont évolué et les équipements agricoles se sont perfectionnés. Les machines sont fortement sollicitées, ainsi la durabilité des outils de coupe étant des pièces d'usure est devenue un enjeu stratégique. L'application d'un revêtement Cermet (céramique-métal) est alors largement utilisée industriellement, notamment par projection flamme-poudre. Dans une optique d'amélioration de la performance des outils, cette étude vise à augmenter la résistance de ce revêtement. La technologie de rechargement laser, qui permet d'appliquer des revêtements à forte teneur en carbure dans une matrice nickel, présente un fort potentiel. Un comparatif est réalisé entre les deux technologies de dépôt, puis, une étude paramétrique est menée sur la poudre appliquée par rechargement laser. Les effets de la composition de la matrice, de la densité apparente de la poudre de carbure de tungstène, de sa proportion massique et de sa granulométrie sur les propriétés physico-chimiques, mécaniques, tribologiques et fonctionnelles des revêtements sont étudiés. Le laser prévient la décarburation, affine la microstructure et favorise la précipitation de phases intermétalliques par rapport à la flamme sans amélioration claire de la résistance du dépôt. L'étude paramétrique a montré que l'utilisation d'une poudre de carbure dense et dure, une teneur massique en carbure de 50 % et une granulométrie fine améliore la résistance du revêtement lors des essais de frottement et de coupe.

Mots clés : outils de coupe – durée de vie (ingénierie) – nickel, alliages – usure (mécanique) – machines agricoles – traitements de surfaces par laser – carbure de tungstène.

## Development and Characterization of Sprayed Ni based Coatings, for Agricultural Cutting Tools

Driven by technological and demographic development, farms have evolved and agricultural equipment has improved. The machines are heavily used and maintenance operations are limited. As cutting tools are wearing parts, their durability has become a strategic issue. The application of Cermet composite coating is then widely used industrially, in particular by flame-powder spraying. To improve the performance of the tools, this study aims to increase the resistance of this coating to the degradation mechanisms. The laser cladding technology which can applying coatings with high carbide content has great potential. A comparison is made between the two deposition technologies, then a parametric study is carried out on the powder applied by laser cladding. The effect of the composition of the NiCrBSi matrix, the bulk density of the tungsten carbide powder, its mass ratio and its particle size are studied on the physicochemical, mechanical, tribological and functional properties of the coatings. Laser technology prevents carbide decarburation, refines the matrix structure and promotes intermetallic phase precipitation over flame - powder spraying without a clear improvement in deposit strength. The parametric study showed that the use of a dense and hard carbide powder, a carbide mass content of 50% and a fine particle size improves the resistance of the coating during friction and cutting tests.

Keywords: cutting tools – service life (engineering) – nickel alloys – mechanical wear – agricultural machinery – laser surfaces treatment – tungsten carbide.

Thèse réalisée en partenariat entre :

