

وزارة التعليم العالي و البحث العلمي

UNIVERSITE BADJI MOKHTAR  
BADJI MOKHTAR UNIVERSITY



Faculté des Sciences  
Département de Physique

Mémoire  
Présenté en vue de l'obtention du diplôme de

MAGISTER

En Science des matériaux

---

---

**Elaboration et caractérisation des matériaux de revêtements  
de types  
(Ni-Al-Zn) par projection thermique (torche)**

---

---

**Option : Matériaux supraconducteurs et diélectriques**

Par

**CHOUIT Faïrouz**

**Directeur de mémoire: Abdelaziz DRICI M.C. Univ. Badji Mokhtar – Annaba**

**Devant le jury**

**Président : Abdelaziz HIMOUR M.C. Univ. Badji Mokhtar – Annaba**

**Examineur: Mohamed GUERIOUNE Pr. Univ. Badji Mokhtar – Annaba**

**Examineur: Abdelaziz AMARA M.C. Univ. Badji Mokhtar – Annaba**

**Membre invité: Yamina BERREDJEM Dr. C. Univ. de Souk-Ahras**

**Membre invité: Abdelaziz BENALDJIA C.C. Univ. Badji Mokhtar - Annaba**

**Année 2008**

يرتكز ه العمل على دراسة الخصائص البنيوية و المورفولوجية و كذلك الخصائص الميكانيكية  
لأكسيد الألمنيوم ( $Al_2O_3$ ) و نيكل الألمنيوم (Ni-5wt%Al), المتوضعة على صفيحة من الفولاذ  
A37 ه  
المادة المراد طليها على شكل مسحوق داخل لهب دو حرارة تصل إلى  $12000^\circ$  . ه ا اللهب يعمل  
على صهر ه إسقاطها على لسطح المراد طليه.  
بنية ه ددت بواسطة انعراج الأشعة السينية X. كما قمنا بدراسة تأثير سمك ه  
الطلاءات على الخصائص البنيوية, المورفولوجية و الميكانيكية. في حين أظهرت التحاليل البنيوية  
لطلاءات الألمنيوم ظهور الطور  $Al_2O_3$  -, وطلاءات نيكل الألمنيوم أبرزت ظهور أطوار جديدة  
Ni<sub>3</sub>Al NiO ك:  
تجارب الصلابة تمت بواسطة قياسات Vickers. أما قياسات خشونة الطلاءات تمت لتحديد حالة  
. و ه ه القياسات أظهرت أنه كلما كان الطلاء سمكا (السمك لا يتعدى  $35\mu m$ )

## Abstract

The work of this thesis is based on the microstructural and morphological study as well as mechanical properties of alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) and nickel aluminide (Ni-5wt%Al) deposited on substrate from A37 steel. These coatings are elaborated by plasma spray which consists of introducing the initial feedstock material, in the form of powder, into a flame of temperature is  $12000^\circ\text{C}$ , melting it and spraying it then spraying it on surface to coat.

The coatings structure was determined by X ray diffraction and the influence of their thickness on structural, morphological and mechanical was studied. Although the deposit layers of alumina are shown an evolution in  $\text{Al}_2\text{O}_3$  phase, the coatings of nickel aluminide are presented a formation of new phases such  $\text{Ni}_3\text{Al}$  et  $\text{NiO}$  phase.

The Vickers microhardness was employed in the aim of measuring the hardness of the alumina coatings. The roughness measurements of the surface was realized for determine surface state. These measurements are shown that more the coatings are thick (thickness less than  $35\mu\text{m}$ ) more it is hard and less rough.

## Résumé

Le travail de ce mémoire est basé sur l'étude microstructurale et morphologique ainsi que les propriétés mécaniques des matériaux de revêtement de l'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) et le nickel d'aluminium (Ni-5wt%Al) déposés sur un acier A37 d'usage courant. Ces revêtements sont élaborés par la projection plasma qui consiste à introduire le matériau d'apport, sous forme de poudre, dans une flamme de température de  $12000^\circ\text{C}$ , à le porter à l'état fondu ou pâteux puis le projeter sur la surface à revêtir.

La structure des dépôts a été déterminée par la diffraction des rayons X. L'influence de l'épaisseur des revêtements sur les propriétés structurales, morphologique et mécaniques a été étudiée. Bien que les analyses structurales des dépôts d'alumine ont montré une évolution de la phase  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , les dépôts de nickel aluminium ont présenté une formation de nouvelles phases tels que la phase  $\text{Ni}_3\text{Al}$  et  $\text{NiO}$

L'essai de la microdureté Vickers a été employé pour mesurer la dureté des revêtements d'alumine. Les mesures de la rugosité de surface ont été effectuées dans le but de déterminer l'état de surface. Ces mesures ont montré que plus le revêtement est épais (l'épaisseur ne dépasse pas  $35\ \mu\text{m}$ ) plus il est dur et moins rugueux.

# Remerciements

*Je remercie ALLAH le Tout-puissant de m'avoir donné le courage, la volonté et la patience de mener à terme ce présent travail.*

*Ce travail a été réalisé au Laboratoire d'Etude et de Recherche des Etats Condensés (LEREC), Département de physique, Université Badji Mokhtar, Annab et .au sein de la société de maintenance des équipements industriels (MEI), filiale de SONELGAZ à M'sila.*

*Je tiens d'abord à remercier **Monsieur A.Drici** Maître de conférences à l'université Badji Mokhtar, Annaba qui a dirigé l'ensemble de ce travail, pour ces conseils et son aide.*

*Je tiens à remercier **Abdelaziz Himour** d'avoir accepté de présider le jury de ce mémoire.*

*Je remercie particulièrement Monsieur le professeur **M.Guerioune** de m'avoir accueilli dans son laboratoire et mis à notre disposition les équipements nécessaires et d'être membre du jury.*

*J'adresse mes remerciements à **Monsieur A. Amara** pour son aide, ses conseils et d'être membre du jury.*

*Je tiens à remercier **Monsieur A. Benaldjia** pour son aide, ses encouragements et d'être membre invité du jury.*

*Je tiens à remercier **Mlle Yamina Berredjem** d'être membre invité du jury.*

*J'adresse aussi mes sincères remerciements à **Monsieur Belhadi Atman** responsable au service MEI et à toute l'équipe travaillant avec lui pour leur coopération, conseils et de m'avoir aidé jusqu'au bout.*

*Je remercie l'équipe du centre de recherche scientifique et technique en soudage et contrôle URASM-CSC pour la préparation des échantillons et la caractérisation.*

*Je remercie ma famille qui m'a toujours soutenu et me poussé vers la réussite.*

*Je remercie infiniment mes amis **Fatma Riahi** et **Miloud Ibir** pour leur aide, sans oublier la **maman de Saoussen**.*

*Je tiens à remercier chaleureusement tous ceux qui ont participé à la concrétisation de ce travail, plus particulièrement ma deuxième famille **Les Berbadj**, mes amis **Nina et son mari Salim, Mounira, Sonia, Saliha, Linda, Choubeila et Sihem** et mes collègues surtout **Farouk et Hafs Ali**.*

*J'adresse mes remerciements aux membres du laboratoire enseignants, doctorants, post graduant et chercheurs.*

# *Dédicaces*

*A l'âme de **mes parents**, que dieu le Tout-Puissant leur accorde Paix et Miséricorde.*

*A mes chers frères : **Djamel, Amar et Nour Eddine***

*A mes chères sœurs : **Fouzia, Nour El Houda et Fatima***

# LISTE DES TABLEAUX

---

## CHAPITRE I

---

| Tableau | Titre   | Page |
|---------|---|------|
| I-1     | Quelques propriétés des différentes phases d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 14   |
| I-2     | Quelques caractéristiques de Ni et Al                                       | 15   |
| I-3     | Quelques caractéristiques des phases du système Ni-Al                       | 16   |

---

## CHAPITRE II

---

| Tableau | Titre  | Page |
|---------|--|------|
| II-1    | Analyse du substrat par la fluorescence des rayons X         | 20   |
| II-2    | Eléments constitutifs du procédé de la projection plasma     | 22   |
| II-3    | Paramètres de projection de Ni-5wt%Al                        | 24   |
| II-4    | Paramètres de projection de l'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 25   |

---

## CHAPITRE III

---

| Tableau | Titre  | Page |
|---------|--|------|
| III-1   | Valeurs du paramètre cristallin a calculé des différents dépôts d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 36   |
| III-2   | Valeurs du paramètre cristallin a calculé des différents dépôts du Ni-5wt%Al                     | 40   |



|       |  |    |
|-------|--|----|
| III-3 | Valeurs de la microdureté de l'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> en fonction de l'épaisseur | 41 |
| III-4 | Valeurs de la rugosité de l'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> en fonction de l'épaisseur    | 41 |
| III-5 | Valeurs de rugosité en fonction de l'épaisseur du revêtement de Ni-5wt%Al                | 42 |



# LISTE DES FIGURES

---

## CHAPITRE I

---

| Figure | Titre  | Page |
|--------|--|------|
| I.1    | Schéma de principe de la projection thermique  | 5    |
| I.2    | Schéma du principe d'un pistolet flamme poudre   | 6    |
| I.3    | Schéma d'un pistolet flamme fil  | 7    |
| I.4    | Principe de fonctionnement d'un canon à détonation   | 8    |
| I.5    | Principe de fonctionnement de HVOF   | 9    |
| I.6    | Principe de fonctionnement de projection arc-fil   | 9    |
| I.7    | Principe de fonctionnement de projection plasma  | 11   |
| I.8    | Représentation schématique des différents paramètres influent en projection plasma             | 12   |
| I.9    | Illustration schématique de la coupe d'un dépôt en croissance réalisé par projection thermique | 13   |
| I.10   | Diagramme de phase du système Ni-Al  | 17   |

---

## CHAPITRE II

---

| Figure | Titre   | Page |
|--------|---|------|
| II.1   | PRINCIPE DE FONCTIONNEMENT DU CHALUMEAU                 | 22   |
| II.2   | Éléments constitutifs de la projection plasma           | 23   |
| II.3   | Photo du microscope optique Olympus BX51                | 29   |
| II.4   | Appareil de mesure de rugosité MITUTOYO SurfTest SJ-301 | 30   |

---

## CHAPITRE III

---

| Figure | Titre   | Page |
|--------|---|------|
| III.1  | Spectre des rayons X de la poudre d' $\text{Al}_2\text{O}_3$                                | 33   |
| III.2  | Spectre des rayons X de dépôt d' $\text{Al}_2\text{O}_3$ de l'épaisseur de 22 $\mu\text{m}$ | 34   |

|       |  |    |
|-------|--|----|
| III.3 | Spectre des rayons X du dépôt d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> de l'épaisseur de 29 µm | 34 |
| III.4 | Spectre de rayons X de dépôt d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> de l'épaisseur de 35 µm  | 35 |
| III.5 | Photo par microscope optique de la poudre de projection Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 37 |
| III.6 | Photo par microscope optique du revêtement d'Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .          | 38 |
| III.7 | Spectre des rayons X de la poudre de Ni-5wt%Al.  | 38 |
| III.8 | Spectre des rayons X de dépôt de Ni-5wt%Al sur un substrat non chauffé.                | 39 |
| III.9 | Spectre des rayons X de dépôt de Ni-5wt%Al sur un substrat chauffé à 150°C.            | 39 |

# LISTE DES ANNEXES

|          |    |
|----------|----|
| Annexe 1 | 51 |
|----------|----|



| <b>Tables des matières</b>                                     |    |
|--|----|
| <b>Liste des tableaux</b>                                      |    |
| <b>Liste des figures</b>                                       |    |
| <b>Liste des annexes</b>                                       |    |
| <b>Introduction générale</b>                                   |    |
| <b>Chapitre I : Etude bibliographique</b>                      |    |
| <b>I- Introduction</b>   | 4  |
| <b>II- La projection thermique</b>                             | 4  |
| II-1- Principe du procédé                                      | 4  |
| <b>III- Les différents procédés de la projection thermique</b> | 5  |
| III-1- Projection flamme                                       | 5  |
| III-1-1. Flamme poudre   | 5  |
| III-1-2. Flamme fil  | 6  |
| III-1-3. Flamme hypersonique                                   | 7  |
| III-1-3-1. Projection au canon à détonation                    | 7  |
| III-1-3-2. HVOF  | 8  |
| III-2- projection par arc électrique entre deux fils           | 10 |
| III-3- projection plasma                                       | 10 |
| III-3-1. Projection par plasma d'arc                           | 10 |
| 3-1-1. Plasma  | 10 |
| 3-1-2. Principe  | 10 |
| 3-1-3. La source de chaleur                                    | 11 |
| III-3-2. Paramètres influencent la projection plasma           | 11 |
| <b>IV- substrat</b>  | 12 |
| IV-1- Préparation de surface du substrat                       | 13 |
| <b>V- Construction des dépôts</b>                              | 13 |
| <b>VI- Les matériaux de projection</b>                         | 14 |

|  |    |
|--|----|
| VI-1- L'Alumine  | 14 |
| VI-2- Nickel aluminium                                   | 15 |
| • L'Aluminium et le Nickel                               | 15 |
| • Le système Ni-Al                                       | 16 |
| <b>Chapitre II : Procédures expérimentales</b>           |    |
| <b>I- Introduction</b>                                   | 19 |
| <b>II- Matériaux de base</b>                             | 19 |
| II-1- Poudres à projetées                                | 19 |
| II-1-1. Ni-5 wt %Al                                      | 19 |
| II-1-2. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                   | 19 |
| II-2- Substrat   | 20 |
| <b>III- Projection plasma</b>                            | 20 |
| III-1- Mode de fonctionnement                            | 21 |
| III-2- Eléments constitutifs du procédé                  | 22 |
| III-3- Paramètres de projection                          | 23 |
| III-3-1. Ni-5wt%Al                                       | 23 |
| III-3-2. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>                  | 24 |
| <b>IV- Techniques d'analyses</b>                         | 25 |
| IV-1- Préparation métallographique                       | 25 |
| IV-2- Les différentes techniques de caractérisations     | 27 |
| IV-2-1. Diffraction des rayons X (DRX)                   | 27 |
| IV-2-2. Microscope optique                               | 28 |
| IV-2-3. Le Rugosimètre                                   | 29 |
| IV-2-4. Mesure de la microdureté Vickers                 | 30 |
| <b>Chapitre III : Résultats et discussions</b>           |    |
| <b>I- Caractérisations structurales et morphologique</b> | 33 |
| I-1- Alumine   | 33 |
| I-1-1. Diffraction par rayons X (DRX)                    | 33 |

|                                     |    |
|-------------------------------------|----|
| • Calcul des paramètres cristallins | 36 |
| I-1-2. Observation optique          | 37 |
| I-2- Nickel aluminium Ni-5wt%Al     | 38 |
| • Calcul des paramètres cristallins | 40 |
| <b>II- Essais mécaniques</b>        | 41 |
| II-1- Alumine                       | 41 |
| II-1-1. Microdureté                 | 41 |
| II-1-2 Rugosité                     | 41 |
| II-2 Nickel aluminium Ni-5wt%Al     | 42 |
| II-2-1 Rugosité                     | 42 |
| <b>Conclusion générale</b>          |    |
| <b>Références</b>                   | 47 |

# Introduction Générale





## Introduction Générale

L'apparition des revêtements par projection thermique date de 1909 avec l'invention du Dr Max Schoop portant sur la projection de plomb fondu à l'aide d'un vaporisateur, puis de plomb en poudre à travers une flamme oxy-acétylène. Les revêtements sont fréquemment réalisés sur des surfaces des matériaux pour servir l'un ou plus des raisons suivantes:

- protection de la surface de l'environnement qui peut produire la corrosion ou d'autres réactions de détérioration.
- Amélioration de l'apparence de la surface

Et le choix du meilleur processus de déposition dépendra :

- Des exigences fonctionnelles (taille, la forme, métallurgie du substrat)
- L'adaptabilité du matériau de revêtement à la technique choisie
- Le niveau d'adhésion à acquérir
- Le coût et la disponibilité de l'équipement

La projection thermique est un terme général qui regroupe l'ensemble des procédés auquel un matériau d'apport porté à l'état fondu ou pâteux est accéléré et transporté jusqu'au substrat sur lequel il se solidifie. Elle permet de déposer des métaux et des céramiques sur des pièces qui peuvent être de grandes surfaces et des géométries complexes. La projection plasma est parmi les techniques les plus utilisées du fait de la diversité des matériaux d'apport à déposer. Ce procédé est employé, en particulier, pour déposer des matériaux à haute température de fusion tels que des alliages métalliques, réfractaires ou des céramiques.

Les principales applications des dépôts réalisés par projection plasma sont : la résistance à l'usure et à la corrosion, l'isolation thermique et électrique, ...etc. Ces dépôts sont actuellement utilisés dans la plupart des secteurs industriels et en particulier, l'automobile (têtes de soupapes, pistons,...), l'aéronautique (ailettes de turbines fixes, chambre de combustion,...), le nucléaire (modérateurs) et la chimie.

Le problème de la corrosion ne date pas d'aujourd'hui mais il existe depuis des ères ce qui implique l'emploi de certains matériaux possédant des propriétés répondant aux besoins de l'industrie. Les matériaux les plus utilisés comme des revêtements protecteurs contre la corrosion, l'usure sont l'alumine ( $Al_2O_3$ ) et le système nickel d'aluminium (Ni-Al). Ces matériaux sont d'un grand intérêt technologique en raison de leurs remarquables propriétés mécaniques et thermiques, à savoir une grande résistance et un haut point de fusion. Ils sont également résistants à la corrosion à haute température.

Le but de ce mémoire est de réaliser des revêtements de plusieurs épaisseurs à partir d'un matériau métallique ductile le nickel d'aluminium (Ni-5wt%Al) et une céramique dure l'alumine ( $Al_2O_3$ ) sur un substrat en acier A37. Il a été étudié dans ce travail les propriétés structurales pour déterminer les différentes phases de nos échantillons et estimé la taille des grains. La morphologie des revêtements réalisés a été observée par microscope optique. Nous avons fait des mesures mécaniques pour déterminer la rugosité et la microdureté des dépôts.

Le premier chapitre est consacré à une brève étude bibliographique sur les différents procédés de la projection thermique, en particulier la projection par plasma, les propriétés physico-chimiques des matériaux considérés dans ce mémoire.

Le deuxième chapitre décrit la technique de la projection plasma utilisé pour déposer les revêtements de Ni-5wt%Al, l' $Al_2O_3$  et les étapes suivi pour réaliser ces dépôts ainsi les différentes méthodes de caractérisation.

Enfin, le dernier chapitre présente tous les résultats obtenus avec discussions et interprétation.

# Chapitre I

## Etude Bibliographique



## I- Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter dans une première partie une synthèse bibliographique sur la projection thermique et ces différentes méthodes ainsi qu'une brève illustration sur la projection par plasma qui est la technique employée pour réaliser nos dépôts, et dans la seconde partie, on va présenter les propriétés physico-chimiques des matériaux de revêtements de (Ni-5 wt% Al) et d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  par projection plasma qui vont être l'objet de ce mémoire.

## II- La projection thermique

La **projection thermique** fait partie des techniques de traitement de surface par voie sèche. Cette technique regroupe un ensemble de procédés utilisés pour réaliser des revêtements épais (quelques dizaines de micromètres à quelques centaines généralement) de nature très variées sur des substrats (pièce à revêtir) tout aussi variés.

### II-1- Principe du procédé

La projection thermique consiste à utiliser une source de chaleur (flamme, arc électrique, plasma) pour fondre un matériau d'apport ou le porter à l'état pâteux, puis le projeter sur la surface à revêtir sur laquelle il se solidifie (fig. I.1). [1, 6, 7, 9]. La matière à déposer, sous forme de poudre, de fil, de cordon ou de baguette est fondue totalement ou partiellement dans une source de chaleur. Un gaz vecteur permet une pulvérisation de la matière, et le transport des gouttelettes ainsi formées qui heurtent, s'étalent et se solidifient sur la surface à revêtir, formant un dépôt par empilements successifs. [1, 3, 4, 9]

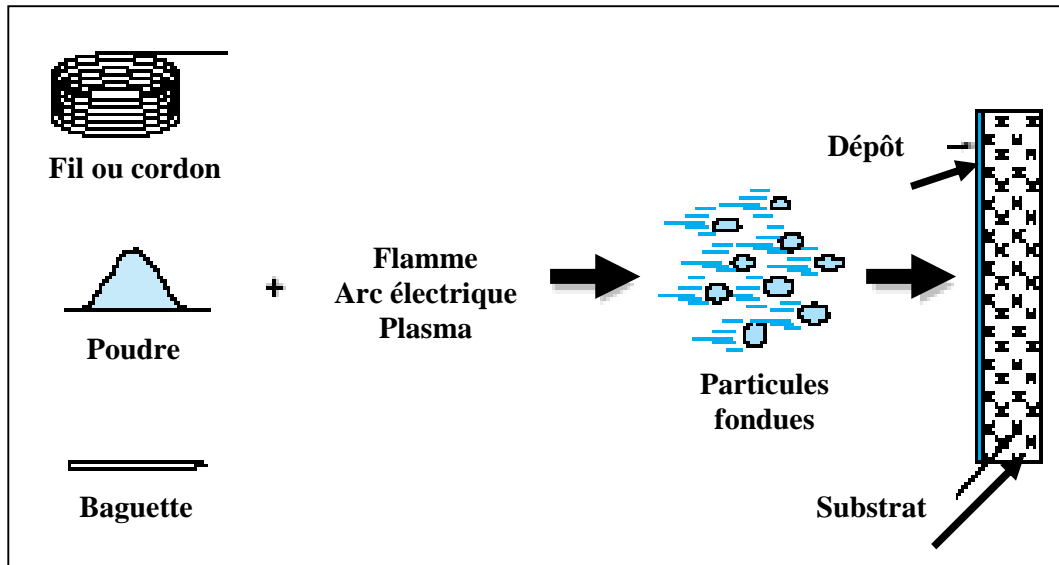


Figure I.1: Schéma de principe de la projection thermique [1]

### III- Les différents procédés de la projection thermique

#### III-1- Projection flamme

On désigne par le nom de projection flamme toute projection utilisant l'énergie thermique provenant de la combustion d'un carburant avec l'oxygène. La température d'une flamme oxy-combustible varie de 2800°C à 3150°C. Les matériaux qui fondent à une température inférieure à 2800°C, et qui ne subliment pas, peuvent être projetés.

Il existe deux types de projection par flamme qui sont à flamme poudre et fil :

##### III-1-1- Projection flamme poudre

Le procédé de projection par flamme est le procédé de projection thermique le plus ancien, consistant à introduire un matériau sous forme de poudre dans une flamme oxy-combustible et à le véhiculer jusqu'au substrat grâce à l'énergie cinétique transmise par les gaz de combustion (fig. I.2). [1, 9] Les températures de la flamme sont de l'ordre de 3000 °C. La vitesse des particules projetées par la flamme est faible (~ 50 m / s) et c'est pourquoi elles sont souvent accélérées avec de l'air. La distance entre la buse et le substrat est comprise entre 100 et 200 mm afin que les particules de poudre aient un temps de

séjour suffisamment long pour être fondus. Ce procédé permet d'obtenir des dépôts de quelques dixièmes à quelques centièmes de millimètre d'épaisseur, à des taux horaires de dépôt d'environ 1 à 3 kg/h, sans échauffement important du substrat ( $T < 250^{\circ}\text{C}$ ). [1, 6-9] Les taux de porosité varient de 10 à 20% avec un rendement moyen de 50 %. La force d'adhérence des dépôts au substrat est de 20 à 40 MPa. [1]

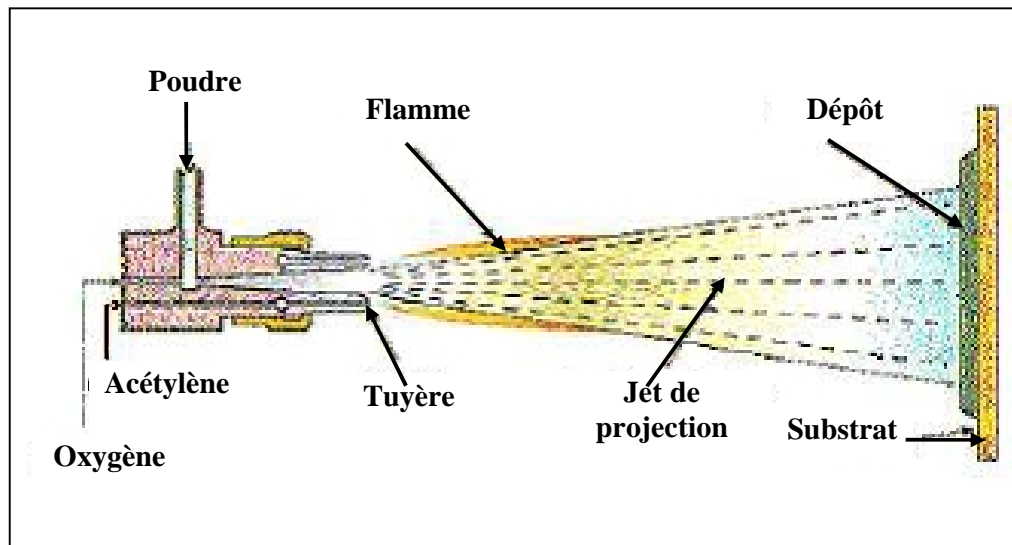


Figure I.2: Schéma du principe d'un pistolet flamme poudre [9]

### III-1-2- Projection flamme fil

Dans cette technique (fig. I.3) le matériau d'apport est introduit dans le centre de la flamme sous forme de fil, de cordon, ou de baguette. Ce procédé utilise les mêmes gaz que ceux utilisés en projection flamme poudre et qui ne sert qu'à faire fondre le matériau. Une fois fondu, le matériau d'apport est projeté sur le substrat par un courant d'air comprimé, celui-ci sert à l'atomisation de l'extrémité fondue des fils. La vitesse des particules est plus élevée ( $\sim 150\text{m/s}$ ), la température du bout de fil peut atteindre 0.95 fois la température de la flamme ce qui permet la projection des céramiques, à des taux horaires de dépôts qui varient de 1 à plus de 30 kg/h en fonction du matériau, les propriétés de dépôts désirées et les diamètres de fil ou de baguettes utilisés. [1, 9]

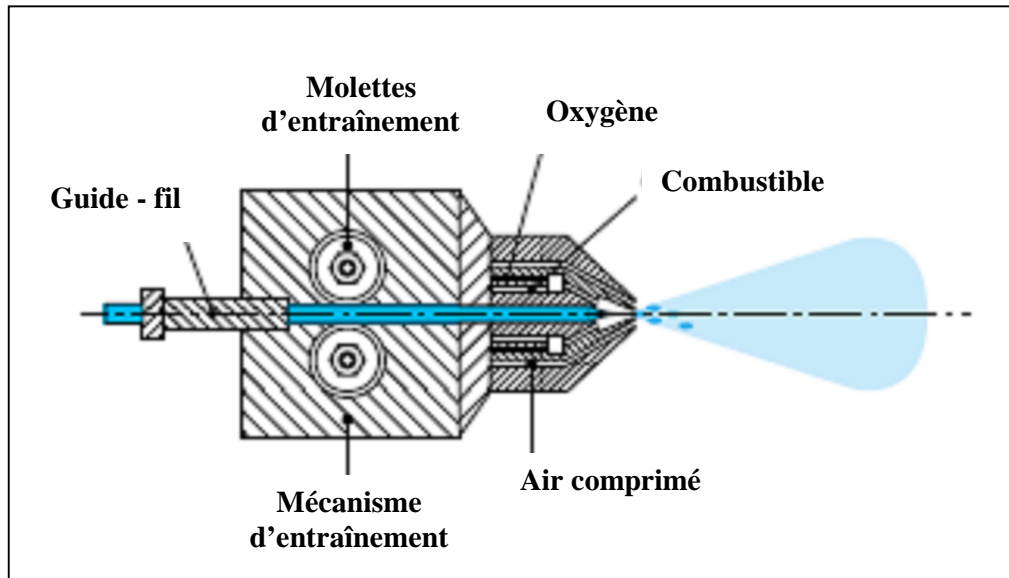


Figure I.3: Schéma d'un pistolet flamme fil [1]

### III-1-3- Flamme hypersonique

Cette projection tient son nom de la vitesse très élevée de sortie des gaz qui se situe entre Mach 1 et Mach 2, et est présentée par de procédés qui sont :

- La projection hypersonique à tir discontinu : canon à détonation.
- La projection hypersonique à tir continu : HVOF (**H**igh **V**elocity **O**xy **F**uel).

#### III-1-3-1- Projection au Canon à détonation

Dans ce procédé le matériau d'apport, sous forme de poudre, est introduit dans un tube fermé à une extrémité appelé canon à détonation (fig. I.4), en même temps que les gaz de combustion (généralement oxygène et acétylène). Ce mélange explose grâce à une étincelle, à la fréquence de 6 à 8 allumages par seconde. La poudre est ainsi chauffée et éjectée à très grande vitesse (950 m/s) par l'onde de choc créée et qui se propage dans le tube avec une surpression de l'ordre de 2 MPa. Le régime de projection est donc discontinu et entre chaque tir, un balayage avec un gaz neutre est pratiqué. Les dépôts réalisés avec ce procédé possèdent des caractéristiques remarquables telles que la porosité qui est inférieure à 1% et une adhérence qui est souvent supérieure à 80 MPa, à des taux horaires de dépôts de l'ordre de 3 à 5 kg/h. [1, 9]

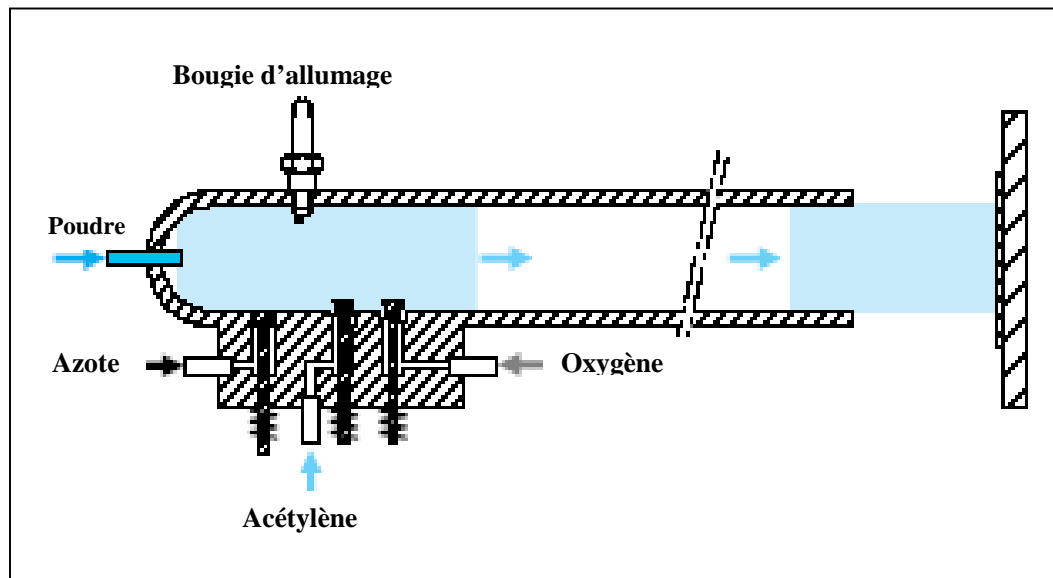


Figure I.4: Principe de fonctionnement d'un canon à détonation [1]

### III-1-3-2- HVOF

Elle utilise également une torche à flamme mais la géométrie spéciale de la tuyère et l'ajout d'une chambre de combustion (où règne une pression de 5 à 7 bars), suivie d'une tuyère convergente-divergente, permettant d'atteindre des vitesses de gaz supersoniques de 1800 à 2200 m/s et des températures de 2500 à 2800°C (fig. I.5).[2] Le matériau à projeter, généralement sous forme de poudre, est injecté à l'aide d'un gaz neutre dans la flamme où il est fondu et accéléré dans la tuyère à une vitesse de 300 – 600 m/s. Les pressions importantes atteintes dans le pistolet n'autorisent pas l'utilisation de l'acétylène comme gaz combustible (risque d'explosion). [10-14] Pendant leur temps de séjour très court (quelques dixièmes de millisecondes) dans la flamme, les particules sont généralement chauffées à l'état pâteux, l'énergie cinétique (vitesse > 300 m/s) acquise permettant cependant la réalisation de dépôts caractérisés par une faible porosité (< 2%), une bonne adhérence (70- 100 MPa) et une faible rugosité de surface. [1]



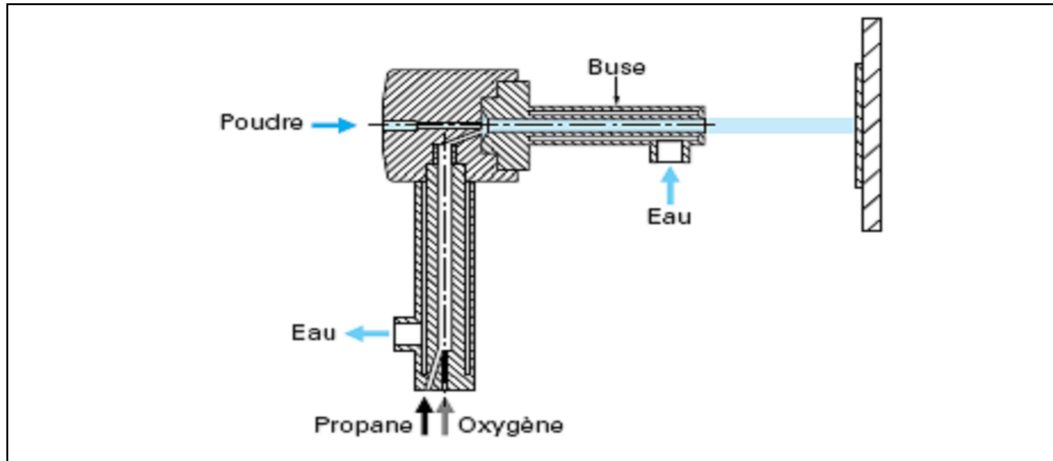


Figure I.5: Principe de fonctionnement de HVOF [1]

### III-2- projection par arc électrique entre deux fils

Cette technique consiste à faire éclater un arc électrique entre deux électrodes sous formes de fils ductiles consommables comme source de chaleur pour fondre le matériau (fig. I.6). Celui-ci, réduit à l'état de gouttelettes, est pulvérisé sur le substrat par un jet d'air comprimé. Les pistolets à arc électrique sont alimentés par des générateurs à courant continu avec des tensions d'arc comprises entre 25 et 40 V, pour des intensités de courant allant de 100 à 500 A. Ce procédé de projection est simple et économique mais limité aux matériaux conducteurs et tréfilables ; le récent développement des fils fourrés céramiques tend à y remédier. [2, 9]

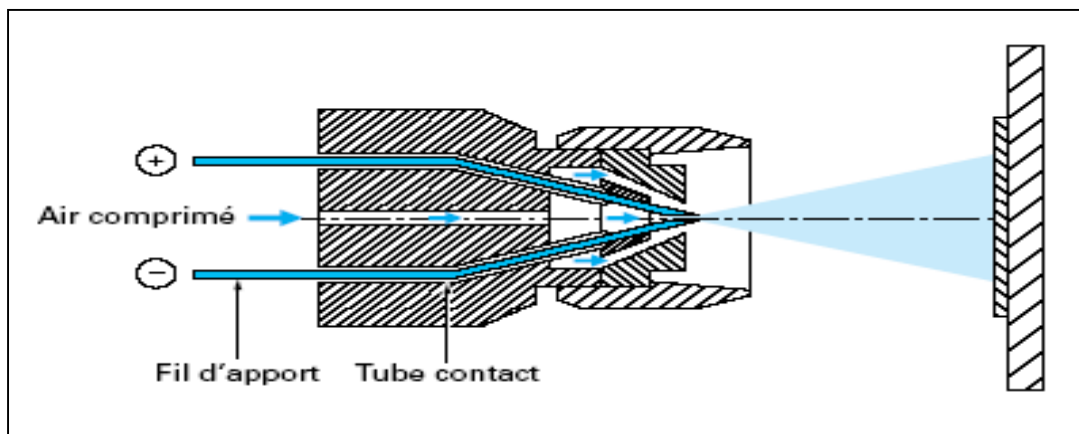


Figure I.6 : Principe de fonctionnement de projection arc-fil [1]

### **III-3- Projection plasma**

#### **III-3-1- Projection par plasma d'arc**

##### **III-3-1-1- Plasma**

Le plasma est considéré comme 4ème état de la matière. C'est un gaz ionisé constitué d'une collection des molécules, atomes, ions et électrons dont l'ensemble est électriquement neutre. [1, 17]

La génération de plasma nécessite l'emploi de trois éléments fondamentaux :

- Une source de puissance (générateur à courant continu)
- Une décharge ionisant le gaz (générateur haute fréquence ou haute tension)
- Un couplage assurant le contact entre deux électrodes via le gaz plasma

##### **III-3-1-2- Principe de la projection plasma**

C'est cette technique qui a été utilisée pour déposer nos échantillons, elle utilise comme source thermique un arc électrique de forte intensité (plusieurs centaines d'ampères) éclatant entre deux électrodes, dans un plasma gazeux, initié par une décharge haute fréquence en général (fig. I.7). Le flux gazeux, ainsi porté à très haute température (15000 à 20 000 °C), est étranglé dans une tuyère, et s'échappe de la buse à vitesse élevée de 1000 à 1500 m/s. [15] C'est à l'intérieur de ce jet de plasma à haute énergie que l'on injecte le matériau d'apport sous forme de poudre véhiculée par un gaz porteur, généralement de l'argon. Les particules sont fondues et transportées par ce jet de gaz sur le substrat. [1, 2, 9] Les détails de la projection thermique par plasma seront développés au chapitre II.

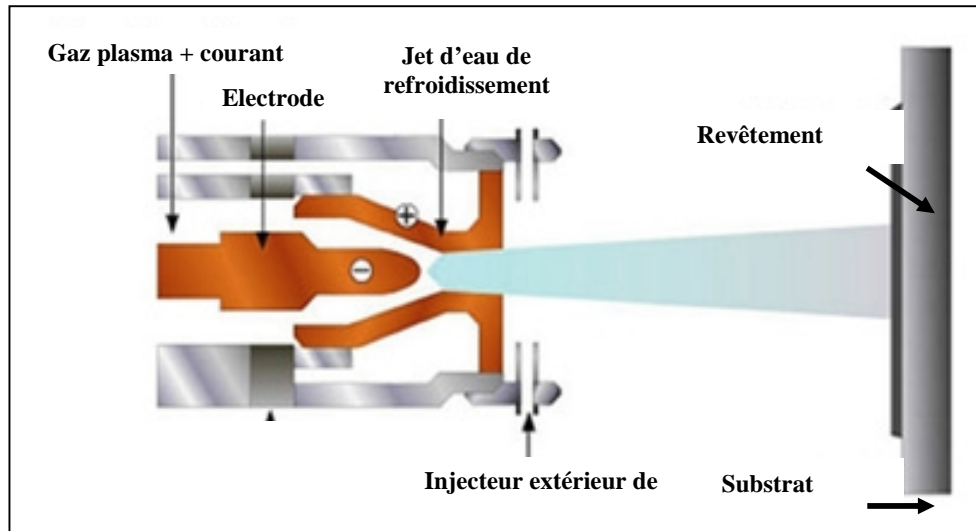


Figure I.7 : Principe de fonctionnement de projection plasma

### III-3-1-3- La source de chaleur

La source de chaleur doit pouvoir fournir suffisamment de chaleur au matériau pour qu'il puisse atteindre la fusion (transfert thermique) et produire un jet gazeux capable de transporter les particules jusqu'au substrat (transfert cinétique). En effet, ces transferts régissent l'étalement et la solidification des particules, qui influencent considérablement les propriétés du dépôt. [2]

### III-3-2- Les paramètres influençant la projection plasma

La morphologie et les propriétés des dépôts dépendent de nombreux paramètres expérimentaux, relatifs principalement à :

- La nature du matériau à projeter,
- La source de chaleur,
- L'atmosphère environnante,
- Le substrat.

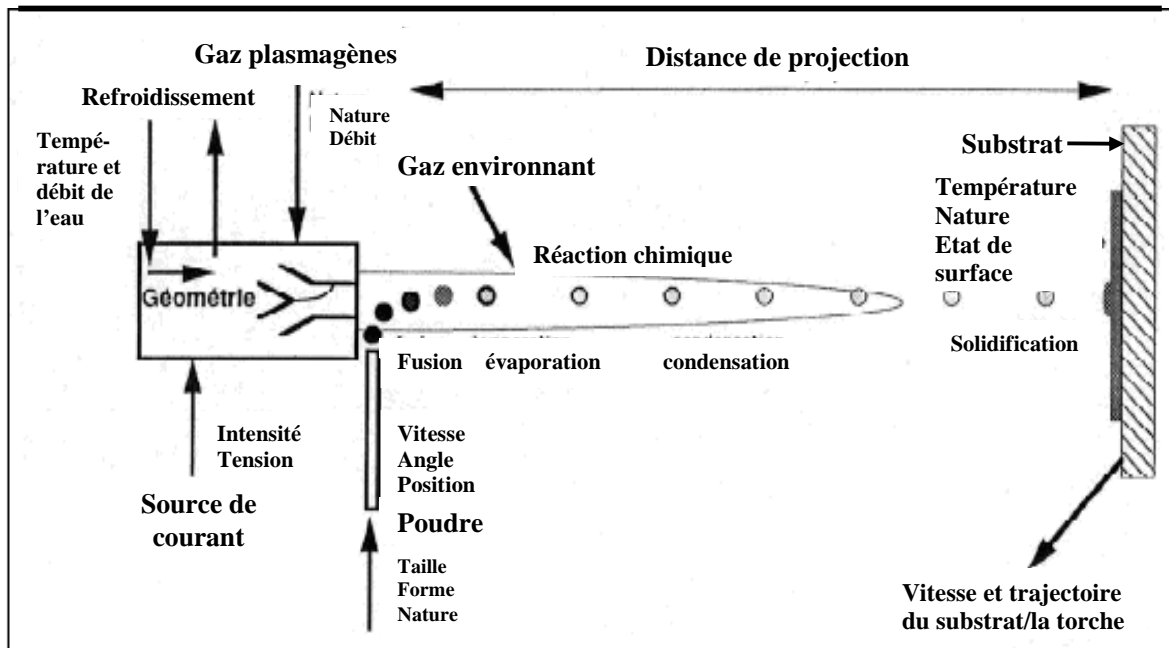


Figure I.8 : Représentation schématique des différents paramètres influent en projection plasma [16]

#### IV- Le substrat

L'état physico chimique de la surface du substrat a un rôle très important sur la formation des dépôts (structure des lamelles) du revêtement et donc sur son adhérence. Cette propriété est en effet un critère de qualité car elle assure le bon accrochage du revêtement au substrat.

##### IV-1- Préparation de la surface du substrat

La préparation de surface du substrat est une opération indispensable avant de réaliser des dépôts par projection thermique et elle consiste à effectuer :

**Création de rugosité** par un traitement mécanique appelé "sablage" pour permettre aux particules en fusion ou à l'état pâteux de s'ancrer dans les irrégularités de surface créées et assurer le bon accrochage mécanique.

Un **nettoyage de la pièce traitée** pour éliminer toute matière contaminante (graisse, poussières, inclusions superficielles,...) est généralement par ultrasons ou par solvant [1,9]. Les nettoyeurs peuvent être des solvants ou des lessives.

Il est à noter que le sablage crée des contraintes de compression dans le substrat au voisinage de la surface sablée

## V- Construction des dépôts

La formation du revêtement est obtenue par l'impact, la déformation, la solidification rapide et l'empilement successif des gouttelettes fondues ou à semi-fondues sur le substrat. La structure ainsi formée est de type lamellaire [35, 36] comportant éventuellement des oxydes, de micro-porosités, des fissurations, des zones de contact entre lamelles et avec le substrat plus ou moins parfaites. La manière dont les gouttelettes s'étalent et se solidifient influe sur les caractéristiques du dépôt et notamment sur sa porosité. Les mécanismes d'étalement et de solidification des particules sont relativement complexes, car ils dépendent de l'énergie cinétique et thermique des gouttelettes, de leur viscosité et de leur mouillabilité vis à vis du matériau substrat, de la nature et de l'état de surface du substrat ainsi que de sa température. [1, 23-25, 34]

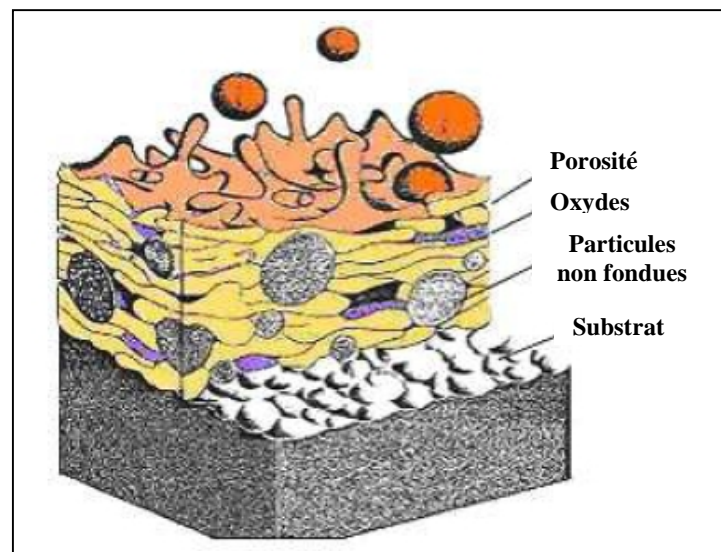


Figure I 9 : Illustration schématique de la coupe d'un dépôt en croissance réalisé par projection thermique [33]

## VI- Les matériaux de projection

Les matériaux les plus utilisés comme des revêtements protecteurs contre la corrosion et l'usure sont  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et Ni-Al. Ces matériaux sont d'un grand intérêt technologique en raison de leurs remarquables propriétés mécaniques et thermiques, à savoir une grande résistance et un haut point de fusion. Ils sont également résistants à la corrosion à haute température.

### VI-1- L'Alumine

L'alumine est l'un des plus importantes céramiques, il prend cette importance des variétés de propriétés qu'il possède telle que son haut point de fusion qui atteint  $2050^\circ\text{C}$ , une résistance électrique très élevée de l'ordre de  $10^{-18}$  /cm et une transmission optique excellente. Sa dureté, sa résistance à l'usure sont les plus supérieurs parmi les oxydes, il est aussi chimiquement stable et irréactif. L'alumine existe en plusieurs phases, les plus importantes sont la phase  $\theta$ ,  $\gamma$  et  $\kappa$ . La phase  $\alpha$  est thermodynamiquement stable à toutes les températures supérieures à son point de fusion et elle existe sous forme de corindon ou saphir, tandis que les autres phases sont métastables. Cette grande variété dans de phases rend l'alumine très important dans plusieurs applications, par exemple la phase  $\alpha$  et  $\kappa$  sont largement utilisés autant que des revêtements résistants à l'usure vue leurs grande dureté et leurs stabilité thermique, alors que les phases  $\theta$  et  $\gamma$  sont plus convenant pour les applications catalytiques à cause de leur faible énergie de surface. [2, 19, 22]

| Phase                        |                     | $\theta$                         | $\gamma$                                   | $\kappa$          |
|------------------------------|---------------------|----------------------------------|--|-------------------|
| Densité (kg/m <sup>3</sup> ) | 3980                | 3560                             | 3200                                       | -                 |
| Gap (ev)                     | 8.8                 | -                                | -  | -                 |
| Point de fusion (°C)         | 2051                | $\theta \longrightarrow$<br>1050 | $\gamma \longrightarrow \delta$<br>700-800 | -                 |
| Paramètres de maille (Å)     | a=4.759<br>c=12.911 | a=5.64<br>b=2.92<br>c=1.17       | a=7.911                                    | a=9.71<br>c=17.86 |
| Système cristallin           | hexagonal           | monoclinique                     | cubique                                    | hexagonal         |

*Tableau I.1 : Quelques propriétés des différentes phases d'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [19]*

## VI-2- Nickel d'aluminium

- **L'Aluminium et le Nickel**

L'Aluminium fondant bien avant le nickel, nous pourrions étudier la formation d'alliage en phase solide jusqu'à la température de fusion de l'Al, sur un substrat cristallin qui restera bien ordonné avec peu de défauts.

Les principales caractéristiques du nickel et de l'aluminium qui nous intéressent sont résumées dans le tableau ci-dessous.

|   | Ni                     | Al                     |
|---|------------------------|------------------------|
| Numéro atomique                             | 28                     | 13                     |
| Masse atomique (g/mol)                      | 58,1                   | 26,98                  |
| Densité volumique (atomes/cm <sup>3</sup> ) | 9,140.10 <sup>22</sup> | 6,021.10 <sup>22</sup> |
| Structure cristallographique                | cubique face centrée   | cubique face centrée   |
| Paramètre de maille à 300 K (Å)             | 3,524                  | 4,050                  |
| Température de fusion (°C). [21]            | 1453                   | 660                    |

*Tableau I.2 : Quelques caractéristiques de Ni et Al [19]*

- **Le système Ni-Al**

C'était en 1964 que le système Ni-Al a été introduit autant que matériau auto-adhérent (self-bonding) et devient très rapidement le matériau de choix utilisé comme sous couche. La force d'adhérence du Ni-Al est plus supérieure que les matériaux réfractaires [18]. Ces alliages sont d'un grand intérêt technologique en raison de leurs remarquables propriétés mécaniques et thermiques, à savoir une grande résistance et un haut point de fusion. Ils sont également résistants à la corrosion à haute température, cette propriété étant due à la formation de couches protectrices d'alumine à leur surface. Pour toutes ces, l'utilisation de ses alliages est très développée dans les domaines de l'aéronautique (turbo-réacteurs), du stockage d'énergie et de la microélectronique [19].

Le système intermétallique Al-Ni présente un diagramme de phase complexe (fig. I.10) où l'on note l'existence de plusieurs composés définis ordonnés jusqu'à haute température.

Le tableau ci dessous résume quelques propriétés cristallographiques de deux phases ordonnées.

|                              | Ni <sub>3</sub> Al | NiAl    |
|------------------------------|--------------------|---------|
| Structure cristallographique | CFC                | CC      |
| Paramètres de maille (Å)     | a=3.561            | a=2.887 |
| Température de fusion (°C)   | 1385               | 1638    |

**Tableau I.3 :** *Quelques caractéristiques des phases du système Ni-Al [19]*



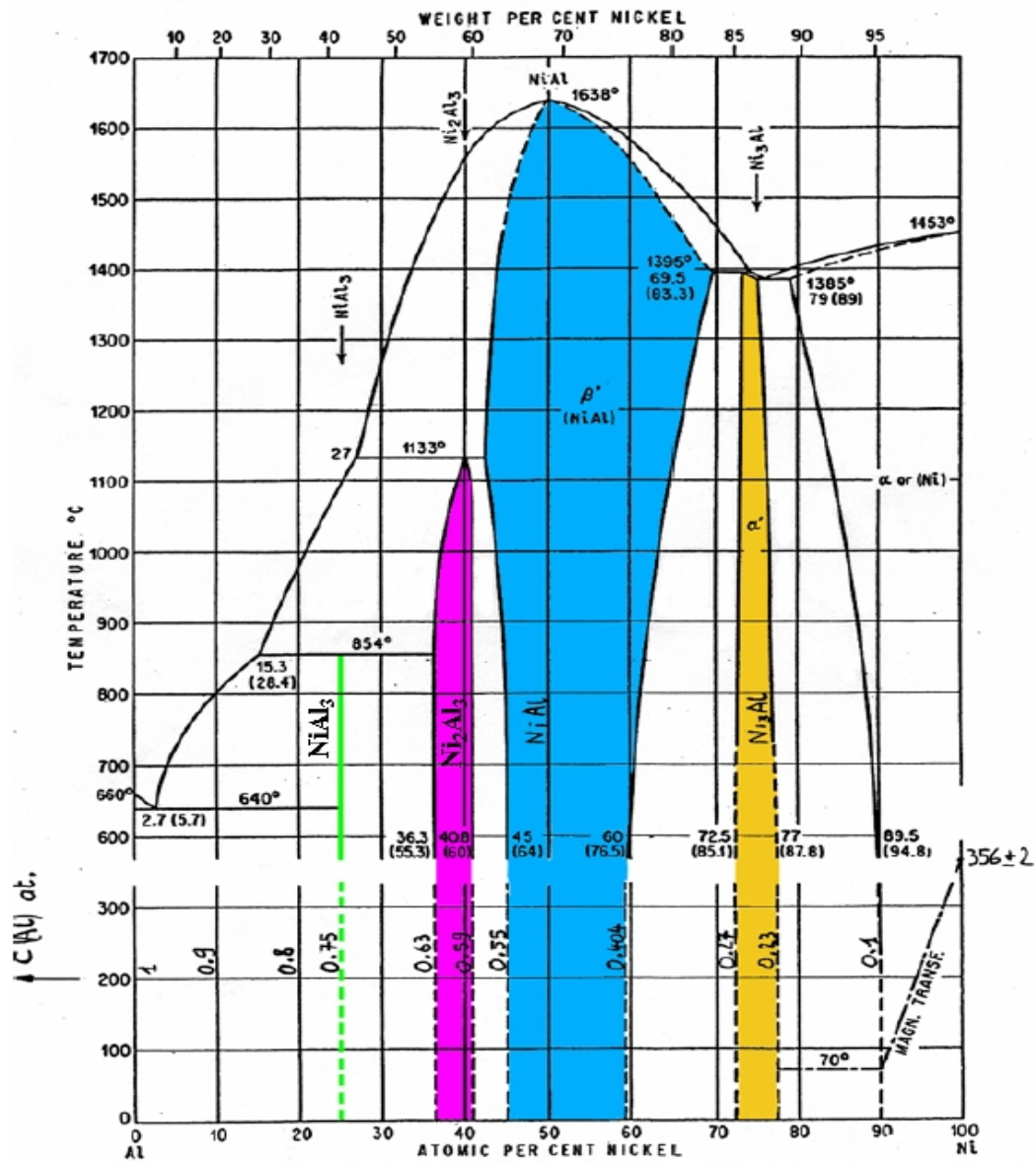


Figure I.10 : Diagramme de phase du système Ni-Al

# Chapitre II

## Procédures expérimentales



## **I- Introduction**

On présente dans ce chapitre les techniques d'élaboration des couches de revêtements de l'alumine et du système Ni-Al, ainsi qu'une présentation générale des différentes techniques de caractérisation de ces dépôts.

## **II- Les matériaux de base**

Les matériaux employés dans cette étude pour réaliser des revêtements par projection plasma sont la céramique  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et l'intermétallique Ni-5wt%Al.

### **II-1- les poudres à projetés**

#### **II-1-1. Ni-5wt%Al**

La poudre du nickel aluminium (99.9% de pureté,  $-90 + 5 \mu\text{m}$  de taille) est généralement employé comme sous couche vue les remarquables propriétés qu'elle possède, telle que sa température de fusion très élevée, une force d'adhérence très grande ainsi qu'une résistance à la corrosion très importante. Une quantité de poudre du nickel d'aluminium de **500g** a été employé pour construction de nos échantillons.

#### **II-1-2. $\text{Al}_2\text{O}_3$**

La poudre de l'alumine employée dans ce travail est une poudre de haute pureté (99.9%) et de taille de grains de  $15 \mu\text{m}$ . Cette céramique dure est généralement utilisée comme revêtements à cause de ses propriétés uniques telle que la résistance à la corrosion à haute température, un haut point de fusion qui est de l'ordre de  $2050^\circ\text{C}$  et une résistivité électrique très élevée. Pour réaliser nos dépôts, nous avons utilisé une quantité de poudre d'alumine de **500g**.

Les poudres à projeter ont été :

- Etuvées dans un four à 80°C pendant 07 heures en vue de chasser toute trace d'humidité pouvant nuire à la qualité du dépôt
- Mélangées manuellement afin d'assurer une bonne homogénéité granulométrique

## II-2- Le substrat

Le substrat utilisé, dans cette étude, est un acier A37 relatif à un acier à bas carbone non allié d'usage courant. Le substrat est de  $(6 \times 2 \times 1.8)\text{cm}^3$  de dimensions. La teneur en pourcentage massique des éléments constituant le substrat, obtenu à l'aide d'une analyse par fluorescence aux rayons X, est représentée dans le tableau ci-dessous :

|      | Analyse par fluorescence aux rayons X                          |       |       |       |       |        |       |       |       |       |
|------|--|-------|-------|-------|-------|--------|-------|-------|-------|-------|
|      | Carbone et soufre par spectrométrie d'absorption en infrarouge |       |       |       |       |        |       |       |       |       |
|      | Teneur des éléments en % massique                              |       |       |       |       |        |       |       |       |       |
|      | C  | Mo    | Cu    | Ni    | Mn    | Cr     | P     | Si    | V     | S     |
| Tôle | 0.059  | 0.007 | 0.119 | <0.03 | 0.231 | Traces | 0.050 | 0.044 | <0.01 | 0.010 |

*Tableau II.1 : Analyse du substrat par la fluorescence des rayons X*

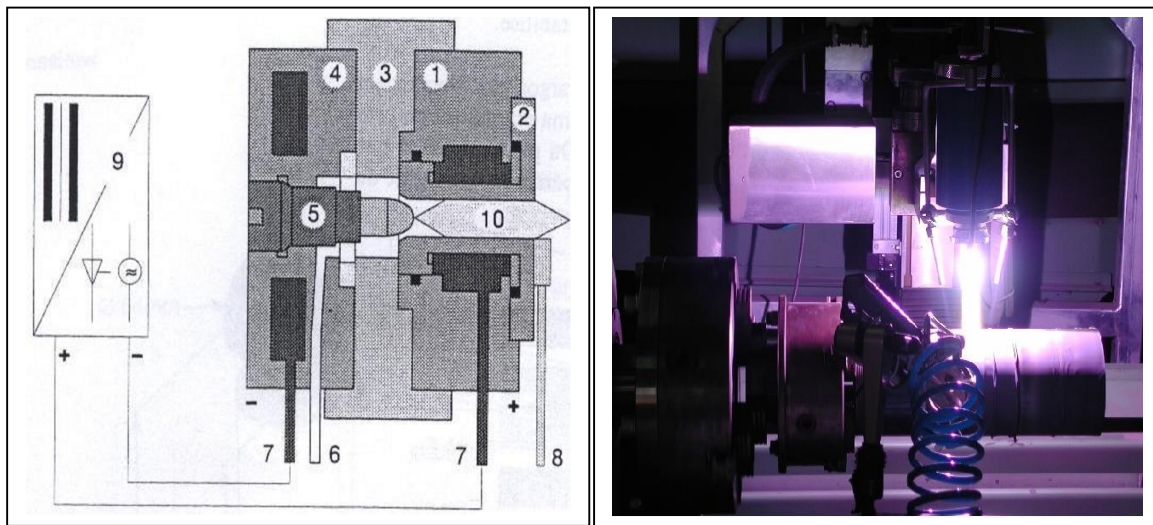
Afin de créer une rugosité de 4-6  $\mu\text{m}$  sur la surface du substrat, on a utilisé un sablage au corindon brun G N°12 sec et propre, de granulométrie de l'ordre de 500 $\mu\text{m}$ , sous une pression de 5,5 bars pendant 10 min. Une telle rugosité est nécessaire pour assurer un bon accrochage du revêtement aux éprouvettes. Après la rugosification, et dans le but d'éliminer les particules de sables incrustées dans les creux et toutes traces de graisses, un nettoyage avec un acide de Perchloretylène est indispensable. Ensuite, on a effectué un séchage des dégraissants avec de l'air comprimé.

### **III- La projection plasma**

La projection par plasma est largement utilisée pour réaliser des revêtements du fait de la diversité des matériaux d'apport à déposer. Ce procédé est employé, en particulier, pour déposer des matériaux à haut point de fusion tels que les alliages métalliques ou des céramiques.

#### **III-1- Mode de fonctionnement**

Comme source de chaleur, la projection plasma utilise un arc électrique dans une buse. L'arc réchauffe un courant de gaz à une température très élevée [jusqu'à plus de 20000°C]. Comme gaz on utilise principalement l'argon, l'hydrogène, l'azote ou l'hélium. Par suite de la température élevée, il se produit un accroissement de volume important du gaz. Le gaz sort à grande vitesse de la buse. Dans les chalumeaux plasma modernes, la vitesse du jet plasma atteint la vitesse du son ou davantage. Dans ce jet plasma à forte énergie, la matière de revêtement sous forme de poudres est introduite à l'aide d'un gaz porteur. Les particules sont fondues et déposées sur le matériau de base ayant subi un traitement préalable.



- |                                |  |
|--------------------------------|--|
| 1. support anode               | 6. Gaz plasma                                  |
| 2. Anode                       | 7. Raccordements du chalumeau (eau et courant) |
| 3. corps intermédiaire isolant | 8. Injecteur de poudre                         |
| 4. Support cathode             | 9. Source de courant /unité d'allumage         |
| 5. Cathode                     | 10. Jet plasma                                 |

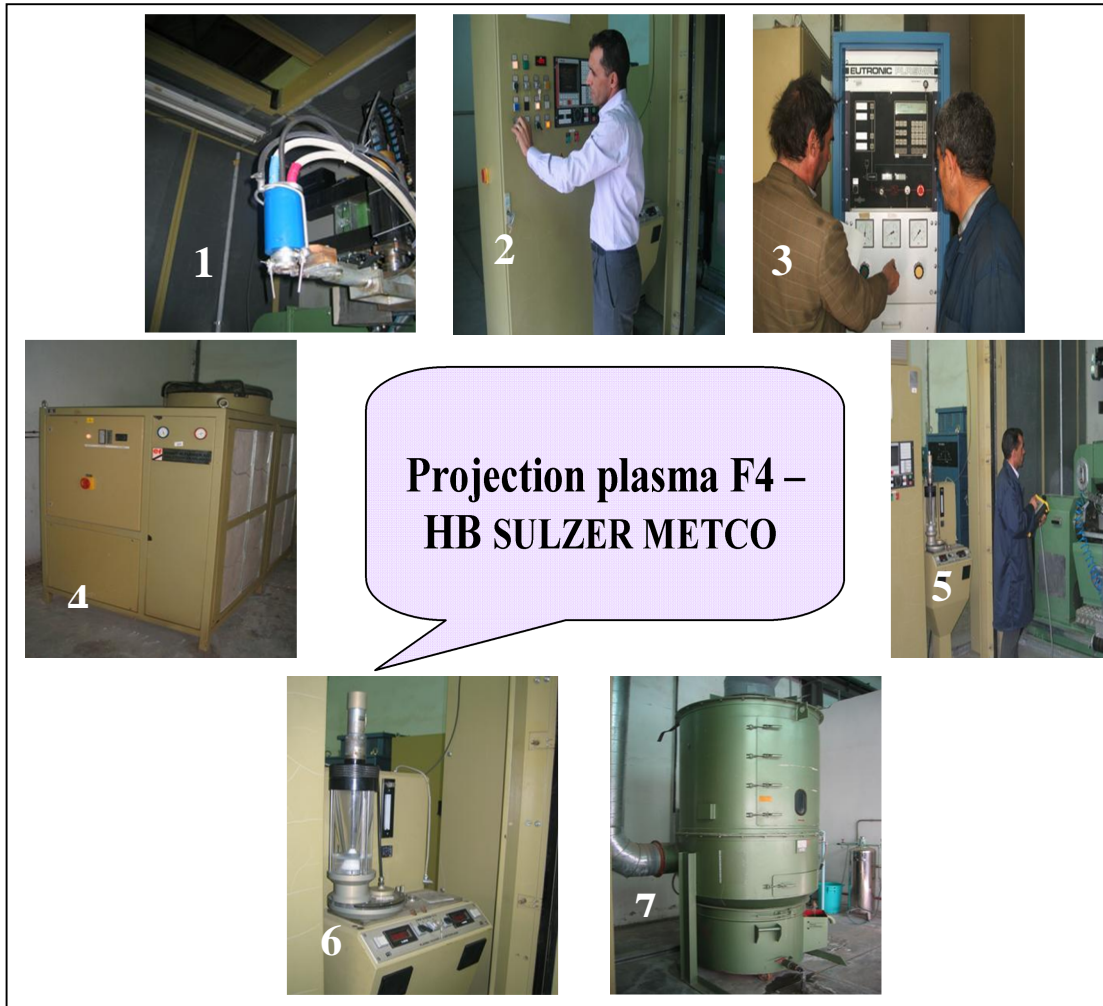
Figure II.1 : Principe de fonctionnement du chalumeau

### III-2- Eléments constitutifs du procédé

L'équipement proposé se compose des éléments suivants :

| N° de l'élément | Nom de l'élément   |
|-----------------|--|
| <b>1</b>        | Torche de projection F4 –HB SULZER METCO                         |
| <b>2</b>        | Armoire de commande type CC-855 Castollin+Eutectic               |
| <b>3</b>        | Source de courant type TS 800 Castollin+Eutectic, puissance 80kw |
| <b>4</b>        | Refroidisseur de la torche type FC-250                           |
| <b>5</b>        | Commande numérique CNC et tour automatisé                        |
| <b>6</b>        | Distributeur de poudre TIWN10C                                   |
| <b>7</b>        | Extraction et dépoussiérage des fumées                           |

Tableau II.2 : Eléments constitutifs du procédé de la projection plasma



**Projection plasma F4 –  
HB SULZER METCO**

Figure II. 2 : Eléments constitutifs de la projection plasma

### III-3- Les paramètres de projection

Les paramètres de dépôts des matériaux d'apport employés dans cette étude, sont présentés dans les tableaux suivants :

### III-3-1. Ni-5wt%Al

Le dépôt du nickel d'aluminium, a été réalisé sur deux types de substrats. Le premier revêtement a été déposé sur un substrat non chauffé et le deuxième sur un substrat chauffé jusqu'à 150°C. Les paramètres de projection sont déterminés selon la société Sulzer Metco et ils sont résumés dans le tableau ci-dessous :

| Poudre               | Nature                             | Ni-5wt.Al                |                                     |                          |                                |     |     |
|----------------------|------------------------------------|--------------------------|-------------------------------------|--------------------------|--------------------------------|-----|-----|
|                      | Référence                          | Amdry 956 (Sulzur-Metco) |                                     |                          |                                |     |     |
| Paramètres Plasma    | Pression Ar (bar)                  | 6                        |                                     | Débit équivalent (l/min) |                                | 55  |     |
|                      | Pression H2 (bar)                  | 6                        |                                     | Débit équivalent (l/min) |                                | 9.4 |     |
|                      | Intensité de courant(A)            | 600                      |                                     | Tension (V)              |                                | 75  |     |
| Paramètres de poudre | Pression Gaz porteur Ar (bar)      | 3                        |                                     |                          | Débit équivalent (l/min)       |     | 33  |
|                      | Rotation plateau Poudrier (tr/min) | 24                       |                                     |                          | Type racleur                   |     | L   |
|                      | Diamètre d'injecteur (mm)          | 1,8                      | Distance (mm)                       | 6                        | Angle (°)                      | 90  |     |
| Cinématique          | Distance de tire (mm)              | 120                      | Rotation support pièce (F) (tr/min) | 88                       | Vitesse de balayage (S) mm/min |     | 528 |

*Tableau II.3 : Paramètres de projection de Ni-5wt%Al*



### III-3-2. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

La réalisation de différentes épaisseurs du revêtement de l'alumine se fait par le l'augmentation de nombre de passe (aller-retour) de la torche sur le substrat. Les paramètres de projection sont récapitulés dans le tableau suivant :

| Poudre               | Nature                             | Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> |                                     |                          |                                |      |    |
|----------------------|------------------------------------|--------------------------------|-------------------------------------|--------------------------|--------------------------------|------|----|
|                      | Référence                          | Presi                          |                                     |                          |                                |      |    |
| Paramètres Plasma    | Pression Ar (bar)                  | 5                              |                                     | Débit équivalent (l/min) |                                | 46   |    |
|                      | Pression H2 (bar)                  | 7.2                            |                                     | Débit équivalent (l/min) |                                | 10.7 |    |
|                      | Intensité de courant (A)           | 530                            |                                     | Tension (V)              |                                | 71   |    |
| Paramètres de poudre | Pression Gaz porteur Ar (bar)      | 3.4                            |                                     |                          | Débit équivalent (l/min)       |      | 35 |
|                      | Rotation plateau Poudrier (tr/min) | 24                             |                                     |                          | Type racleur                   |      | L  |
|                      | Diamètre d'injecteur (mm)          | 1,8                            | Distance (mm)                       | 6                        | Angle (°)                      | 90   |    |
| Cinématique          | Distance de tire (mm)              | 110                            | Rotation support pièce (F) (tr/min) | 88                       | Vitesse de balayage (S) mm/min | 528  |    |

*Tableau II.4 : Paramètres de projection de l'Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>*

#### ➤ Autres données

- Vitesse linéaire 75m/min ;
- Pas = 6 ;

- Diamètre du support des plaquettes = 270 mm ;
- La longueur de balayage sur pièce est 100 mm (y compris 2x (20 mm) de débordement de part et d'autre des plaquettes)

➤ **Calculs des paramètres S et F**

- S (rotations) (tr/min) = vitesse linéaire (m/min) / périmètre (m)

$$S = 75 / 2 \cdot 0,135 = 88 \text{ tr/min}$$

- Vitesse d'avance de la torche (mm/min) = S x Pas

$$F = S \cdot \text{Pas} = 88 \cdot 6 = 528 \text{ mm/min}$$

#### **IV- Techniques d'analyses**

Avant d'accéder à toute analyse structurale, observations morphologiques ou essais mécaniques, les échantillons doivent subir une préparation métallographique [20].

##### **IV-1- Préparation métallographique**

Pour obtenir une surface agréable pour toutes caractérisations, il faut suivre les étapes suivantes :

1. tronçonnage
2. enrobage
3. pré polissage : papier abrasif de carbure de silicium (SiC) de différentes granulométries commençant par le plus grand (N°120) au plus petit (N°1000)
4. polissage de finition : se réalise par une pâte diamantée drap de velours

## IV-2- Les différentes techniques de caractérisations

### IV-2-1. Diffraction des rayons X (DRX)

L'appareillage utilisé est un diffractomètre Philips PANalytical X'Pert PRO Diffractometer. La longueur d'onde utilisée est celle du cuivre et elle est de l'ordre de  $1.5406 \text{ \AA}$ .

Cette technique d'analyse par diffraction des rayons X est basée sur l'interaction élastique d'un faisceau monochromatique de photons X avec la matière cristallisée. Elle permet la détermination des distances réticulaires des plans de diffraction, et la relation entre la longueur d'onde du faisceau incident ( $\lambda$ ), le paramètre réticulaire repéré par les indices de Miller ( $d_{hkl}$ ) et l'angle de diffraction ( $\theta$ ) est définie par la loi de Bragg (Eq. II.1) :

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

En combinant les indices de Miller ( $h k l$ ) et le facteur de multiplicité  $\lambda^2/4 a^2$ , on obtient des formules simples dérivées de la loi de Bragg pour les structures cristallines usuelles telles que :

- Les structures des cristaux **cubiques** (cfc, cc), l'équation II.1 peut être exprimée sous la forme (Eq. II.2)

$$\sin^2 \theta_{hkl} = (\lambda^2/4 a^2) (h^2 + k^2 + l^2) \quad (\text{II.2})$$

- Les structures cristallines tétraogonales et hexagonales, le rapport d'axes  $c/a$  est impliqué et l'équation de Bragg va être remplacée par les équations II.3 et II.4:

Structures **tétragonales** :

$$\sin^2 \theta_{hkl} = (\lambda^2/4 a^2) [(h^2 + k^2) + l^2 (a^2/c^2)] \quad (\text{II.3})$$

Structures **hexagonales**:

$$\sin^2 \theta_{hkl} = (\lambda^2/4 a^2) [(h^2 + hk + k^2) + l^2 (a^2/c^2)] \quad (\text{II.4})$$

- Les structures **orthorombiques**, l'équation II.1 est sous la forme suivante :

$$\sin^2 \theta_{hkl} = (\lambda^2/4 a^2) [h^2 + k^2 (a^2/b^2) + l^2 (a^2/c^2)] \quad (\text{II.5})$$

#### IV-2-2. Microscope optique

Les examens métallographiques permettent une première approche pour une compréhension des différentes microstructures des matériaux cristallins.

Le microscope utilisé dans cette étude est l'Olympus BX51, il permet l'observation des échantillons avec un agrandissement qui varie de 50 à 1000 fois. L'avantage de la microscopie optique c'est qu'elle nous permet l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée. Mais vu son faible résolution, il n'est possible de l'utiliser pour une observation fine des objets rugueux ou de petites tailles.

La figure II.3 montre le microscope optique, Olympus BX51, utilisé pour l'observation de nos échantillons.



**Figure II 3 : Photo du microscope optique  
Olympus BX51**

#### **IV-2-3. Le Rugosimètre**

Les mesures de la rugosité ont été réalisées à l'aide d'un appareil **MITUTOYO Surftest SJ-301**. Cet appareil est équipé d'un clavier (tactile et protégé de la poussière) et imprimante intégré. Les mesures des états de surface et les profils calculés s'affichent sur un écran à cristaux liquides de grande dimension. L'imprimante thermique intégrée peut fournir rapidement des résultats lisibles en différents formats.

Le SJ-301 (fig.II.4) enregistre jusqu'à 5 paramètres de mesure différents. Les résultats des mesures peuvent être enregistrés sur place. Une fois enregistrés, ces résultats peuvent être exploités et imprimés ultérieurement.



Figure II.4 : Appareil de mesure de rugosité MITUTOYO SurfTest SJ-301

#### IV-2-4. Mesure de la microdureté Vickers

Toutes les mesures de microdureté dans les phases des aciers étudiés dans ce travail sont effectuées avec un microduromètre **Mitsuzawa MXT70**, on appliquant une charge de 50g pendant 15s.

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

$$H = F/S \quad (\text{Eq. II.6})$$

Le pénétrateur du microduromètre Vickers est une pyramide à base carrée d'angle au sommet 136°, la forme de l'empreinte est donc carrée. Nous mesurons les deux diagonales  $d_1$  et  $d_2$  et qui sera utilisée pour le calcul de la dureté.

La dureté Vickers  $H_v$  est donnée par les relations suivantes :

$$H_v = 1.854 \cdot P(\text{Kgf})/d^2 \quad (\text{Eq. II.7})$$

$$H_v = 0.189 \cdot P(\text{N})/d^2 \quad (\text{Eq. II.8})$$

# Chapitre III

## Résultats et discussions





# I- Caractérisations structurales et morphologique

## I-1- Alumine

### I-1-1. Diffraction par rayons X (DRX)

L'équation de Bragg présentée dans le chapitre II comporte deux paramètres expérimentaux qui sont l'angle d'incidence du faisceau des rayons X par rapport à la famille de plans (hkl),  $\theta$ , et la longueur d'ondes de la radiation utilisée,  $\lambda$ .

Pour réaliser les conditions de diffusion sur une famille de plans (hkl), la longueur d'onde incidente est fixée et la variable prise est l'angle de diffraction  $2\theta$ . Il est possible d'identifier les phases présentes dans les alliages par les diagrammes de diffraction des rayons X, en comparant le spectre expérimental avec les fiches ASTM (JCPDS-ICDD 1997).

- Avant dépôt :

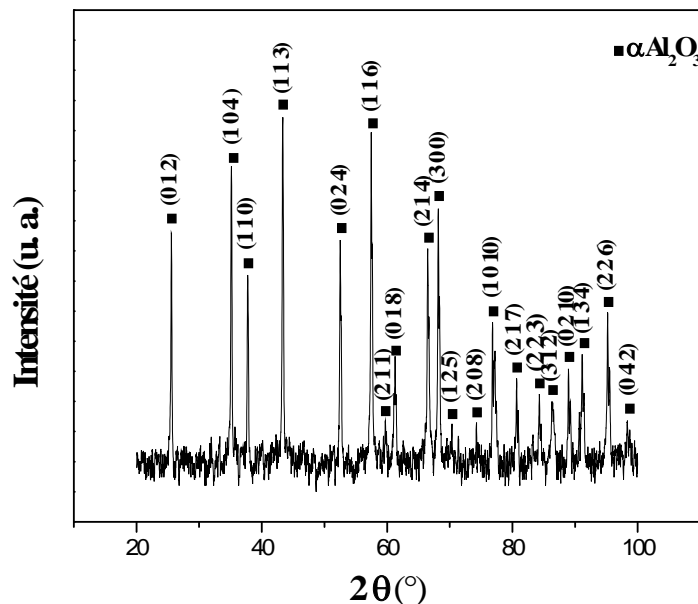


Figure III.6: Spectre des rayons X de la poudre d'  $\text{Al}_2\text{O}_3$

Les rayons X de la poudre de projection de l'alumine avant dépôt montrent la présence des pics très intense de la phase  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

- Après dépôt :

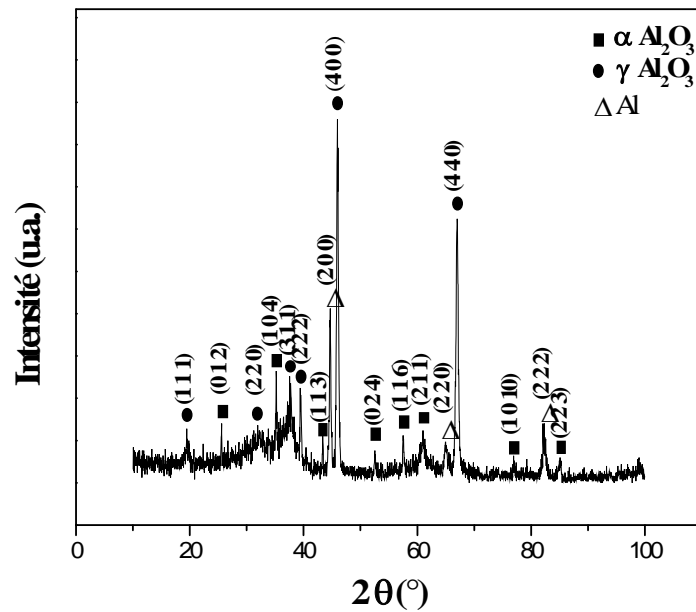


Figure III. 7: Spectre des rayons X de dépôt d'  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de l'épaisseur de 22  $\mu\text{m}$

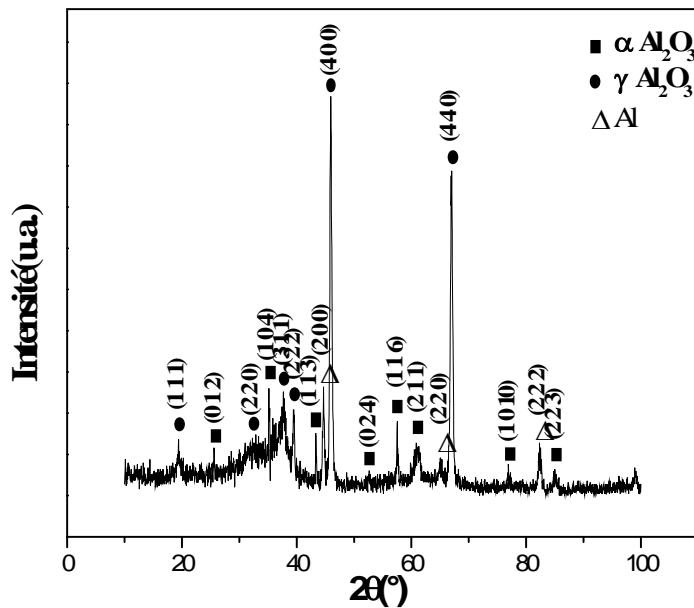


Figure III 3 : Spectre des rayons X du dépôt d'  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de l'épaisseur de 29  $\mu\text{m}$

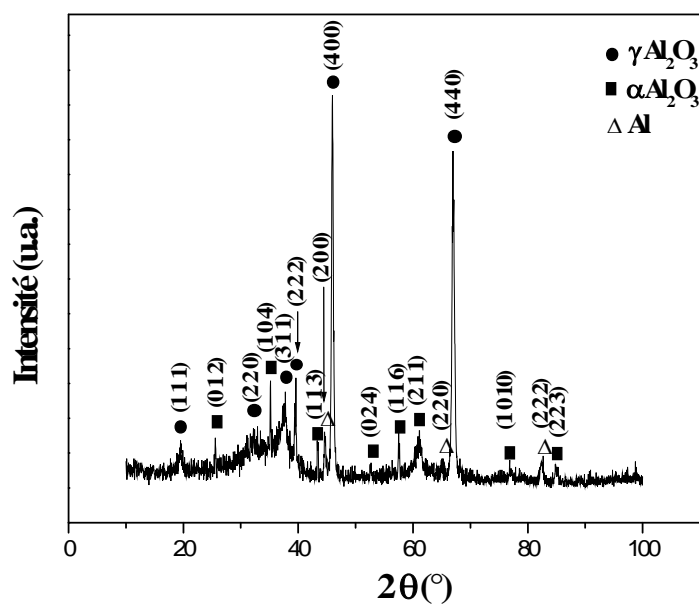


Figure III.4 : Spectre de rayons X de dépôt d'  $\text{Al}_2\text{O}_3$  de l'épaisseur de  $35 \mu\text{m}$

Les diffractogrammes des dépôts de l'alumine reportés dans les figures III.2, 3 et 4 montrent une diminution du nombre des pics de la phase  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et l'apparition de nouvelles phases telle que la phase métastable  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et la phase de l'aluminium Al.

Les revêtements sont essentiellement composés des phases  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , bien que la poudre d'origine étant toute composée de la phase  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Une diminution dans le nombre des pics de la phase  $\text{Al}_2\text{O}_3$  est survenue dans tous les dépôts. De plus, nous constatons que l'intensité des pics de diffraction de la phase  $\text{Al}_2\text{O}_3$  augmente et l'intensité des pics de la phase diminue avec l'augmentation de l'épaisseur.

Y. Gao et al [28] ont expliqué la dominance de la phase et la coexistence de la phase par le taux de refroidissement rapide qui empêche la transition de la phase, ces mêmes résultats ont été obtenus par O. Sarikaya [31] et L. Li [23].

- **Calcul des paramètres cristallins**

La phase se cristallise sous la forme hexagonal et pour calculer ses paramètres de maille, on utilise les équations : (Eq. II.2) pour les structures cubiques tel que la phase et l'aluminium et (Eq. II.4) pour les structures hexagonale comme la phase . Ces équations sont présentées dans le deuxième chapitre.

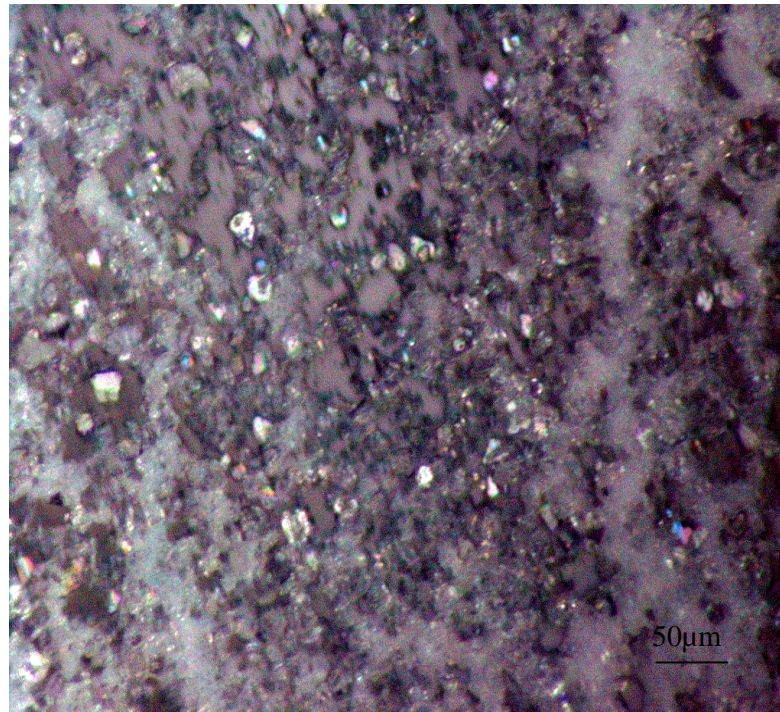
| Paramètre cristallin (Å°).               | La phase                | La phase  | Al        |
|--|-------------------------|-----------|-----------|
| La poudre Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | a = 4.744<br>c = 12.873 | a = 7.895 | -         |
| Revêtement de 22 µm                      | a = 4.632<br>c = 12.958 | a = 7.908 | a = 4.051 |
| Revêtement de 29µm                       | a = 4.712<br>c = 12.986 | a = 7.900 | a = 4.050 |
| Revêtement de 35µm                       | a = 4.731<br>c = 12.955 | a = 7.889 | a = 4.062 |
| La littérature [19]                      | a = 4.759<br>c = 12.911 | a = 7.911 | a = 4.050 |

**Tableau III.1:** Valeurs du paramètre cristallin a calculé des différents dépôts d' Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

Le tableau ci-dessus montre les résultats expérimentaux des valeurs du paramètre cristallin. Nous remarquons que les valeurs expérimentales sont proches de celles rencontrées dans la littérature. Le petit écart entre ces valeurs, par exemple : dans le cas du dépôt sur un substrat de 22 µm d'épaisseur, la valeur de « a » est de 4.632 Å° alors qu'elle est de 4.759 Å° selon la littérature. Ceci est dû aux problèmes techniques de l'appareillage de diffraction des rayons X.

### I-1-2. Observation optique

L'observation par le microscope optique de la poudre de projection de l'alumine est présentée dans la figure III.5. On remarque que la forme de la poudre est irrégulière et elle se trouve sous forme d'agglomérats.



**Figure III.5 : Photo par microscope optique de la poudre de projection Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**

On observe dans la figure III.6 le dépôt de l'alumine. De cette figure nous pouvons déduire que le revêtement est dense et homogène tout au long du revêtement.

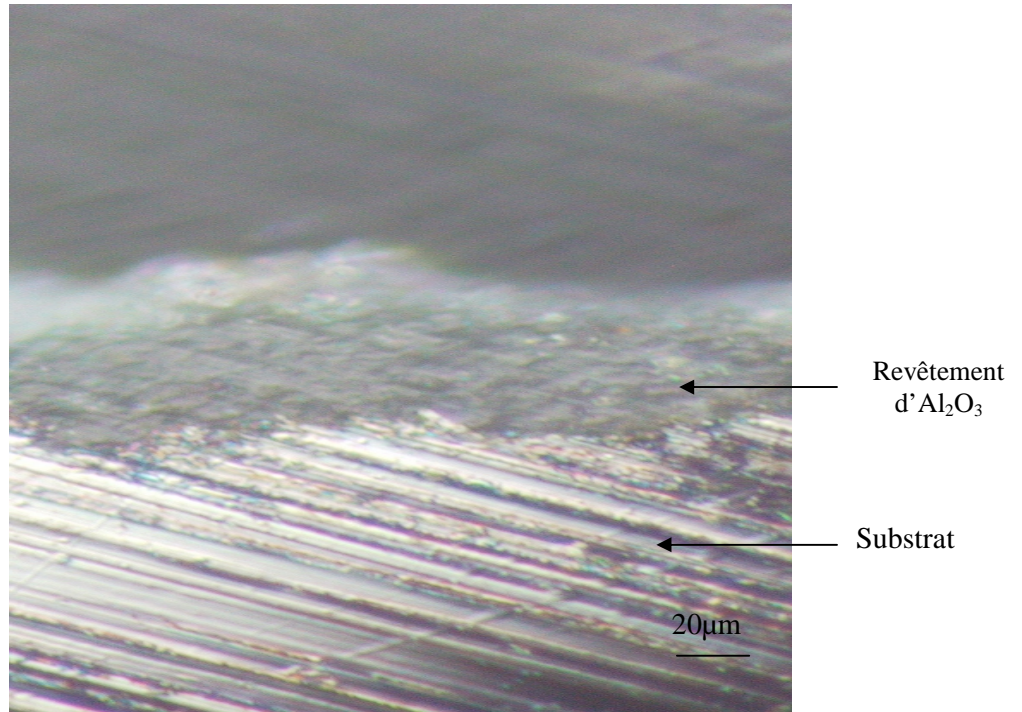


Figure III.6 : Photo par microscope optique d'une coupe micrographique d'un revêtement d' $\text{Al}_2\text{O}_3$

## I-2- Nickel d'aluminium Ni-5wt%Al

- Avant dépôt

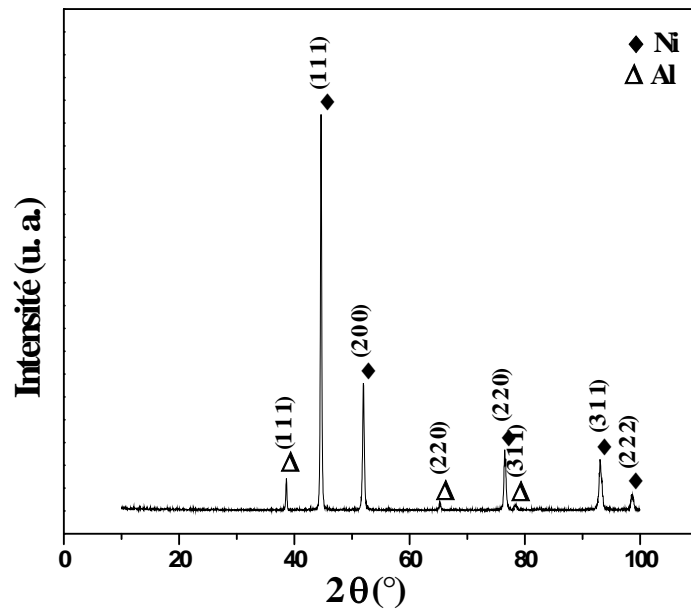


Figure III.7 : Spectre des rayons X de la poudre de Ni-5wt%Al

La figure III.7 montre le spectre des rayons X de la poudre de projection (Ni-5wt%Al), on note la présence des pics de nickel (Ni) et d'aluminium (Al). Les pics de nickel sont les plus intenses puisque ce dernier forme la matrice du matériau (95% de masse).

- Après dépôt

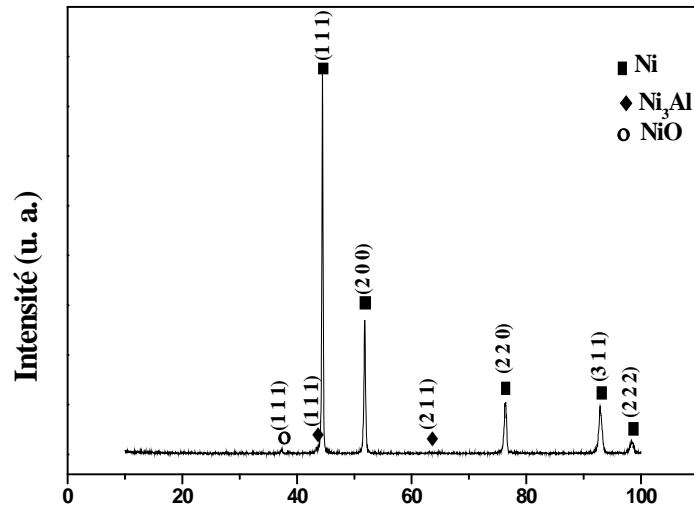


Figure III.8 : Spectre des rayons X de dépôt de Ni-5wt%Al sur substrat non chauffé

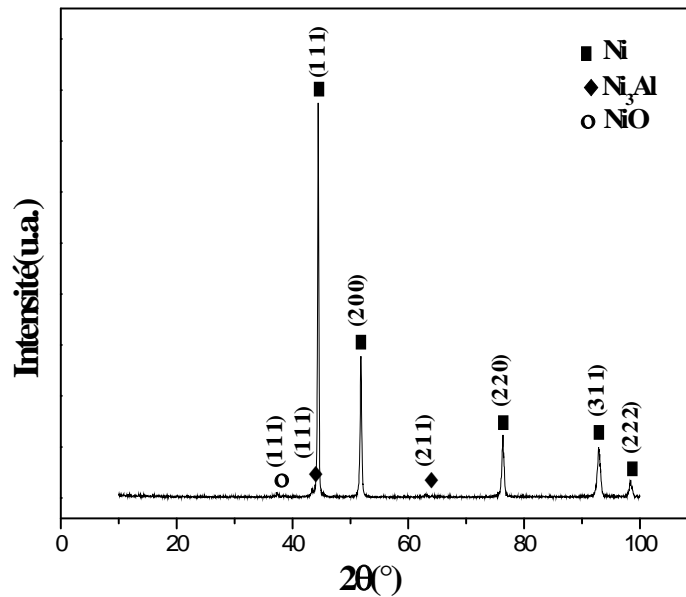


Figure III.9 : Spectre de dépôt de Ni-5wt%Al sur un substrat chauffé à 150°C

Les spectres de rayons X des dépôts du nickel d'aluminium sont présentés dans les figures (III. 6) et (III. 7). Nous observons la présence des phases suivantes : Ni, NiO et Ni<sub>3</sub>Al.

Ces spectres montrent la disparition du pic de l'aluminium et la formation d'une nouvelle phase de Ni<sub>3</sub>Al qui apparaît avec une faible intensité.

La disparition de l'aluminium a participé à la formation de la phase du Ni<sub>3</sub>Al. L'apparition de la phase d'oxyde du nickel NiO est due à l'oxydation du nickel pendant l'opération de la projection qui se déroule sous air.

Des résultats similaires ont été obtenu par S. Deshpande et al [18, 32] et S. Sampath et al [38].

- **Calcul des paramètres cristallins**

| Paramètre cristallin (Å).               | Ni        | Al        | Ni <sub>3</sub> Al | NiO       |
|---|-----------|-----------|--------------------|-----------|
| La poudre de Ni-5wt%Al                  | a = 3.515 | a = 4.046 | -                  | -         |
| Revêtement sur substrat non chauffé     | a = 3.524 | -         | a = 3.591          | a = 4.161 |
| Revêtement sur substrat chauffé à 150°C | a = 3.521 | -         | a = 3.587          | a = 4.175 |
| La littérature [19]                     | a = 3,524 | a = 4,050 | a = 3.561          | a = 4.177 |

**Tableau III.2 :** Valeurs du paramètre cristallin *a* calculé des différents dépôts du Ni-5wt%Al

Le tableau précédent présente les valeurs expérimentales du paramètre cristallin des dépôts du nickel d'aluminium. Nous remarquons que ces résultats sont en bon accord avec la littérature.



## II- Essais mécaniques

### II-1- Alumine

#### II-1-1. Microdureté

|   |     |     |     |
|---|-----|-----|-----|
| Epaisseur du revêtement ( $\mu\text{m}$ ) | 22  | 29  | 35  |
| Microdureté $H_{v0.05}$                   | 571 | 590 | 626 |

*Tableau III.3 : Valeurs de la microdureté de l' $\text{Al}_2\text{O}_3$  en fonction de l'épaisseur*

Selon le tableau III.3, on remarque que la microdureté du revêtement augmente avec l'augmentation de l'épaisseur de la couche déposée. Ceci est dû à la présence de la phase  $-\text{Al}_2\text{O}_3$ .

Une étude comparative de la microdureté et le taux de la phase  $-\text{Al}_2\text{O}_3$  des revêtements d'alumine élaborés par projection plasma (APS) et HVOF a été réalisée par Sturgeon et Shimitzu [41, 42]. Cette étude a indiqué que la dureté augmente avec l'accroissement du taux de la phase  $-\text{Al}_2\text{O}_3$  et que la dureté des dépôts d'alumine, en utilisant la projection par plasma, est supérieure à ceux élaborés par HVOF.

O. Sarikaya [40] a trouvé que la microdureté des revêtements de l'alumine diminue avec l'augmentation de l'épaisseur à cause de l'augmentation du taux de la porosité.

#### II-1-2 Rugosité

|   |      |      |      |
|---|------|------|------|
| Epaisseur du revêtement ( $\mu\text{m}$ ) | 22   | 29   | 35   |
| Rugosité Ra ( $\mu\text{m}$ )             | 0.76 | 0.71 | 0.76 |

*Tableau III.4 : Valeurs de la rugosité de l' $\text{Al}_2\text{O}_3$  en fonction de l'épaisseur*

Les mesures de la rugosité des revêtements en alumine selon des épaisseurs différentes, montrent que les dépôts obtenus sont homogènes.

## II-2 Nickel d'aluminium (Ni-5wt%Al)

### II-2-1 Rugosité

| Substrat                                  | Non chauffé | Chauffé (150°C) |
|---|-------------|-----------------|
| Epaisseur du revêtement ( $\mu\text{m}$ ) | 180         | 190             |
| Rugosité Ra ( $\mu\text{m}$ )             | 1.08        | 0.97            |

*Tableau III. 5: Valeurs de rugosité en fonction de l'épaisseur du revêtement de Ni-5wt%Al*

D'après le tableau ci-dessus, on constate que la surface du revêtement déposé sur un substrat chauffé est moins rugueuse que celle d'un substrat non chauffé.

# Conclusion générale



## Conclusion générale

Nous avons contribué à déposer deux matériaux de revêtements le nickel d'aluminium Ni-5wt%Al et l'alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  par projection plasma. Pour cela des poudres de haute pureté 99.9% ont été utilisées comme matériaux précurseurs. Les différents revêtements ont été déposés sur un substrat en acier A37 d'usage courant. Dans ce travail, il a été utilisé des substrats chauffés et non chauffés pour les dépôts du nickel d'aluminium et nous avons varié l'épaisseur pour les revêtements de l'alumine.

La diffraction des rayons X (DRX) a montré que la phase  $\text{Al}_2\text{O}_3$  est la prédominante avec des phases secondaires  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et la phase d'aluminium Al pour les dépôts de l'alumine. Les paramètres cristallins ont été déterminés et sont en bon accord avec la littérature.

Des essais mécaniques ont montré que la microdureté croît avec l'augmentation de l'épaisseur de l'échantillon d'alumine. Nous avons observé que la rugosité dans les revêtements de l'alumine reste moyennement constante à  $0.74\mu\text{m}$ .

Pour les échantillons du nickel d'aluminium, la diffraction des rayons X a montré la présence de la phase du nickel prépondérante avant et après dépôts ainsi que la formation de nouvelles phases de  $\text{Ni}_3\text{Al}$  et NiO. La disparition de l'aluminium, a participé à la formation de la phase du  $\text{Ni}_3\text{Al}$ . Les paramètres cristallins des différentes phases ont été déterminés et ils ont montré un bon accord avec les résultats de la littérature.

Les essais mécaniques montrent que la rugosité du revêtement déposé sur un substrat chauffé est faible par rapport à celle sur un substrat non chauffé.

En perspectives :

Des mesures de microdureté en fonction de l'épaisseur sont nécessaires afin de définir une loi permettant d'optimiser le revêtement.

Des tests d'adhérence sont aussi indispensables afin d'évaluer le bon revêtement.

Des photos MEB pourraient aussi être utile pour visualiser la morphologie du revêtement.

Réalisation des dépôts du matériau intermétallique: Zn-Al avec projection plasma pour compléter cette étude qui porte sur les revêtements de types Ni-Al-Zn.



# Références



## Références :

- [1] **A. Prôner**, Revêtements par projection thermique, technique de l'ingénieur, Vol. (MD3), 1645(1999), 1-20.
- [2] **S. Beauvais**, Thèse doctorat : « *Etude de l'influence de la porosité sur les propriétés électriques de dépôts réalisés par projection plasma* », Ecole de Mines de Paris, 2003
- [3] **S. Audisio, M. Caillet, A. Galerie et H. Mazille**, « *Revêtements et Traitements de Surface* », (ed.) Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, 1998.
- [4] **L. Pawloski**, « *The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings* », (ed.) JohnWiley and Sons, Chichester, 1995.
- [5] **E.D. Kubel**, Advance Materials and Processes, 132(1987), 69-75
- [6] **E. Pfender**, Thermal Spray, Advances in Coatings Technology, ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1992), 1-10
- [7] **P. Fauchais, A. Vardelle, B. Dussoubs**, J. Therm. Spray Technol. 10 (2001), 44.
- [8] **L. Pawloski**, « *The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings* », (second ed.) JohnWiley and Sons, Chichester, 2008.
- [9] **S. Nourouzi**, thèse doctorat : « Contribution à l'étude du procédé Arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive », Université de Limoges, 2004.
- [10] **K. Korpiola, P. Vuoristo**, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1996), 177-184.
- [11] **B.R. Marple, B. Arsenault, J. Voyer**, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1997), 73-81
- [12] **J. Lic, J. Lih.**, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1998), 723-728
- [13] **S. Bouaricha, J.G. Legoux**, (Pub.) DVS Deutscher Verband für Schweißen, Germany, (1999), 295-299
- [14] **B. Arsenault, J.G. Legoux, H. Hawthorne**, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2001), 1051-1060.

- [15] **C. BAUDRY**. Thèse doctorat : « Contribution à la modélisation instationnaire et tridimensionnelle du comportement dynamique de l'arc dans une torche de projection plasma », Université de Limoges, 2003
- [16] **J. C. GARMIER**, « *Formation à la projection plasma* », documentation Sulzer-Metco, Villefontaine, 1995.
- [17] **Weston M. Stacey**. (ed.), "*Fusion Plasma Physics*". WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. Georgia, 2005.
- [18] **S. Deshpande, S. Sampath, P.I. Gouma, H. Herman**, (Pub.) ASM international, Materials park, Ohio, USA, (2003), 419-1428
- [19] **S. Le Pévédic**, thèse doctorat : « Etude de la formation et de l'oxydation de couches minces d'alliages Al-Ni après dépôt d'Al sur un monocristal de Ni (111) », Université de Paris VI, 2007
- [20] **J. Stokes**, thèse doctorat: "*Theory and Application of the High Velocity Oxy-Fuel (HVOF) Thermal Spray Process*", 2008.
- [21] **M. Hansen, K. Anderko**, "*Constitution of Binary Alloys*", (second ed.), Genium, New York, 1985.
- [22] **J.F. Shackelford, R.H. Doremus** (ed.), "*Ceramic and Glass Materials: Structure, Properties and Processing*". Springer 2008
- [23] **L. Li, B. Kharas, H. Zhang, S. Sampath**, Mater. Sci. Eng., 456 (2007), 35-42,
- [24] **I. Levin, D. Brandon**, J. Am. Ceram. Soc., 81 (1998), 1995-2012.
- [25] **A.D. Polli, F.F. Lange, C.G. Levi**, J. Am. Ceram. Soc., 79 (1996), 1745-1755.
- [26] **G.C. Bye, G.T. Simpkin**, J. Am. Ceram. Soc., 57 (1974), 367-371.
- [27] **R.S. Zhou, R.L. Snyder**, Acta Crystallogr. Sec. B-Struct. Sci., 47 (1991), 617-630.
- [28] **Y. Gao, X. Xu, Z. Yan, G. Xin**, Surf. Coat. Tech., 154 (2002), 198-193
- [29] **R.McPherson**, J. Met. Sci., 8 (1973), 851.
- [30] **R.McPherson**, J. Met. Sci., 15 (1980), 3141.
- [31] **O. Sarikaya**, Materials and Design, 26 (2005), 53-57.
- [32] **S. Deshpande, S. Sampath, H. Zhang**, Surf. Coat. Tech., 200 (2006), 5395-5406.
- [33] **Site Internet** de Gordon England: [www.gordonengland.co.uk](http://www.gordonengland.co.uk)
- [34] **X. Wang, J. Heberlein, E. Pfender, W. Gerberich**, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1995), 31-37



- [35] **N. A. Hussary, J. Heberlein**, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2000), 737-742
- [36] **A.A. Syed, P. Denoirjean, A. Denoirjean, J.C. Labbe, P. Fauchais**, Proceedings of the 7th European Conference of Thermal Plasma Processes, Strasbourg, France, Begel house, 2002.
- [37] **M. Hansen, K. Anderko**, "*Constitution of Binary Alloys*", second ed., Genium, New York, (1985), 119.
- [38] **Y. Wang, Z.-K. Liu, L.-Q. Chen**, Acta Materialia, 52 (2004), 2665.
- [39] **R. H. Unger**, Proceedings of 3<sup>rd</sup> NTSC, Cincinnati, USA, (1998), 321-324.
- [40] **O. Sarikaya**, Surf. and Coat. Tech., 190 (2005), 388-393
- [41] **A. J. Sturgeon, M. D.F. Harvey, F. J. Blunt, S. B. Dunkerton**, ITSC-95, 2 (1995), 669.
- [42] **Y. Shimitzu, K. Sugiura, K. Sakaki**, Proceedings of the 1<sup>st</sup> International thermal Spray Conference, 181.

# Annexes



## Annexe 1

### Programme de projection P00311

**Play Bac DNC P00311**

N30 M21 Position repos

**N50 G01 X200 Y00 Z - 600 F2400 Position d'allumage**

**N60 M00 Standbay**

**N65 S88 M03**

**N70 G01 X145 Y00 Z-876 F1200**

**N80 M20 Position de travail**

N90 G04 K5 Tempo

N100 M8 Ref venturi marche

N110 M10 Air jet marche

**N130 G01 X35 Y00 Z-876 F528**

**N140 G01 X145 Y00 Z-876**

N150 G25 N130 140 14

N160 M21 Position repos

N170 M11 Air jet stop

N180 M9 Venturi stop

N190 M05 Rotation stop

N195 G25 N50

N200 M30 Prog. fin retour