

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur
Et de la recherche scientifique

UNIVERSITE Abderrahmane MIRA BEJAIA
Faculté de Technologie
Département de Génie Mécanique

MEMOIRE

Présenté pour l'obtention du diplôme de

MASTER

Filière : Génie Mécanique

Spécialité : Matériaux pour l'ingénierie mécanique

Présenté Par :

Tebri farid

Amirouche amel

Thème

**Optimisation des températures des post-traitements sur la
dureté d'un dépôt en superalliage à base Nickel obtenu par le
procédé de projection thermique**

Soutenu le lundi 19/06/2017 à 11h devant le jury composé de :

Dr. SADEDDINE.A.H	Président
Pr. BRADAI M.A	Rapporteur
Dr. YOUNES R	Examineur
Pr. KHELFAOUI.Y	Examineur

Année Universitaire 2016-2017

Remerciements

Nous tenons tout d'abord à remercier Dieu qui nous a donné la santé, la volonté et le courage d'accomplir ce travail.

Nos vifs remerciements vont à Mr M.A.BRADAI, notre promoteur, pour son aide, ces critiques constructives, ses explications et suggestions pertinentes et pour la qualité de ses orientations tout au long de ce travail et pour avoir apporté tant De soins à la réalisation de ce mémoire.

Nous ne pouvons pas oublier de présenter notre gratitude à nos parents pour les efforts inlassables qu'ils ne cessent de déployer pour nous.

Nous remercions également les membres de jury qui nous font honneur en acceptant d'examiner et de juger notre travail. Mr. SAADEDINE A. Hamid en tant que Président de jury, Mr. khelfaoui et Mr. R.YOUNES en tant que examinateurs.

Sans oublier l'équipe du hall de technologie de l'université de Bejaia, et l'équipe de l' ENMTP de Bejaia.

Que tous ceux qui ont contribués à notre formation trouvent ici l'expression de Nos sincère gratitude.

Enfin, un merci tout particulier à tous ceux qui nous ont apporté leur soutien.

Dédicace

Je dédie ce mémoire aux personnes qui nous sont les plus chers :

A mon père et ma mère, les êtres les plus nobles qui ont sacrifié les plus belles années de leurs vies.

A ma sœur Aida

A mes deux frères

A nos meilleurs amis (Hanane, Amira, Hafit, Rahim, Hacène et mon binôme).

A tous les membres de nos familles particulièrement nos cousines et cousins.

A tous les camarades de section matériaux pour l'ingénierie.

AMIROUCHE Amel

Dédicace

Je dédie ce modeste travail à :

Mon très cher père et ma très chère mère qui sont sans cesse à mes côtés.

Mes très chers frères et mes très chères sœurs qui m'ont toujours soutenu.

Mes grands-parents, mes oncles

Toute ma famille

TOUTMESAMISETMESCOLLEGUES

A LA MEMOIRE DE MON FRERE AZIZ

TEBRI Farid

Liste des tableaux

Liste des figures

Table des matières

Introduction générale

Chapitre I

Recherche bibliographique

Chapitre II

Matériaux et techniques expérimentales

Chapitre III

Résultats et discussions

Conclusion générale

ANNEXE

Liste des tableaux

Tableau II.1 : Analyse du substrat par la fluorescence des rayons X	42
Tableau II.2 : Paramètres de projection utilisé.....	44
Tableau II.3: les différents post-traitements.....	46

Liste des figures

Figure I.1 : Le procédé de projection thermique	3
Figure I.2 : Schéma projection thermique par arc électrique	4
Figure I.3 : Schéma de principe de la projection thermique à flamme	5
Figure I.4 : Schéma de fonctionnement d'un pistolet flamme poudre	6
Figure I.5 : Schéma de principe d'une torche à plasma soufflé.....	9
Figure I.6 : Injection d'une poudre dans une torche à plasma soufflé	9
Figure I.7 : Schéma de principe de la projection HVOF.....	10
Figure I.8 : Projection à froid	11
Figure I.9 : Illustration schématique de la coupe d'un dépôt en croissance réalisé par projection thermique	12
Figure I.10 : Mouvements convectifs au sein d'une gouttelette.....	13
Figure I.11 : Type de morphologie de particules projetées.....	14
Figure I.12 : Image par microscopie à balayage de l'étalement de lamelles de CuAl sur une surface rugueuse (1.89-2.43µm en acier 304L en fonction de la température en fonction de la température du substrat a)Ts=25°C, b) Ts=65°C, c)Ts=270 °C, d) Ts=270°C	15
Figure I.13 : cycle d'un traitement thermique	20
Figure I.14 : Essai de dureté par indenteur à pointe pyramidale	22
Figure I.15 : principaux indenteurs.....	23
Figure I.16 : Schéma de l'indentation Brinell, (a) Etape de chargement, (b) Empreinte résiduelle ...	24
Figure I.17 : Schéma de l'indentation Rockwell C.....	25
Figure I.18 : Schéma de l'indenteur Vickers.....	25
Figure I.19 : Diffraction d'un rayonnement X sur les atomes d'un cristal.....	27
Figure I.20 : Principe de la diffraction des rayons X.....	28
Figure I.21 : Types d'alliages employés dans la fabrication des turboréacteurs.....	30
Figure I.22 : Représentation schématique du Procédé VIM.....	33
Figure I.23 : Représentation schématique du procédé VAR	33
Figure I.24 : Microscopie optique d'un superalliage MCN après une étape de solidification monocristalline – Coupe perpendiculaire à l'axe <001>.....	35
Figure I.25 : Micrographies MEB de carbures primaires et de carbures secondaires dans l'Inconel 7 ...	38
Figure I.26 : Structure CC.....	39
Figure I.27 : Structure CFC.....	40
Figure I.28 : Structure HC.....	40
Figure I.29 : Diagramme d'équilibre de phase Ni-Cr	41
Figure II.1 : Echantillon élaboré après projection	43
Figure II.2 : Schéma du pistolet à flamme-fil type Master-Jet 2.....	45
Figure II.3 : Four électrique	45

Liste des figures

Figure II.4 : Polisseuse mécanique papier abrasif	46
Figure II.5 : Microscope Optique	48
Figure II.6 : Dispositif Diffraction X : X'PERT PRO MRD de chez PANalytical	49
Figure II.7 : Machine de la dureté	50
Figure III.1 : Microstructure du dépôt non traité (ST).....	51
Figure III.2 : Microstructure du dépôt traité à 900°C.....	52
Figure III.3 : Microstructure du dépôt traité à 1100°C.....	52
Figure III.4 : Dureté Vickers des différents échantillons.....	54
Figure III.5 : Dureté brinell des différents échantillons.....	55
Figure III.6 : Les empreintes Vickers et Brinell.....	56
Figure III.7 : analyses spectroscopies.....	57

Table des matières

Introduction générale	1
CHAPITRE I: Recherche bibliographique	
I. Introduction	2
I.1 Projection thermique.....	2
I.1.1 Invention et évolution de la projection thermique	2
I.1.2 Principe générale	3
I.1.3 Différents types de procédés de projection thermique	4
I.1.3.1 Projection à l'arc électrique	4
I.1.3.2 Projection flamme	5
I.1.3.2.1 Les procédés flamme poudre et flamme fil.....	6
I.1.3.2.2 La torche à gaz.....	6
I.1.3.2.3 Le procédé flamme poudre.....	6
I.1.3.2.4 Le procédé flamme fil	7
I.1.3.2.5 Fonctionnement	7
I.1.3.2.6 La projection flamme fil	7
I.1.3.2.7 Les domaines d'utilisations.....	8
I.1.3.3 La projection par le procédé PROTAL	8
I.1.3.4 Projection plasma.....	8
I.1.3.4.1 Principe de la projection plasma	8
I.1.3.5 Projection HVOF et HVAF.....	10
I.1.3.6 Projection à froid (Cold Spray)	11
I.1.3.7 Construction du dépôt	12
I.1.3.8 Phénomènes d'oxydation.....	13
I.1.3.8.1 Oxydation des gouttelettes en vol.....	13
I.1.3.8.2 Oxydation lors de la formation du dépôt	14
I.1.3.8.3 Etalement des particules	14
I.1.3.9 Influence des paramètres de projection sur le revêtement	16
I.1.3.9.1 Pistolet à flamme	16
I.1.3.9.2 Pistolet à arc électrique	18
I.1.3.9.3 Pistolet a plasma.....	18

I.2 Traitement de surface	19
I.2.3 Post –traitements des dépôts projetés	20
I.2.3.1 Le colmatage.....	21
I.2.3.2 L'imprégnation	21
I.2.3.3 Les traitements thermiques.....	21
I.2.4 Technique d'indentation.....	21
I.2.4.1 Notion de dureté.....	21
I.2.4.2 Principe.....	22
I.2.4.3 Méthodes conventionnelles	23
I.2.4.3.1 Mesure de la dureté.....	23
I.2.4.4 Les indenteurs et le nombre de dureté correspondant.....	23
I.2.4.4.1 Indenteur bille (Essai Brinell)	23
I.2.4.4.2 Indenteur cône. (Essai Rockwell).....	24
I.2.4.4.3 Indenteurs Pyramides (Indenteur Vickers)	25
I.2.5 Méthodes de caractérisation.....	26
I.2.5.1 Définition des rayons X.....	26
I.2.5.2. Diffraction des rayons X (DRX).....	26
I.2.5.3 Microanalyse : spectroscopie des rayons X	27
I.2.5.4 Principe de fonctionnement des rayons X.....	28
I.3 Les superalliages	29
I.3.1 définition.....	29
I.3.2 Domaine d'utilisation des superalliages a base nickel	30
I.3.2.1 Autres domaines d'utilisation	31
I.3.3 Procèdes de formation des superalliages	31
I.3.3.1 Elaboration et mise en forme.....	31
I.3.3.2 Techniques de fusion VIM et VAR	32
I.3.3.3 Métallurgie des poudres	33
I.3.3.4 Structure de solidification	34
I.3.4 Les alliages base nickel	35
I.3.4.1 Influence des éléments d'alliage sur la structure des superalliages	36
I.3.4.2 Modes de durcissement des superalliages	36
I.3.4.2.1 Les carbure	37

I.3.5	Structure des matériaux	38
I.3.5.1	Structure microscopique du matériau (échelle de l'atome).....	38
I.3.5.2	Structure macroscopique du matériau	39
I.3.6	Cristaux métalliques	39
I.3.6.1	Structure cubique centrée CC	39
I.3.6.2	Structure cubique à faces centrées CFC	39
Figure I.27:	structure CFC	40
I.3.6.3	Structure hexagonale compacte HC.....	40
I.3.7	Diagramme d'équilibre nickel-chrome.....	41

Chapitre II : matériaux et technique expérimentale

II.1	Matériaux utilisés	42
II.1.1	Substrat	42
II.1.2	Revêtements réalisés	42
II.2	Présentation des échantillons	42
II.2.1	Elaboration des échantillons	42
II.3	Préparation des surfaces à revêtir.....	43
II.3.1	Dégraissage.....	43
II.3.2	Grenaillage.....	43
II.3.3	Préchauffage	43
II.4	Réalisation des dépôts	44
II.4.1	Paramètres de projection	44
Vitesse du cordon	44
II.4.2	Procédé d'élaboration des revêtements par la projection flamme fil.....	44
II.5	Les post- traitements.....	45
II.6	Observation métallographique	46
II.6.1	Préparation des échantillons pour l'observation métallographique	46
II.6.2	Le microscope métallographique	46
II.6.2.1	Système de Fonctionnement.....	47
II.6.2.1.1	Préparer l'observation.....	47
II.6.2.1.2	Réaliser les réglages	47
II.6.2.1.3	Utiliser les objectifs.....	47
II.6.2.1.4	Rechercher puis centrer la région la plus favorable de l'objet	47

II.6.3 Diffraction des rayons X (D.R.X).....	49
II.7 Mesures de duretés des dépôts.....	50
Chapitre III : résultats et discussions	
III. Introduction	51
III.1 Caractérisation microstructurales	51
III.1.1 Microstructure du dépôt issu des superalliages nickel-chrome	51
III.2 la dureté des matériaux	53
III.3 Les empreintes de la dureté.....	55
III.4 Analyse structurale par diffraction des rayons X.....	56
III.4.1 Revêtement après post-traitement.....	56
III.5 Conclusion.....	58
Conclusion générale.....	59

Introduction générale

Lors de ces dernières décennies, de nombreuses études ont été menées dans le domaine des matériaux et des procédés afin d'augmenter les performances des pièces en service et de comprendre l'origine des mécanismes physiques responsables des propriétés recherchées.

Pour des sollicitations de surfaces, différents procédés de traitements de surface existent. Parmi ceux-ci, on identifie la projection thermique qui permet la formation de revêtements protecteurs contre l'usure, la température, la corrosion etc.... Il est possible par ce biais d'allonger la durée de vie des pièces tout en améliorant leurs performances. Cette technique a un intérêt particulier dans la récupération de pièces mécaniques usées en procurant des propriétés superficielles intéressantes en l'occurrence une bonne tenue à l'usure. Pour améliorer les caractéristiques du revêtement, des post-traitements sont préconisés en vue d'homogénéiser ce dernier et permettre d'obtenir de meilleures propriétés mécaniques (dureté, usure, frottement, corrosion...).

L'objectif de notre travail consiste à étudier l'influence des post-traitements thermiques sur l'amélioration de la dureté d'un dépôt en superalliage à base Nickel réalisé par le procédé de projection thermique à flamme fil sur un acier de construction (A60).

Pour présenter ce travail, notre projet est organisé en trois chapitres :

Dans le **chapitre I**, on a effectué une recherche bibliographique qui présente :

- les techniques de revêtement qui font partie d'une large gamme de procédés de traitement des surfaces, la construction des dépôts et les paramètres de projection influant.
- Les post-traitements, technique d'indentation et les méthodes de caractérisation dont on définit la DRX et le microscope optique.
- Les superalliages à base nickel et on termine par la structure des matériaux.

Le chapitre II, est consacré à la présentation du matériau et les techniques d'investigation utilisées.

Le chapitre III, présente les différents résultats obtenus ainsi que leurs discussions.

En fin nous terminons par une conclusion générale, émanant des résultats expérimentaux obtenus ainsi que quelques recommandations et perspectives.

I. Introduction

La projection thermique est un procédé d'élaboration de revêtement dont le principe repose sur deux éléments : la fusion de la matière à projeter et l'accélération de celle-ci afin d'assurer un bon étalement et une bonne adhésion des particules sur le substrat. Il existe différents procédés de projection qui permettent, en fonction de la nature et des caractéristiques du couple matériau à projeter/substrat, des propriétés du revêtement souhaité d'atteindre des vitesses et des températures adaptées à la réalisation d'un dépôt de qualité.

I.1 Projection thermique

I.1.1 Invention et évolution de la projection thermique

L'apparition du revêtement par projection thermique date de 1909 avec l'invention de Schoop portant sur la projection de plomb fondu à l'aide d'un vaporisateur, puis de plomb en poudre à travers une flamme. Les premières applications industrielles sont apparues en 1914 dans le domaine militaire (projection d'étain sur la face arrière d'obus), dans celui de l'anticorrosion (dépôts d'aluminium), ou encore en décoration (dépôt de bronze). Des 1914 également des essais de projection par arc électrique furent réalisés [1]

À partir de 1915 deux types de source enthalpique ont été développés, le premier utilise l'énergie de la combustion et le second l'énergie d'une décharge électrique continue [2].

Dans les années 60, apparurent les premiers pistolets plasma agui permettent de fondre les matériaux plus réfractaires (céramiques, carbures). Les années 70 montrent le développement de la projection plasma sous faible pression résiduelle. Elle permet d'exploiter le procédé pour l'obtention de dépôts métalliques denses sans présence d'oxydes et avec meilleure adhérence [3-4].

Tous les secteurs d'activités sont aujourd'hui concernés par la projection thermique. Si la protection anti corrosion reste le cas d'applications le plus fréquent, certains secteurs comme l'automobile présentent des applications multiples. La plus grande partie des revêtements est utilisée pour protéger les pièces de moteurs (environ 64%), dans des outils de coupe (17%) et comme protection contre l'usure (14.6%) [5]

I.1.2 Principe générale [6]

La projection thermique est un traitement de surface par voie sèche visant à améliorer les propriétés du matériau, la résistance à l'usure et au frottement, les propriétés thermiques, la protection contre la corrosion, la biocompatibilité...

Tous les systèmes de projection thermique utilisent un gaz vecteur servant à accélérer et transporter de fines particules (typiquement 5 à 100 micromètres) d'un matériau fondu sur une surface à recouvrir. Les gouttelettes se déposent à la surface et se solidifient, c'est l'accumulation des particules sur le substrat qui crée le revêtement. Les liaisons entre le substrat et la couche déposée sont donc entièrement mécaniques, le matériau à déposer peut être sous forme de poudre, fil ou baguette. L'apport d'énergie se fait de deux façons : la flamme et l'arc électrique, la projection thermique consiste à utiliser une source d'énergie en vue de fondre et d'accélérer un matériau fragmenté (avant ou après fusion) à l'exception de la projection à froid basée uniquement sur la déformation du matériau. Les différents procédés en projection thermique sont définis principalement par la source d'énergie mise en œuvre (Combustion, décharge électrique). Le procédé est conditionné par des transferts thermiques et/ou cinétiques entre le matériau projeté et la source enthalpique utilisée. L'énergie cinétique est communiquée à la particule par la vitesse et la viscosité du mélange gazeux de projection. La construction du revêtement résulte de l'empilement des particules sur le substrat. L'équilibre entre l'énergie cinétique et thermique des particules est donc prépondérant pour la qualité du revêtement.

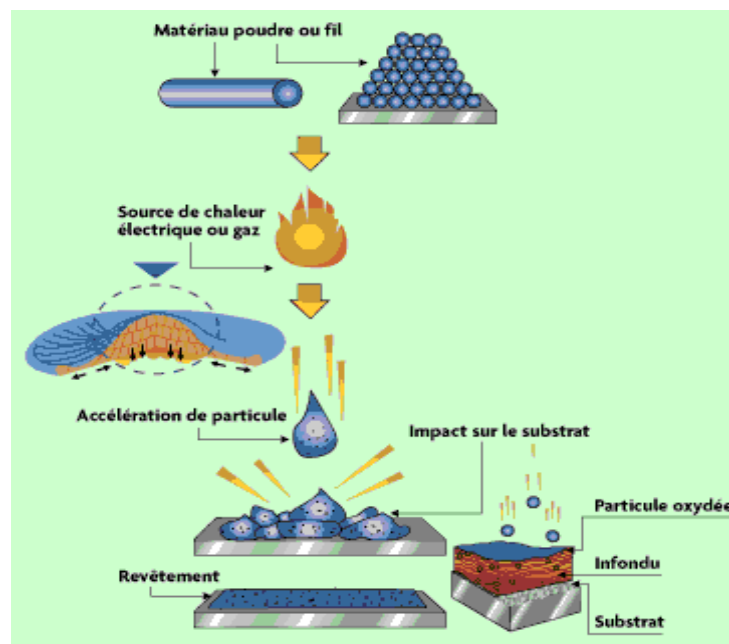


Figure I.1 : le procédé de projection thermique

I.1.3 Différents types de procédés de projection thermique

On distingue deux types de source de chaleur:

- l'arc électrique
- la flamme

I.1.3.1 Projection à l'arc électrique

Le principe de ce procédé de projection thermique consiste à faire éclater un arc électrique entre deux fils ductiles consommables tout en atomisant le matériau fondu aux deux extrémités par un jet de gaz comprimé (air/azote) qui projette la matière liquide sur un substrat. Les pistolets à arc électrique sont alimentés par des générateurs à courant continu avec des tensions d'arc comprises autour de 30 V, pour des intensités de courant allant de 35 à 350 A. Ils sont constitués de deux parties : un module où sont montées les deux bobines et équipé d'un premier système d'entraînement des fils et la partie pistolet où se passe l'interaction entre les fils et leur traitement thermique. Les fils sont conditionnés en bobines et sont tirés, au travers de gaines souples, par des molettes d'entraînement intégrées au pistolet et donc aussi par le système d'entraînement primaire sur le premier module. Ce type d'équipement est communément appelé « push-pull ». A l'intérieur du pistolet, les fils sont guidés par deux tubes permettant de positionner les fils avant leur entrée dans la zone de fusion et d'assurer la polarité du courant électrique aux fils. Une buse située derrière l'extrémité des fils dirige le flux de gaz comprimé à grande vitesse vers l'extrémité des fils en fusion pour générer l'atomisation des particules. La température de l'arc créé entre les fils est d'environ 6000 K, température suffisante pour traiter les différents métaux mais qui induit aussi de par sa valeur une vaporisation relativement importante et un chauffage excessif des gouttelettes.[7]

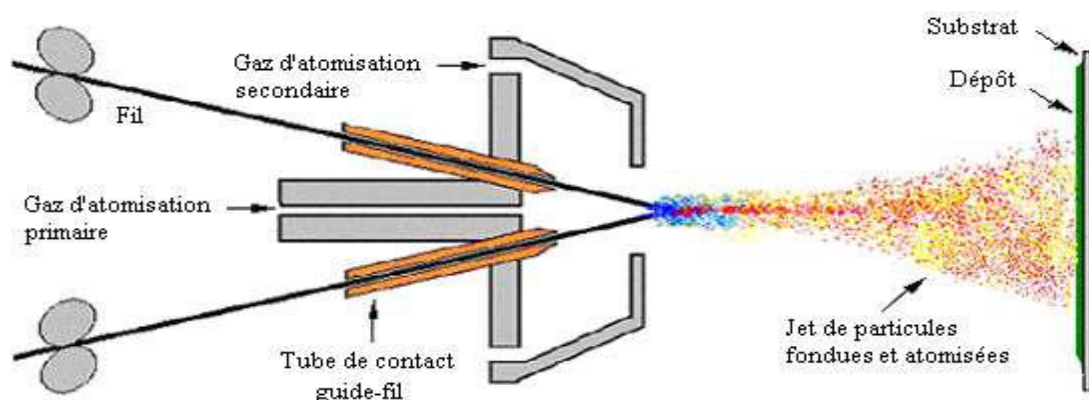


Figure I.2 Schéma projection thermique par arc électrique

I.1.3.2 Projection flamme

Ce procédé consiste à utiliser comme énergie une réaction chimique de combustion. En fonction de la propagation de la réaction chimique différentes techniques sont utilisées : la projection flamme conventionnelle avec une vitesse d'éjection des gaz de l'ordre de 100 à 150 m/s et la projection flamme à haute vitesse dite HVOF (High Velocity Oxygène Fuel) basée sur la combustion continue de gaz introduits sous pression à fort débit à travers un divergent de type Laval, ce qui conduit à une vitesse d'éjection variant entre 1500 et 2500 m/s induisant une plus grande compacité et adhérence des dépôt.

La projection à la flamme est une technique largement employée dans le monde compte tenu de sa simplicité et de son faible coût d'équipement. Les pistolets à flamme sont principalement utilisés pour projeter les matériaux sous forme de poudre, de fils ou de baguettes. Le principe est fondé sur l'introduction du matériau à déposer dans la flamme [figure I.3]. Les principaux mélanges de gaz enthalpiques sont : acétylène/oxygène, hydrogène/oxygène ou propane/oxygène. Ils permettent d'atteindre des températures de flamme de 3200°C, 2700°C et 2400°C respectivement à la stoechiométrie. Le projectile subit des échanges thermique et cinétique dans la flamme et est donc fondu et accéléré avant d'être déposé en fines gouttelettes («splats» en appellation anglaise) sur la surface à revêtir [8].

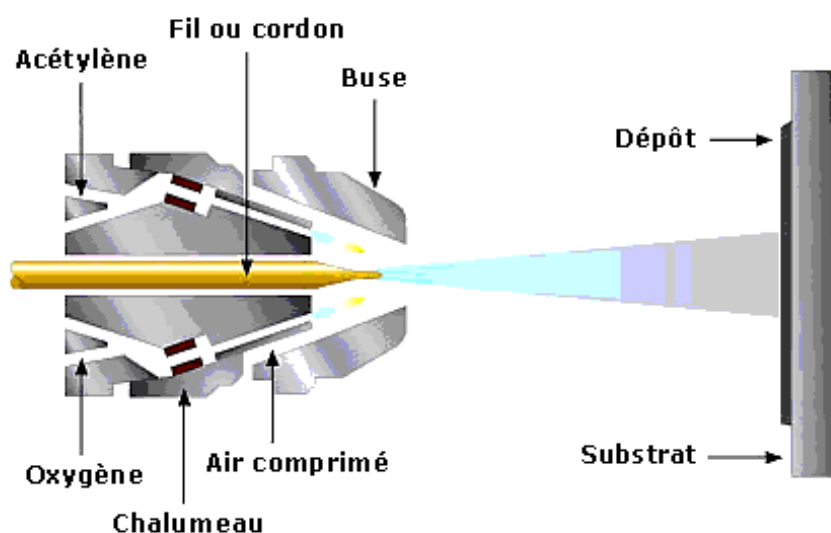


Figure I.3 : Schéma de principe de la projection thermique à flamme.

I.1.3.2.1 Les procédés flamme poudre et flamme fil

La source de chaleur est ici la combustion des gaz, La température de la flamme va de 2800°C à 3150°C. Cette méthode est adaptée à la projection de matériaux à bas point de fusion. Une poudre est introduite dans la flamme et est véhiculée par l'énergie cinétique transmise par les gaz en combustion.[6]

I.1.3.2.2 La torche à gaz

Est le moins onéreux et le plus facile d'emploi, la poudre tombe puis est entraînée par les gaz de combustion vers la flamme qui fait fondre la poudre et chauffe le substrat. La torche à gaz est utilisée pour rattraper des cotes, pour les problèmes d'abrasion et de corrosion, les poudres utilisées sont des alliages auto fusibles c'est à dire à base de Ni ou de Co avec du chrome, du bore ou du silicium et parfois des carbures.

I.1.3.2.3 Le procédé flamme poudre

Sans échauffement du substrat par la flamme, le pistolet flamme poudre réalise des dépôts de quelques dixièmes de millimètres d'épaisseur. Le matériau d'apport est le même que précédemment mais la projection d'aciers, d'alliages à bas point de fusion, de céramiques ou de polymères est aussi possible. Le procédé flamme poudre est utilisé pour l'isolation thermique, l'usure ou encore la corrosion.

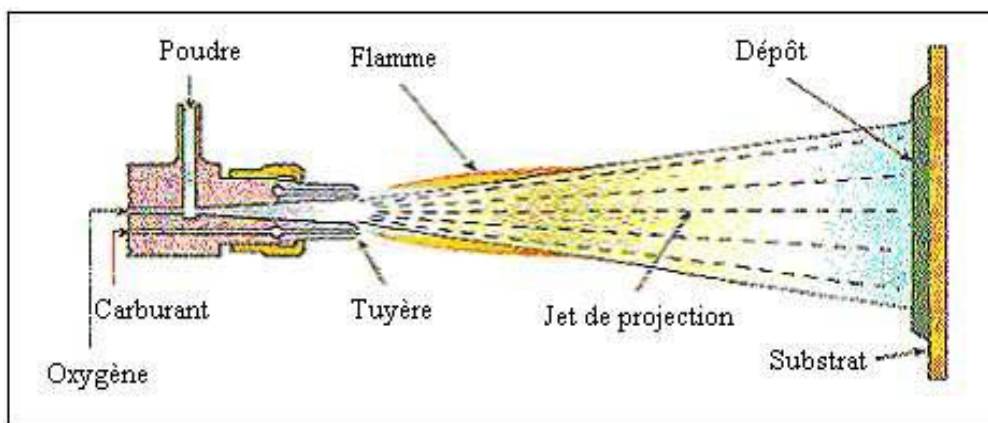


Figure I.4: Schéma de fonctionnement d'un pistolet flamme poudre. [9]

I.1.3.2.4 Le procédé flamme fil

Comme pour le procédé à flamme-poudre, son principe consiste à introduire un matériau, sous forme de fil, cordon ou baguette au centre d'une flamme oxy-combustible produite par un chalumeau et à le projeter sur le substrat. Mais contrairement à ce dernier, la flamme est uniquement utilisée pour fondre le matériau d'apport, dont la projection des gouttelettes sur le support est assurée par un jet d'air comprimé qui atomise et propulse le matériau fondu [6].

I.1.3.2.5 Fonctionnement

Le pistolet de projection est équipé d'un chalumeau oxy-gaz de forme cylindrique alimenté en périphérie par les gaz de combustion, auxquels s'ajoute un vecteur d'air comprimé servant à l'atomisation de l'extrémité fondue du fil et à la propulsion des gouttelettes fondues sur le substrat. Il se compose de deux parties distinctes:

La partie chalumeau : qui utilise des gaz de combustion identiques à ceux utilisés en flamme-poudre, soit oxygène + gaz combustible (généralement acétylène ou propane). Elle se compose d'un mélangeur, d'une buse à gaz annulaire et d'une buse à air.

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

Dans le cas d'entraînement par turbine à air comprimé, il est nécessaire de passer par un réducteur de vitesse, de manière à communiquer aux molettes un mouvement suffisamment lent. La vitesse d'avance peut varier entre 0,5 et 12 m/mn pour les pistolets portatifs. [10]

I.1.3.2.6 La projection flamme fil

Le matériau d'apport est sous forme de fil, de baguette ou de cordon. Il utilise les mêmes gaz que ceux utilisés en projection flamme-poudre (oxygène+gaz combustible) auxquels s'ajoutent de l'air comprimé servant à l'atomisation de l'extrémité fondue des fils. La vitesse

des particules est plus élevée (environ 150m/s). Les températures de la flamme est de l'ordre de 3000°C, la température de l'extrémité du fil ou de la tige peut atteindre 0,95 fois la température de la flamme ce qui permet de projeter des céramiques. Les taux horaires varient de 1 kg/h a plus de 30 kg/h en fonction du matériau, des diamètres de fil ou de baguette utilisés et des propriétés de dépôts recherchées.[11]

I.1.3.2.7 Les domaines d'utilisations

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

I.1.3.3 La projection par le procédé PROTAL

C'est la projection qui peut modifier la surface du substrat juste avant l'étalement des particules, la projection PROTAL (Projection Thermique Assistée par Laser) consiste à coupler un dispositif de projection thermique à un laser, elle utilise le procédé de projection thermique par plasma sous air (APS). Ce n'est que très récemment, grâce à une augmentation de la surface irradiée par le laser que des projections HVOF ont pu être couplées au traitement laser PROTAL [12]. L'intérêt attendu de ce procédé est de pouvoir réaliser la projection sans préparation préalable du substrat. Le sablage et le dégraissage ne sont alors plus nécessaires à la bonne adhérence des dépôts. [13-14]

I.1.3.4 Projection plasma

I.1.3.4.1 Principe de la projection plasma [15]

Considéré comme le 4ème état de la matière, un plasma représente un gaz ionisé, constitué de molécules, d'atomes, d'ions et d'électrons. Le principe d'une torche à plasma d'arc soufflé est de faire passer un mélange gazeux à travers un champ électrique et d'initier le passage du courant en faisant "claquer" un arc à l'aide d'un générateur haute tension (5 à 10 kV) et haute fréquence (quelques MHz). Un plasma apparaît avec l'arc, lequel est entretenu entre l'anode et la cathode de la torche, à fort courant et faible tension (typiquement 800 A – 100 V). L'arc permet d'élever considérablement la température du mélange gazeux qui subit une très forte

expansion (plus de 100 fois son volume, contribuant à la "constriction" de l'arc), laquelle force également le plasma à sortir de l'anode. En sortie de tuyère, le plasma présente des températures supérieures à 10,000°C, une densité faible (~ 30 fois moins que celle des gaz injectés) et des vitesses très importantes pouvant dépasser 2000 m/s (**figure I.5**).

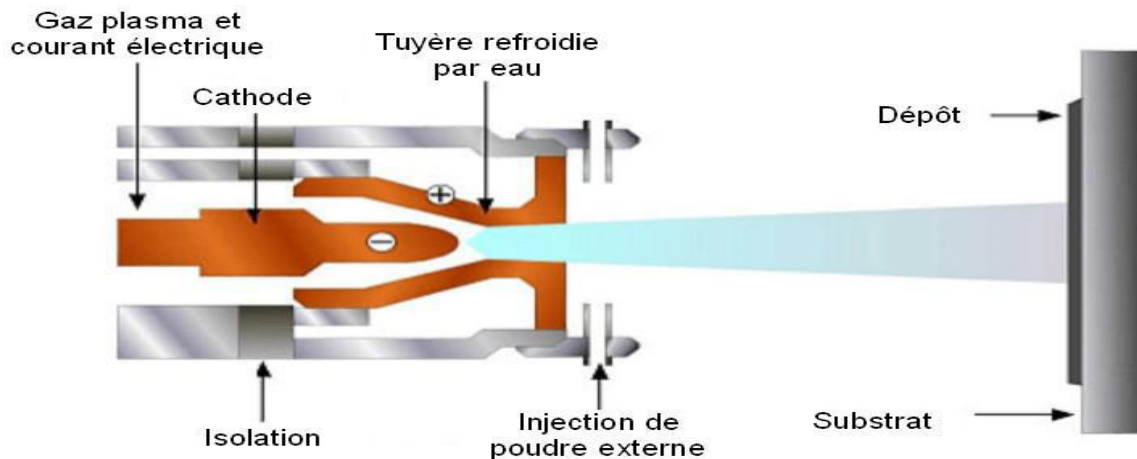


Figure I.5 : Schéma de principe d'une torche à plasma soufflé [16].

Un matériau en poudre dans un gaz porteur (technique APS), ou en suspension dans un liquide (technique SPS) est injecté dans le plasma, dans la tuyère, ou le plus souvent, à la sortie de celle-ci accélérées et fondues, les particules sont projetées sur le substrat avec une énergie cinétique très importante. La granulométrie (taille de grains et répartition) et le débit de gaz porteur sont optimisés pour offrir au plus grand nombre de particules une quantité de mouvement suffisante pour entrer dans le plasma, sans le traverser ni le survoler, sans le perturber également, afin d'obtenir un minimum d'inondes dans le dépôt (**figure I.6**).

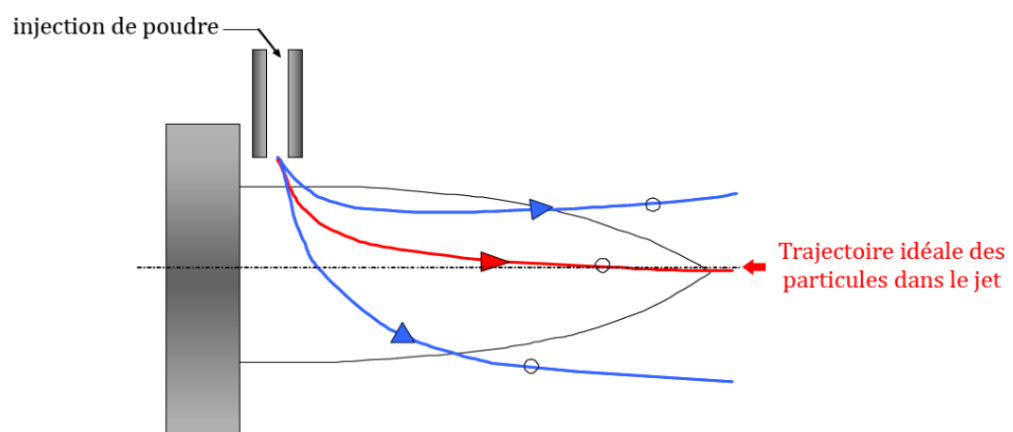


Figure I.6 : Injection d'une poudre dans une torche à plasma soufflé [17].

I.1.3.5 Projection HVOF et HVAF [1-18]

Le principe de la technique HVOF est le même que celui de la projection à la flamme, ses particularités sont: en premier un processus de déflagration qui se produit dans un volume confiné et en second une expulsions des gaz à travers un divergent de type Laval [Figure I.7].

La température de combustion du mélange air – carburant est généralement à 1000°C inférieure à la combustion oxygène – carburant HVOF. Une telle faible température est idéale pour le chauffage progressif des particules de la poudre initiale des métaux et des alliages et un peu au-dessus de la température de la fusion des métaux. La teneur initiale de l’oxygène dans les produits gazeux de combustion du mélange en processus HVAF est de 5 fois inférieure par rapport à n’importe quel processus HVOF. Les deux facteurs empêchent l’oxydation des métaux, la décomposition des carbures et leur dissolution dans le faisceau métallique. Ces facteurs permettent de garder la ductilité initiale du matériel en poudre, utilisé comme matière première pour le revêtement, lors de l’utilisation de systèmes de Kermetico HVAF, les revêtements sont appliqués avec la performance 5-6 fois supérieure, avec un coefficient d’utilisation du matériel à 20-30% de plus, avec des écarts de 30% en moins par rapport à n’importe quel système HVOF.

Le choix en faveur de Kermetico HVAF par rapport à HVOF ordinaire permet de réduire les coûts de production, au moins de 50% et donne un avantage supplémentaire sous forme du revêtement de qualité.

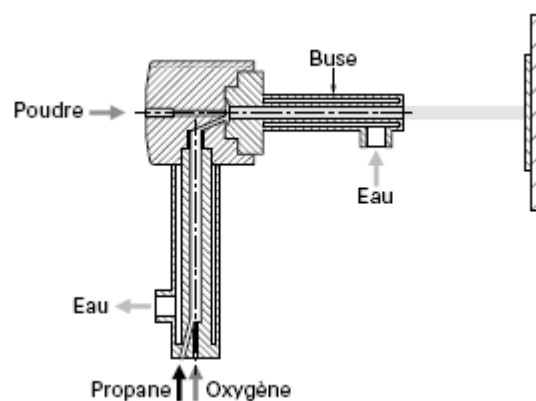


Figure I.7 : Schéma de principe de la projection HVOF [19]

I.1.3.6 Projection à froid (Cold Spray) [6]

Le principe de base du procédé cold spray est d'accélérer un gaz à des vitesses supersoniques au moyen d'une buse du type dite de Laval. La poudre est introduite dans la partie à haute pression en amont du col de la buse pour pouvoir être accélérée vers le substrat. A l'impact, elles subissent une déformation plastique dans le cas de bonnes conditions de projection (il n'y a pas de fusion comme les autres précédés de projection thermiques). Le gaz de propulsion est également chauffé. Lorsque sa température augmente, sa vitesse croît, ce qui accélère les particules. L'augmentation relative de la température des particules participe à leur déformation au point d'impact. La pression du gaz peut varier entre 15 et 60 bar avec les derniers systèmes développés et la température peut être comprise entre l'ambient et 1000°C. La poudre est injectée axialement et de manière centrée dans la tuyère.

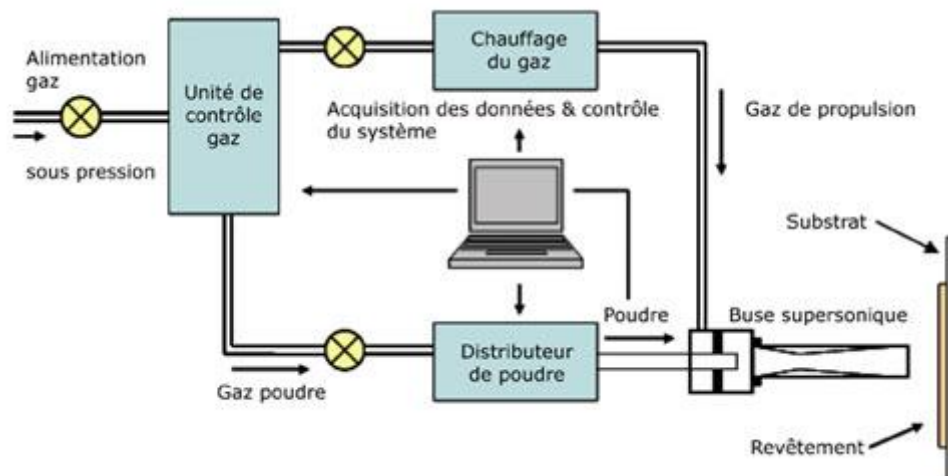


Figure I.8 : Projection a froid.

I.1.3.7 Construction du dépôt

La formation du revêtement est obtenue par l'impact, la déformation et la Solidification rapide des particules sur le substrat. Le revêtement présente une structure Lamellaire [20-21] comportant éventuellement des oxydes, des micro-porosites, des fissurations inter et intra lamellaires, des zones de contact entre lamelles et avec le substrat plus ou moins parfaites (figure I.9). La manière dont les gouttelettes s'étalent et se solidifient influe sur les caractéristiques du dépôt et notamment sur sa porosité. Par ailleurs, la formation des lamelles peut s'accompagner d'un phénomène d'éclaboussure à l'impact et /ou à la fin de la phase d'étalement. 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 [22]. Le phénomène d'éclaboussure peut être réduit en diminuant la taille des gouttelettes et/ou leur vitesse d'impact en jouant sur le débit du gaz d'atomisation ou sur la géométrie des buses. Outre la porosité, une caractéristique des dépôts arc-fil est leur forte teneur en oxyde Comparée à celles des dépôts réalisés par d'autres techniques de projection thermique.

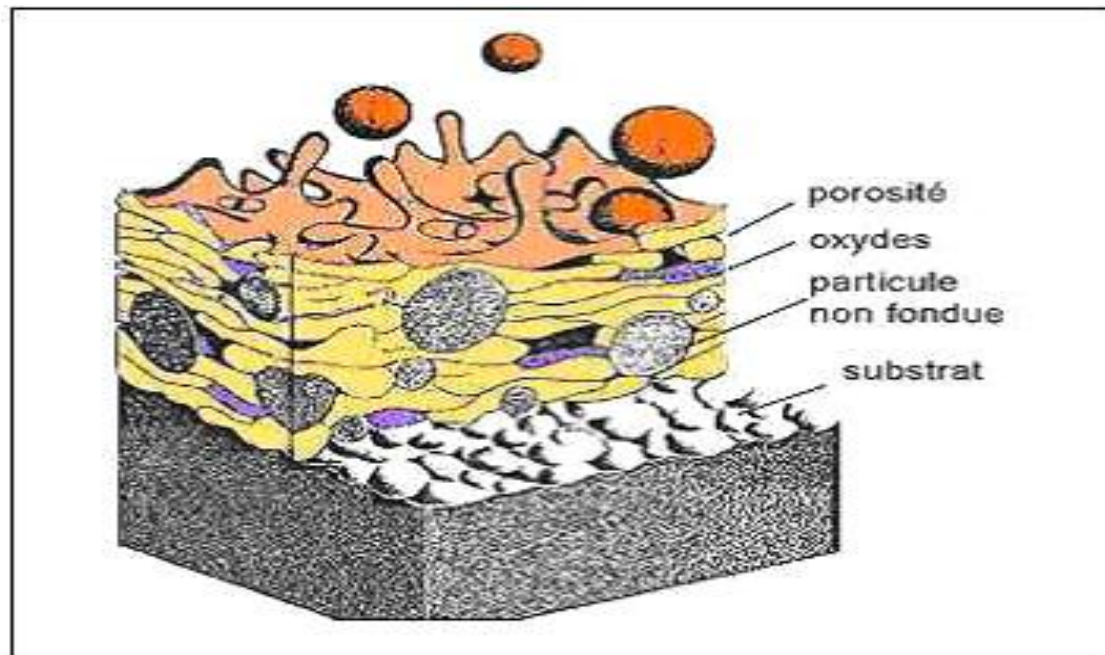


Figure I.9 : Illustration schématique de la coupe d'un dépôt en croissance réalisé par projection thermique

I.1.3.8 Phénomènes d'oxydation

L'inclusion d'oxydes dans les dépôts tend généralement à dégrader leurs propriétés, ils présentent des lamelles moins fortement liées, une composition chimique hétérogène et des contraintes internes résultant de la différence de coefficient de dilatation thermique entre oxydes et métaux. Les phénomènes d'oxydation mis en jeu en projection arc-fil peuvent intervenir à différents stades du procédé [23-24] :

- Oxydation des gouttelettes métalliques chauffées en vol.
- Oxydation pendant la phase de formation des lamelles sur le substrat.
- Oxydation de la surface du dépôt lors de son refroidissement.

Ce dernier mécanisme est généralement négligeable compte tenu de la température atteinte par le substrat (100-200°C).

I.1.3.8.1 Oxydation des gouttelettes en vol

L'importance de l'oxydation des gouttelettes en vol dépend [25-26]

- De la nature du matériau projeté.
- De la température des gouttelettes.
- Du temps de séjour des particules en vol, donc de leur vitesse et de la distance de tir.
- De la quantité d'oxygène présente au voisinage des gouttelettes.
- De la cinétique des réactions d'oxydation.
- Des mécanismes de diffusion de l'oxygène vers le cœur des particules.

La quantité d'oxygène présent dans le jet provient du gaz d'atomisation s'il s'agit d'un gaz oxydant comme l'air, mais aussi de l'entraînement de l'air ambiant à la sortie de la tuyère.

L'oxydation des particules en vol peut être due à deux mécanismes :

- La diffusion de l'oxygène dans les gouttelettes fondues.
- Des mouvements de convection induits au sein de la gouttelette liquide par l'écoulement du gaz d'atomisation (figure I.10). Ces mouvements entraînent de l'oxygène et des oxydes vers le centre de la gouttelette, et amènent du métal « frais » en Surface qui peut alors s'oxyder. De tels mouvements se produisent pour des différences de viscosité cinématique entre le gaz et la particule importantes ($v_{\text{gaz}}/v_{\text{particule}} > 50$) et pour un nombre de Reynolds de la particule supérieur à 20. Ce phénomène est donc favorisé par des vitesses de gaz d'atomisation élevées [24, 27,28].

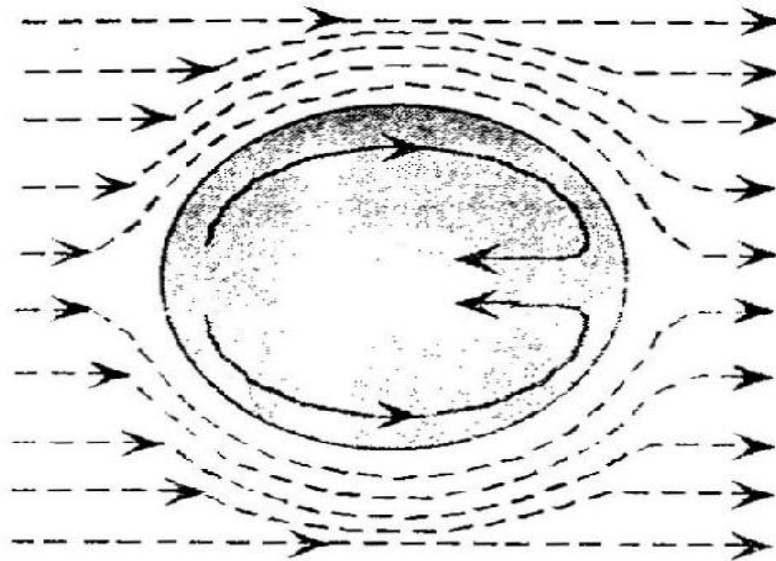


Figure I.10 : Mouvements convectifs au sein d'une gouttelette [26]

L'oxydation en vol peut être donc relativement importante et ne doit pas être sous-estimée.

I.1.3.8.2 Oxydation lors de la formation du dépôt

Il est possible de distinguer 2 types d'oxydations [29] :

- l'oxydation des lamelles : elle est généralement peu importante car les lamelles ne sont soumises à l'air ambiant que pendant quelques microsecondes, avant qu'elles ne soient recouvertes par d'autres lamelles.
- l'oxydation entre deux passes successives : elle peut être non négligeable puisqu'il peut s'écouler quelques secondes à quelques heures entre deux passes successives suivant la taille de la pièce et la vitesse pistolet-substrat. L'étape limitante est la diffusion de l'oxygène à travers la couche d'oxyde en surface. Elle dépend en grande partie de la température du couple dépôt /substrat pendant et après le tir. Cependant, ce type d'oxydation est limité en projection arc-fil car la température du substrat dépasse rarement les 200 °C.

I.1.3.8.3 Étalement des particules

L'étalement des particules est un phénomène complexe qui dépend de nombreux paramètres liés à la particule (morphologie, vitesse, température...) et à l'état de surface du substrat ou du dépôt pendant la projection (matériau, rugosité, température...). Plusieurs études ont essayé

de qualifier l'étalement des particules. [30-31]. Elles ont défini par exemple la morphologie des lamelles en fonction des conditions de projection (Figure I.11).

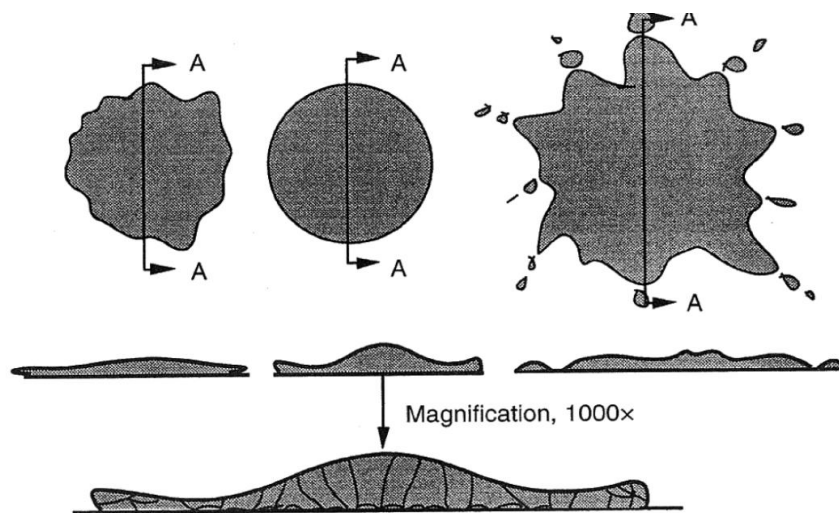


Figure I.11: Type de morphologie de particules projetées.

Elles ont alors décrit les phénomènes de « splashing » désignant l'éclatement d'impact (vitesse trop élevée des particules) et les conditions permettant d'obtenir une morphologie de lamelles correctes. Cependant, la plupart de ces études sont réalisées sur des substrats lisses qui ne correspondent pas à la réalité mais facilitent les observations. De plus, on montre que la température du substrat joue également un rôle sur l'étalement des particules [32]. Des températures critiques de substrat ont été définies en dessous desquelles les lamelles éclatent. Pour l'alumine, il a été montré qu'elles s'étaient mieux sur un substrat chaud. Ces changements ont été expliqués par les modifications de mouillabilité du substrat en fonction de la température [33]. Des particules arrivent également solides avant l'impact. Ces particules ont eu une injection différente. Elles ont partiellement ou pas du tout fondues dans le plasma. Lors de la construction du dépôt, ces particules infondues (Figure I-12) peuvent rebondir sur la surface ou être emprisonnées dans le dépôt. Lorsqu'elles restent dans le dépôt, ces particules vont être à l'origine de défauts dans leur empilement, notamment de pores.

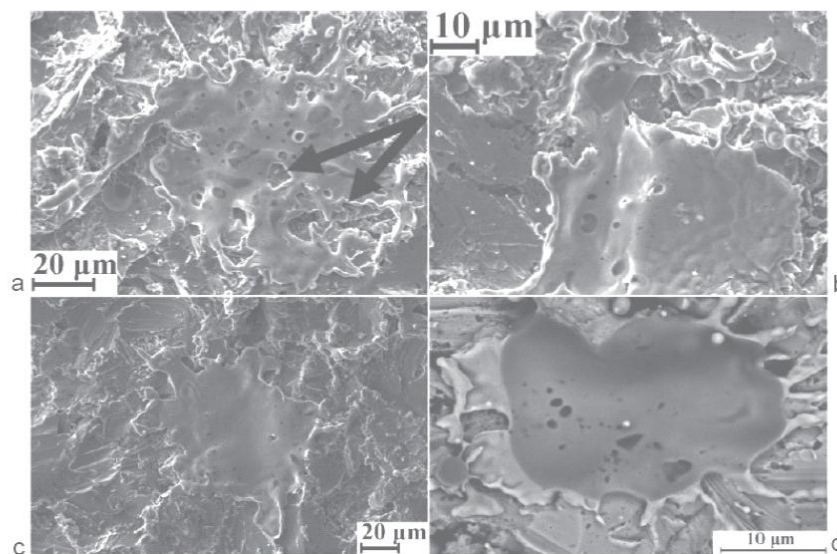


Figure I.12 : Image par microscopie à balayage de l'étalement de lamelles de CuAl sur une surface rugueuse (1.89-2.43 μ m en acier 304L en fonction de la température en fonction de la température du substrat a) $T_s=25^\circ\text{C}$, b) $T_s=65^\circ\text{C}$, c) $T_s=270^\circ\text{C}$, d) $T_s=270^\circ\text{C}$.

I.1.3.9 Influence des paramètres de projection sur le revêtement [10]

I.1.3.9.1 Pistolet à flamme

- **Débit des gaz**

Sa dureté et sa résistance mécanique réduit. Le dépôt devient fragile et difficile à usiner. Un excès d'oxygène (flamme oxydante), augmente l'oxydation du dépôt, donc un excès du taux d'acétylène (flamme carburante), entraîne un charbonnage du revêtement. Dans les deux cas, usure prématurée des buses.

- **Pressions des gaz**

Une pression trop forte des gaz augmente les pertes de métal, donc toutes les consommations

- **Diamètre du fil ou du cordon**

Un diamètre de fil ou de cordon plus grand augmente le grain du dépôt et les pertes.

- **vitesse du fil ou du cordon**

Trop grande, elle augmente la cadence et la grosseur du grain, trop faible elle augmente l'oxydation du dépôt.

- **Pression de l'air**

Son accroissement diminue la grosseur du grain, mais augmente l'oxydation dépôt.

- **Distance de projection**

Trop faible, elle crée les turbulences des pertes et des défauts d'adhérence, surchauffe du dépôt.

Trop grande, elle augmente le refroidissement des grains et entraîne une mauvaise adhérence.

- **Angle de projection**

En principe perpendiculaire, la projection oblique augmente les pertes et diminue l'adhérence.

- **Vitesse de balayage**

Trop rapide, elle augmente les pertes de métal et donne des épaisseurs de dépôts trop minces.

Trop lente, elle donne des épaisseurs de dépôt irrégulières et élève la température du support.

- **Vitesse de rotation** (pour les travaux réalisés sur le tour)

Trop rapide, elle entraîne un rebondissement des particules et une pollution du dépôt

Trop lente, elle entraîne une surchauffe du dépôt et une couche trop épaisse du revêtement.

- **Refroidissement**

Trop rapide, il génère le délaminage des couches.

Trop lente, il entraîne une surchauffe et donc une augmentation de l'oxydation du dépôt.

I.1.3.9.2 Pistolet à arc électrique

- **La tension**

La tension électrique à l'arc doit être constante pour chaque métal projeté. Une baisse de 1 ou 2 volts entraîne le décrochage de l'arc et rend la projection irrégulière, voire impossible. Les gouttelettes peuvent alors faire place à de petits morceaux de fils projetés. L'augmentation de l'intensité, augmente la vitesse du fil, la grosseur de grain et surchauffe le dépôt, sa diminution entraîne une diminution du grain.

- **Les autres paramètres**

Tels que pression de l'air, distance et angle de projection ou vitesse de balayage ou rotation, influent de la même façon que dans le cas d'un pistolet à flamme.

I.1.3.9.3 Pistolet à plasma

- **Granulométrie des poudres**

Elle influe directement sur la porosité ou la compacité du dépôt, plus fine, elle donne un revêtement moins poreux.

- **Débits des poudres**

Il doit être aussi régulier que possible, son élévation augmente la porosité du dépôt. Les particules sont mal fondues.

- **Nature du ou des gaz plasmagènes**

Un gaz neutre comme l'argon ou l'hélium permet un dépôt peu ou pas oxydé, alors qu'un plasma d'azote peut entraîner un phénomène de nitruration du dépôt.

- **Température du plasma**

Son élévation augmente la vitesse du jet de plasma, donc celle des particules et permet des revêtements plus compacts.

I.2 Traitement de surface

Le traitement thermique influe beaucoup sur la durée de vie de l'outil et constitue le plus souvent l'opération délicate d'une gamme de fabrication : de petites variations dans les paramètres opératoires de traitement peuvent se traduire par des écarts importants au niveau du comportement en service. Le but essentiel des traitements thermiques est de conférer au métal des propriétés spécifiques destinées à modifier son comportement face aux "agressions" que celui-ci peut rencontrer, soit au cours de sa mise en œuvre (lors de l'usinage, par exemple), soit au cours de son utilisation (exigeant un bon compromis entre propriétés de dureté et de résilience, par exemple). Les paramètres opératoires des traitements thermiques doivent être déterminés en fonction de la nuance de l'acier et de ses conditions d'utilisation [34]

De manière générale, les traitements thermiques agissent au niveau microstructural des métaux (matrice, précipités, distribution, etc.). Ils permettent de modifier les propriétés mécaniques (en les augmentant ou en les diminuant), les propriétés physiques (par exemple, les conductibilités thermiques et électriques et les propriétés chimiques (par exemple, la résistance en corrosion). En somme, les traitements thermiques sont des opérations qui consistent à faire varier la température des métaux qui reste néanmoins à l'état solide. La variation de la température en fonction du temps est appelée cycle thermique (chauffage, maintien et refroidissement) [35].

I.2.1 Définition [36]

les traitements thermiques sont des opérations de chauffage suivi de refroidissement qui ont pour but de donner à une pièce métallique les propriétés les plus convenables pour son emploi ou sa mise en forme pour modifier les propriétés physiques et parfois chimiques. Ils permettent d'améliorer dans une large mesure les caractéristiques mécaniques telles que : l'adhérence, l'augmentation de la limite élastique et la diminution de la fragilité.

I.2.2 Procédés des traitements thermiques [37]

Effectuer un traitement thermique sur une pièce, c'est faire subir à celle-ci une variation de la température en fonction du temps. Le procédé de traitement thermique se compose de 03 paliers suivants :

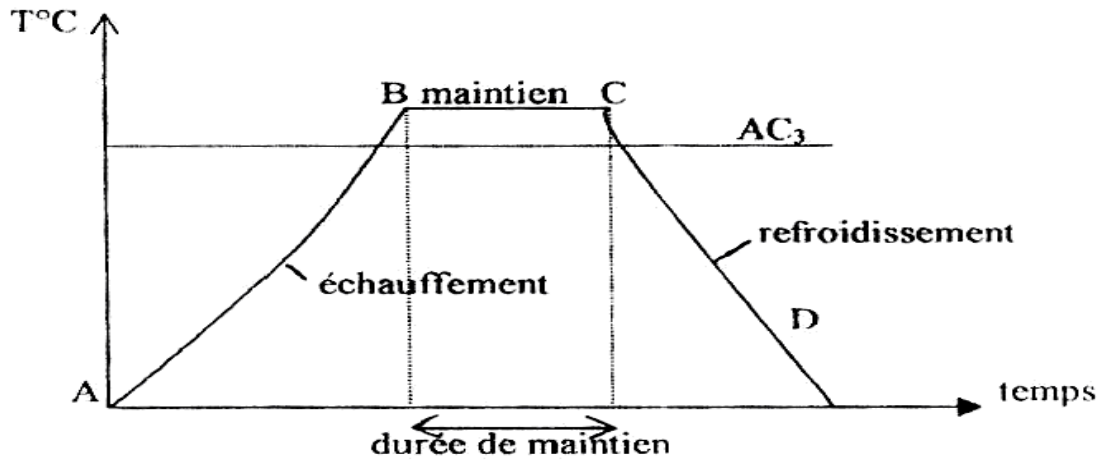


Figure I.13 : cycle d'un traitement thermique

AB : L'échauffement à des températures supérieures aux températures de transformation (par exemple : AC₃).

BC : Maintient à une température définie.

CD : Refroidissement avec une vitesse donnée : lente (dans le four, à l'air), assez rapide (dans l'huile), très rapide (dans l'eau).

I.2.3 Post –traitements des dépôts projetés [38]

Plusieurs traitements sont effectués sur les dépôts pour leurs conférer des qualités supérieures que celles à l'état brut, en terme d'homogénéité, d'adhérence et de résistance à l'usure. Ces traitements sont :

- Colmatage ;
- Imprégnation de la porosité du dépôt ;
- Traitements thermiques.

I.2.3.1 Le colmatage

C'est une opération qui permet de boucher les porosités ouvertes et d'apporter d'autres propriétés désirées à un revêtement, les porosités se compactent au vieillissement, ou par application d'un vernis ou d'une peinture réactive. [39]

En étant attaqué par le milieu agressif, le métal d'apport choisi, résiste en formant avec les agents corrosifs de ce milieu des composés qui se forment en surface. Ces derniers bouchent ainsi les porosités et assurent le colmatage. [40]

I.2.3.2 L'imprégnation

Elle consiste généralement à introduire de la résine ayant un bon pouvoir pénétrant pour éviter les inconvénients de la porosité des dépôts. Elles étanchent le dépôt qui devient plus résistant.

I.2.3.3 Les traitements thermiques

Les traitements thermiques confèrent aux produits métalliques les propriétés nécessaires pour leur transformation, leur mise en œuvre ou leur utilisation : ils constituent donc une opération métallurgique fondamentale. [41]

C'est traitement tendent à fermer les porosités, améliorer l'adhérence et même transformer les couches déposées.ils permettent aussi de rendre des couches déposées résistantes aux chocs et à l'usure par la formation de nouvelles phases. [39]

Les traitements thermiques ont pour but de modifier la nature et la répartition des constituants d'un matériau. Selon le domaine d'application du matériau les traitements peuvent améliorer ou détériorer les propriétés mécaniques de ce dernier. En général, les traitements thermiques en métallurgie sont : la trempe, le revenu, le recuit et le vieillissement. [42]

I.2.4 Technique d'indentation**I.2.4.1 Notion de dureté**

L'analyse des essais de dureté est un des sujets les plus étudiés depuis que l'on s'intéresse aux propriétés mécaniques de surfaces des matériaux. Le principe de cet essai est le suivant : un pénétrateur supposé indéformable laisse une empreinte dans le matériau à tester sous une charge donnée. Cette empreinte est ensuite mesurée pour calculer la dureté

définie comme la charge appliquée divisée par l'aire de l'empreinte (figure I.14). Cette notion de dureté, dite par pénétration a été introduite par Brinell [43]. Ce dernier l'a développée pour vérifier la qualité de deux séries de lingots de fer. Pour cela, il prit des lingots de chaque type, les écrasa avec une sphère en imposant la même charge et mesura la taille de l'empreinte. Il s'avéra alors que les deux empreintes n'avaient pas la même taille ce qui signifie que la qualité des lingots n'était pas similaire pour les deux séries.

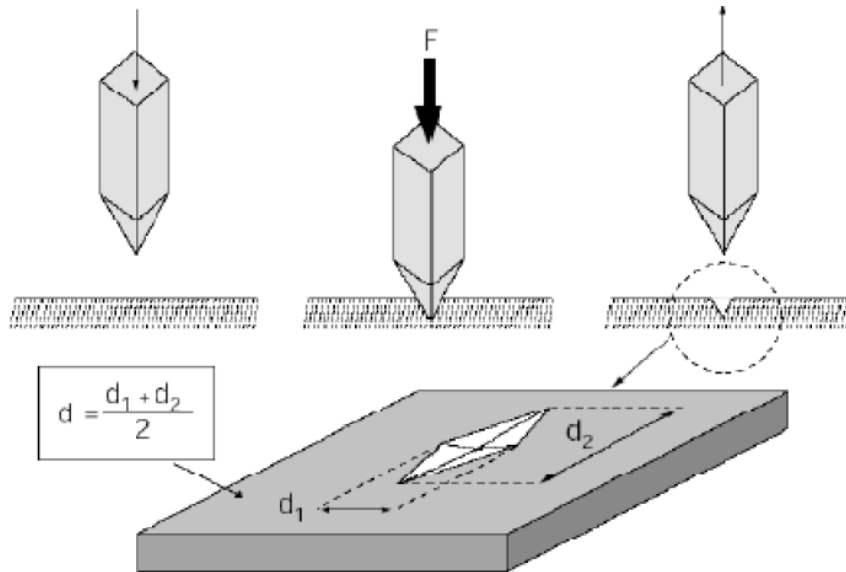


Figure I.14 : Essai de dureté par indenteur à pointe pyramidale [44]

I.2.4.2 Principe [45]

Le principe de l'essai d'indentation consiste à appliquer un indenteur de forme connue (bille, cône ou pyramide) à la surface du matériau à tester. Sous l'action de la charge d'indentation. L'indenteur s'enfonce dans le matériau en produisant des déformations élastique et plastique dans la zone de contact. Au retrait de l'indenteur, une empreinte résiduelle persiste. Plus la charge appliquée est élevée, plus la taille de l'empreinte résiduelle est grande. Le nombre de dureté est calculé par le rapport entre la charge appliquée (P) et une surface représentative de l'empreinte (A). La relation générale s'écrit :

$$H = P/A$$

I.2.4.3 Méthodes conventionnelles

I.2.4.3.1 Mesure de la dureté [46]

Il existe différents essais de dureté correspondant à différentes géométries d'indenteurs, les plus connus sont les essais Vickers, Brinell, Rockwell,... (Figure I.15). Les différents types de mesures de dureté ont été développés indépendamment les uns des autres et doivent être considérés comme correspondant à des caractéristiques sans lien entre elles. Toutefois pour éviter toute comparaison illicite entre les valeurs de dureté, certains essais sont plus recommandés que d'autres., citons, par exemple, l'essai Rockwell pour les matériaux très durs (Carbure, Acier trempé,...).

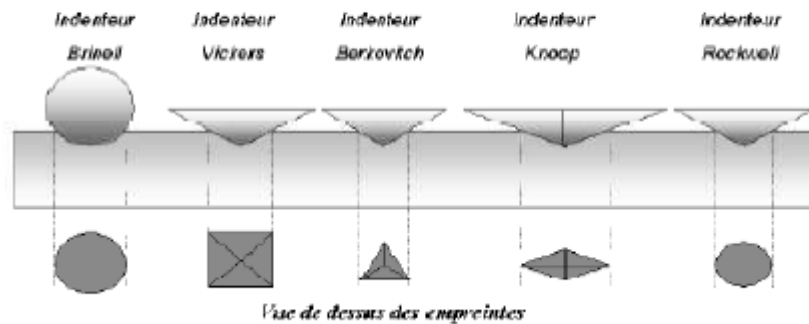


Figure I.15 : principaux indenteurs [47]

I.2.4.4 Les indenteurs et le nombre de dureté correspondant [45]

I.2.4.4.1 Indenteur bille (Essai Brinell)

Le pénétrateur est une bille, en acier trempé en carbure de tungstène ou en diamant, de diamètre 10 mm. L'essai consiste à imprimer la bille sous l'action d'une charge F de 500 ou de 3000kgf, pendant 15 à 30s à la surface d'un matériau (figure I.16). Après le retrait de l'indenteur, on mesure le diamètre d de l'empreinte à l'aide d'un microscope.

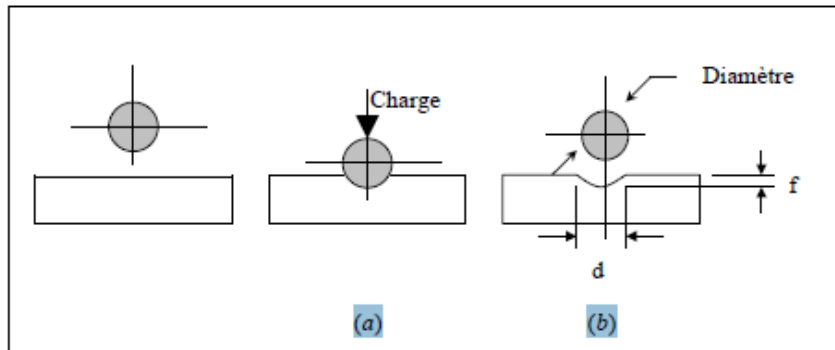


Figure I.16 : Schéma de l'indentation Brinell, (a) Etape de chargement, (b) Empreinte résiduelle.

I.2.4.4.2 Indenteur cône. (Essai Rockwell) [45-48]

L'essai Rockwell consiste la mesure de la dureté d'un métal selon l'enfoncement d'une bille d'acier, appelé dureté Rockwell B (**HRB**) ou d'un cône de diamant de 120°, dureté Rockwell C(**HRC**).

L'essai consiste à appliquer une précharge F de 100 N sur le pénétrateur qui s'enfonce d'une profondeur e_0 . On applique une force supplémentaire $F+P$, avec $p=1400N$, pendant 3 à 8 s, le cône s'enfonce d'une profondeur e_1 . On supprime la force F , le cône reste enfoncé d'une profondeur e_2 . La profondeur rémanente ($e_2 - e_0$) permet le calcul de la dureté selon les formules suivante

ROCKWELL (B)

$$HRB = 500(130 - (e_2 - e_0))$$

Le pénétrateur est une bille d'acier de 1,59 mm de diamètre.

La charge F est de 900 N (100 kgf).

ROCKWELL (C)

$$HRC = 500(100 - (e_2 - e_0))$$

Le pénétrateur est un cône de diamant de 120° et d'extrémité sphérique (\emptyset 0,2 mm).

La charge F est de 1400 N (150 kgf).

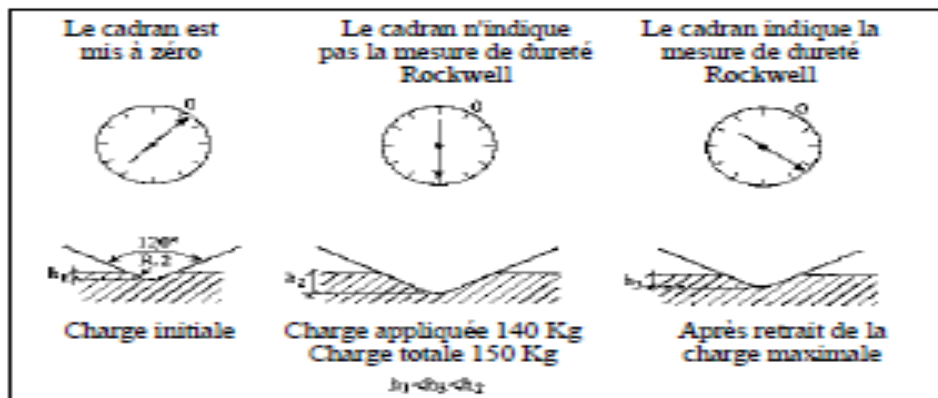


Figure I.17 : Schéma de l'indentation Rockwell C

I.2.4.4.3 Indenteurs Pyramides (Indenteur Vickers)

Dans l'essai Vickers, le pénétrateur est une pyramide en diamant à base carrée, sous une charge donnée durant 15 secondes. La charge appliquée est comprise entre 1 et 120 kgf, L'angle entre les deux faces triangulaires opposées est de 136° et entre les deux arêtes opposées de 148° (Figure I.18).

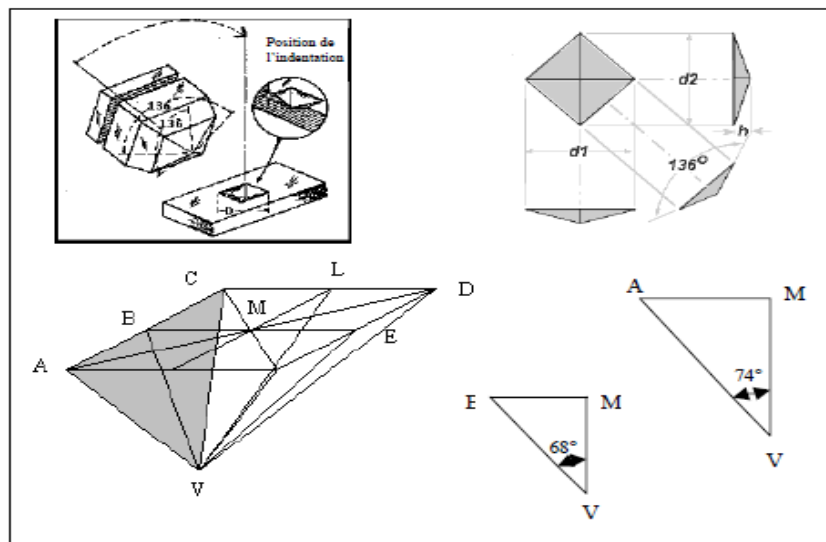


Figure I.18 : Schéma de l'indenteur Vickers.

Le côté de l'empreinte est de l'ordre de 0,5 mm, la mesure s'effectuant à l'aide d'un microscope. La dureté Vickers (**HV**) est calculée à l'aide de la formule suivante :

$$HV = \frac{1.854F}{D^2}$$

Où F est la charge appliquée en kgf et D la diagonale de l'empreinte en millimètres. La profondeur de pénétration H est $H = D / 7$.

I.2.5 Méthodes de caractérisation

I.2.5.1 Définition des rayons X [49]

Les rayonnements X sont des rayonnements électromagnétiques de très courte longueur d'onde et donc très pénétrants. Dans un tube à rayons X, l'émission de ces rayonnements est obtenue en bombardant une cible appelée anode par un faisceau d'électrons accélérés dans le vide. Ces électrons sont obtenus en chauffant un filament appelé cathode (effet thermo-ionique) et ils sont accélérés par une forte différence de potentiel.

I.2.5.2. Diffraction des rayons X (DRX) [50]

La diffraction des rayons X a été utilisée afin de révéler la présence de certaines phases (ferrite, austénite...) dans nos échantillons.

La direction des faisceaux diffractés correspond à la diffusion élastique par une famille de plans (hkl) et vérifie la loi de Bragg :

$$2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} = \lambda$$

Avec

- d_{hkl} : distance entre les plans de la famille (hkl)
- θ : angle entre le faisceau incident de rayons X et les plans diffractant
- λ : longueur d'onde des rayons X incidents

La connaissance de λ (imposée par la source) et la mesure de θ permet d'identifier la famille de plans diffractant. En inclinant l'échantillon face à la source, on peut ainsi faire diffracter tous les plans possibles et identifier les phases présentes dans l'acier (ferrite, martensite, austénite...).

En fait, la distinction entre ces phases est parfois difficile. En principe, la martensite se distingue de la ferrite par un dédoublement des pics dû à sa tétragonalité qui dépend de la

teneur en carbone. Cependant, ce dédoublement peut être noyé dans la largeur intrinsèque des pics.

L'analyse par diffraction des rayons X nécessite une surface polie miroir (polissage mécanique jusqu' au micron). De plus, en raison de la faible pénétration des rayons X dans l'acier (quelques μm), un polissage électrolytique est recommandé afin d'éliminer la couche superficielle écrouie par le polissage. En effet, dans cette couche écrouie, l'austénite résiduelle a pu être déstabilisée par la déformation plastique et les contraintes dues à la préparation.

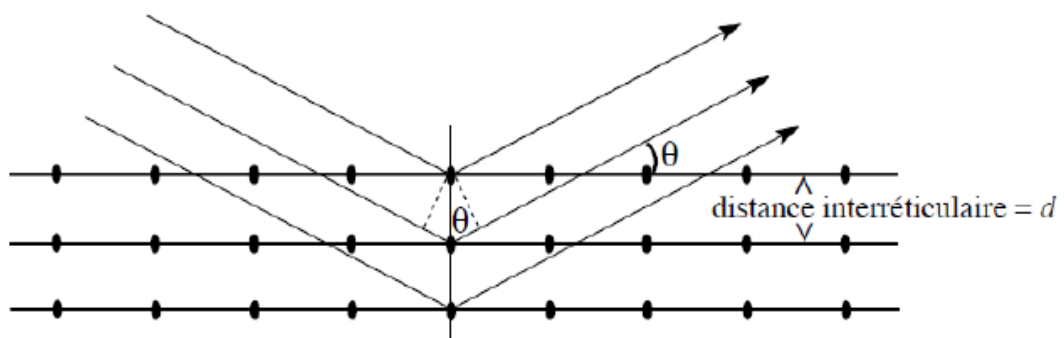


Figure I.19: Diffraction d'un rayonnement X sur les atomes d'un cristal

I.2.5.3 Microanalyse : spectroscopie des rayons X [50]

La spectroscopie des rayons X (mode EDS ou EDX pour Energy X-rays Dispersion Spectroscopy) permet la détermination de la composition chimique des objets analysés. Dans ce mode, l'émission X est le fait de l'interaction inélastique entre les électrons primaires et les atomes de l'objet. Elle se traduit par l'excitation de leurs niveaux électroniques suivie d'une désexcitation radiative dont l'énergie (égale à la différence des niveaux électroniques) est spécifique de chaque espèce atomique présente dans l'échantillon et permettant ainsi l'identification et le dosage des espèces.

La détection des photons X se fait individuellement. Elle consiste à transformer chaque photon en paires électron-trou dans un semi-conducteur. Le courant induit est proportionnel à l'énergie du photon absorbé et sa mesure détermine la hauteur des signaux constitutifs du spectre EDS.

Implanté sur un MET, cette technique permet une analyse à très haute résolution spatiale. Le système installé sur le microscope 2010F détecte les éléments légers mais le dosage du carbone reste impossible en raison de la contamination de l'objet qui se produit lors de sa

préparation. Cette technique a été principalement utilisée pour la détermination de la composition chimique des précipités sur répliques extractives.

I.2.5.4 Principe de fonctionnement des rayons X

L'analyse des phases d'un échantillon repose donc sur trois points importants :

Une mesure de qualité (bonne préparation de l'échantillon, bons paramètres de mesure, appareil bien réglé), une base de données de signature adaptée au problème (complète dans le cas d'un échantillon totalement inconnu) et un algorithme de présélection performant. La compétence et l'expérience de l'utilisateur pour le choix des phases. [51]

Pour déterminer une structure inconnue il faut :

- Identifier la maille (tous les paramètres) ;
- Préciser le système cristallin et le groupe d'espace ;
- Remonter aux coordonnées atomiques du motif.

Initialement fait uniquement par diffraction sur monocristal (compliqué à obtenir), Actuellement peut être obtenue avec plus ou moins de précision en diffraction des poudres. [52]

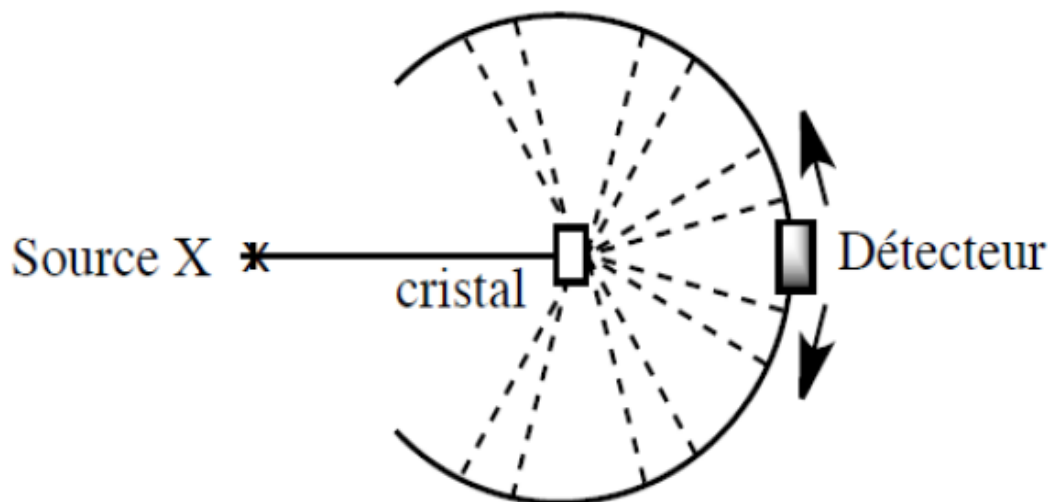


Figure I.20 : Principe de la diffraction des rayons X

I.3 Les superalliages

Le terme de « superalliages » désigne une vaste famille d'alliages à base de nickel, cobalt ou fer, possédant de très bonnes performances à haute température. Une définition générale a été donnée par Chester T. Sims en 1972 [54] : « Un superalliage est un alliage basé sur les éléments du groupe VIIIA du tableau périodique, développé pour une utilisation à température élevée, combinant résistance mécanique et stabilité de surface. ». Les superalliages sont donc des alliages possédant de très bonnes propriétés mécaniques (notamment en fluage) à des températures approchant le point de fusion, combinées à une très bonne résistance à la corrosion à haute température. Ils ont tout d'abord été utilisés pour les moteurs d'avion, puis pour les turbines à gaz industrielles ou marines, les moteurs de fusée, les réacteurs nucléaires, les usines chimiques et pétrochimiques.

Les superalliages à base de nickel sont nés à partir des aciers à la fin des années 20. En France, Chevenard eut l'idée d'ajouter de l'aluminium et du titane à un acier contenant un fort pourcentage de nickel, ce qui engendra un renforcement par formation de précipités d'une phase de type Ni_3Al . La même année aux Etats-Unis, Bedford, Pelling et Merica firent la même chose avec un alliage nickel-chrome 80/20 [55]. Depuis, des progrès n'ont cessé d'être réalisés, non seulement par l'optimisation de leur composition mais aussi par l'amélioration des méthodes d'élaboration et des traitements thermiques. En particulier, l'utilisation du procédé de coulée et de solidification dirigée a permis de développer une nouvelle famille d'alliages, les superalliages monocristallins.

I.3.1 définition [56]

Les superalliages sont des alliages développés pour travailler à des très hautes températures de services, ils sont des matériaux métalliques combinant de hautes caractéristiques mécaniques dans un large domaine de températures et une excellente tenue à la corrosion et/ou l'oxydation.

On peut diviser les superalliages en trois familles :

- Alliages à base de fer-nickel-chrome ;
- Alliages à base de nickel ;
- Alliages à base cobalt.

Leur résistance élevée au fluage est due principalement aux trois facteurs :

- Raidissement de la matrice par addition des éléments : molybdène, tungstène, cobalt, niobium, tantale, vanadium ;
- Présence d'une phase intermétallique finement précipitée ;
- Présence de carbures

I.3.2 Domaine d'utilisation des superalliages a base nickel [57]

Les superalliages à base de Nickel représentent une part importante des matériaux utilisés dans la fabrication des moteurs aéronautiques de type turboréacteur. En effet, environ 45% des pièces des turboréacteurs sont réalisés en alliages de Nickel car ces alliages présentent généralement une bonne stabilité métallurgique en raison de la faible vitesse de diffusion des éléments, possèdent une bonne tenue à l'oxydation, et ont une bonne résistance mécanique à haute température. Pour ces raisons, les superalliages à base de Nickel sont essentiellement employés pour la fabrication des pièces situées dans les zones les plus chaudes du moteur, c'est-à-dire le compresseur haute-pression et la turbine (Figure I-21).

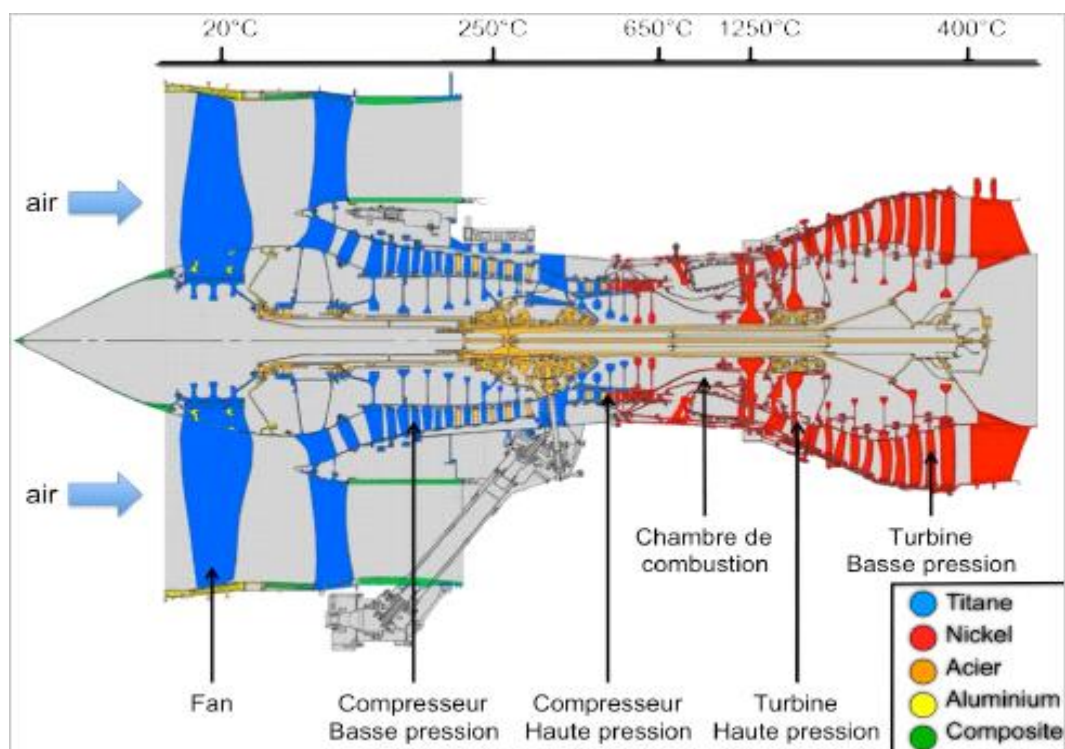


Figure I-21 : types d'alliages employés dans la fabrication des turboréacteurs.

I.3.2.1 Autres domaines d'utilisation [58]

Parmi les superalliages les plus utilisés, nous pouvons citer, en allant des températures de fonctionnement les plus basses vers les plus hautes :

- Les alliages de titane utilisés pour la partie fan et une partie des compresseurs dont la température est inférieure à 550°C (TiAl6V; Ti 6242 ou Ti17).
- Les alliages à base nickel polycristallins forgés ou élaborés par métallurgie des poudres (ex : Waspaloy, Inconel 718, N18), utilisés lorsque la température est comprise entre 450°C et 700°C, c'est-à-dire pour la partie haute pression du compresseur (disque, aubes, carters) et la turbine (disques et certaines aubes).
- Les superalliages à base fer ont été développés à des aciers inoxydables austénitiques. Certaines offrent des coefficients de dilatation thermique très faibles (tel que Incoloy 909) qui les rendent particulièrement adaptés pour les arbres, bagues et carters.
- Les superalliages à base cobalt offrent une excellente résistance à la corrosion à chaud sous hautes températures comparées aux alliages à base nickel. Ils sont toutefois plus chers et plus difficiles à usiner, et de ce fait, leur utilisation se limite aux pièces de combustion dans les zones les plus chaudes du moteur .Parmi eux, nous trouvons Haynes 25 et Stellite 31.
- Les superalliages à base nickel monocristallins pour aubes de turbines dont la température de fonctionnement est comprise entre 650°C au pied d'aube et plus de 1000°C au niveau de la pale.

I.3.3 Procèdes de formation des superalliages

I.3.3.1 Elaboration et mise en forme [57]

Les différentes phases pourront ou non être observées dans l'alliage à différents stades de son élaboration, donc nous introduirons ici quelques informations sur le processus d'élaboration des superalliages.

L'élaboration de l'alliage est la première étape dans le premier processus de création d'une pièce en superalliage. La phase d'élaboration permet d'obtenir un lingot de superalliages qui sera ensuite forgé, traité thermiquement et enfin usiné pour obtenir la pièce voulu.

Il existe deux voies d'élaborations des alliages : la voie « coulé-forgé », et la voie par métallurgie des poudres

I.3.3.2 Techniques de fusion VIM et VAR

Les superalliages sont composés de plus de dix éléments chimiques. Un des aspects les plus importants est de savoir bien mélanger ces éléments avant de pouvoir les mettre en forme. En effet, de la qualité du lingot des éléments prè-alliès va dépendre celle de la pièce. Si le mélange est mal fait et que le produit présente des inhomogénéités, des ségrégations, aucun traitement thermique, aucune modification de la composition initiale ou du mode de fabrication de la pièce ne pourra corriger totalement l'inhomogénéité. Le procédé de mélange des différents éléments est donc la clé de voute de tout le procédé conduisant à la pièce possédant les propriétés mécaniques requises.

Les premiers superalliages, issus des aciers austénitiques, étaient fabriqués à partir de mélanges obtenus en four à arc électrique. Le développement du mélange sous vide par fusion au four à induction V.I.M (Vacuum Induction Melting, figure I-22) a permis de mieux contrôler l'addition des éléments comme l'aluminium et le titane, à la base des propriétés remarquables des superalliages. Sous air, l'introduction de ces éléments réactifs avec l'oxygène, l'hydrogène et l'azote, pouvait conduire à des produits très peu ductiles du fait d'importantes ségrégations.

L'application du procédé VIM à l'élaboration des superalliages dans les années 50 a constitué une véritable révolution. Elle a permis l'introduction d'une part, d'un plus grand nombre d'éléments d'alliage et d'autre part, de concentration plus importante, conduisant ainsi à une nette amélioration de la tenue mécanique et de la tenue en température. Toutefois, les lingots ainsi produits n'étaient pas exempts de tout phénomène de ségrégation. Le procédé de refusions VAR (Vacuum Arc Remelting, figure I-23) [59], utilisé à la suite du VIM, va permettre de limiter les problèmes à la solidification rencontrés avec la seule utilisation du VIM. La plupart des superalliages sont mélangés suivant la séquence VIM/VAR ou VIM/ESR (electro slag remelting= refusions sous laitier électroconducteur).

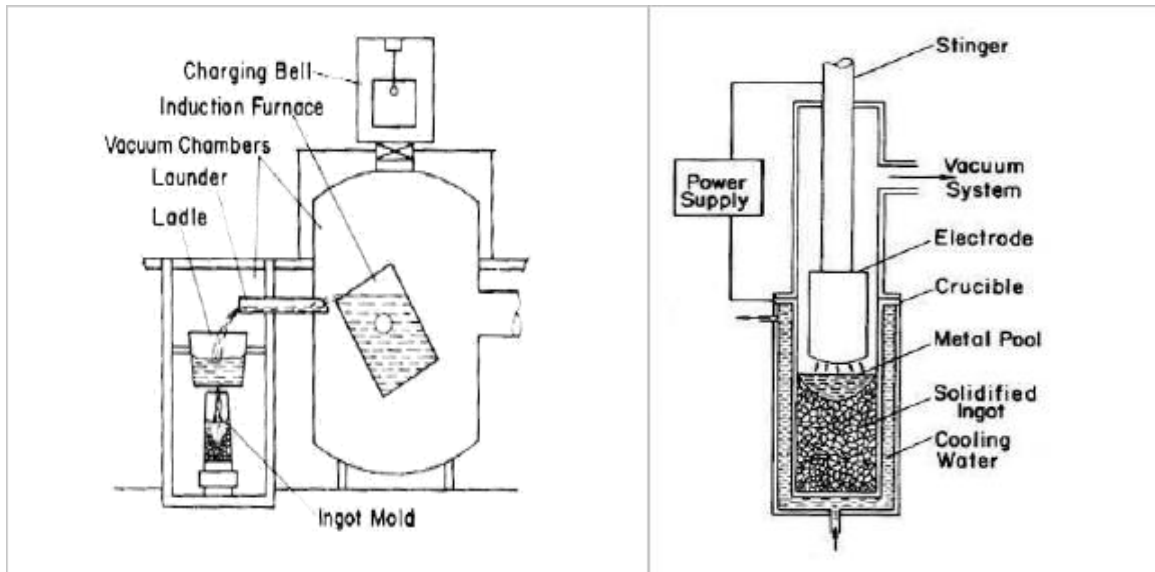


Figure I-22 : Représentation schématique
du Procédé VIM [60]

figure 1-23 : Représentation schématique
du procédé VAR [60]

I.3.3.3 Métallurgie des poudres

L'exigence des motoristes d'obtenir des matériaux pour disques toujours plus performants a conduit au développement de superalliages de plus en plus chargés en éléments d'addition : les concentrations en éléments réfractaires comme le tungstène et le molybdène ont été relevées pour accroître le durcissement de solution solide tandis que l'augmentation des teneurs en aluminium, titane, niobium et tantale a permis d'obtenir des alliages à plus forte fraction de phase γ' . Toutefois, l'amélioration des propriétés mécaniques ne peut avoir lieu que si le matériau peut être mis en forme correctement ! Or, l'utilisation du procédé classique par coulée et forgeage pour élaborer ces compositions fortement chargées en éléments d'alliages, ne permet pas d'éviter les ségrégations chimiques qui vont modifier localement la composition de l'alliage et constituer éventuellement des sites préférentiels d'amorçage de fissure sous certaines sollicitation mécanique. La technique de la métallurgie des poudres, qui consiste en la pulvérisation de lingots d'éléments préalliés, permet de limiter la taille de ces ségrégations à grande échelle : la clé de ce mode de production réside en effet en une très grande vitesse de solidification depuis l'état liquide, ce qui évite notamment les ségrégations dans les particules préallées, chaque gouttelette solidifiée ayant la même composition moyenne. Il en résulte une microstructure plus fine et plus homogène qui facilite le travail à

chaud et une augmentation des performances de l'alliage [61]

L'application principale de la technique « Métallurgie des poudres » (MdP ou PM pour Power Metallurgy) est la production de disque de turbine et de compresseur haute pression des turboréacteurs, pièces soumises à de fortes contraintes, particulièrement sensibles à la présence de défauts. Les alliages obtenus par métallurgie des poudres présentent donc des propriétés mécaniques supérieures aux alliages coulés mais ont un prix de revient plus élevé.

De ce fait, l'utilisation de cette technique reste limitée. Chez Snecma par exemple, seuls les disques des moteurs militaires M88 sont fabriqués en superalliages MdP.

I.3.3.4 Structure de solidification

Nous verrons plus loin que les procédés d'élaboration des superalliages à base de nickel ont considérablement évolué durant ces dernières décennies [55-62]. L'évolution de ces procédés a permis l'augmentation des propriétés mécaniques des superalliages à hautes températures. Après élaboration, les superalliages à base de nickel présentent une structure dendritique (Figure I-24). Les bras de dendrite primaire et leurs ramifications secondaires croissent dans les directions $\langle 100 \rangle$. Les bras de dendrite présentent une microstructure fine γ / γ' , tandis que dans les espaces interdendritiques, la microstructure γ / γ' est plus grossière. On peut également observer, dans ces espaces interdendritiques, des phases γ' massives, qui ne contribuent pas au durcissement de l'alliage. Cette structure dendritique provient du rejet de certains éléments de la phase solide vers la phase liquide lors de la solidification de l'alliage. Les éléments comme le nickel, le tungstène, le rhénium ou le ruthénium ne sont pas rejetés dans la phase liquide, et se répartissent préférentiellement dans les corps de dendrite après solidification. Les autres éléments ont donc tendance à ségréger dans les espaces interdendritiques de l'alliage. Ainsi, un traitement thermique de mise en solution est effectué après l'élaboration des superalliages à base de nickel pour homogénéiser leur microstructure. Ce traitement permet de dissoudre les précipités γ' , formés en sortie de procédé d'élaboration, dans la phase γ . Le refroidissement de ce traitement thermique permet ensuite de reformer les précipités de phase γ' de manière homogène. Ce traitement thermique permet également de limiter la ségrégation chimique des éléments dans les bras de dendrite, par diffusion dans la solution solide γ -Ni. Généralement, des traitements thermiques de revenu sont effectués à la suite du traitement thermique de mise en solution. Ces traitements, conduits à des températures inférieures, permettent d'augmenter la limite d'élasticité des superalliages en

modifiant la taille des précipités de phase γ' .

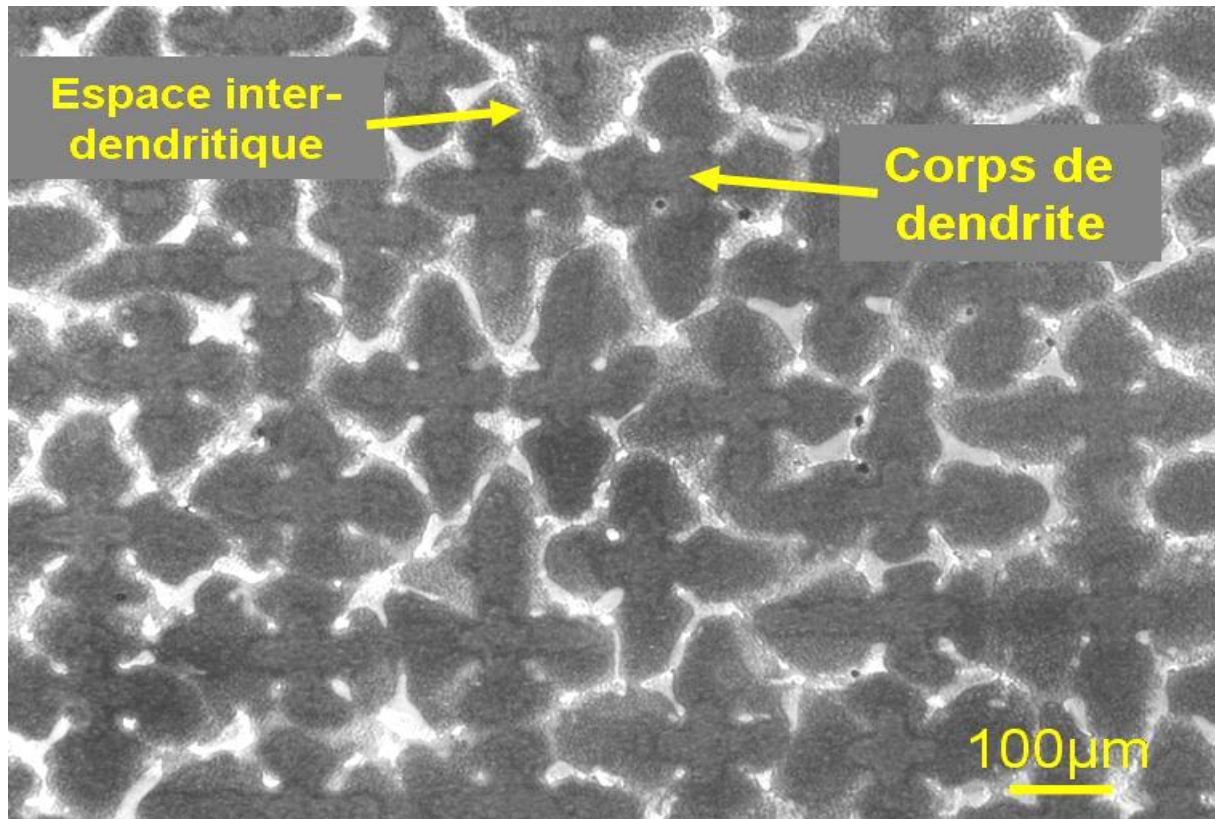


Figure I-24 : Microscopie optique d'un superalliage MCNG [62] après une étape de solidification monocristalline – Coupe perpendiculaire à l'axe $\langle 001 \rangle$

I.3.4 Les alliages base nickel [63]

Les alliages base-nickel sont des matériaux métalliques complexes dotés d'une tenue mécanique à haute température et d'une résistance à l'oxydation ou à la corrosion à chaud. Ces superalliages sont élaborés par fonderie de précision ou par métallurgie des poudres. Ils sont utilisés généralement pour élaborer des pièces des turbines à gaz industrielles ou marines et de turbomachines aéronautiques. Dans les superalliages base nickel, on distingue plusieurs éléments capables de fournir différentes phases et microstructures développées selon un traitement thermique choisi. La particularité des superalliages réside dans la cohérence cristallographique entre la structure de la matrice austénitique FCC γ et la phase γ' Ni_3 (Al, Ti). Toutes les deux ont une structure cubique à faces centrées dont les paramètres cristallographiques sont très proches.

La matrice nickel (structure γ) est caractérisée par sa résistance aux efforts de fluage à haute

température. L'aluminium et le chrome sont des éléments importants qui favorisent la tenue à l'oxydation et à la corrosion à chaud dues à la présence d'oxygène ou de polluants (Na, Ca,...). Le tantale, le molybdène et le tungstène permettent d'améliorer le durcissement par la formation des solutions solides. Le durcissement est aussi amélioré par précipitation de carbures (Cr, Mo, Nb, W, Ti) ou par précipitation de la phase γ' Ni₃ (Al, Ti) stable à 1100 °C. Le hafnium est ajouté afin d'améliorer la ductilité en fluage de l'alliage et de réduire les risques de la crique à chaud. L'intérêt de l'ajout du cobalt est d'améliorer la tenue en fatigue thermique et faciliter la mise en œuvre (soudabilité).

I.3.4.1 Influence des éléments d'alliage sur la structure des superalliages

Les superalliages base nickel actuels sont composés de plus de dix éléments chimiques. Il existe un grand nombre de compositions différentes. Toutefois, ils ont tous une base commune i.e. entre 10 à 20% de chrome, jusqu'à 8% d'aluminium et de titane, de 5 à 10% de cobalt (pourcentages massiques) et des faibles quantités de bore, carbone et zirconium. Les éléments classiques que l'on trouve ajoutés à différentes teneurs à cette base sont le molybdène, le tungstène, le fer, le niobium et le tantale [60]. Dans le domaine des compositions des superalliages base nickel, on peut classer ces éléments en trois groupes :

- Les éléments participant préférentiellement à la formation de la phase γ : Ni, Co, Fe, Cr, Mo, W,
- Les éléments participant préférentiellement à la formation de la phase γ' : Al, Ti, Nb, Ta,
- les éléments tendant à ségréger aux joints de grains : C, B, Zr, Hf.

I.3.4.2 Modes de durcissement des superalliages [64]

Les superalliages sont renforcés selon 3 mécanismes :

- le durcissement par précipitation de phase ordonnée γ' est le mode de durcissement majeur des alliages à base nickel. La taille, la morphologie et la répartition des précipités pour une fraction volumique donnée vont conditionner les propriétés du matériau, particulièrement la limite d'élasticité, le durcissement par écrouissage, la rupture, la tenue en fatigue et la vitesse de fissuration, mais aussi le fluage. Les microstructures obtenues dépendent du

choix des températures de traitement, de la vitesse de refroidissement lors de la trempe et de la durée des traitements de précipitation.

- La précipitation des carbures et borures s'effectue surtout aux joints de grains afin d'en améliorer l'ancrage. Ces éléments sont généralement insensibles aux traitements thermiques et n'engendrent pas de risque de brulure, c'est-à-dire de fusion locale de la matrice qui les entoure.
- Le durcissement par effet de solution solide est obtenu par distorsion du réseau cristallin par substitution au nickel d'atomes lourds tels que le tungstène ou le molybdène, de grands diamètres et de faibles vitesses de diffusion dans le nickel.

I.3.4.2.1 Les carbure [57]

Plusieurs types de carbures précipitent dans les superalliages à base de nickel : les carbures primaires de types MX (NbC, Ti(C, N)), et les carbures secondaires de type M_6C et $M_{23}C_6$.

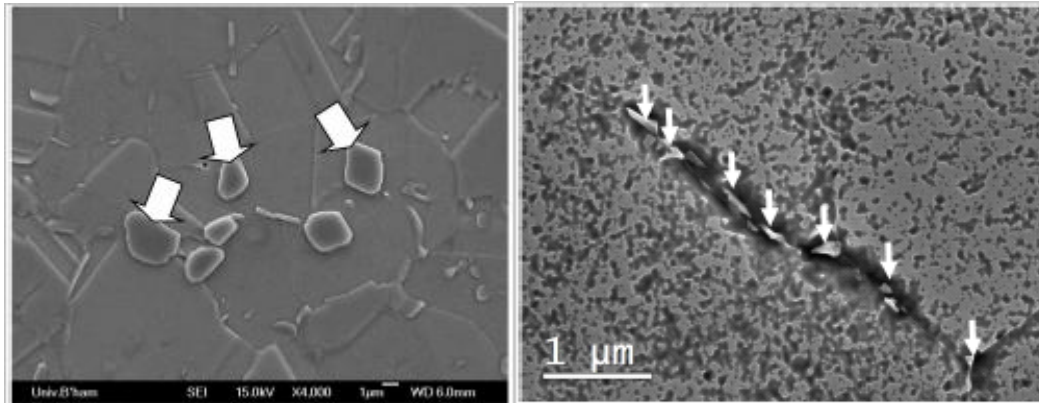
Les carbures ou carbonitrides primaires se forment lors de la solidification du lingot. Ceux-ci précipitent dans les espaces interdendritique dans lesquels s'est créée une ségrégation des éléments comme le Niobium, le Molybdène et le Titane. Les carbures et les carbonitrides ont une taille similaire que peut atteindre 10 μm , mais ils présentent des morphologies différentes : globulaire pour les carbures et cubique pour les carbonitrides. Toutefois ces deux phases adoptent la même structure cristalline B1 de réseau cubique à faces centrées. La température de solvus des carbures primaires est supérieure à la température de solidus (voir même de la température de liquidus) de l'alliage, ce qui fait qu'ils restent présents même après traitement thermique à haute température de l'alliage.

Les carbures secondaires apparaissent lors de maintiens à haute température. Leur composition est de type M_6C , et $M_{23}C_6$, où M est une combinaison des éléments Chrome, Molybdène et fer.

La précipitation des carbures primaires permet, dans certains alliages, notamment ceux élaborés par métallurgie des poudres, d'ancrer les joints de grains et de limiter leur mobilité.

La précipitation des carbures secondaires sur les joints de grains permet également

d'améliorer la tenue en fluage des alliages, lorsqu'ils ne forment pas un film continu dans les joints, en limitant le glissement des joints de grains. (Figure I-25).



Carbure primaire de type MC

Carbure secondaire de type $M_{23}C_6$ précipités
le long d'un joint de grains

Figure I-25 : micrographies MEB de carbures primaires et de carbures secondaires dans l'Inconel 718 [65]

I.3.5 Structure des matériaux [66]

La science des matériaux est l'étude des relations qui existent entre leur structure et leurs propriétés générales.

La structure d'un matériau correspond à la façon dont s'agencent ses éléments constitutifs à

Plusieurs échelles

- Échelle subatomique : noyau et électrons
- Échelle atomique : disposition des atomes ou molécules les uns par rapport aux autres
- Échelle microscopique : groupes d'atomes
- Échelle macroscopique : éléments de structure visibles à l'œil nu

Nous allons considérer la structure d'un matériau depuis les constituants de base, en commençant par les atomes, puis par les liaisons atomiques, pour remonter petit à petit (en travelling arrière) jusqu'à l'arrangement macroscopique.

I.3.5.1 Structure microscopique du matériau (échelle de l'atome)

- Structure cristalline (Roche, métaux)
- Structure vitreuse (Verre, la céramique, le laitier)
- Structure colloïdale (plastiques, caoutchouc, résine,...)

I.3.5.2 Structure macroscopique du matériau

- Structure fibreuse (Bois, l'éternite (amiante + ciment))
- Structure capillaire (mastique, mortier de ciment et béton)
- Ou à la fois fibreuse et capillaire (béton de fibre)

I.3.6 Cristaux métalliques

Parmi les quatorze réseaux de BRAVAIS, trois ont une importance particulière : les réseaux cubique faces centrées (C.F), hexagonal et cubique centré (C.I). Ces trois réseaux permettent de comprendre l'organisation des structures adoptées par la plupart des métaux et qui sont :

- la structure cubique faces centrées (abrégée C.F.C) ;
- la structure hexagonale compacte (abrégée H.C) ;
- la structure cubique centrée (abrégée C.C).

Le même métal peut présenter plusieurs structures cristallines selon l'intervalle de température considéré, on dit qu'il présente un polymorphisme cristallin.

I.3.6.1 Structure cubique centrée CC

Définie par une maille élémentaire de 2 ions (un au centre et 8 aux sommets du cube mais appartenant chacun à 8 mailles).

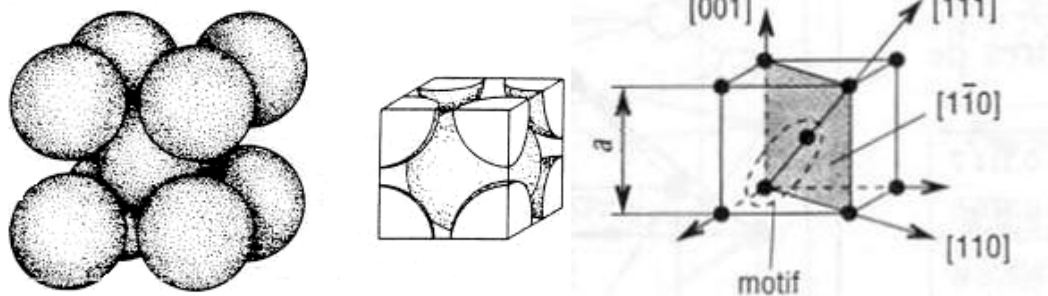


Figure I.26 : structure CC

I.3.6.2 Structure cubique à faces centrées CFC

Définie par un motif élémentaire de 4 ions (6 sur les faces appartenant chacun à 2 mailles et 8 aux sommets du cube mais appartenant chacun à 8 mailles).

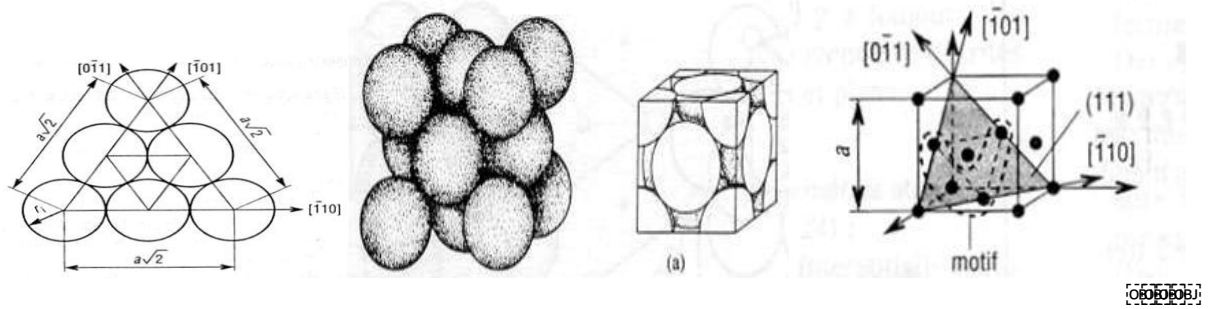


Figure I.27 : structure CFC

I.3.6.3 Structure hexagonale compacte HC

Définie par un motif élémentaire de 2 ions. La maille représentative contient 6 ions (3 à l'intérieur et 2 sur les bases, communs chacun à 2 mailles, et 12 sur les sommets, communs chacun à 6 mailles).

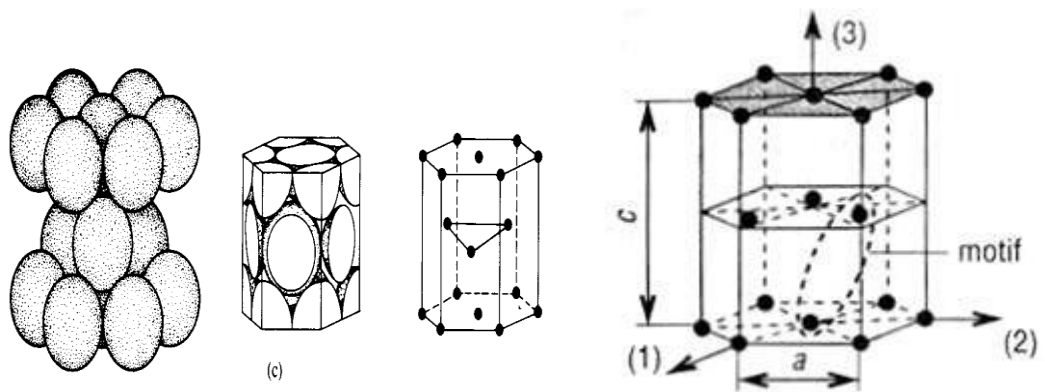


Figure I.28: Structure HC

I.3.7 Diagramme d'équilibre nickel-chrome

Selon le diagramme de phase de Ni-Cr, le point de fusion du nickel et du chrome à la pression de 101325 Pa est respectivement de 1455°C et 1907°C. Le système binaire Ni-Cr a une réaction eutectique à 1345°C, la composition eutectique étant de 51%. Deux solutions solides : le nickel cubique centré sur la face (FCC) et le chrome central (BCC) centré sur le corps sont formés lors de la réaction eutectique, comme le montre la figure (I.29) dans le diagramme suivant :

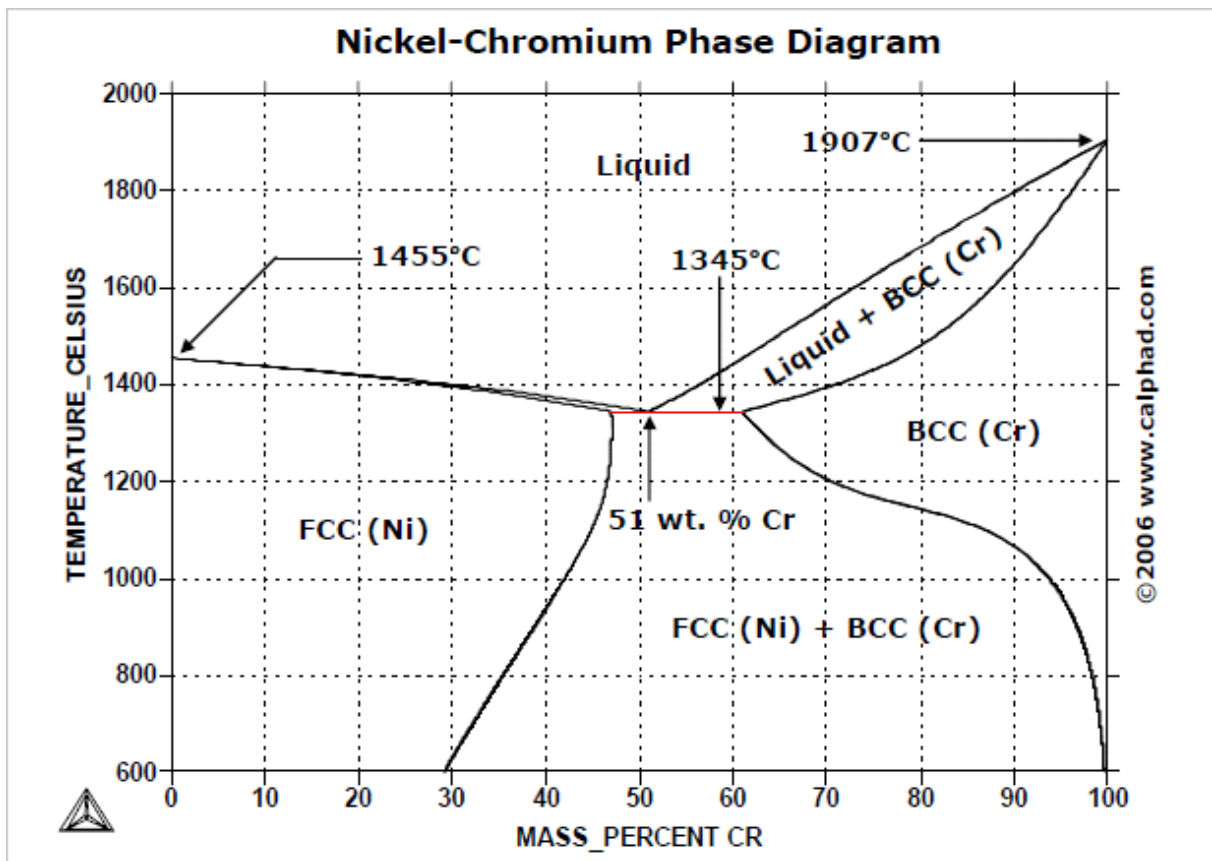


Figure I.29 : diagramme d'équilibre de phase Ni-Cr.

II. Introduction

Dans cette partie on présente dans un premier temps les dispositifs expérimentaux de projection thermique utilisés pour l'élaboration des dépôts. Dans un deuxième temps, on présente les différentes techniques de caractérisation : l'analyse structurale par la Diffraction X (DRX) et microscope optique et la caractérisation mécanique basée sur les tests de dureté des différents dépôts en superalliage à base Nickel en vue d'améliorer la dureté.

II.1 Matériaux utilisés

II.1.1 Substrat

Le substrat utilisé, dans notre étude, est un acier de nuance A60 non allié d'usage courant en mécanique générale. Non traité, il offre une bonne résistance mécanique, utilisé pour des vis sans fin, pignons, clavettes, axes, bagues. La teneur en pourcentage massique des éléments constituant le substrat est représenté dans le tableau II.1.

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

E335	C	Mo	Cu	Ni	Mn	Fe	P	Si	V	S
	0.1	0.007	0.119		0.231	Bal	0.050	0.044	0.01	0.010

II.1.2 Revêtements réalisés

Dans notre cas, les matériaux de départ choisis pour réaliser les revêtements par projection flamme-fil est un superalliage à base du nickel qui contient 80 et 20 Cr. Cet alliage présente une haute résistance à la corrosion et une bonne résistance au fluage.

II.2 Présentation des échantillons

II.2.1 Elaboration des échantillons

Les échantillons utilisés pour la projection thermique, ont été usinés sur une fraiseuse au niveau du hall de technologie ou on à effectuer :

- Découpage, dans le but de réaliser la forme de l'échantillon ;
- Un fraisage, de surface avec une fraiseuse conventionnelle ;
- Un dressage, pour avoir un bon état de surface, de la surface à revêtir ;
- Un chanfreinage, dans le but d'avoir un contact parfait entre le revêtement et la surface antagoniste.

Les échantillons élaborés présentent la forme suivante :

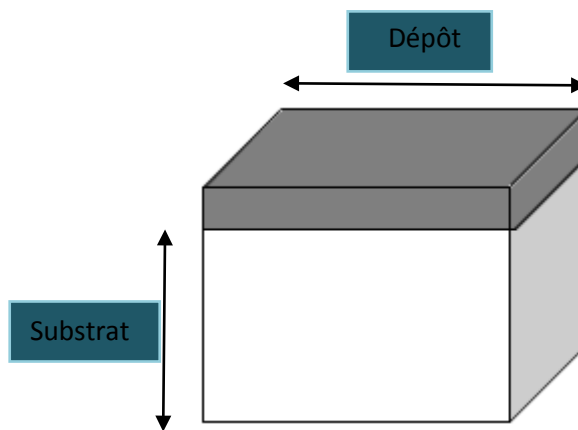


Figure II.1 : Echantillon élaboré après projection

II.3 Préparation des surfaces à revêtir

Après avoir élaboré les échantillons, on a effectué les différentes opérations de préparation de surface comme suit :

II.3.1 Dégraissage

Le dégraissage est l'élimination des huiles et diverses particules ou poussières déposés volontairement ou non à la surface de l'acier pendant les opérations de stockage et mise en forme.

II.3.2 Grenaillage

Il s'agit d'un procédé de préparation de surface consistant à projeter à l'aide d'une lance sous pression un abrasif sur la pièce à nettoyer.

Le but du grenaillage est d'une part d'éliminer les oxydes présents en surface de la pièce et d'autre part d'augmenter la rugosité de surface afin d'obtenir une meilleure adhérence de l'émail.

II.3.3 Préchauffage

Un léger préchauffage de la pièce à traiter, est toujours conseillé afin d'augmenter le pouvoir d'adhérence, une modification mécanique et une modification de la mouillabilité de la surface par un effet d'oxydation. En effet, les caractéristiques mécaniques de la plupart des matériaux chutent avec l'augmentation de la température.

Il peut aussi être employé pour la dessiccation de certaines pièces poreuses, imprégnées en profondeur d'eau ou de graisse ou d'huile.

II.4 Réalisation des dépôts

II.4.1 Paramètres de projection

Les paramètres de projection utilisés pour obtenir notre dépôt, ils sont résumés dans le tableau II.2 suivant :

Tableau II-2 : Paramètres de projection utilisé

Paramètres de projection Matériaux De projection	Nickel-chrome (80/20)
Gaz	acétylène
Pression de l'air	4(bar)
Pression de l'oxygène	4(bar)
Pression du gaz acétylène	0.7 (bar)
Distance de projection	150(mm)
Angle projection	90°
Diamètre des fils	3,5mm
Vitesse du cordon	10(mm/s)

II.4.2 Procédé d'élaboration des revêtements par la projection flamme fil

Pour l'élaboration de nos dépôts, le pistolet de projection utilisé à partir de cordons est constitué d'un pistolet Master –Jet 2 (Figure II.31), pourvu d'un moteur électrique à basse vitesse (10mm/s) pour l'entraînement du cordon. Un système de contrôle des gaz, composé de débitmètres à flotteur pour régler le débit d'oxygène et d'acétylène et des manomètres régulant la pression des gaz de la flamme d'air et d'un support échantillon. Lors de la projection, les échantillons sont mis en rotation et le pistolet est placé perpendiculairement à la surface des substrats à une distance contrôlée manuellement d'environ 150mm. Un jet d'air comprimé placé à environ 80 mm de l'échantillon est dirigé vers la surface du dépôt après la projection, pour contrôler le refroidissement, avec certain paramètres de projection.

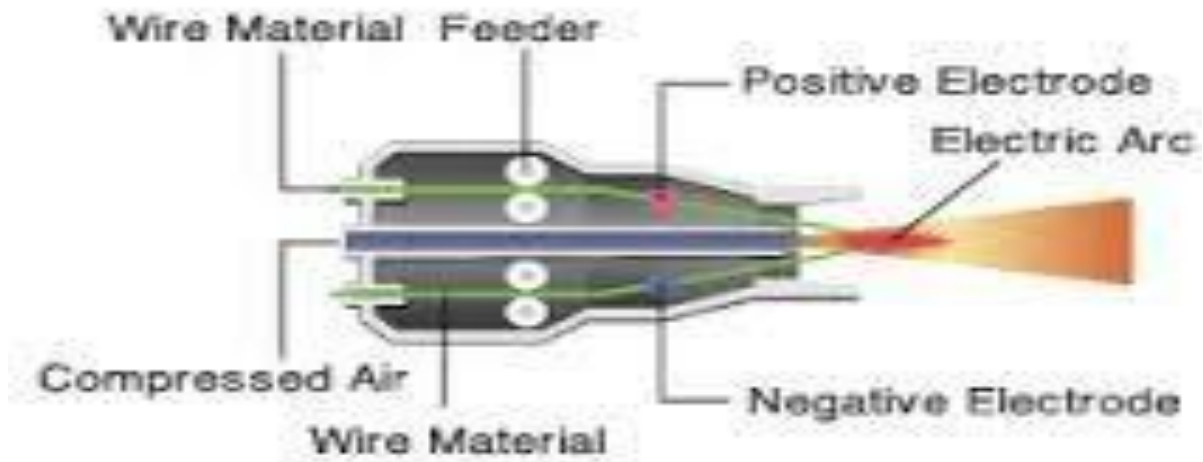


Figure II. 2 : Schéma du pistolet à flamme-fil type Master-Jet 2

II.5 Les post- traitements

Après avoir déposé les revêtements des superalliages à base nickel, on a effectué des post-traitements qui consiste en un chauffage à des températures (900, 1100) pour différents échantillons pendant un temps de maintien de une (01) heure et suivi d'un refroidissement à l'air.



Figure II.3 : Four électrique

Le but de ces post-traitements est de :

- Mettre le matériau dans un état proche de l'équilibre thermodynamique ;
- Recristalliser la matrice, on dit qu'il guérit les défauts ;
- Activer les impuretés implantées ;
- Améliorer l'adhérence des dépôts.

Ces traitements ont été réalisés dans la fonderie de l'université de Bejaia et nous avons résumé les opérations dans le tableau ci-dessous :

Tableau II.3 : les différents post-traitements.

Températures	900	1100	Sans traitement
80%Ni, 20%Cr.	1 échantillon	1 échantillon	1 échantillon

II.6 Observation métallographique

II.6.1 Préparation des échantillons pour l'observation métallographique

L'observation microscopique a nécessité un polissage fin de la surface de la coupe du dépôt à observer. Le polissage mécanique est obtenu en utilisant une polisseuse qui vise à rendre les surfaces uniformes. Il consiste à abraser la surface à l'aide de papiers abrasif de grade progressif (400, 600, 800, 1000, 1500).



Figure II.4 : Polisseuse mécanique à papier abrasif.

II.6.2 Le microscope métallographique

Après traitement thermique et thermomécanique, tous les échantillons ont été observés au Microscope optique. Pour mettre en évidence la microstructure après traitement, un protocole standard a été appliqué. Les échantillons ont été polis mécaniquement jusqu'au papier abrasif de granulométrie 4000 suivi d'une finition sur disque diamanté (3 μ m puis 1 μ m).

La microstructure ferritique est ensuite révélée par une attaque chimique de 5s au Nital (3mL d'acide nitrique dans 100mL d'eau). Cette attaque révèle la microstructure par attaque préférentielle des joints de grains de la matrice ferritique. [53]

II.6.2.1 Système de Fonctionnement

II.6.2.1.1 Préparer l'observation

Vérifier que le plus petit objectif est en place et bien enclenché placer la préparation microscopique sur la platine et fixer la avec les valets de la platine ou dans les mâchoires de la surplatine.

II.6.2.1.2 Réaliser les réglages

- **éclairage non intégré** : à l'aide du miroir concave, orienter le faisceau Lumineux dans l'axe optique du microscope
- **éclairage intégré** : régler l'intensité lumineuse en tournant le bouton du potentiomètre au maximum de sa puissance pour obtenir une lumière parfaitement blanche.
- régler la quantité de lumière avec le diaphragme, puis utiliser le condensateur pour affiner la qualité de l'éclairage
- regarder dans l'oculaire
- faire une première mise au point avec la vis macrométrique.
- affiner la mise au point avec la vis micrométrique

II.6.2.1.3 Utiliser les objectifs

- utiliser les objectifs dans l'ordre croissant de leur grossissement

ATTENTION : pour la mise au point, les objectifs x4 ; x10 ; x20, ne touchent jamais la Préparation. Les objectifs plus puissants nécessitent de placer, avec précautions, la préparation au contact de l'objectif. Dans ce cas, tout en regardant dans l'oculaire, la mise au point est réalisée en tournant toujours la vis macrométrique ou micrométrique dans le sens qui éloigne la préparation de l'objectif pour éviter de les casser.

- choisir l'objectif adapté à l'observation
- régler l'éclairage si nécessaire

II.6.2.1.4 Rechercher puis centrer la région la plus favorable de l'objet

- placer la zone à grossir au centre du champ de vision de l'oculaire en déplaçant la préparation manuellement ou par l'intermédiaire de la surplatine.

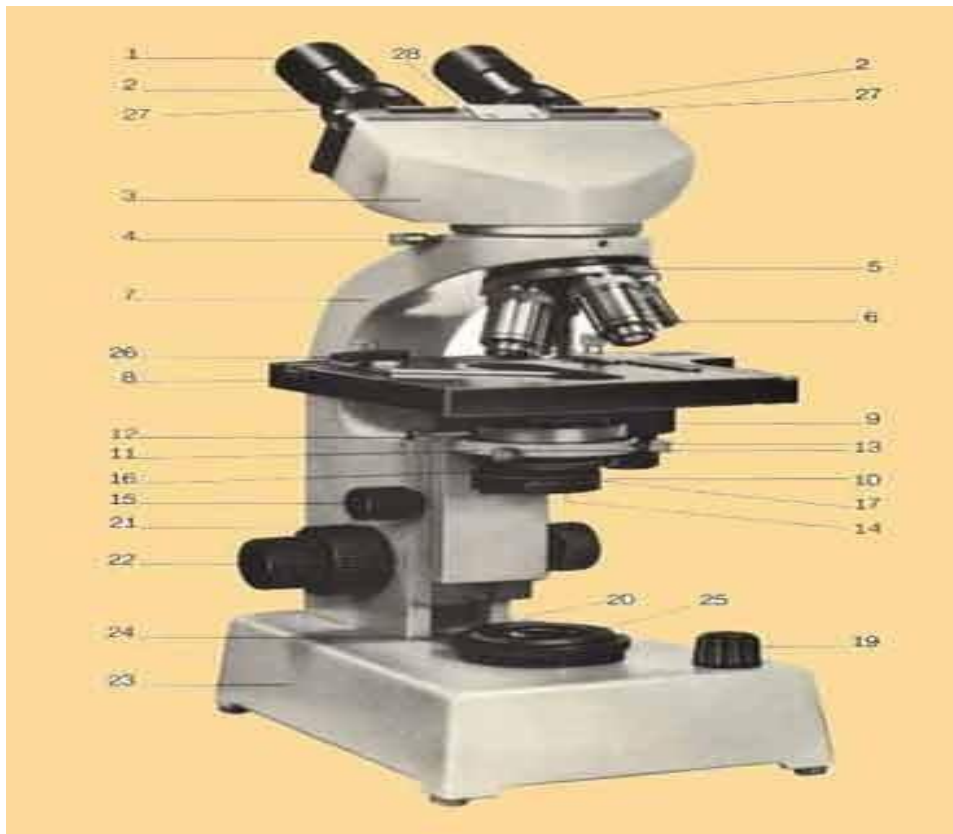


Figure II.5 : Microscope Optique

- 01- Oculaires
- 02 - Tubes porte-oculaires réglables
- 03- Tête binoculaire tournante
- 04 - Vis de blocage de la tête binoculaire
- 05 - Tourelle revolver porte-objectifs
- 06 - Objectif (parafocalité de 45 mm)
- 07 - Potence verticale
- 8 - Platine avec chariot incorporé
- 9 - Boutons de commande du chariot
- 10 - Condenseur d'Abbe à 3 lentilles
- 11 - Sous-platine mobile verticalement
- 12 - Vis de fixation du condenseur
- 13 - Vis de centrage du condenseur
- 14 - Lentille escamotable
- 15 - Réglage en hauteur du condenseur
- 16 - Diaphragme d'ouverture
- 17 - Porte-filtre escamotable
- 19 - Interrupteur et réglage de la puissance de l'éclairage incorporé

- 20 - Prise du cordon d'alimentation
- 21 - Mise au point rapide bilatérale
- 22 - Mise au point micrométrique bilatérale
- 23 - Base du statif (contenant l'éclairage)
- 24 - Collecteur avec diaphragme de champ
- 25 - Cavité pour filtres
- 26 - Chariot mobile
- 27 - Écartement réglable des oculaires
- 28 - Indicateur d'écartement interpupillaire

II.6.3 Diffraction des rayons X (D.R.X)

Les diagrammes de diffraction RX ont été enregistrés à l'aide d'un diffractomètre de type X'PERT PRO MRD de chez PANalytical, de l'université de Béjaia, équipé d'un tube RX à anode en cuivre (Figure II.35). Les composantes $K\alpha_1$ et $K\alpha_2$ sont filtrées par un monochromateur courbe en graphite monté dans le faisceau secondaire. La forte présence de défauts dans ce type de matériaux engendre un bruit de fond important ; pour améliorer la statistique de comptage et augmenter le rapport pics/fond continu, un temps d'acquisition de 40 s par pas angulaire de $0,04^\circ$ a été utilisé sur l'intervalle s'étalant entre 35° et 100° (2θ). L'identification des phases cristallines présentes est faite par comparaison des raies observées avec celles des phases appropriées contenues dans la base de données PDF2



Figure II.6 Dispositif Diffraction X : X'PERT PRO MRD de chez PANalytical.

II.7 Mesures de duretés des dépôts

Les mesures de la dureté des dépôts ont été effectuées sur des surfaces polies des différents échantillons réalisés. L'appareillage utilisé est une machine d'essais de dureté universelle du modèle DIATESTOR 2RC Réf D0047.

Cette machine permet, tout en conservant des images de la dureté de mesurer les empreintes de dureté avec précision pour aboutir à la valeur de la dureté Vickers HV utilisé dans notre cas. Une charge de 30 kgf (249.1 N) a été appliquée pendant 15 secondes.



Figure II.7 : machine de la dureté

III. Introduction

Ce travail de recherche est une étude de l'influence des dépôts de superalliages à base nickel sur la dureté des matériaux, ces résultats expérimentaux sont obtenus à partir des techniques expérimentales ou nous présentons en premier lieu la caractérisation microstructurale des dépôts traités et non traités à différents post traitements à l'aide d'un microscope optique puis la caractérisation par la diffraction des rayons X (DRX) qui nous permet d'identifier les différents composés présents dans les différents dépôts. Ces revêtements, déposés sous forme de couche successive, sont élaborés par le procédé de projection thermique flamme-fil. En second lieu, nous présentons les mesures de duretés des dépôts réalisés d'une part. D'autre part, nous décrivons les résultats sous forme d'histogrammes.

III.1 Caractérisation microstructurales

III.1.1 Microstructure du dépôt issu des superalliages nickel-chrome

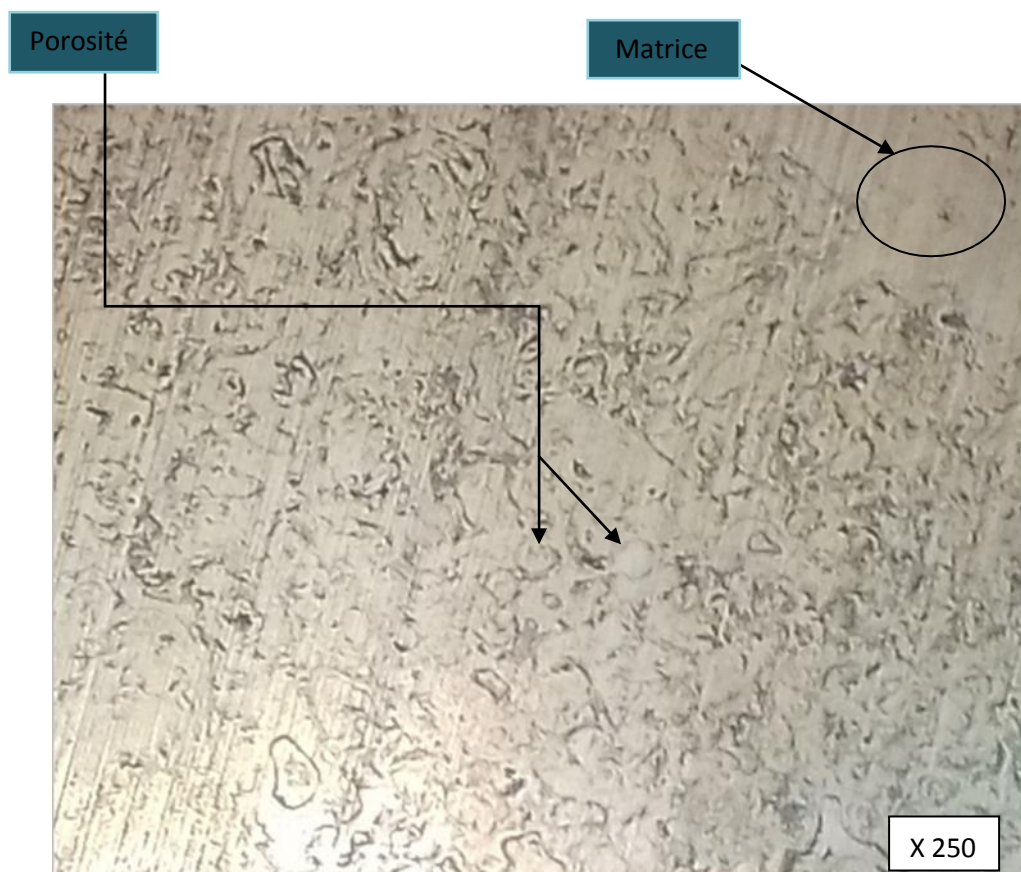


Figure III.1 : Microstructure du dépôt non traité (ST)

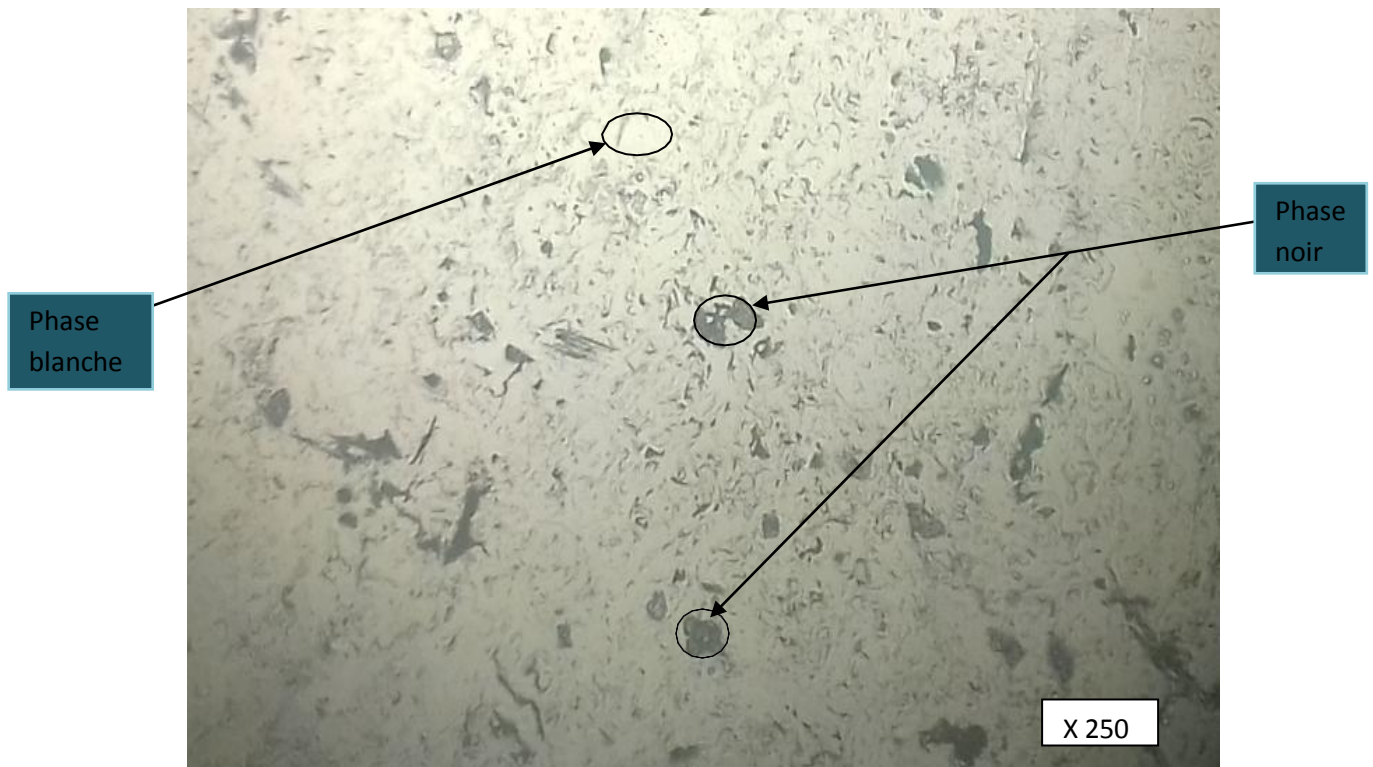


Figure III.2 : Microstructure du dépôt traité à 900°C



Figure III.3 : Microstructure du dépôt traité à 1100°C

Les figures ci-dessus illustrent la morphologie typique lamellaire de la microstructure du revêtement en superalliage à base nickel. Signalons que cette morphologie typique change

après les différents post traitement de températures 900°C et 1100°C .d'après le microscope optique on remarque :

- La microstructure du dépôt sans post-traitement, présente plus de porosités que les microstructures des dépôts traités à 900°C et 1100°C, qui sont dues probablement au piégeage de l'air entre les différentes couches déposées.
- Le dépôt traité à 1100°C possède des lamelles plus dense et plus compacte par rapport à celui traité à 900°C.
- On remarque des phases en gris de deux types selon la différence des contrastes en niveaux de gris : lamelles en clair et lamelles en gris sombre, probablement deux oxydes à différentes concentrations d'oxygène et contenant des traces d'autres matériaux.
- Réduction de la matrice des échantillons traités par apport au témoin

III.2 La dureté des matériaux

Les deux essais de dureté effectuée sur des dépôts réalisés par le procédé flamme-fil traité à différent températures sont :

- L'essai Vickers sous une charge de 30 kgf (294.1N).
- L'essai Brinell sous une charge de 187.5Kgf et un diamètre de bille 2.5mm

Les mesures de la dureté ont été effectuées sur des surfaces bien polies, les valeurs obtenues représentent la moyenne de deux essais et sont illustrées sur les **figures III.4** et **III.5**

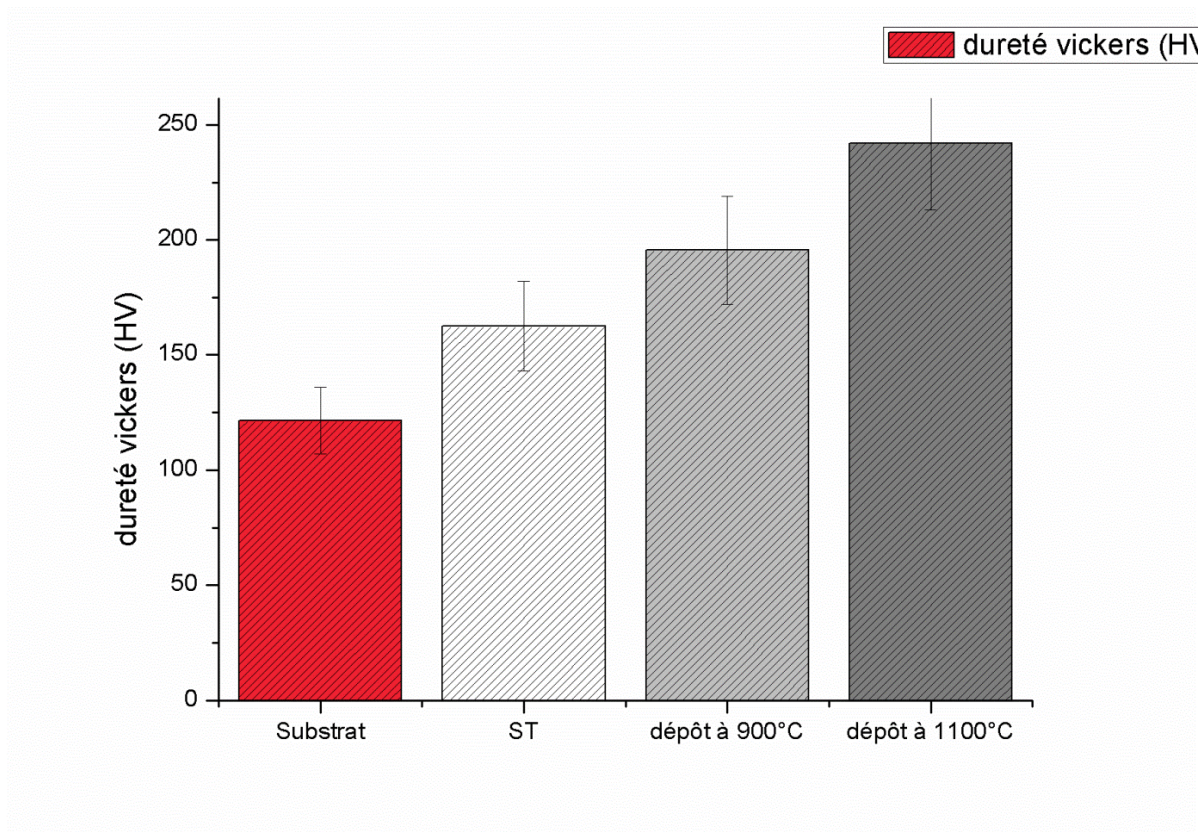


Figure III.4 : Dureté Vickers des différents échantillons.

La dureté des dépôts augmente cela est due aux traitements thermiques car ils agissent au niveau microstructural du superalliage (matrice, précipités...).

- une relaxation des contraintes
- homogénéisation de la microstructure.
- Apparition des carbures.
- Diminution de la porosité.

L'analyse microstructurale de nos échantillons ou on voit une diminution des porosités en fonction de la température. Une bonne homogénéisation de la microstructure ce qui explique l'augmentation des tests de la dureté Vickers.

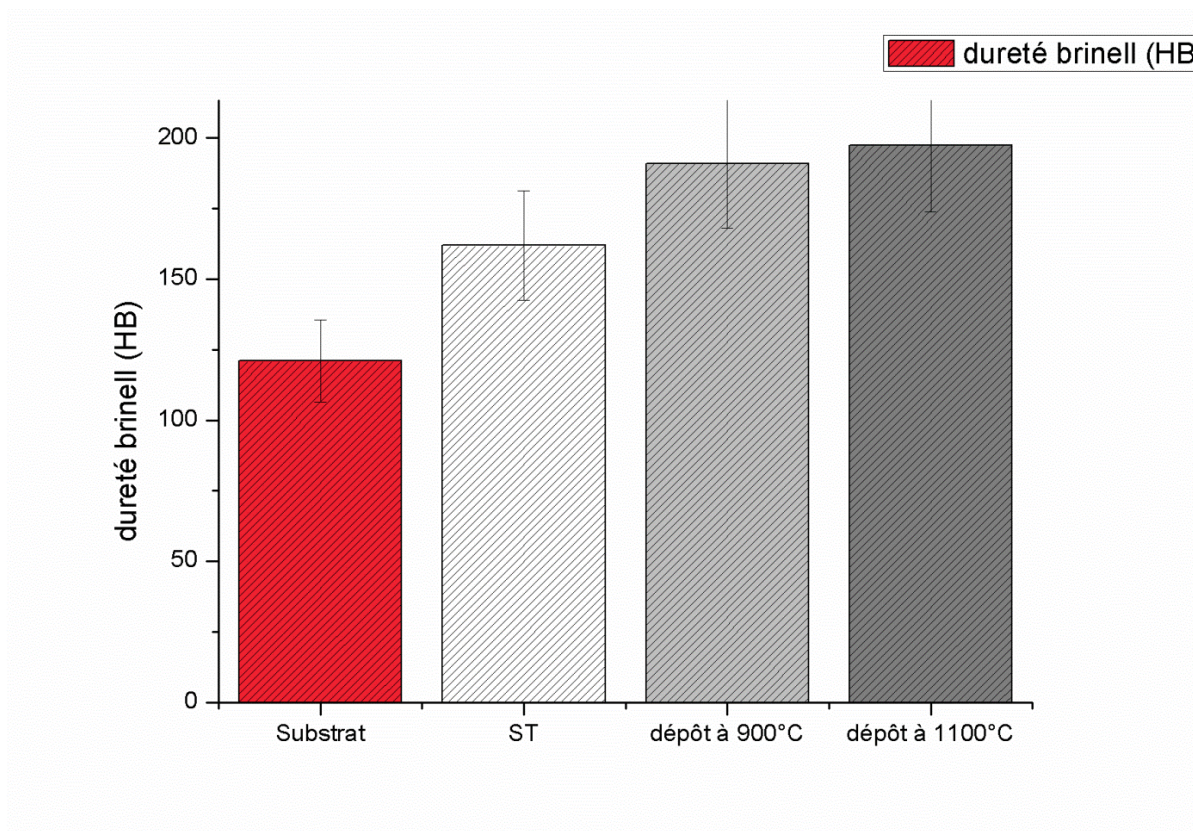


Figure III.5 : Dureté brinell des différents échantillons.

A travers les deux histogrammes on remarque que

- les dépôts des différents échantillons traité ou non présente une meilleure dureté par rapport aux substrats. Ceci montre l'effet des dépôts nickel-chrome sur l'amélioration des duretés des matériaux
- le dépôt traité à 1100°C présente la meilleure dureté par rapport aux échantillons témoin et celui traité à 900°C. Ceci s'explique probablement par la présence des oxydes dans le matériau et par le fait que les lamelles constituant le dépôt sont compactes et plus étendues que celles traité à 900°C et non traité.

III.3 Les empreintes de la dureté

La figure suivante montre les empreintes laissées par les indenteurs Vickers et Brinell sous le microscope optique.



Figure III.6 : Les empreintes Vickers et Brinell

III.4 Analyse structurale par diffractions des rayons X

III.4.1 Revêtement après post traitement

La diffraction des rayons X est un outil qui permet de mettre en évidence du changement de structure cristalline. La figure (III.43) représente le spectre de diffraction X de de l'acier et du dépôt Nickel-Chrome Un alliage étant constitué, à l'état d'équilibre, de la face (FCC) nickel cubique centré et le chrome central (BCC) centré traités respectivement à 900°C, 1100°C et l'échantillon sans post-traitement.

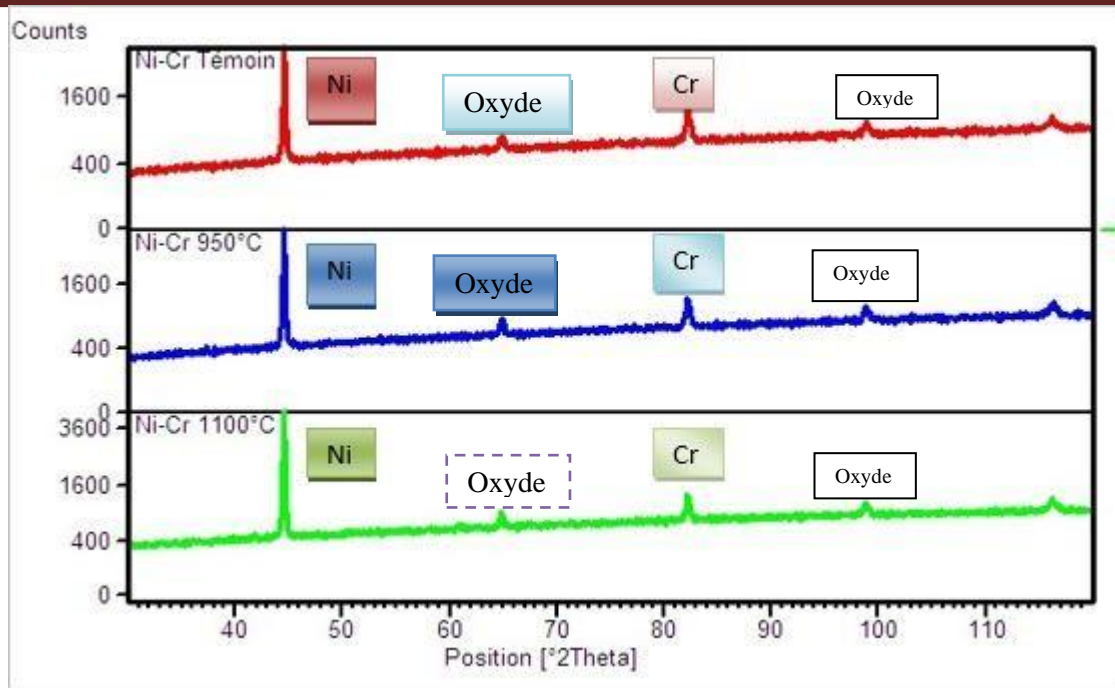


Figure III.7 : analyse spectroscopique

La surface du revêtement soigneusement polie jusqu'à la pâte diamantée et nettoyée aux ultrasons dans de l'éthanol, a été explorée par DRX obtenu (figure III.43). Les trois spectres de diffraction X correspondent aux angles de diffraction suivant : $2\theta = 45^\circ, 65^\circ, 83^\circ, 98^\circ, 116^\circ$ ont révélé la présence des mêmes pics caractéristiques

- d'une phase majoritaire Ni de structure cubique (JCPDS n° 00-001-1260) de paramètre de mail $a=b=c= 3.5175\text{\AA}$.
- La présence de phases secondaires Cr de structure cubique (JCPDS n° 00-001-1261) avec des paramètres de mail $a=b=c= 2.8787\text{\AA}$
- d'oxyde de Chrome Cr_3O de structure cubique (JCPDS n° 01-072-0528) et des paramètres de mail $a=b=c= 4.5440$
- d'oxyde de Nickel NiO_2 de structure rhomboédrique (JCPDS n° 01-085-1977) et de paramètres de mail $a=b=2.8353$.

La présence des oxydes dans le revêtement est tout à fait attendue du fait que d'une part la projection du métal fondu se fait sous pression d'air et d'autre part chaque particule liquide de l'alliage enveloppée d'une pellicule d'air tout le long de son envol va continuer son oxydation avec le piégeage de l'oxygène après son écrasement sur la cible.

III.5 Conclusion

Le dépôt du superalliage à base nickel améliore la dureté de nos matériaux après différent post traitements (900°C et 1100°C). Selon les histogrammes on remarque qu'à chaque fois qu'on augmente la température du traitement la dureté s'améliore cela est dû à la présence d'une matrice majoritaire à base Nickel (structure γ) caractérisée par sa résistance au fluage, la présence des oxydes.

Le durcissement est aussi amélioré par précipitation des carbures suite à la présence du chrome.

Conclusion générale

Ce travail avait pour objectif d'étudier un procédé de préparation de surface par projection thermique flamme-fil en vue de se substituer aux procédés de préparations conventionnelles (qui consistent en un dégraissage et un sablage de la surface) avant l'élaboration du dépôt.

Ce travail a été principalement consacré pour mettre en évidence l'influence des post-traitements sur la dureté des différents dépôts issus de l'alliage à base de Nickel sur un acier de construction mécanique. Les différentes analyses microstructurales basées sur l'observation métallographique en microscope optique.

Les observations obtenues montrent que :

- Les microstructures des dépôts sans post-traitement présentent des porosités par rapport à celles traitées.
- Le traitement à 1100°C présente une microstructure plus homogène avec des lamelles plus denses par rapport à celui traité à 900°C.

Les mesures de duretés Vickers et Brinell effectuées sous une charge 30 Kgf et 187.5 Kgf relevées sur des surfaces polies ont révélé que :

- les dépôts des superalliages à base Nickel améliorent la dureté des matériaux.
- Le dépôt traité à 1100°C présente la dureté la plus élevée.

Les observations des différentes analyses structurales par diffraction des rayons X (DRX) du superalliage à base Nickel révèlent :

- La phase majoritaire à base Nickel cubique de paramètre de maille 3.5175 Å.
- La phase minoritaire à base chrome cubique de paramètre de maille 2.8787 Å
- La présence des oxydes de Nickel et du chrome NiO₂, Cr₃O

Et en fin la précipitation des carbures et la présence des oxydes de Nickel et du chrome NiO₂, Cr₃O jouent un rôle important pour l'amélioration de la dureté.

Référence bibliographique

- [1] **A. Prôner**, revêtement par projection thermique, techniques de l'ingénieur : traité matériaux métalliques, 1999 vol M 1645 PP1-20.
- [2] **M.U.Schoop**, Apparatus for spraying molten metal and other fusible substances. Application filed February 19.1914 and US Patent 1,133,507 Patented Mar, (1915).
- [3] **E. Muehlbrger**, Method and apparatus for effecting high-energy dynamic coating of substrates, US patent 3,839,618 oct, 1.1974.
- [4] **E. Muehlberger**. A high energy plasma coating process, Welding Institute, 7-th International Metal Sparying Conference, (1974) 245-256.
- [5] **R. W Smith, R. Novak**, Advances and applications in U.S.thermal spray technology.l. Technology and materials, Powder metallurgy international, Vol. 23(3) (1991) 147-155.
- [6] CITRA- centre d'ingénierie en traitements et revêtements de surface avancés.
- [7] **Le LERMPS** est un laboratoire de l'université de technologie de Belfort Montbéliard.
- [8] **Smith C.W.**, "The basic principles of flame spraying." Science and Technology of Surface Coating, 1974, pp. 262-270.
- [9] **Salman NOUROUZI**, Thèse de doctorat, Contribution à l'étude du procédé arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs restants à l'usure abrasive, Université de limoges, 30 novembre 2004.
- [10] **www.Surfatech.com**
- [11] **P. Fauchais, A. Vardelle, B. Dussoubs**, Quo Vadis Thermal Spraying? Thermal Spray Technology, Vol.10 (No.1), 2001, pp44-66.
- [12] **S.Costil, H.Li, C.Coddet**, New developments in the PROTAL process, Advances in Technology and application, S. Kuroda et al.eds, ASM-Int :Materials Park, U.S.A, OH, (2004), ISBN 3-87155-792-7,5.
- [13] **S Costil, H, Liao, O.Chretien, A.Loredo, A, Gammoudi, M Verdier, C.Coddet** Influence of surface laser cleaning combined with substrate preheating on the splat morphology, journal of Thermal Spray Technology, Vol 14 (1) (2005) 31-38.
- [14] **F.Folio, J.Michler, G. Barbezat**, Influence of laser surface preparation on adhesion of thermally sprayed coatings , Surface Engineering, Vol, 17 (2001) 490-494.
- [15] **Olivier PREZIOSA**, Elaboration par projection thermique de barrières de diffusion finement structurées dans le cadre de l'élaboration d'aluminium et étude de leurs performances, Thèse pour l'obtention de grade de docteur en science et génie des matériaux, Université de Limoges (2010).

Référence bibliographique

- [16] **A. Proner**, “Revêtements par projection thermique”, Techniques de l'ingénieur, 1999
- [17] **J. Fazilleau**, “Contribution {la compréhension des phénomènes impliqués dans la réalisation de dépôts finement structurés d'oxydes par projection de suspensions par plasma”, Université de Limoges, 2003
- [18] **Kreye H.**, “Characteristics of coatings produced by high velocity flame spraying” Paper N° 24.1-24.9, 12th International Thermal Spraying Conference, London, 4-9 June, 1989
- [19] **SOKOLOV Dmitry Evguenievitch**, Thèse de doctorat, Contribution au développement de la projection thermique à très faible pression, Université de technologie de Belfort, 10 mars 2009.
- [20] **N. A. Hussary, J. Heberlein**, Investigation of arc Behavior and Particle Formation in the Wire Arc Spray Process Using High Speed Photography: Surface Engineering via Applied Research, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (2000), pp737-742
- [21] **A.A. Syed, P. Denoirjean, A. Denoirjean, J.C. Labbe, P. Fauchais**, Influence of Substrate surface Oxidation Stage on the Morphology and Flattening of Splats, Proceedings of The 7th European Conference of Thermal Plasma Processes, July 2002, Strasbourg, France, Begel house.
- [22] **X. Wang, J. Heberlein, E. Pfender, W. Gerberich**, Effect of Shrouded CO2 Atomization on Coating Properties in Wire Arc Spraying: Thermal Spray Science & Technology, (Ed.) C.C. Berndt and S. Sampath, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1995), pp31-37
- [23] **A.P. Newbery, P.S. Grant**, Droplet Splashing During Arc Spraying of Steel and the Effect on Deposit Microstructure, Thermal Spray Technology, Vol. 9 (No.2), 2000, pp250-258.
- [24] **A.A. Syed, P. Denoirjean, A. Denoirjean, B. Hannyoyer, J.C. Labbe, P. Fauchais**, Oxidation at Different Stages in Stainless Steel Coatings Developed by Air Plasma Spraying On Plain Carbon Steel, Proceedings of the 7th European Conference of Thermal Spray, July 2002, Strasbourg, France, Begel House.
- [25] **G. Espié, P. Fauchais**, Study of the in-Flight Oxidation of Iron Particles during the APS Effect of Dissolved Oxygen on the Wetting onto Ceramic Substrates, Advanced Materials and Processes, Ed. 99, 1999, pp423-429

Référence bibliographique

- [26] **Gilles Espié**, Oxydation de particules de fer dans un plasma d'arc Ar-H₂, influence sur les propriétés du dépôt, Thèse de doctorat, Procédés Céramiques et Traitements de Surface, Université de Limoges, 2000, pp8-11 et pp80-84
- [27] **H. Zhang, G. Espié**, Oxidation and Evaporation of Iron Droplet in a Plasma Jet, ISPC 14, Prague, Ed. Hr bovsky, Vol. 5, August 1999, pp2775-2784.
- [28] **M.F. Smith, R.C. Dykhuizen**, Oxidation in HVOF-Sprayed Steel, Thermal Spray: a United Forum for Scientific and Technological Advances, (Ed.) C.C Berndt, (Pub) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1997), pp885-893.
- [29] **A. Vardelle, P. Fauchais, N.J. Themelis**, Oxidation of Metal Droplets in Plasma Sprays: Thermal Spray Science & Technology, (Ed.) C. Coddet² and S. Sampath, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1995), pp175-180.
- [30] **E. R. Sampson**, ‘ Cored wire application using electric arc spray’ , pp 133-137 of “ Thermal Spray Meeting the Challenges of the 21st Century ” Ed. C. Coddet, Pub.ASM international, Materials Park, OH-USA, (1998), 1693 pages (Nice).
- [31] **V.V. Kudinov, P. Y. Pekshev, V. A. Safiullin**. Forminf of the structure of Plasma Sprayd Materials, High Temp. Dust. Laden Jets, (éd) Solonenko ET Fedorchenko. (1989) 381-418.
- [32] **A. Kulkarni, A. Vaidya, A. Goland, S. Sampath , H.Herman** , Processing effects on porosity property correlations in plasma sprayed yttria – stabilized zirconia coutings, Materials and Engineering A , Vol 359 (2003) 100-111.
- [33] **D. K. Christoulis, D. I. Pantelis, F. Borit , V. Guipont, M. Jeandin**, Effect of substratenpreparation on flattening of plasma sprayed aluminium bronze powders, Surface Engineering, Vol. 22(6) (2006) 420-431.
- [34] **Valérie WOIMBEE**, Thèse de doctorat, Etude de la carburation par un hydrocarbure à la pression atmosphérique d’aciers à 5% de chrome, Université de Lorraine, 1998.
- [35] Guide d’auto-apprentissage pour les opérateurs en traitement thermique, (PERFORM), Septembre 2015.
- [36] **MOUSSI Ahmed Toufik** : Thèse de magistère (influence des traitements thermiques sur la rupture fragile des cordons de soudure), université de Med Boudiaf de M’Silla.
- [37] Einführung in die werkstoffwissenschaft, Prof Dr. W. Schatt, Edition Veb Deutscher Verlag Leipzig, 1973

Référence bibliographique

- [38] **C. DEHMAS**, étude de l'influence des post-traitements sur l'adhérence et le comportement mécanique d'un matériau réalisé par projection thermique, projet de fin d'étude, département métallurgie ENP.
- [39] **AROUDJ Mehdi, LACHEMI Ferhat**, Influence des post-traitements sur deux types de dépôts réalisés par la projection thermique à flamme-poudre, mémoire d'ingénieur, Université de Bejaia **2010**.
- [40] **Younes Rassim, Hanni Amar**, Influence des post- traitements sur la tenue à l'usure d'un dépôt à base de fer réalisé par projection thermique, Mémoire pour du diplôme de Master en Génie Mécanique, Université de Bejaia (**2012**).
- [41] **C. Levrau**, Compréhension et modélisation des mécanismes de lubrification du tréfilage des aciers inoxydables. Thèse Pour l'obtention du grade de Docteur en Science et génie des matériaux, Ecole nationale supérieur des mines de Paris, France (**2006**).
- [42] **Y. Aouabdia**. Mémoire de magister. University de Constantine (**2005**).
- [43] **D. Tabor**, The hardness of solids, Review of physics in Technology, 1 ;p.145, 1970
- [44] **M.L.Zani**, les appareils de mesure de dureté, Mesures, 766, p.70, 2004.
- [45] **Alberto PERTUZ**, l'indentation Vickers et knoop des matériaux massifs ou revêtus : dureté, ténacité et adhérence. Thèse pour l'obtention du grade de docteur en mécanique, Université de Lille1(**2003**).
- [46] **CHORFA Abdllah**, Etude de la fissuration du verre par l'indentation instrumentée. Thèse pour l'obtention du grade de docteur en génie mécanique, Université FERHAT Abbas-Sétif (**2010**).
- [47] **A. Cornet and J.P. Deville.**, Physique et ingénierie des surfaces, EDP Sciences, 1998.
- [48] WWW.utc.fr
- [49] Bases physique des rayons X –CERF 2001- Solacroup, Boyer, le Marec, Schouman Claeys8
- [50] **Marc HOUZE** : thèse de doctorat (Influence des traitements thermiques sur le pouvoir thermoélectrique des aciers de cuve : effet des évolutions microstructurales des zones fortement ségréguées, Ecole Universitaire D'ingénieurs de Lille.

Référence bibliographique

- [51] **Fethi CHOUIKH**, Exposé sur la diffraction des rayons X, Université de Jijel 2007-2008.
- [52] **Celine MARTIAS**, cours ISITV Principe de fonctionnement des rayons X.
- [53] **Elodie BOUCARD**, Etude de l'influence de l'état métallurgique de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase dans les aciers bas carbone, Thèse pour l'obtention de grade de Docteur en science et génie des matériaux, Université de Lorraine (2014).
- [54] **C.T. Sims and W.C. Hagel**, **the superalloys: vital high temperature gas turbine materials for aerospace and industrial power**. 1972, Wiley-Interscience publication.
- [55] **M. Durand -charre**, the microstructure of superalloys. 1997, Gordon and Breach Science Publishers. 124.
- [56] **M. Youcef YAHMI**, Elaboration et qualification d'une procédure de réparation par soudage tige d'aube de Turbine à gaz en superalliages à base de nickel-Inconel 738, Mémoire de magister option fiabilité et maintenance industrielle, université –boumerdes, 2007.
- [57] **Meriadeg REVAUD**, optimisation métallurgique du superalliage à base de nickel 718 plus, thèse pour obtention de grade de docteur en science et génie des matériaux, Ecole nationale supérieure des mines de paris, 2013.
- [58] **Farhate ZEMZEMI**, caractérisation de modèles de frottement aux interfaces pièce-outil-copeau en usinage : application au cas de l'usinage des aciers et de l'inconel 718, thèse pour l'obtention de titre docteur en mécanique, l'école centrale de Lyon, 2007.
- [59] **General Electric**, improvment in cast alloy Ingot brevet GB 1174342, 1969.
- [60] **C.T, Stoloff N.S, Hagel W.C, superalloys II**; high temperature material for aerospace and industrial power, New York wiley, interscience publication, john wiley et sons, 1997,P 615.
- [61] **Lherbier L.W, Kent W.B.PM** superalloys: Technical and economic consideration. The international journal of powder metallurgy, 1990, vol 26(2), P.131.137.
- [62] **P. Caron, T. Khan**, Evolution of Ni-based superalloys for single crystal gas turbine blade application aerospace science and technology, 3(1999) 513-523.

Référence bibliographique

[63] **Haithem BEN HAMOUDA**, modélisation et simulation de la structure de solidification dans les superalliages base-nickel : application AM1, thèse pour obtenir grade de docteur en science et génie des matériaux, Ecole national supérieur des mines de paris, 2012.

[64] **YANN DANIS**, Etude de la soudabilité d'un superalliage base nickel fortement chargé en élément durcissant Titane et Aluminium : L'Inconel 738, thèse pour obtention de grade docteur en mécanique et ingénierie, université bordeaux 1, 2008.

[65] **H. KITAGUCHI**, chapter 2: Microstructure-property relationship in advanced Ni-based superalloys. Dans metallurgy-advanced in materials and processes. Ed par Yogiraj pardhi, 2012

[66] **BOUKOUSSA bouhadjar**, cour structure des matériaux solides en chimie inorganique, CENTRE UNIVERSITAIRE D'AIN-TIMOUCHEUTE institut des sciences et de la technologie, 2014-2015.

Name and formula

Reference code: 00-001-1260
 PDF index name: Nickel
 Empirical formula: Ni
 Chemical formula: Ni

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Fm-3m
 Space group number: 225

a (?): 3,5175
 b (?): 3,5175
 c (?): 3,5175
 Alpha (°): 90,0000
 Beta (°): 90,0000
 Gamma (°): 90,0000

Measured density (g/cm³): 8,90
 Volume of cell (10⁶ pm³): 43,52
 Z: 4,00

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Quality: Blank (B)

Comments

Deleted by: Deleted by NBS card .
 Color: White
 Melting point: 1455

References

Primary reference: Hanawalt et al ,*Anal. Chem*(1938) ,475 ,10 ,
 Optical data: *Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull. 107*
 Unit cell: *The Structure of Crystals, 1st Ed .*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I	[%]
100,0	44,600	2,03000	1 1 1	1	1	1	1
50,0	51,911	1,76000	0 0 2	2	2	2	2
32,0	76,809	1,24000	0 2 2	3	3	3	3
32,0	93,221	1,06000	1 1 3	4	4	4	4
4,0	98,085	1,02000	2 2 2	5	5	5	5
8,0	143,974	0,81000	1 3 3	6	6	6	6
8,0	154,356	0,79000	0 2 4	7	7	7	7
8,0		0,72000	2 2 4	8	8	8	8
8,0		0,68000	1 1 5	9	9	9	9

Name and formula

Reference code: 00-001-1261
 PDF index name: Chromium
 Empirical formula: Cr
 Chemical formula: Cr

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Im-3m
 Space group number: 229
 a (?): 2, 8787
 b (?): 2, 8787
 c (?): 2, 8787
 Alpha (°): 90, 0000
 Beta (°): 90, 0000
 Gamma (°): 90, 0000

Measured density (g/cm³): 7, 10
 Volume of cell (10⁶ pm³): 23, 86
 Z: 2, 00

RIR: -

Status, subfiles and quality

Status: Marked as deleted by ICDD
 Subfiles: Inorganic
 Quality: Blank (B(

Comments

Deleted by: Deleted by NBS card .
 Color: Grayish white
 Melting point: 1800

References

Primary reference: Hanawalt. Et al ,*Anal. Chem*(1938) ,475 ,10 ,.
 Optical data: *Data on Chem. for Cer. Use, Natl. Res. Council Bull. 107*

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I	[%]
100,0	44,600	2,03000	0	1	1	1	
17,0	64,678	1,44000	0	0	2	2	
30,0	82,352	1,17000	1	1	2	3	
3,0	98,085	1,02000	0	2	2	4	
3,0	115,662	0,91000	0	1	3	5	
3,0		0,77000	1	2	3	6	

Name and formula

Reference code: 01-072-0528
 ICSD name: Chromium Oxide
 Empirical formula: Cr₃O
 Chemical formula: Cr₃O

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Pm-3n
 Space group number: 223
 a (?): 4,5440
 b (?): 4,5440
 c (?): 4,5440
 Alpha (°): 90,0000
 Beta (°): 90,0000
 Gamma (°): 90,0000
 Calculated density (g/cm³): 6,09
 Volume of cell (10⁶ pm³): 93,82
 Z: 2,00
 RIR: 6,39

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
 Alloy, metal or intermetallic
 Corrosion
 Modelled additional pattern
 Quality: Calculated (C)

Comments

ICSD collection code: 015904
 Test from ICSD: No R value given.
 At least one TF missing .

References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12(1997) , ++*
 Structure: Schoenberg, N , *Acta Chem. Scand*(1954) ,221 ,8 ,.

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I	[%]
27,2	27,742	3,21309	0	1	1	1	
16,0	39,637	2,27200	0	0	2	2	
100,0	44,551	2,03214	0	1	2	3	
28,6	49,069	1,85508	1	1	2	4	
2,5	57,302	1,60655	0	2	2	5	
3,1	64,833	1,43694	0	1	3	6	
9,1	71,922	1,31174	2	2	2	7	
11,8	75,355	1,26028	0	2	3	8	
7,7	78,734	1,21444	1	2	3	9	
4,8	85,388	1,13600	0	0	4	10	
0,1	88,686	1,10208	0	1	4	11	

Name and formula

Reference code: 01-072-0528
 ICSD name: Chromium Oxide
 Empirical formula: Cr₃O
 Chemical formula: Cr₃O

Crystallographic parameters

Crystal system: Cubic
 Space group: Pm-3n
 Space group number: 223
 a (?): 4, 5440
 b (?): 4, 5440
 c (?): 4, 5440
 Alpha (°): 90, 0000
 Beta (°): 90, 0000
 Gamma (°): 90, 0000
 Calculated density (g/cm³): 6, 09
 Volume of cell (10⁶ pm³): 93, 82
 Z: 2, 00
 RIR: 6, 39

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
 Alloy, metal or intermetallic
 Corrosion
 Modelled additional pattern
 Quality: Calculated (C)

Comments

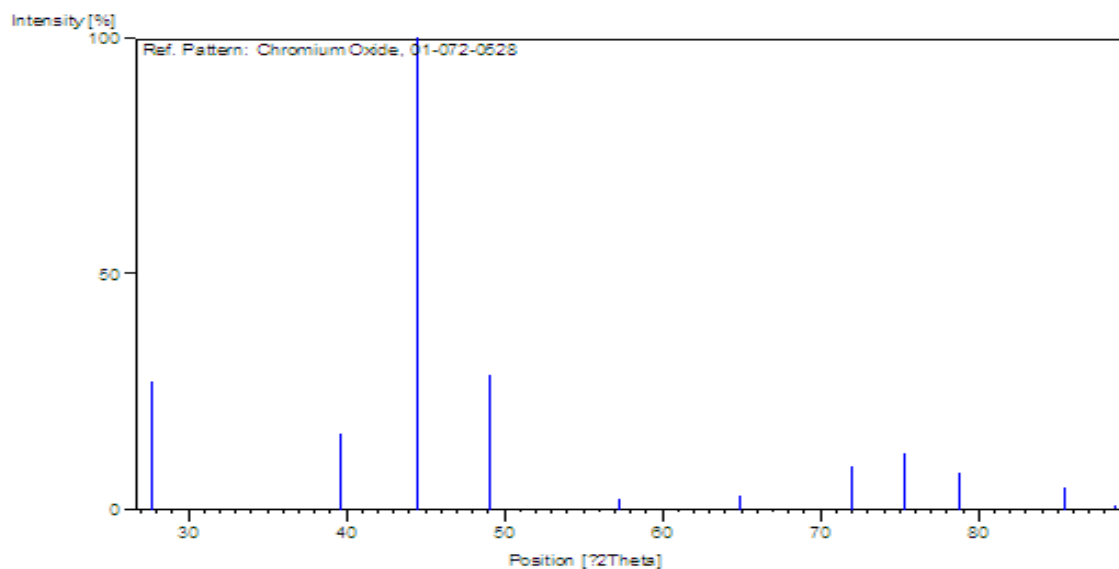
ICSD collection code: 015904
 Test from ICSD: No R value given.
 At least one TF missing .

References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12(1997) ,++*
 Structure: Schoenberg, N , *Acta Chem. Scand*(1954) ,221 ,8 ,.

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I [%]
27,2	27,742	3,21309	0	1	1	1
16,0	39,637	2,27200	0	0	2	2
100,0	44,551	2,03214	0	1	2	3
28,6	49,069	1,85508	1	1	2	4
2,5	57,302	1,60655	0	2	2	5
3,1	64,833	1,43694	0	1	3	6
9,1	71,922	1,31174	2	2	2	7
11,8	75,355	1,26028	0	2	3	8
7,7	78,734	1,21444	1	2	3	9
4,8	85,388	1,13600	0	0	4	10
0,1	88,686	1,10208	0	1	4	11

Stick Pattern**Name and formula**

Reference code: 01-085-1977
ICSD name: Nickel Oxide
Empirical formula: NiO₂
Chemical formula: NiO₂

Crystallographic parameters

Crystal system: Rhombohedral
Space group: R-3m
Space group number: 166

a (?): 2, 8353
b (?): 2, 8353
c (?): 14, 3319
Alpha (°): 90, 0000
Beta (°): 90, 0000
Gamma (°): 120, 0000

Calculated density (g/cm³): 4, 53
Volume of cell (10⁶ pm³): 99, 78
Z: 3, 00

RIR: 6, 38

Subfiles and Quality

Subfiles: Inorganic
Alloy, metal or intermetallic
Corrosion
Modelled additional pattern

Quality: Calculated (C(

Comments

ICSD collection code: 078698

References

Primary reference: *Calculated from ICSD using POWD-12(1997) ,++*
Structure: Hirano, A., Kanno, R., Kawamoto, Y., Takeda, Y., Yamaura, K., Takano, M., Ohyama, K., Ohashi, M., Yamaguchi, Y. ,*Solid State Ionics*(1995) ,123 ,78 ,

Peak list

No.	h	k	l	d [Å]	2Theta[deg]	I	[%]
100,0	18,558	4,77730	3 0 0	1			
26,9	37,119	2,42015	1 0 1	2			
2,4	37,626	2,38865	6 0 0	3			
4,7	38,734	2,32284	2 1 0	4			
36,9	44,706	2,02544	4 0 1	5			
7,0	48,797	1,86477	5 1 0	6			
0,9	57,858	1,59243	9 0 0	7			
9,4	58,663	1,57248	7 0 1	8			
7,7	64,316	1,44723	8 1 0	9			
8,1	65,827	1,41763	0 1 1	10			
7,4	69,053	1,35906	3 1 1	11			
0,9	76,973	1,23777	10 0 1	12			
1,7	78,060	1,22323	1 2 0	13			
1,4	78,375	1,21910	6 1 1	14			
0,5	79,073	1,21008	2 0 2	15			
0,9	80,327	1,19432	12 0 0	16			
3,0	83,095	1,16142	4 2 0	17			
2,6	84,026	1,15091	11 1 0	18			
0,8	86,088	1,12855	5 0 2	19			

Stick Pattern

Références Bibliographiques

Résumé

Résumé :

La projection thermique, technique courante d'obtention de revêtements métalliques, elle offre l'opportunité de réaliser sur un substrat en acier de construction de nuance A60 un revêtement à base Nickel, élaboré par le procédé flamme-fil avec une épaisseur de 1mm, pour l'amélioration des duretés du matériau.

Pour améliorer les caractéristiques du revêtement. Ces derniers ont subi des post-traitements à deux températures différentes 900°C et 1100°C avec un temps de maintien d'une (01) heure et un refroidissement à l'air.

Les observations métallographiques réalisées par le microscope optique montrent que la morphologie de la microstructure des revêtements change avec les différents post-traitements. Elle devient plus compacte et plus dense or qu'elle est été poreuse et on remarque une amélioration importante de la dureté, présence une matrice à base nickel, des oxydes et précipitation des carbures suite à la présence du chrome.

Abstract:

Thermal spraying, a common technique for obtaining metallic coatings, offers the opportunity to produce a nickel-based coating on a steel substrate of A60 grade, produced by the flame-wire process with a thickness of 1 mm, for The improvement of the hardness of the material.

To improve the characteristics of the coating. The latter were subjected to post-treatment at two different temperatures of 900 ° C. and 1100 ° C. with a holding time of one (01) hour and a cooling in air.

The metallographic observations made by the optical microscope show that the morphology of the microstructure of the coatings changes with the various post-treatments. It becomes more compact and denser gold than it is porous, and there is a marked improvement in the hardness, presence of a nickel-based matrix, oxides and precipitation of carbides due to the presence of chromium.

نبذة مختصرة:

يوفر الرش الحراري، وهو أسلوب شائع للحصول على الطلاء المعدني، فرصة لإنتاج طلاء قائم على النيكل على ركيزة فولاذية من A60 الصف، تنتجها عملية لهب السلك بسمك 1 ملم، لتحسين صلابة من المادة. لتحسين خصائص الطلاء. وقد أخضعت هذه الأخيرة إلى مرحلة ما بعد المعالجة في درجتين مختلفتين من درجة حرارة 900 درجة مئوية و 1100 درجة مئوية مع وقت احتجاز قدره ساعة واحدة (01) والتبريد في الهواء. الملاحظات المعدنية التي أدلى بها المجهر الضوئي تظهر أن مورفولوجيا المجهرية من الطلاء يتغير مع مختلف العلاجات بعد. يصبح الذهب أكثر إحكاما وأكثر كثافة مما هو مسامي، وهناك تحسن ملحوظ في صلابة، وجود مصفوفة النيكل، وأكاسيد وهطول الأمطار من الكريبيدات بسبب وجود الكروم.