



جامعة بجاية
Tasdawit n'Bgayet
Université de Béjaïa

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

PRÉSENTE POUR L'OBTENTION DU DIPLOME DE

MASTER

FILIÈRE : GÉNIE MÉCANIQUE

SPÉCIALITÉ : GÉNIE DES MATÉRIAUX

Par :

BOUTABBA Abdallah

BARA Reda

Thème :

Caractérisation mécanique d'un dépôt à base d'alumine obtenu par projection plasma

Soutenu le 03/07/2024 devant le jury composé de :

Dr.	RABOUHI Hassiba	Présidente
Dr.	IDIR Abdelhek	Examinateur
Dr.	YOUNES Rassim	Encadreur
Mr.	BOUKLAOUCH Issam	Invités

ANNÉE UNIVERSITAIRE 2023/2024

Remerciements

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 sont destinés à notre promoteur Mr RASSIM YOUNES et Mr BOUKALOUCHE ISSAM, 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 finalement 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 ont honneur en acceptant d'examiner et de juger notre travail.

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

Que tous ceux qui ont contribué à notre formation trouvent ici l'expression de nos sincères gratitude.

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

Dédicace

Dédicace

Nous souhaitons dédier ce mémoire à toutes les personnes qui ont contribué à notre parcours et à la réalisation de ce projet.

À nos familles respectives, Pour votre amour inconditionnel, votre soutien constant et vos encouragements. Vos conseils avisés et votre présence ont été des piliers essentiels à notre réussite. Merci pour tout ce que vous avez fait pour nous.

À nos amis, Pour votre amitié, votre compréhension et vos encouragements. Vous avez été une source inestimable de motivation et de joie. Merci pour les moments de détente, les échanges stimulants et pour avoir toujours cru en nous.

À nos professeurs, Pour votre dévouement et votre patience. Vous nous avez inspiré et guidé tout au long de nos études, et vos conseils ont été précieux pour l'élaboration de ce mémoire. Merci pour vos connaissances partagées et votre soutien pédagogique.

À toutes les personnes qui ont contribué à la réalisation de ce mémoire, Pour votre aide précieuse, vos encouragements et votre soutien. Que ce soit par vos conseils, votre expertise, ou simplement votre présence, vous avez tous joué un rôle important dans la finalisation de ce travail.

Merci du fond du cœur.

Sommaire

Introduction général.....	01
---------------------------	----

CHPITRE I : La projection thermique

Introduction.....	2
I.1 Généralité et principe de base.....	2
I.2 Différents types de procédés de projection thermique.....	3
I.2.1 la projection par flamme.....	3
I.2.1.1 Projection flamme poudre.....	3
I.2.1.2 Projection flamme fil.....	4
I.2.1.3 HVOF (flamme oxyfluel a haut température)	5
I.2.2 la Projection par arc.....	6
I.2.3 la projection plasma	7
I.2.4 La projection à froid-cold spray.....	8
I.2.5 Projection à détonation.....	8
I.3 Préparation la surface à revêtir.....	9
I.3.1 Usinage des surfaces à revêtir.....	9
I.3.2 Création de rugosité (sablage).....	9
I.3.3 Nettoyage de la surface à revêtir	10
I.3.4 Préchauffage de substrat à revêtir	10
I.4 Formation de Revêtements.....	10
I.5 Matériaux et propriétés associées.....	16
I.6 les céramiques.....	16
I.6.1 classification des céramiques	17
I.6.1 1. Classification selon la composition chimique	17
I.6.1.2 Propriétés générales des céramiques	17
I.7 Généralité sur les matériaux de l'étude.....	18
I.7.1 Alumine (Al_2O_3).....	18
I.7.1.1 les structure cristallographe des alumines	19
I. 7.2 Le titane Le dioxyde de titane (TiO_2).....	19
I.7.2.1 la phase rutile.....	20
I.7.2.2 la phase brookite.....	21
I.7.3 La zircone.....	21

Sommaire

I.7.4 Les dépôt d'alumine titane	22
I.7.5 Les dépôt d'alumine-zircone.....	23
I.8 Domaine d'utilisation.....	24
I.9 Propriétés mécaniques des dépôts à base d'alumine.....	25

Chapitre II : Matériaux et méthodes expérimentales

Introduction	26
II.1 Matériaux utilisé	26
II.1.1 Le substrat : Acier inoxydable SS_304.....	26
II.1.2 Dépôt réalisé.....	26
II.2 Elaboration des échantillons	27
II.2.1 Paramètres de projections utilisées (plasma).....	27
II.3 Traitement thermique	28
II.4 Caractérisation métallographique	28
II.4.1 Polissage.....	28
II.4.2 Microscope optique.....	29
II.4.3 Diffraction des rayons X (DRX).....	30
II.5 Caractérisation mécanique	31
II.5.1 Micro-dureté Vickers.....	32
II.5.2 Profilomètre	33
II.6 corrosion	34
II.6.1 Technique de la masse perdue	34
II.6.2 Manipulation de la technique de masse perdue	34
II.6.2.1 Manipulation	35

Chapitre III : Résultats et Discussions

Introduction	36
III.1 caractérisation structural et microstructural des dépôts	36
III.1.1 Microscope	36

Sommaire

III.1.2 la diffraction des rayons X (DRX).....	37
III.2 propriété mécanique	39
III.2.1 Microdureté.....	39
III.2.2 La rugosité.....	40
III. 3 Comportement électrochimique.....	42
III. 3.1 potentiel de circuit ouvert (OCP)	43
III. 3.2 Détermination la perte de masse.....	46
Conclusion générale.....	50

Liste des figures

CHPITRE I :

La projection thermique

Figure I.1 : Représentation schématique de la projection thermique.....	3
Figure I.2 : Schéma du principe d'un pistolet flamme poudre.....	4
Figure I.3 : Schéma d'un pistolet flamme fil.....	5
Figure I.4 : Principe de fonctionnement de HVOF.....	6
Figure I.5 : Principe de fonctionnement de projection arc-fil.....	7
Figure I.6 : Principe de fonctionnement de projection plasma.....	8
Figure I.7 : Schéma de principe du canon à détonation.....	9
Figure I.8 : Schéma de l'étalement d'une particule sur un substrat en présence d'adsorbats et de condensats [8]	11
Figure I.9 : Schéma de la taille relative des rugosités par rapport à la taille des particules projetées [2], [8].....	12
Figure I.10 : (a) schéma de la formation d'un dépôt par projection thermique (b) micro structure réelle d'un dépôt en coupe, (c) micro structure réelle d'un dépôt en surface.....	14
Figure I.11 : Schéma des différentes zones de contact à l'empilement des lamelles [8]...	14
Figure I.12 : Représentation de la formation des pores par : (a) effet d'ombre, (b) trous étroits entre lamelles et creux, (c) trous entre lamelles et particules non fondues, (d) particules explosées [8].....	15
Figure I.13 : Micrographie électronique en champ clair de la section d'une barre d'Al (431) oxydée pendant $20 \cdot 10^3$ s à 773 K. Nous voyons le substrat Al avec la couche d'oxyde dont une partie est amorphe et l'autre cristallisée en alumine- γ [11]...	19
Figure I.14 : (a) Structure de la phase rutile de TiO_2 . (Ti en bleu, O en rouge) (b) structure de l'octaèdre constitutif du rutile [6].....	20
Figure I.15 : (a) Structure de la phase brookite de TiO_2 . (Ti en rouge, O en bleu). (b) structure de l'octaèdre constitutif de la brookite [13]	21
Figure I.16 : Diagramme des phases du système $Al_2O_3-TiO_2$ [13].....	23

Figure I.17 : Diagramme de phases du système $ZrO_2-Al_2O_3$ Figure modifiée de :
 F. Terasi [21] 24

Chapitre II :

Matériaux et méthodes expérimentales

Figure II.1 schémas du dispositif de projection plasma 28
Figure II.2 : Four moufile utilise au niveau du hall technologie..... 29
Figure II.3 : Machines et équipements de prépolissage et polissage 30
Figure II.4 : microscope optique 31
Figure II.5 : Dispositif Diffraction X..... 32
Figure II.6 : machines d’essai de micro-dureté Vickers..... 34
Figure II.7 : Profilomètre 2D 35
Figure II.8 : la technique de la masse perdue..... 36

Chapitre III :

Résultats et Discussions

Figure III.1 : Morphologie de surface avant et après traitement..... 37
Figure III.2 : Diagramme de diffraction X du dépôt $Al_2O_3 -40\%TiO_2$
 (AT-40) avant traitement thermique..... 38
Figure III.3 : Diagramme de diffraction X du dépôt $Al_2O_3 -40\%TiO_2$
 (AT-40) et après traitement thermique..... 39
Figure III.4 : Quantification des phases des revêtements d’ $Al_2O_3 -40\%TiO_2$
 (AT-40) obtenus avant et après traitement thermique..... 39
Figure III.5 : représentation en histogramme des résultats des essais de dureté..... 40
Figure III.6 profils de rugosité du revêtement AT-40, avant traitement thermique..... 41

Figure III.7 profils de rugosité du revêtement AT-40, après traitement thermique.....	42
Figure III.8 : courbe de potentiel (Mv) en fonction de temps (min) de revêtement AT-40 avant traitement thermique.....	43
Figure III.9 : courbe de potentiel (Mv) en fonction de temps (min) de revêtement AT-40 traite thermiquement à 900°C.....	45
Figure III.10 : courbe de Dm(g) en fonction de temps avant traitement thermique.....	46
Figure III.11 : courbe de Dm(g) en fonction de temps après traitement thermique....	47
Figure III.12 : courbe de Dm(g) en fonction de temps avant et après traitement Thermique.....	48

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau II.1 : composition chimique substrat.....	27
Tableau II.2 : composition chimique du dépôt	27
Tableau II.3 : Paramètres de projection plasma.....	28
Tableaux III.1 : représentation de la variation du part de mass (g) en fonction du Temps des échantillons non traités et traités	46
Tableaux III.2 : représentation de la variation du Dm (g) en fonction du Temps des échantillons non traités et traités	46

Introduction générale

Introduction générale

Les traitements de surface jouent un rôle crucial dans l'amélioration des propriétés fonctionnelles des matériaux, en augmentant leur résistance à l'usure, à la corrosion, et en améliorant leurs caractéristiques mécaniques. Parmi les diverses techniques de traitement de surface on trouve la projection thermique.

La projection thermique est une technologie de revêtement de surface largement utilisée dans diverses industries telles que l'aérospatiale, l'énergie, l'automobile et la construction. Cette technique a été développée au début du XXe siècle, utilise diverses sources de chaleur pour fondre des matériaux sous forme de poudre ou de fil, les projeter à grande vitesse et les déposer sur des substrats pour former des revêtements protecteurs et fonctionnels. Dans ce travail, nous nous concentrons sur les revêtements composés de 40% d' Al_2O_3 et de 60% de TiO_2 . Ces céramiques offrent une combinaison intéressante de dureté, de résistance à l'usure et de stabilité chimique, les rendant particulièrement efficaces pour des applications industrielles où la protection contre la corrosion et l'usure est primordiale.

Ce mémoire vise à étudier en détail l'influence des traitements thermiques sur les propriétés mécaniques et électrochimiques des revêtements Al_2O_3 -40% TiO_2 -60% obtenus par projection thermique plasma. Une analyse approfondie de la microstructure, de la dureté, de la résistance à l'usure et du comportement électrochimique après traitement thermique sera réalisée.

Ce mémoire est structuré en trois chapitres traitant de divers aspects de la projection thermique et de la caractérisation des dépôts.

Le premier chapitre donne un aperçu général de la projection thermique et décrit les principes de base et les applications de cette technologie. Il met également en évidence les avantages offerts par la projection thermique.

Le deuxième chapitre se concentre sur les matériaux utilisés et les techniques expérimentales utilisées dans cette étude. Il consiste à détailler les dispositifs expérimentaux de projection thermique utilisés pour élaborer les dépôts et les différentes techniques de caractérisation utilisées.

Le troisième chapitre présente les résultats obtenus et la discussion qui s'ensuit. Il fournit une interprétation détaillée des résultats obtenus afin de mieux comprendre les performances des matériaux de projection thermique.

Chapitre I :

Projection thermique

I Introduction

Ce chapitre est consacré à la présentation des principaux éléments bibliographiques relatifs aux principaux thèmes abordés dans cette thèse. On présentera en premier lieu un aperçu de la projection thermique, des différents procédés de projection thermique et formation des revêtements obtenus par projection thermique. En second lieu, des généralités sur les matériaux céramiques seront exposées, suivies d'une présentation sur la tribologie et de la corrosion des revêtements à base d' Al_2O_3

I.1 Généralité et principe de base

La projection thermique est considérée comme l'une des technologies clés de l'ingénierie de surface. Etant donné que la technique de la projection thermique a été inventée au début du XXe siècle, l'utilisation de revêtements thermique pulvérisés a augmenté énormément et ils sont largement utilisés dans l'ensemble des industries mécanique modernes. Cette technique utilise une très large gamme des matières premières solides (y compris les métaux et alliages, métaux durs, céramiques et polymères) principalement sous la forme des poudres, des fils et des barguettes, pour la formation de revêtement, la déformation plastique des particules pulvérisées au moment de l'impact est une condition préalable après accélération à l'intérieur ou à l'extérieur de pulvérisation. Dans la plupart des techniques de la projection thermique ceci est réalisé en complète ou partielle fusion du matériau de particules projetées.

La projection thermique consiste à utiliser notre promoteur notre promoteur (flamme, arc électrique, plasma) pour fondre un matériau d'apport ou le porter à l'état pâteux, puis le projeter sur la surface à revêtir sur laquelle il se solidifie.

La matière déposer, sous forme de poudre, de fil, de cordon ou de baguette est fondue totalement ou partiellement dans une source de chaleur. Un gaz vecteur permet une pulvérisation de la matière, et le transport des gouttelettes ainsi formées qui heurtent, s'étalent et se solidifient sur la surface à revêtir, formant un dépôt par empilements successifs.[1]

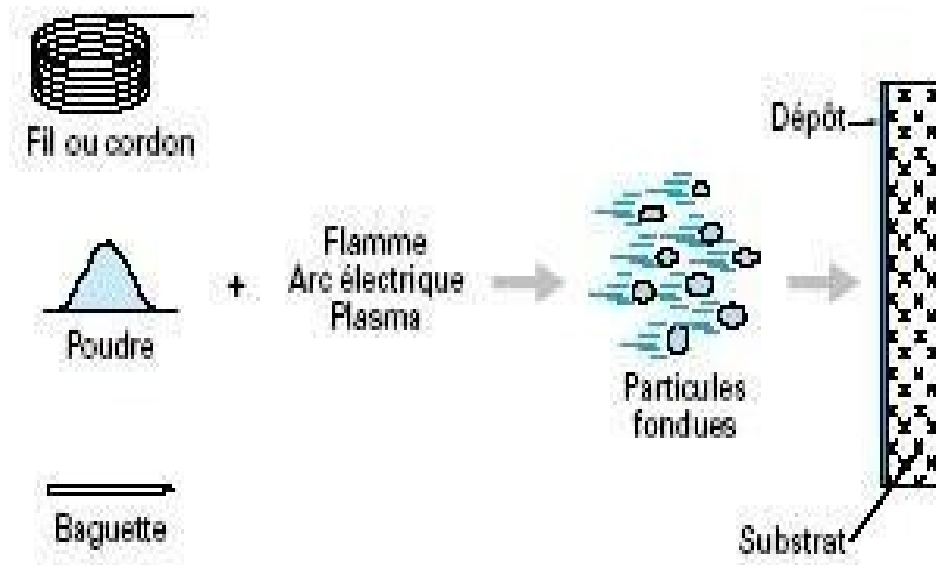


Figure I.1 : schéma du principe la projection thermique.

I.2 Différents types de procédés de projection thermique

I.2.1 La projection par flamme

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

Il existe deux types de projection par flamme qui sont à flamme poudre et fil : [1]

I.2.1.1 Projection flamme poudre

Le procédé de projection par flamme est le procédé de projection thermique le plus ancien, consistant à introduire un matériau sous forme de poudre dans une flamme oxycombustible et à le véhiculer jusqu'au substrat grâce à l'énergie cinétique transmise par les gaz de combustion. Les températures de la flamme sont de l'ordre de 3000 °C. La vitesse des particules projetées par la flamme est faible (~ 50 m / s) et c'est pourquoi elles sont souvent accélérées avec de l'air. La distance entre la buse et le substrat est comprise entre 100 et 200 mm afin que les particules de poudre aient un temps de séjour suffisamment long pour être fondues. Ce procédé permet d'obtenir des dépôts de quelques dixièmes à quelques centièmes

de millimètre d'épaisseur, à des taux horaires de dépôt d'environ 1 à 3 kg/h, sans échauffement important du substrat ($T < 250^{\circ}\text{C}$). Les taux de porosité varient de 10 à 20% avec un rendement moyen de 50 %. La force d'adhérence des dépôts au substrat est de 20 à 40 MPa. [1]

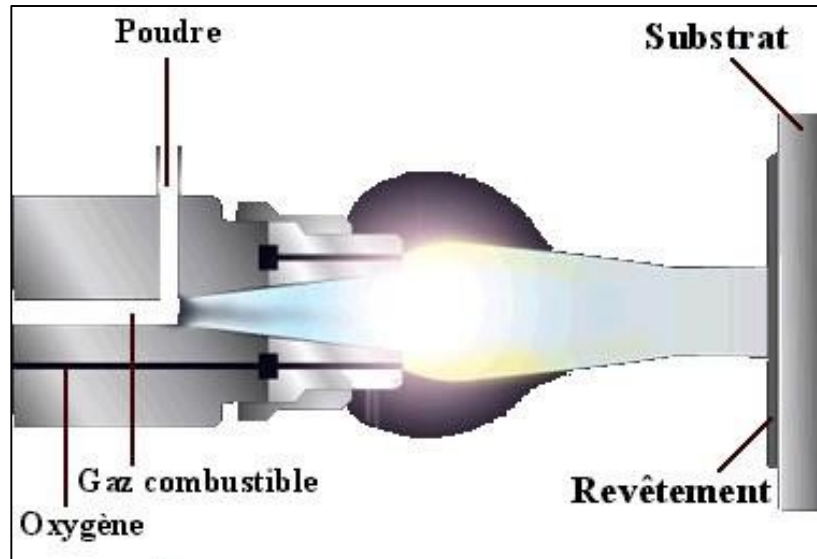


Figure I.2 : Schéma du principe d'un pistolet flamme poudre.

I.2.1.2 Projection flamme fil

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

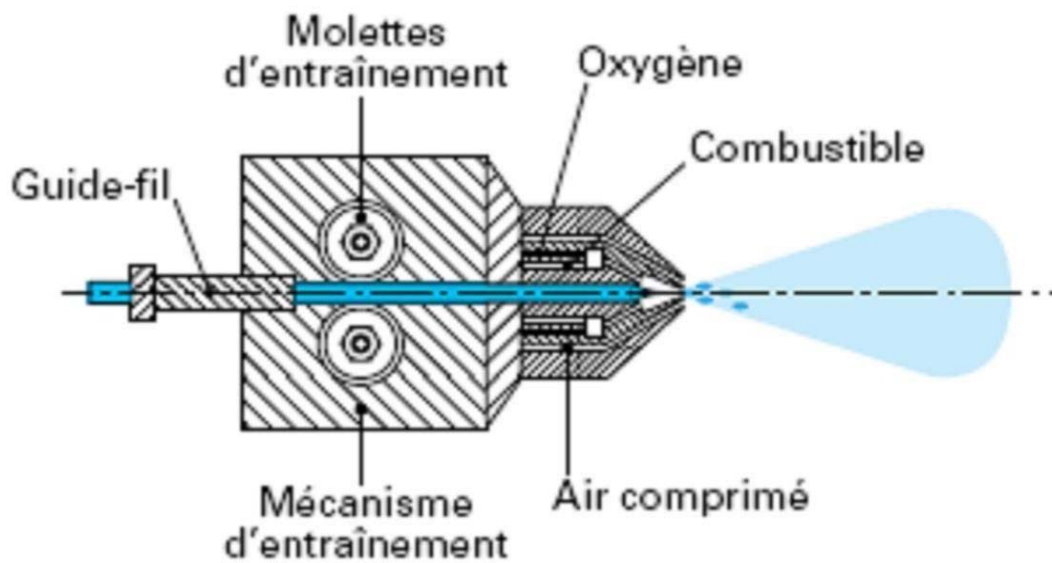


Figure I.3 : Schéma d'un pistolet flamme fil.

I.2.1.3 HVOF (flamme oxyfluel a haut température)

Elle utilise également une torche à flamme mais la géométrie spéciale de la tuyère et l'ajout d'une chambre de combustion (où règne une pression de 5 à 7 bars), suivie d'une tuyère convergente-divergente, permettant d'atteindre des vitesses de gaz supersoniques de 1800 à 2200 m/s et des températures de 2500 à 2800°C. Le matériau à projeter, généralement sous forme de poudre, est injecté à l'aide d'un gaz neutre dans la flamme où il est fondu et accéléré dans la tuyère à une vitesse de 300 – 600 m/s. Les pressions importantes atteintes dans le pistolet n'autorisent pas l'utilisation de l'acétylène comme gaz combustible (risque d'explosion).[2]

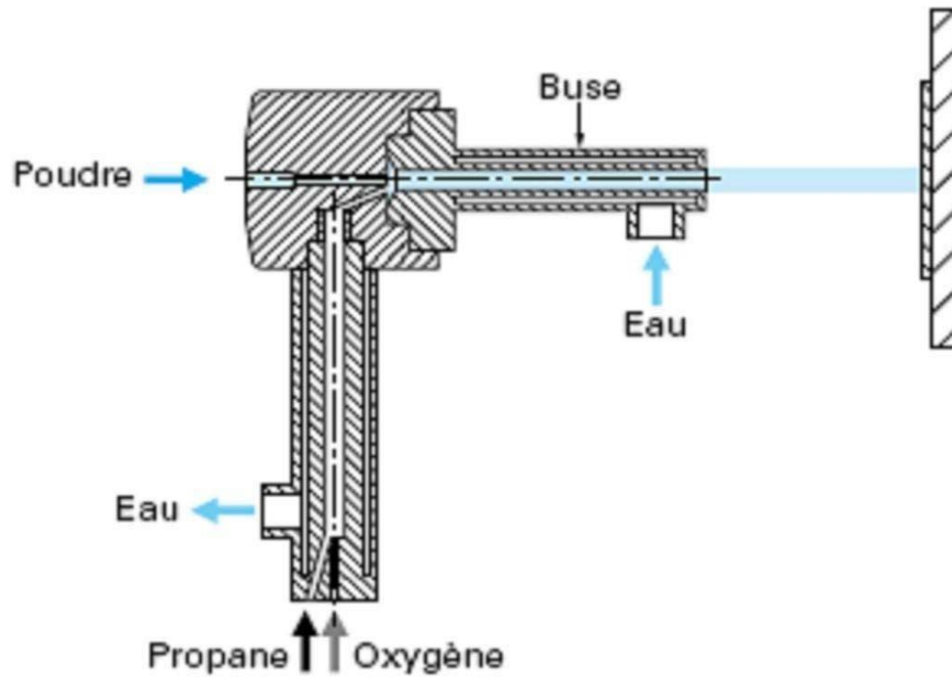


Figure I.4 : Principe de fonctionnement de HVOF.

I.2.2 La Projection par arc

Ce procédé est besoin un arc électrique entre deux électrodes sous forme de fil Lorsque on applique une tension de 25 à 40 V entre ces 2 fils pour des intensités de courant comprises entre 100 et 500 A et leur température dépasse 6000K, dans l'air, à pression atmosphérique. L'arc généré fait fondre l'extrémité des fils et la circulation d'un gaz comprimé (Un gaz d'atomisation) entre les deux fils permet de détacher la partie fondue sous forme de gouttelettes puis de les transporter jusqu'au substrat.

Ce procédé permet d'obtenir des dépôts épais de 0,5 à 3 mm avec une adhérence de 20 à 40 MPa. [2]

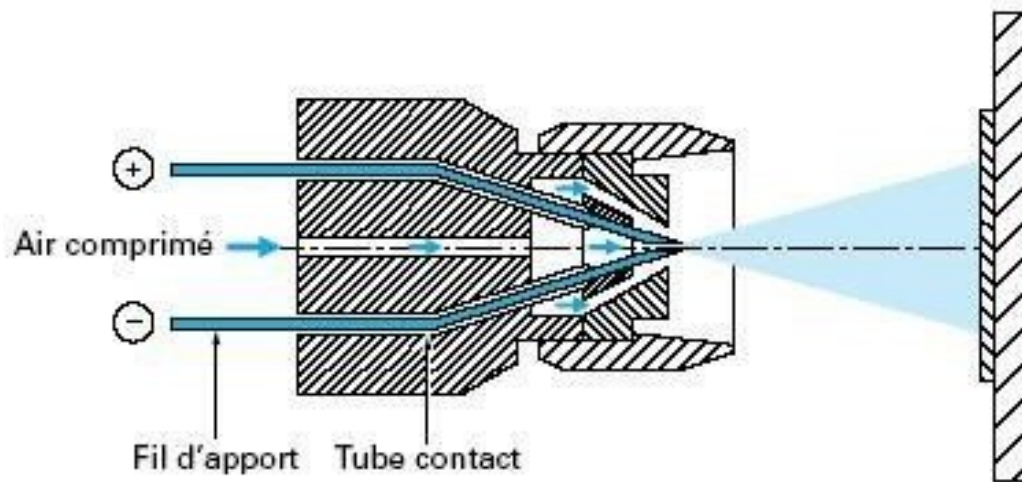


Figure I.5 : Principe de fonctionnement de projection arc-fil

I.2.3 La projection plasma

Ce procédé est très utilisé dans l'industrie en particulier pour le dépôt de films céramique épais (de 0.05 à 1.5 mm). La porosité des dépôts est, en général, inférieure à 10 % selon la nature du matériau et les conditions de projection.

Dans ce procédé, la source de chaleur est un arc électrique alimenté en courant continu qui éclate entre une anode et une cathode, créant ainsi un plasma, généralement initié par une décharge haute tension (7000-8000 V) et haute fréquence (quelques MHz). Une partie du flux du gaz plasmagène est portée à haute température (au-delà de 12000 K, la majorité des gaz plasmagènes est conductrice électriquement) et est contractée dans la tuyère anode [1]. Les vitesses de particules injectées en sortie de tuyère sont élevées (250 m/s). La projection plasma est bien adaptée pour la formation de dépôt grâce à la grande vitesse atteinte dans le plasma et le fait qu'il soit possible de fondre les matériaux les plus réfractaires. [2]

Ce procédé peut se décomposer en 4 étapes :

- 1- génération du jet plasma au sein de la torche ;
- 2- injection de la poudre (les particules) dans le jet plasma.
- 3- traitement des particules dans l'écoulement plasma ;
- 4- construction du dépôt

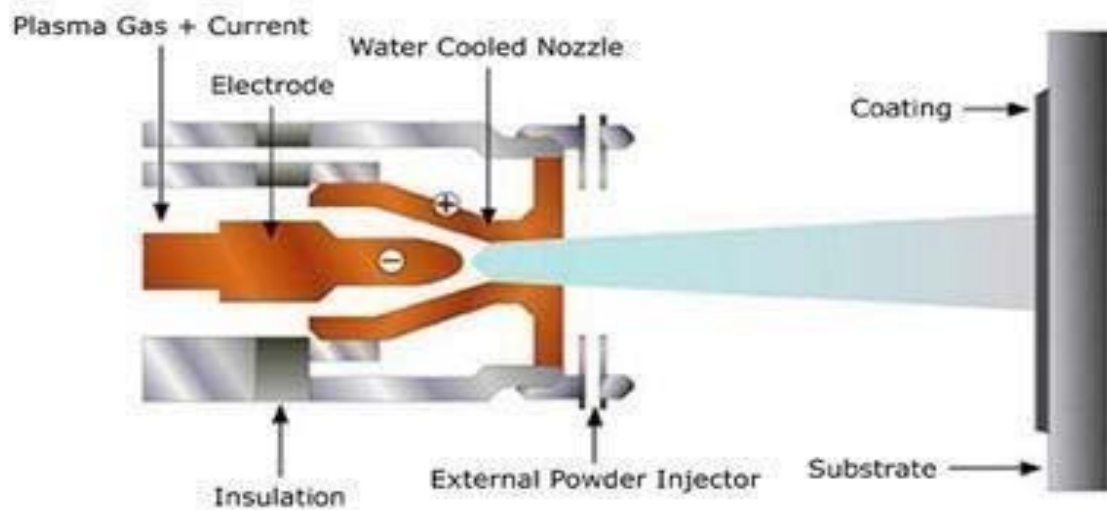


Figure I.6 : Principe de fonctionnement de projection plasma.

I.2.4 La projection à froid-cold spray

La projection à froid est un procédé de revêtements par la projection à haute vitesse comprise entre 200 et 1200 m/s d'un matériau métallique ou non métallique sur un substrat. Ce jet de petites particules (1-100 μm) est accéléré par un jet supersonique de gaz comprimé. Ce procédé est fondé sur le choix de la combinaison de la température, de la vitesse et de la taille des particules. Ce procédé permet une projection à une température la plus basse possible. Dans ce procédé de projection les particules sous forme de poudre sont accélérées à une température toujours inférieure au point de fusion du matériau. Le revêtement se forme donc à partir de particules à l'état solide. En conséquence les effets de la haute température, des gaz et des autres problèmes de la projection thermique sont éliminés ou réduits au minimum. L'élimination des effets de la haute température sur le dépôt et le substrat permet des avantages significatifs. Ces avantages font de la projection à froid un procédé prometteur pour de nombreuses applications industrielles [2,3].

I.2.5 Projection à détonation

Le procédé est connu sous le nom de D-Gun (détonation gun). Le dispositif principal est un canon à détonation, où la réaction d'oxydation se produit avec une vitesse supérieure à la vitesse du son [Figure I.7], le canon est constitué d'un tube de diamètre 21 à 25 mm et d'une longueur d'environ 1 m fermé d'un côté. Il est équipé d'un système de soupapes pour injecter les gaz et la poudre ainsi que d'un dispositif d'allumage entièrement automatisé. La poudre est

injectée en même temps que le mélange des gaz (généralement acétylène/oxygène). L'onde de choc de l'explosion amorcée par une étincelle propulse la poudre tout au long du canon avec une vitesse proche de 1000 m/s. [4]

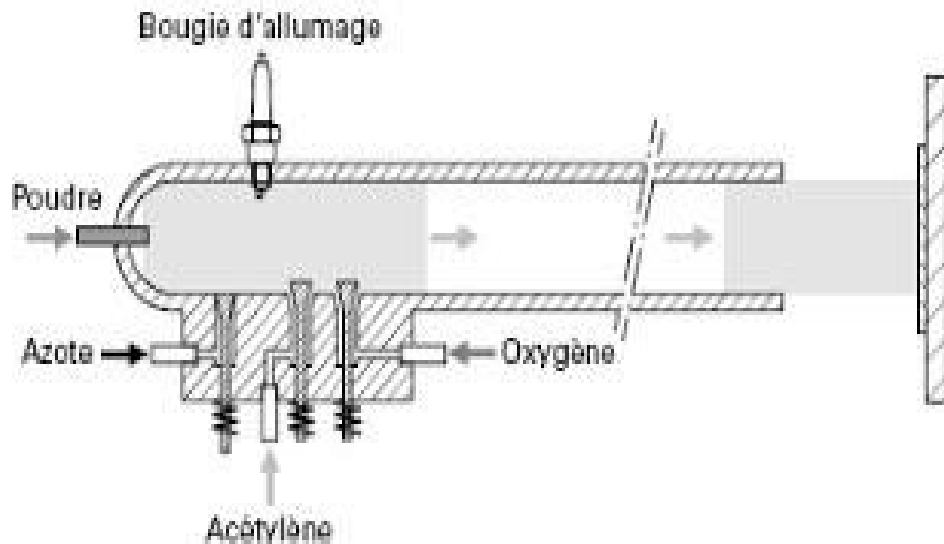


Figure I.7 : Schéma de principe du canon à détonation.

I.3 Préparation la surface à revêtir

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

I.3.1 Usinage des surfaces à revêtir

Les opérations d'usinage concernées sont généralement le tournage et le fraisage. Le tournage est nécessaire pour préparer les bords de la surface à revêtir avec des chanfreins et éliminer les bords aigus qui favorisent la propagation des fissures tandis que le fraisage permet d'obtenir une texture de surface adaptée pour compenser les fortes contractions dues aux contraintes lors de la formation et de la solidification des lamelles [3].

I.3.2 Création de rugosité (sablage)

Le sablage peut être utilisé soit pour nettoyer une surface soit pour créer une rugosité afin d'obtenir une meilleure adhérence du revêtement.

Le sablage permet d'enlever les parties écaillées, la rouille ou la peinture de la surface de la pièce à revêtir. Il permet également de créer des aspérités sur lesquelles pourront s'accrocher les lamelles fondues du ou des matériaux d'apport.

Il est généralement réalisé par un jet de particules abrasives comme du sable ou du corindon dont la taille, la morphologie et la force d'impact des particules sur la surface ainsi que la durée du sablage sont ajustées en fonction de l'état de surface souhaitée.

I.3.3 Nettoyage de la surface à revêtir

Pour éliminer toute matière contaminant (graisse, poussières, inclusions superficielles, ...) est généralement par ultrasons ou par solvant [5,6]. Les nettoyeurs peuvent être des solvants ou des lessives. Il est à noter que le sablage crée des contraintes de compression dans le substrat au voisinage de la surface sablée

I.3.4 Préchauffage de substrat à revêtir

Le préchauffage des substrats métalliques provoque une oxydation en surface qui peut modifier la composition et la morphologie superficielle du substrat, avec d'importantes conséquences en termes d'adhésion des dépôts. Le préchauffage des substrats peut se faire de différentes façons : à l'aide d'un jet plasma, en utilisant un four ou des résistances chauffantes. Au fur et à mesure que la température augmente, différentes compositions et épaisseurs de couches d'oxydes se forment en surface, ce qui induit une réduction de l'adhésion du dépôt

I.4 Formation de Revêtements

Le principe de la formation d'un dépôt par projection thermique est basé sur l'empilement et la solidification Du dépôt formées par l'étalement des particules fondues ou semi fondues projetées sur le substrat préalablement préparé. La construction du dépôt est une étape importante de la projection plasma car elle influe directement sur les propriétés du dépôt. La morphologie et la taille des lamelles gouvernent la qualité de la cohésion du dépôt, la microstructure, la taille et la distribution des pores ainsi que les contraintes résiduelles.

Plusieurs paramètres peut affectent directement la morphologie, le degré d'étalement et l'adhérence des particules [7] on peut citer comme ;

- La température, la vitesse et l'angle d'impact des particules sur le substrat (les meilleurs résultats sont obtenus lorsque les particules arrivent perpendiculairement au substrat).

- l'oxydation des particules et le gradient de température dans la particule (particulièrement pour des particules à faible conductivité thermique)

- la rugosité de surface, La température de préchauffage, l'épaisseur et la composition chimique de la couche d'oxyde protectrice pour les substrats métalliques

La plupart des études sur l'étalement des particules qui impactent sur directement le substrat ont été faites sur des substrats lisses compte tenu des difficultés d'observation sur les substrats rugueux. Au contact de la particule fondue à haute température, des adsorbats et des condensats s'évaporent très rapidement (en quelques centaines de nanosecondes) de la surface du substrat, entraînant une augmentation de la pression sous la particule qui s'étale, diminuant ainsi le contact avec le substrat. Les extrémités de la lamelle s'en trouvent soulevées. Dans la zone centrale, la pression d'impact est la plus forte et peut contrebalancer la pression de la vapeur. On peut observer quelques points de contact entre la lamelle et le substrat comme le montre la Figure I.8 [8].

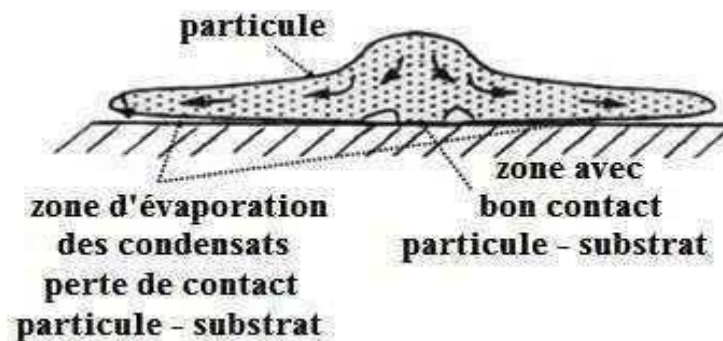


Figure I.8 Schéma de l'étalement d'une particule sur un substrat en présence d'adsorbats et de condensats [8].

Il est donc préférable d'enlever les condensats et les adsorbats de la surface à revêtir avant de commencer la projection. Cette opération peut être réalisée en préchauffant la surface. Lorsque la surface du substrat est préchauffée à une température supérieure à la température de transition (T_t) l'étalement régulier de la particule fondue est favorisée grâce à la désorption des adsorbats et des condensats, le contact de la particule sur le substrat est meilleur. Au contraire si la surface du substrat n'est pas préchauffée, la particule fondue subit une fragmentation lors de l'impact sur le substrat, comme le montre la Figure 2, due à la pression

de vapeur des adsorbats et des condensats qui s'évapore sous la particule fondue à température élevée. En préchauffant la surface du substrat, le contact effectif entre la lamelle et le substrat n'est que d'environ 60 % de la surface de la particule étalée mais c'est 3 fois plus que le contact effectif d'une particule projetée sur un substrat non préchauffé qui ne dépasse pas 20 %.

L'adhérence s'en trouve directement affectée, elle est 3 à 4 fois plus élevée sur une surface préchauffée.

Par ailleurs, l'étalement des particules fondues dépend de la mouillabilité de la surface de contact (le substrat ou les lamelles formées antérieurement) où la rugosité, la couche protectrice d'oxyde et la conductivité thermique sont déterminants. Les substrats avec des rugosités importantes présentent une meilleure mouillabilité car ces dernières empêchent la formation d'éclaboussures et de ce fait le degré d'étalement des lamelles est plus faible que celui des lamelles sur un substrat du même matériau avec une surface lisse. Pour cette raison la rugosité doit être adaptée à la taille des particules projetées [2], [8]. Généralement pour avoir une bonne adhésion, la dimension de la lamelle doit être entre 1,5 et 3 fois la valeur du paramètre de rugosité R_z

Si la lamelle est très petite ou très grande par rapport à la rugosité, l'adhésion est réduite.

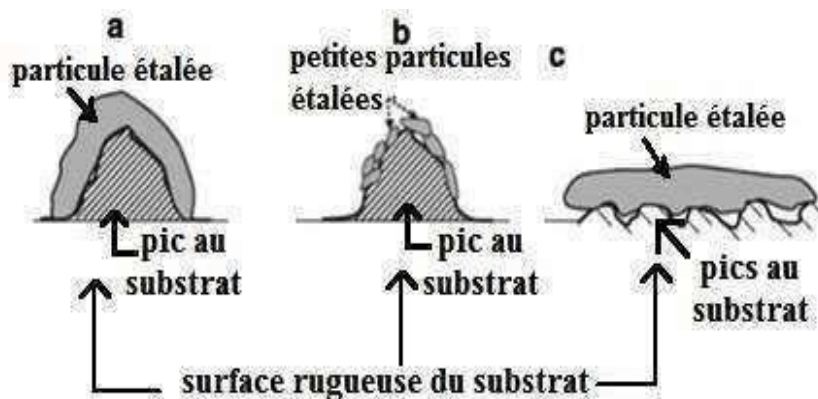


Figure I.9 Schéma de la taille relative des rugosités par rapport à la taille des particules projetées [2], [8].

La composition, l'épaisseur et la morphologie de la couche d'oxyde protectrice du substrat déterminent sa température de préchauffage et aussi sa mouillabilité. Les substrats avec

une haute conductivité thermique présente une mouillabilité réduite car des taux importants de transfert de chaleur vers l'intérieur du substrat réduisent la température à la surface où les particules fondues vont s'étaler. Dans le cas de la formation des lamelles sur d'autres lamelles préalablement formées, la mouillabilité est favorisée car les matériaux liquides ont la caractéristique de bien s'étaler sur des solides de même composition [9], [2], [8].

La qualité du contact à l'interface entre les particules étalées et le substrat est fonction de la pression d'impact qui dépend de la vitesse à laquelle les particules impactent le substrat : des hautes vitesses correspondent à des hautes pressions et donc des lamelles minces qui se solidifient plus rapidement. Le temps d'étalement est entre 5 et 10 fois plus important que le temps de solidification des lamelles car généralement la solidification débute avant que l'étalement soit fini [37]. Le temps entre deux impacts successifs est de l'ordre de quelques dizaines de microsecondes de telle manière qu'une particule impacte sur une autre déjà solidifiée.

Les dépôts sont construits par des passages successifs de la torche devant le substrat. Ainsi l'empilement des lamelles est donc piloté par le débit de poudre injectée, le rendement de la projection et la vitesse relative entre la torche et le substrat. Lorsqu'on observe le revêtement en coupe, il présente une microstructure constituée par des lamelles, des pores, des particules partiellement fondues ou non fondues, des fissures et dans le cas de métaux, des particules d'oxydes peuvent également être présentes .

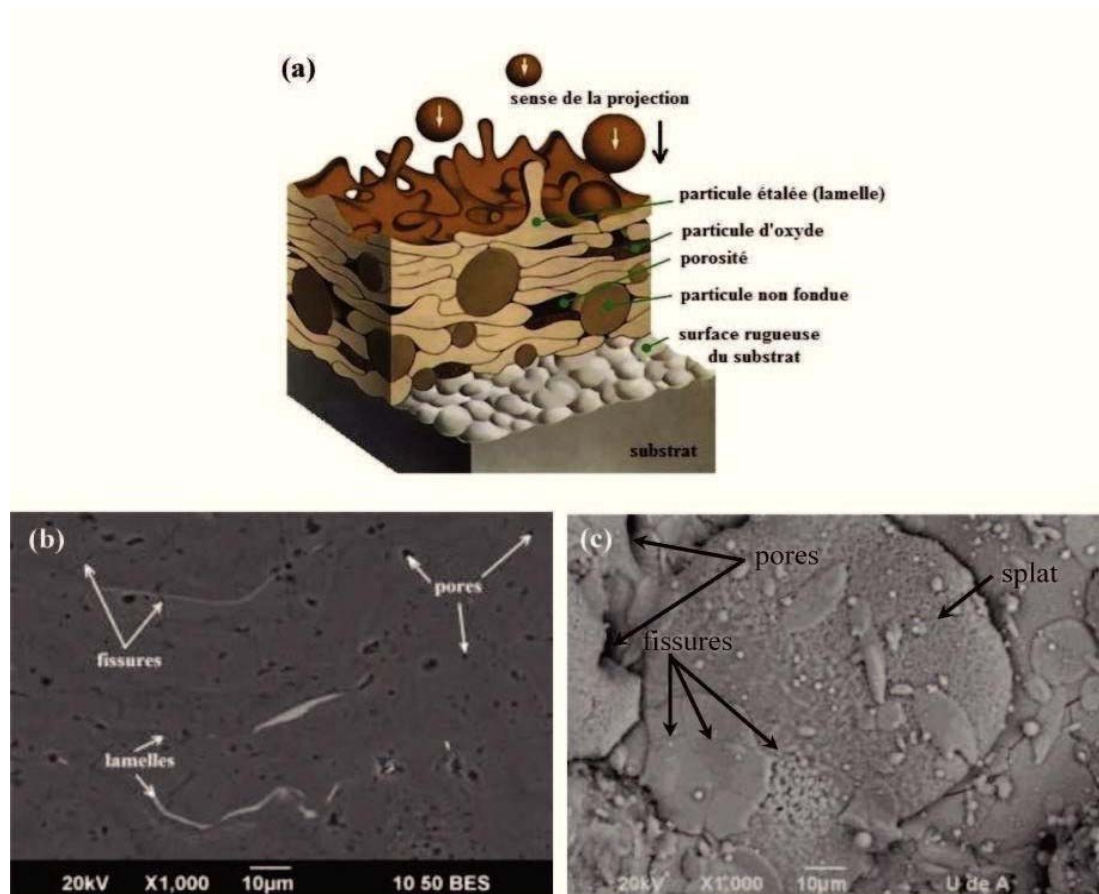


Figure I.10. (a) schéma de la formation d'un dépôt par projection thermique 41 (b) micro structure réelle d'un dépôt en coupe, (c) micro structure réelle d'un dépôt en surface.[8]

L'empilement des lamelles entraîne des zones avec différentes grandeurs de contacts à l'intérieur du dépôt. Or le contact réel entre les lamelles les propriétés du revêtement telles que sa conductivité thermique, sa dureté, son module d'Young, etc.

Entre les lamelles empilées ou entre les premières lamelles et le substrat se forment des pores inter lamelles comme le montre le figure 6. Les pores inter lamellaires sont des pores plats orthogonaux à la direction de la projection et sont situés entre les lamelles.



Figure I.11. Schéma des différentes zones de contact à l'empilement des lamelles [8].

Les pores se forment habituellement par l'effet d'ombre, par des trous étroits entre les lamelles remplis de gaz, par des trous entre les lamelles et les particules partiellement fondues ou non fondues ou par des particules qui ont explosées. Les pores sont distribués uniformément dans le dépôt et ont tendance à diminuer les propriétés de ce dernier proportionnellement à leur taille.

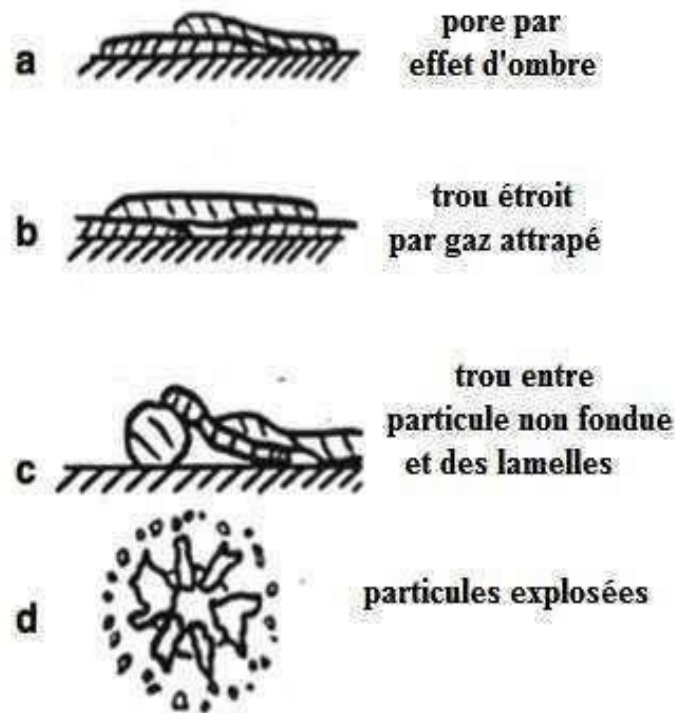


Figure I.12. Représentation de la formation des pores par : (a) effet d'ombre, (b) trous étroits entre lamelles et creux, (c) trous entre lamelles et particules non fondues, (d) particules explosées [8].

Il est également possible d'observer dans la microstructure typique des dépôts élaborés par projection thermique la présence de fissures que se forment lors de la relaxation des contraintes. Les lamelles peuvent présenter des microfissures produites par la relaxation des contraintes de trempe et des microfissures, orientées parallèlement aux lamelles, produites par la différence des coefficients de dilatation entre les particules et le substrat ce qui initie l'interconnexion des pores.

Malgré la formation des fissures dans la microstructure, ce qui allège les contraintes, elles peuvent partialement rester dans l'état final des contraintes du revêtement et dégrader ses propriétés mécaniques (dureté, module d'Young, ténacité à la fracture, etc.) selon que le dépôt reste sous des contraintes de traction après la projection. L'origine de telles contraintes peut se

trouver dans la vitesse de refroidissement des particules lors de la projection, elles sont connues comme contraintes de trempe et portent le dépôt en traction. Les différences de coefficients de dilatation entre les particules projetées et le substrat apportent également des contraintes généralement en traction tout comme les transformations des phases qui peuvent avoir lieu lors du chauffage des particules pendant la projection et les solidifie sous des phases différentes de celles du matériau de départ. Par contre, dans des techniques de projection où les particules sont projetées à haute vitesse, telles que le D-Gun ou la HVOF. Des contraintes associées à l'impact des particules sur le substrat introduisent des contraintes en compression et agissent en faveur de l'adhérence du dépôt au substrat [2], [8].

I.5 Matériaux et propriétés associées

Les oxydes typiquement projetés par APS sont : Al_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2 , ZrSiO_4 , Cr_2O_3 , Y_2O_3 et des mélanges, à base d'alumine (Al_2O_3), de titane (TiO_2) et de zircon (ZrO_2).

I.6 Les céramiques

Un matériau composite consiste dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues réparties dans une phase continue, la phase continue et appelée matrice. La phase discontinue souvent plus dure avec des propriétés mécaniques supérieures est appelée renfort.

Les céramiques sont des matériaux inorganiques et non métalliques. Elles sont les matières premières les plus abondantes de la croûte terrestre et les matériaux les plus anciens utilisés par l'homme. Pour citer des céramiques classiques : l'argile, la tuile, la porcelaine et le verre, ainsi que les céramiques techniques modernes : carbures, borures, oxydes, nitrures. Ils obtiennent leurs propriétés pendant le processus de frittage à haute température.

La nature des liaisons ioniques et covalentes des céramiques en fait des matériaux non aptes à se déformer plastiquement, à l'inverse des métaux, il n'y a pas de plans de glissements indépendant. Cela en fait des matériaux d'une dureté supérieure aux métaux mais très fragiles. Les propriétés mécaniques des différentes céramiques sont dépendantes de leur composition, de leur structure ainsi que des défauts contenus dans le matériau.

I.6.1 Classification des céramiques

Les propriétés finales des céramiques, résistance mécanique, microstructure, précision d'adaptation et propriétés optiques résultent de la nature chimique du matériau et du procédé de mise en forme. Un même matériau peut être mis en forme de façons différentes modifiant ainsi ces propriétés. Un même procédé de mise en forme peut être utilisé pour différents matériaux. Il est donc indispensable d'établir une classification basée sur :

La composition chimique, La microstructure.

I.6.1.1 Classification selon la composition chimique

- . Céramiques feldspathiques : ce sont les céramiques traditionnelles destinées à l'émaillage des coiffes céramo-métalliques. De nouvelles céramiques feldspathiques, à haute teneur en cristaux de leucite, ont une résistance mécanique améliorée et un coefficient de dilatation thermique augmenté ;
- . Vitro-céramiques : ce sont des matériaux mis en forme à l'état de verre puis traité thermiquement pour obtenir une cristallisation contrôlée et partielle ;
- . Céramiques ou plutôt verres hydrothermaux : ce sont des matériaux monophasés, (sans phase cristalline), dans la structure desquels, des ions OH ont été incorporés ;
- . Céramiques alumineuses : leur constituant principal est l'alumine (Al_2O_3)
- . Céramiques à base d'oxyde de zirconium : Apparues plus récemment. Ces matériaux possèdent des propriétés mécaniques très élevées ; L'obtention de matériaux très résistants a été rendue possible grâce à l'utilisation d'alumine (Al_2O_3) et d'oxyde de zirconium (ZrO_2) et la mise au point de céramiques dans lesquelles la phase cristalline est devenue prépondérante

I.6.1.2 Propriétés générales des céramiques :

Les domaines d'application des matériaux céramiques sont vastes, même à température élevée si on les compare aux métaux c'est grâce à leurs propriétés suivantes :

Liaisons chimiques : covalentes, ioniques et peuvent être mixtes.

Structures cristallographiques : sont complexes et dépendent des liaisons.

Propriétés mécaniques : sont généralement fragiles, possèdent des grandes valeurs de coefficients d'élasticité en comparaisons avec les métaux.

Température de fusion : les céramiques possèdent une température de fusion très élevée qui peut dépasser 2000°C à cause de leurs liaisons chimiques qui sont fortes.

Conductibilité thermiques : les céramiques sont des isolants thermiques à cause de l'absence totale des électrons libres.

Propriétés électroniques : isolants, semi-conducteurs et conducteurs mais la plupart des céramiques sont des isolants et leurs conductivités restent faibles.

Propriétés optiques : opaques ou transparents applications telles que pigments de coloration. Mais ce sont des matériaux fragiles, donc il y a une absence de ductilité. Cette fragilité constitue l'inconvénient commun à toutes les céramiques et impose des limitations dans les techniques de fabrication et d'utilisation, mais en revanche, au niveau atomique, les caractéristiques qui rendent les céramiques fragiles sont en même temps celles qui leur confèrent les propriétés recherchées de dureté, de réfractarité, résistance chimique...etc. Les avantages et les inconvénients sont deux aspects d'un même phénomène fondamental.

I.7 Généralité sur les matériaux de l'étude

I.7.1 Alumine (Al_2O_3)

L'alumine, ou oxyde d'aluminium, est une poudre blanche de masse moléculaire 102 très stable. C'est un oxyde réfractaire, car sa température de fusion est très élevée (2054 °C). L'alumine se forme naturellement à l'air à la surface de l'aluminium, mais contrairement à la rouille pour les alliages ferreux, l'alumine forme une couche étanche qui protège l'aluminium de l'oxydation et lui garde son aspect métallique brillant. L'alumine est l'oxyde le plus utilisé dans les céramiques techniques, il est obtenu par extraction du minerai de bauxite avec le procédé bayer.

L'alumine est un composé chimique de formule Al_2O_3 appelé aussi oxyde d'aluminium. C'est un solide blanc incolore insoluble dans l'eau, l'alumine est utilisée pour sa grande dureté, il est le matériau naturel le plus dure après le diamant et a d'une excellente résistance à l'usure. Les céramiques sont mises en forme par les procédés classiques, puis frittées entre 1400°C et 1700°C.

L'alumine est l'un des plus importantes céramiques, il prend cette importance des variétés de propriétés qu'il possède telle que son haut point de fusion qui atteint 2050°C. Sa

dureté, sa résistance à l'usure sont les plus supérieurs parmi les oxydes, il est aussi chimiquement stable et inactif. L'alumine existe en plusieurs phases, les plus importantes sont la phase α , γ , θ et κ . La phase α est thermodynamiquement stable à toutes les températures supérieures à son point de fusion et elle existe sous forme de corindon ou saphir, tandis que les autres phases sont métastables. Cette grande variété dans de phases rend l'alumine très important dans plusieurs applications, par exemple la phase α et κ sont largement utilisés autant que des revêtements résistants à l'usure vue leurs grandes duretés et leurs stabilité thermique

I.7.1.1 les structure cristallographe des alumines

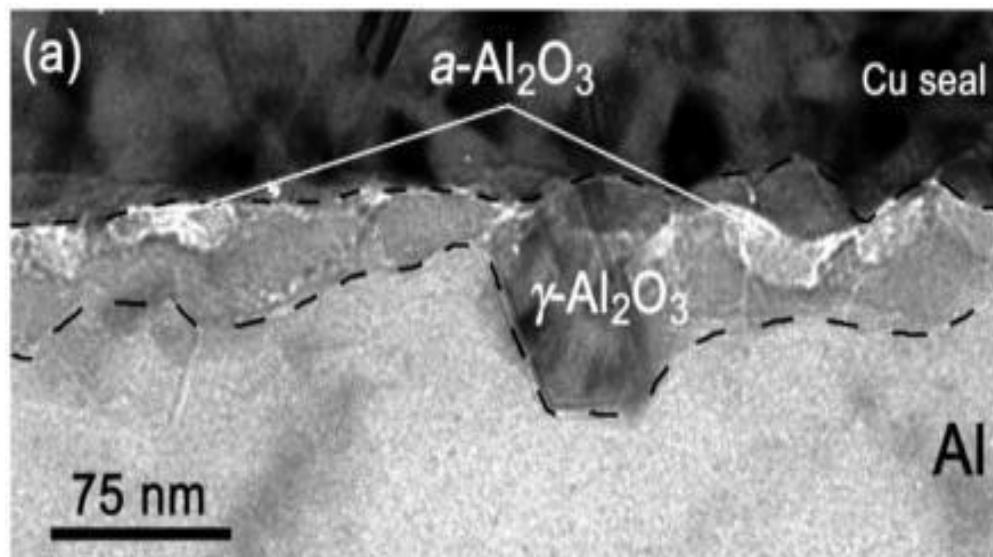


Figure I.13 : Micrographie électronique en champ clair de la section d'une barre d'Al (431) oxydée pendant $20 \cdot 10^3$ s à 773 K. Nous voyons le substrat Al avec la couche d'oxyde dont une partie est amorphe et l'autre cristallisée en alumine- γ [11].

I. 7.2 Le titane Le dioxyde de titane (TiO_2)

Le dioxyde de titane (TiO_2), est caractérisé par ses propriétés de haute dureté, sa ductilité et son adhésion au substrat. Ses applications sont très similaires à celles de l'alumine malgré ses plus faibles duretés, résistance diélectrique et résistance aux attaques chimiques de cette dernière. Les phases les plus souvent utilisées sont le rutile, l'anatase et la brookite qui présentent la même stœchiométrie mais qui ont différentes structures cristallines. L'utilisation du TiO_2 la plus fréquente en projection thermique correspond à son mélange avec de l' Al_2O_3

pour revêtir des éléments que doivent résister à l'usure abrasive, à l'attaque galvanique et à la corrosion à haute température [12].

I.7.2.1 la phase rutile

La structure TiO_2 rutile, dont la maille élémentaire est quadratique, se décrit comme un empilement hexagonal compact d'atomes d'oxygène dont un site octaédrique sur deux est occupé par un ion Ti^{4+} . Dans sa forme stœchiométrique, le réseau de Bravais est tétragonal et contient six atomes par maille. Ses paramètres cristallins sont $a = 0,45937 \text{ nm}$ et $c = 0,29581 \text{ nm}$. C'est la forme la plus dense du dioxyde de titane, stable à hautes températures et hautes pressions.

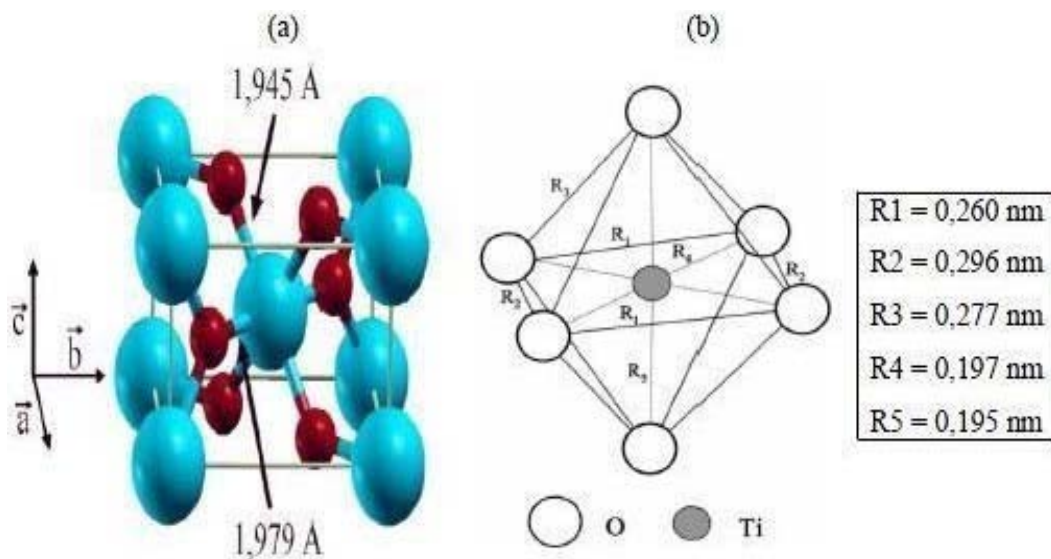


Figure I.14 : (a) Structure de la phase rutile de TiO_2 . (Ti en bleu, O en rouge) (b) structure de l'octaèdre constitutif du rutile [6].

Dans cette structure, chaque atome de titane est au centre d'un octaèdre légèrement distordu d'atomes d'oxygène avec quatre liaisons équatoriales Ti-O courtes ($1,945 \text{ \AA}$) et deux liaisons apicales plus longues ($1,979 \text{ \AA}$). L'enchaînement de ces octaèdres se fait soit par des arrêtes soit par des sommets. Les atomes d'oxygène sont, quant à eux, tous liés à trois atomes de titane (deux liaisons courtes et une liaison longue).

I.7.2.2 la phase brookite

La troisième forme cristalline métastable du TiO_2 est la brookite de structure orthorhombique (figure I.3) ; ses paramètres de maille sont : $a = 0,546 \text{ nm}$; $b = 0,918 \text{ nm}$; $c = 0,514 \text{ nm}$. La synthèse de la brookite pure est très difficile à réaliser. La plupart des études portant sur la synthèse du TiO_2 brookite montrent la présence simultanée des phases de brookite et du rutile et/ou de l'anatase. A hautes températures, à partir de $750 \text{ }^\circ\text{C}$, la brookite se transforme en rutile.

Elle a une masse volumique $\rho_m = 4.12 \text{ g/cm}^3$, intermédiaire entre celle de l'anatase ($\rho_m = 3.89 \text{ g/cm}^3$) et du rutile ($\rho_m = 4.25 \text{ g/cm}^3$).

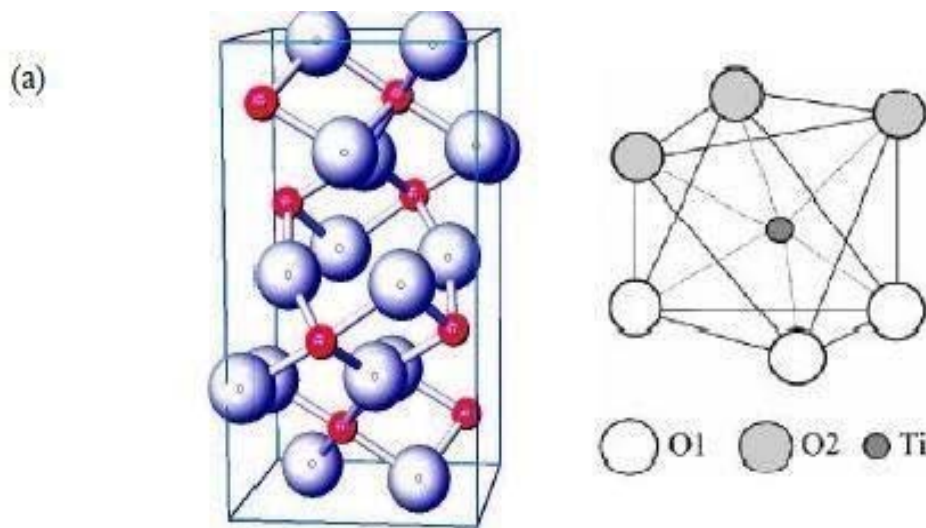


Figure I.15 : (a) Structure de la phase brookite de TiO_2 . (Ti en rouge, O en bleu). (b) Structure de l'octaèdre constitutif de la brookite [13].

I.7.3 La zircon

La zircon est également l'un des matériaux céramiques de type oxyde les plus étudiés et est utilisée dans de nombreux domaines. Ces propriétés principales sont un indice de réfraction élevé, une bonne conductivité ionique, un polymorphisme à température ambiante, une très bonne résistance mécanique et un caractère réfractaire très élevé. Il est également important de noter que contrairement à la silice, la zircon n'existe pas sous forme amorphe et cristallise spontanément.

La zircon (ZrO_2) a la caractéristique de pouvoir s'utiliser sous une large gamme de

microstructures ce qui lui confère une gamme de propriétés physiques, chimiques et

mécaniques de hautes performances [14]. L'application la plus développée du ZrO_2 en projection thermique se trouve dans les barrières thermiques due à sa conductivité thermique réduite et à sa haute résistance aux chocs thermiques [9], [15], [16] ainsi que dans les piles à combustibles à oxydes solides (SOFC : Solid Oxide Fuel Cells) [17], [15]. Ses applications étant souvent à hautes températures, il est nécessaire d'éviter les transformations de phases indésirables, si bien que le ZrO_2 est stabilisé généralement avec de l'oxyde d'yttrium (Y_2O_3) d'où son appellation de zircone yttrée (YSZ) ou partiellement stabilisée (PYSZ), ou zircone tétragonale yttrée (Y-TZP), mais aussi avec de la cérine (CeO_2) ou de l'oxyde de Magnésium (MgO). La température de stabilisation la plus haute est avec la stabilisation à l'oxyde d'yttrium ou la cérine.

I.7.4 Les dépôt d'alumine titane

Le mélange de particules d'alumine et d'oxyde de titane est utilisé en projection thermique pour la réalisation de dépôts résistants à l'usure et aux attaques chimiques des acides et des alkalis due à la présence de différentes phases cristallines et de grades de cristallinité.

Les transformations de phases du système $Al_2O_3 - TiO_2$ sont schématisées sur la Figure I.16 [13]. Les compositions les plus utilisées sont :

- $Al_2O_3 - 3wt \% TiO_2$, que permet d'obtenir des dépôts moins fragiles mais avec une faible résistance diélectrique par rapport aux dépôts élaborés avec de l' Al_2O_3 pure.
- $Al_2O_3 - 13wt \% TiO_2$, qui a une dureté plus faible que les dépôts d' $Al_2O_3 - 3wt \% TiO_2$ du fait de la présence de l'oxyde de titane (car la phase alumine gamma est aussi dans les dépôts purs) mais une meilleure ténacité à la fracture grâce à la contribution des propriétés du TiO_2 .
- $Al_2O_3 - 45wt \% TiO_2$ est une composition hyper-eutectique que présente une dureté et une résistance à l'usure moindre par rapport aux deux précédentes compositions hypoeutectiques, dues à la présence des titanates Al_2TiO_5 et $Al_6Ti_2O_{13}$ qui ont de faibles dureté et ténacité.

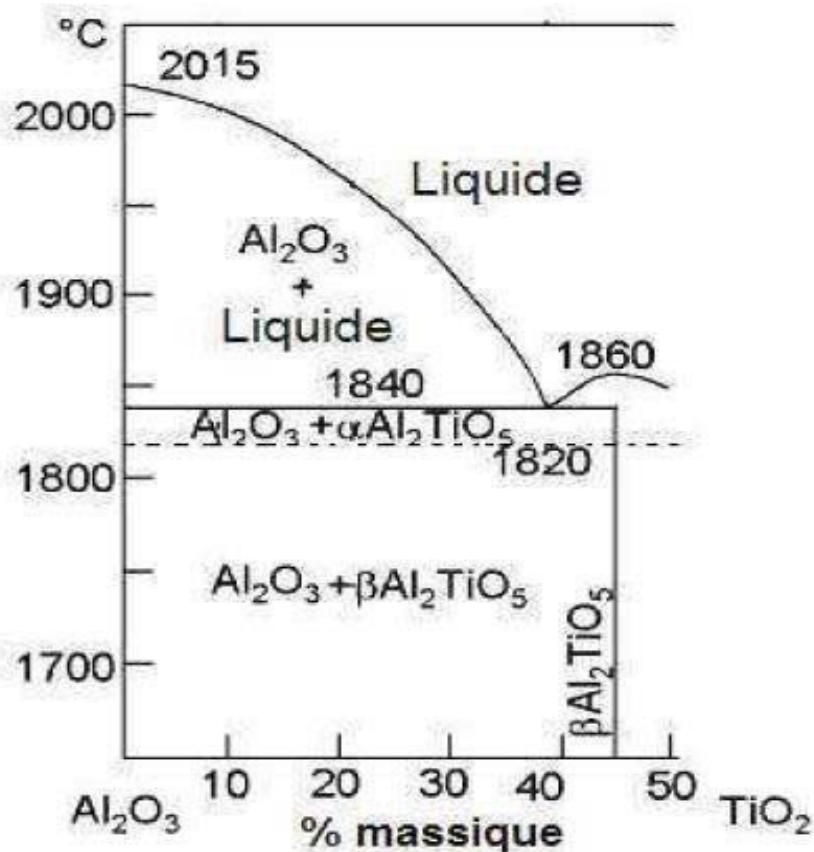


Figure I.16 : Diagramme des phases du système $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiO}_2$ [13].

I.7.5 Les dépôt d'alumine-zircone

La zircone durcie par l'alumine ZTA (en Anglais : Zirconia Toughened Alumina), est probablement le second matériau le plus étudié, également pour son utilisation pour la fabrication de revêtements pour les barrières thermiques [18] dû à sa faible conductivité thermique ($< 1,5 \text{ W/m.K}$) [19], son excellente résistance aux chocs thermiques, sa haute ténacité et sa dureté élevée, ainsi que sa résistance à l'usure [20]. Dans ce cas particulier, la phase tétragonale doit être aussi maintenue [20, 22]. Le diagramme des phases du système $\text{ZrO}_2\text{Al}_2\text{O}_3$ (cf. Figure I.12) possède un point eutectique à 58 % en masse d' Al_2O_3 et pour cette raison la composition des poudres généralement utilisées pour l'élaboration des dépôts par projection thermique est un mélange de ZrO_2 ($\approx 40 \%$ massique) et Al_2O_3 ($\approx 60 \%$ massique), coïncidant avec le point eutectique mentionné (à 1860 °C), ce qui améliore naturellement le degré de fusion des particules et par conséquent les propriétés finales des revêtements.

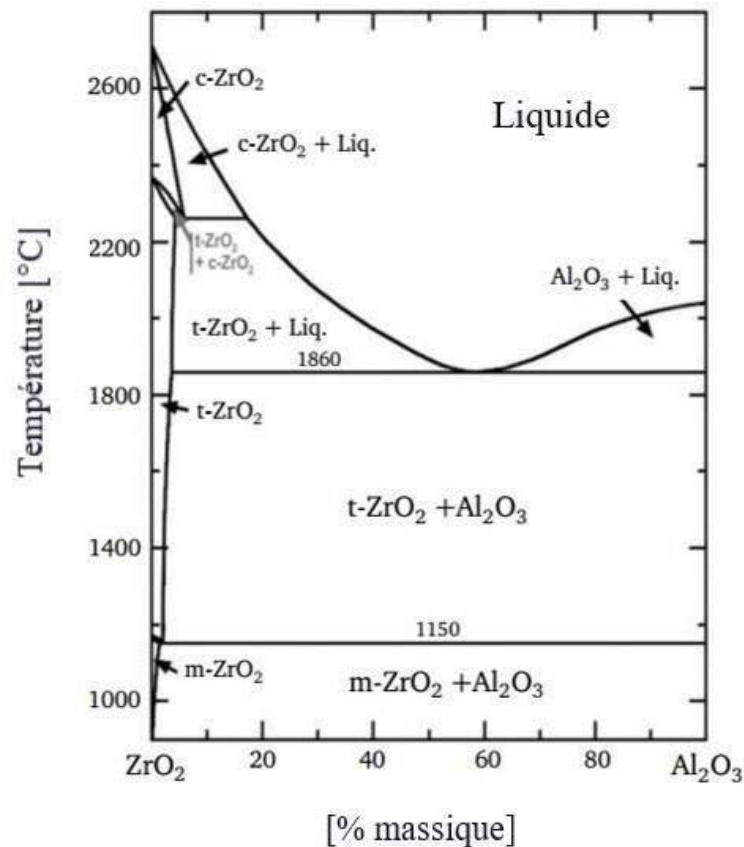


Figure I.17 : Diagramme de phases du système $ZrO_2-Al_2O_3$ Figure modifiée de : F. Terasi [21].

I.8 Domaine d'utilisation :

Les revêtements céramiques à base d' Al_2O_3 (oxyde d'aluminium) sont largement utilisés dans divers domaines en raison de leurs excellentes propriétés thermiques, mécaniques et chimiques. Voici quelques domaines d'application typiques :

1. **Industrie aérospatiale et aéronautique :** Les revêtements céramiques à base d' Al_2O_3 sont utilisés pour protéger les composants des moteurs d'avions et des fusées contre les températures extrêmes, les contraintes thermiques et la corrosion.
2. **Industrie automobile :** Ils sont utilisés pour améliorer la durabilité et la résistance à l'usure des pièces automobiles, telles que les pistons, les cylindres et les soupapes.
3. **Industrie chimique et pétrochimique :** Ces revêtements sont utilisés dans les équipements de traitement chimique et pétrochimique en raison de leur résistance à la corrosion chimique et à haute température.

4. **Industrie des semi-conducteurs** : Ils sont utilisés dans la fabrication de semi-conducteurs pour créer des environnements thermiquement stables et propres.
5. **Applications médicales** : Les revêtements à base d' Al_2O_3 sont utilisés dans les implants médicaux en raison de leur biocompatibilité et de leur résistance à la corrosion.
6. **Applications électriques et électroniques** : Ils sont utilisés dans les isolants électriques et les substrats électroniques en raison de leur résistance diélectrique élevée et de leur stabilité à haute température.
7. **Applications dans l'industrie des semi-conducteurs** : Les revêtements à base d' Al_2O_3 sont utilisés dans la fabrication de semi-conducteurs pour créer des environnements thermiquement stables et propres.

En résumé, les revêtements céramiques à base d' Al_2O_3 trouvent leur application dans divers secteurs industriels en raison de leur combinaison unique de propriétés, notamment leur résistance thermique, leur résistance à la corrosion et leur durabilité.

I.9 Propriétés mécaniques des dépôts à base d'alumine

L'alumine (Al_2O_3) et le dioxyde de titane (TiO_2) sont deux matériaux céramiques couramment utilisés dans une variété d'applications en raison de leurs excellentes propriétés mécaniques et tribologiques. Les effets sur les propriétés en fluage d'une alumine, ont intéressé les chercheurs. Yoshida [24] a voulu voir si la résistance en fluage d'une alumine (taille de grain environ 1 μm) était influencée de la même manière par taille de grain. Il a mis en évidence que la réduction est considérable pour le taux de fluage et augmente les énergies car la ségrégation aux joints de grains de l'alumine est responsable de la diminution du coefficient de diffusion des ions aluminium. Claussen [25] a étudié les effets introduits par la micro-fissuration sur le K des alumines grâce à des essais de flexion 3 points. La ténacité augmente avec l'augmentation de la fraction volumique de la pureté ce qui équivaut à une augmentation de la densité de microfissures. Ces réseaux de micro-fissures dans le matériau peuvent être des réponses aux tensions résiduelles localisées dues aux différences de coefficients de dilation entre les deux phases ou aux changements de volumes induits par les transformations de phases. C'est en se propageant que la fissure principale va interagir avec le réseau de microfissures qui va alors absorber l'énergie de rupture. De plus, il y a dilatation donc diminution du module d'élasticité mais surtout une dégradation du matériau en front de fissure qui amoindrit son efficacité.

Les alumines pures subissent des croissances de grains rapides conduisant à un durcissement lors des essais de compression ou de traction. Alors que si par exemple, 10% en volume de phase métastable sont ajoutés, alors pendant la déformation superplastique, la taille de grain reste la même et il y a suppression du comportement de durcissement «strain-hardening» [26]. Plus généralement, les propriétés mécaniques du matériau dépendent de la fraction volumique de phase présente : pour de faible pourcentage (<5% en volume), la contrainte d'écoulement augmente de paire tandis que pour de plus forte concentrations, une augmentation de la phase secondaire conduit à un adoucissement de l'écoulement [27,28]. Ces différences de comportements entre l'alumine pure et l'alumine contenant une seconde phase sont généralement attribuées à la limitation du glissement aux joints de grains [29-30] et à la ségrégation inter-granulaire. Okada et al. [31] ont comparé le comportement en compression de l'alumine. La comparaison des courbes contrainte déformation utilisés. Lourdin [32] a montré dans son étude, l'influence de la pression appliquée sur la résistance à la rupture du couple $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Ni}/\text{Al}_2\text{O}_3$ pour une gamme de pression variant de 2 MPa à 25 MPa pour 5 températures différentes comprises entre 1050°C et 1410 °C. Les résultats obtenus montrent que la résistance à la rupture augmente avec la pression grâce à l'augmentation de l'aire de contact qui est proportionnelle à la pression appliquée. Après cette augmentation, la résistance décroît avec la pression appliquée pour des températures supérieures à 1250 °C suite à la fissuration de l'alumine. Pour des températures inférieures, le maximum n'est pas atteint pour la gamme de pressions appliquées. Courbière [33] a montré dans son étude du couple $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Cu}/\text{Al}_2\text{O}_3$ que l'aire de contact croît avec les paramètres de pression et de température à partir du centre du contact vers sa périphérie. Montrent que la présence d'Yttrium permet d'atteindre de plus fortes contraintes d'écoulement même si une augmentation de la quantité de zircone influe dans l'autre sens. Si on reporte la valeur de la contrainte d'écoulement, on trouve que l'alumine pure présente en présence d'Yttrium une plus grande valeur que celle stabilisé avec la zircone. Les résultats des essais de cisaillement en fonction de la pression appliquée pour des liaisons réalisées par thermocompression diffèrent pour des couples des matériaux

Chapitre II :
Matériaux et méthodes
expérimentales

Introduction

Dans cette partie ce travail est consacré à décrire les dispositifs expérimentaux de projection thermique utilisée pour l'élaboration des dépôts. Il est plus particulièrement consacré à représenter les différentes techniques de caractérisation : l'analyse structural par la diffraction X (DRX) et microstructurale par MEB, caractérisation mécanique basée sur les tests de micro dureté et caractérisation de la tenue à la corrosion.

II.1 Matériaux utilisé

II.1.1 Le substrat : Acier inoxydable SS_304

L'acier utilisé dans cette étude comme substrat est un acier inoxydable de nuance SS_304, un alliage austénitique couramment utilisé dans l'industrie pour sa bonne résistance à la corrosion. La désignation (SS) signifie (Stainless Steel), ce qui est la traduction anglaise du terme (acier inoxydable). Voici quelques informations précises sur cet acier inoxydable. La composition chimique de substrat est énumérée dans le tableau II.2.

Elements	Fer	Mn	Cu	Mo	Si	Cr	Ni
Bal	70,81%	1,53%	0,001%	0,045%	0,03%	17,75	8,07%

Tableau II.1 : composition chimique substrat.

II.1.2 Dépôt réalisé

Les matériaux de départ choisis pour réaliser les revêtements céramiques par projection thermique sont à base d'alumine, sous forme de poudre. Ils concernent les dépôts d'alumine pure Al_2O_3 renforcés par l'oxyde de titane 40% de TiO_2 . La composition chimique de matériau d'apport à base d'alumine est énumérée dans le tableau II.2.

Elements	Al_2O_3	TiO_2
Al_2O_3 - TiO_2 (AT-5)	60%	40%

Tableau II.2 : composition chimique du dépôt.

II.2 Elaboration des échantillons

La projection plasma est un processus de revêtement de surface où un matériau est vaporisé sous forme de plasma à haute température et haute énergie, puis projeté sur une surface à revêtir. Ce procédé est souvent utilisé pour améliorer les propriétés de surface des matériaux, comme leur résistance à l'usure, leur conductivité thermique ou leur résistance à la corrosion.

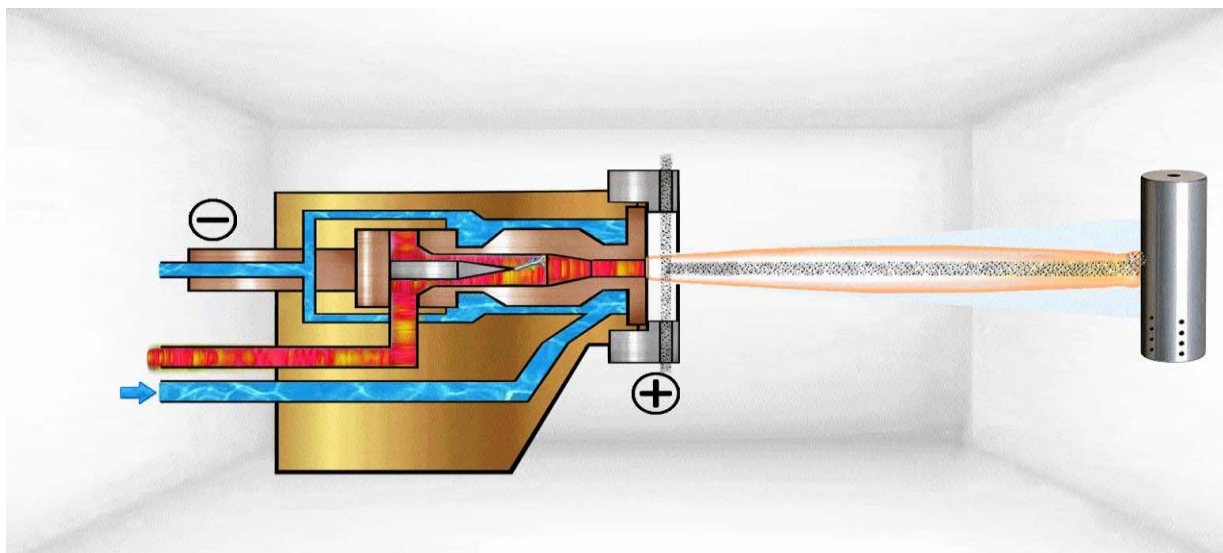


Figure II.1 schémas du dispositif de projection plasma

II.2.1 Paramètres de projections utilisées (plasma)

Les différents dépôts ont été obtenus selon les paramètres et les conditions de projection utilisées, ils sont illustrés dans les tableaux suivants

Poudre	Alumine-titane
Curent [A]	600
vitesse tangentielle [mm/s]	2083
Vitesse du pistolet [mm/s]	4
Gaz primaire Ar Debit [slpm*]	38
Gaz secondaire H2 Debit [slpm*]	9
Distance de sécurité [mm]	100
Débit de gaz vecteur taux [slpm]	3
Debit d'alimentation en poudre [g/min]	28
Torche à distance-Injecteur [mm]	6
Diamètre de l'injecteur [mm]	1.8
Angle de l'injecteur [°]	90

Tableau II.3 : Paramètres de projection plasma.

II.3 Traitement thermique

Après l'obtention de nos pions avec un revêtement d'environ 0,1 à 0,3mm de l'épaisseur, Nous le mettons dans un four pour un traitement thermique d'une durée de 2 heure à 900 C° vitesse 10C°/min.



Figure II.2 : Four moufile utilise au niveau du hall technologie

II.4 Caractérisation métallographique

II.4.1 Polissage

Le polissage mécanique est un processus de finition de surface qui consiste à utiliser un outil abrasif tel qu'un tampon, un disque ou une pierre à aiguiser attachée à une machine à polir pour éliminer les rayures, les irrégularités et les imperfections de la surface d'un matériau. Ce processus peut être effectué manuellement ou par des machines automatisées.

Le polissage mécanique peut être utilisé pour améliorer l'aspect esthétique des matériaux, mais

il peut également être utilisé pour améliorer leurs propriétés fonctionnelles. Par exemple, le

polissage peut améliorer la résistance à la corrosion, améliorer la conductivité électrique ou thermique et même réduire le coefficient de frottement.

Les matériaux pouvant être abrasés mécaniquement comprennent les métaux, les plastiques, les céramiques et les composites. Le choix des outils de polissage et des paramètres de polissage dépend du matériau à polir et des spécifications de surface requises.

Le polissage mécanique peut être une étape critique dans la fabrication de pièces, de produits ou d'appareils qui nécessitent des surfaces lisses, homogènes et de haute qualité.



Figure II.3 : Machines et équipements de prépolissage et polissage

II.4.2 Microscope optique

Un microscope optique est un instrument d'observation qui utilise la lumière visible ou une autre forme de rayonnement électromagnétique pour grossir et examiner des échantillons opaques ou transparents à l'échelle microscopique.

Le microscope optique est constitué de plusieurs composants, notamment :

- L'objectif, qui collecte la lumière et crée une image réelle de l'échantillon ;
- L'oculaire, qui grossit l'image réelle pour permettre à l'observateur de la voir ;
- La platine, sur laquelle est placé l'échantillon ;

La source lumineuse, qui illumine l'échantillon.

Lorsque la lumière frappe l'échantillon, une partie de celle-ci est réfléchi, tandis que l'autre partie est absorbée ou transmise à travers l'échantillon. Les rayons de lumière qui sont transmis à travers l'échantillon sont ensuite collectés par l'objectif, qui les réfracte pour créer une image réelle à l'intérieur du microscope. Cette image réelle est ensuite agrandie par l'oculaire pour permettre à l'observateur de la voir.

En résumé, le microscope optique est un instrument précieux pour l'observation et l'analyse des échantillons à l'échelle microscopique. Il est largement utilisé dans de nombreux domaines, tels que la biologie, la physique, la chimie, les sciences des matériaux et l'ingénierie.



Figure II.4 : microscope optique du hall technologie

II.4.3 Diffraction des rayons X (DRX)

Principe général de DRX et loi de Bragg Les rayons X, comme toutes les ondes électromagnétiques, provoquent un déplacement du nuage électronique par rapport au noyau dans les atomes, ces oscillations induites provoquent une réémission d'ondes électromagnétiques de

même fréquence ; ce phénomène est appelé diffusion cohérente ou dite de Rayleigh. La diffraction

des rayons X est une méthode universellement utilisée pour identifier la nature et la structure cristalline d'un matériau cristallin ou semi-cristallin. Cette méthode permet d'obtenir des informations à l'échelle de l'atome. En effet, elle résulte de l'interaction d'une onde électromagnétique, avec le milieu périodique de la matière cristallisée. Cette méthode permet une analyse qualitative et quantitative. Elle permet de déterminer la nature de chaque phase cristalline au sein d'un échantillon mais aussi de remonter à la structure du système analysé [32].

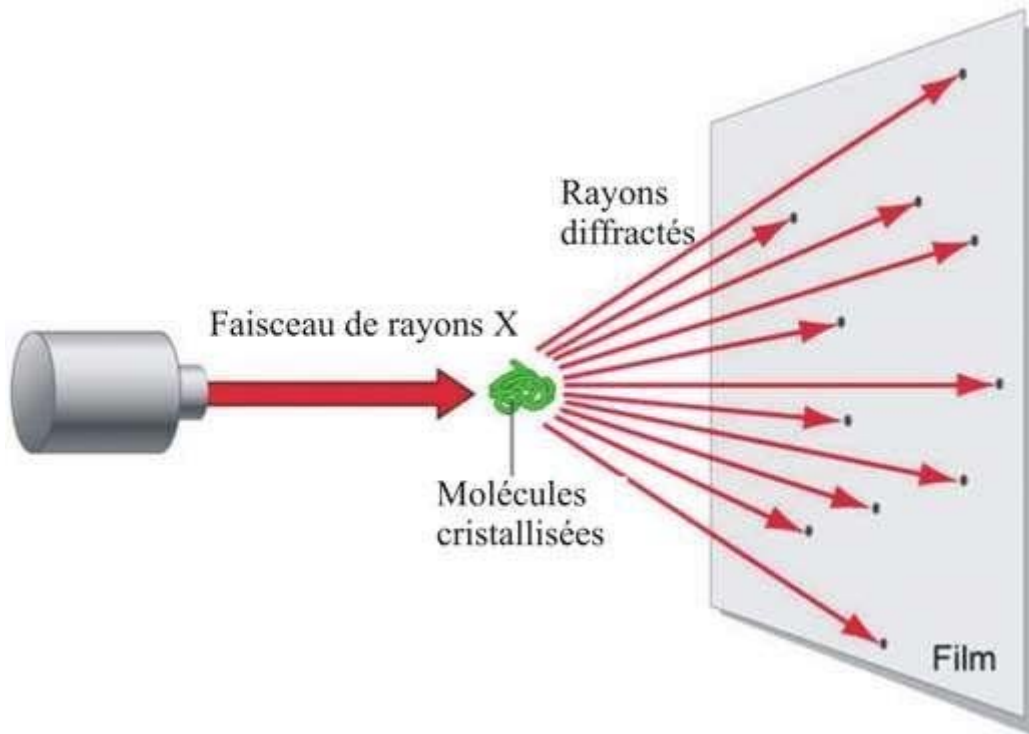


Figure II.5 : Dispositif Diffraction X

II.5 Caractérisation mécanique

La caractérisation mécanique en projection thermique est une étape importante pour évaluer la qualité et les performances des revêtements thermiques produits par cette technique. Elle consiste à mesurer les propriétés mécaniques du revêtement, telles que sa résistance à la traction, sa dureté, sa résistance à l'usure et à la corrosion, entre autres.

La dureté est une mesure de la résistance d'un matériau à la pénétration. Elle peut être mesurée à l'aide d'un testeur de dureté, qui mesure la résistance du matériau à l'indentation. Elle est importante pour évaluer la résistance du revêtement aux rayures et à l'usure.

La résistance à l'usure est une mesure de la capacité d'un matériau à résister à l'usure causée par le frottement et l'abrasion. Elle peut être mesurée à l'aide d'un test de résistance à l'usure, qui

mesure la résistance du revêtement à l'usure et à l'abrasion. Elle est importante pour évaluer la durabilité du revêtement et sa capacité à résister à des conditions d'utilisation difficiles.

La résistance à la corrosion est une mesure de la résistance d'un matériau à la corrosion. Elle peut être mesurée à l'aide de tests de corrosion, qui exposent le revêtement à des environnements corrosifs et mesurent la perte de poids ou la formation de corrosion. Elle est importante pour évaluer la capacité du revêtement à résister à des environnements corrosifs, tels que des milieux acides ou salins.

En résumé, la caractérisation mécanique en projection thermique est importante pour évaluer la qualité et les performances des revêtements thermiques. Elle consiste à mesurer les propriétés mécaniques du revêtement, telles que la résistance à la traction, la dureté, la résistance à l'usure et à la corrosion.

II.5.1 Micro-dureté Vickers

La micro-dureté Vickers est une méthode courante utilisée pour mesurer la dureté des matériaux. Elle utilise une pointe de diamant pyramidale pour créer une indentation dans la surface du matériau, puis mesure la diagonale de l'empreinte pour calculer la dureté.

Souvent utilisée pour mesurer la dureté des matériaux à petite échelle, tels que des échantillons minces ou des zones spécifiques d'un matériau. Elle est également utile pour mesurer la dureté de matériaux très durs, tels que les céramiques.

La dureté Vickers est exprimée en kilogrammes-force par millimètre carré (kgf/mm^2) ou en unités de pression, également appelées kiloponds par millimètre carré (kp/mm^2). Elle peut varier considérablement selon le matériau testé et les conditions de test, telles que la charge et le temps de maintien de la charge sur la surface.

Pour nos essais nous avons utilisé le pénétrateur diamant Vickers, de forme pyramidale à base carrée d'angle au sommet de 136° . Les conditions d'essais concernent le point de charge 5N.

La Figure II.3 illustre le microduromètre instrumenté utilisé pour nos essais.



Figure II.6 : machines d'essai de micro-dureté Vickers

II.5.2 Profilomètre

Le profilomètre est un outil de mesure important pour caractériser la qualité des revêtements thermiques dans la projection thermique. Il permet de mesurer la rugosité et le profil de surface du revêtement, ce qui est essentiel pour comprendre les propriétés du revêtement et améliorer sa performance et sa durabilité. Les données de mesure peuvent être utilisées pour identifier les zones de problèmes de qualité et optimiser la production du revêtement.

La rugosité est généralement mesurée à l'aide d'un profilomètre optique, qui utilise un faisceau laser pour balayer la surface du revêtement et enregistrer les variations de hauteur de la surface. Les données de hauteur enregistrées peuvent ensuite être analysées pour déterminer la rugosité de surface.

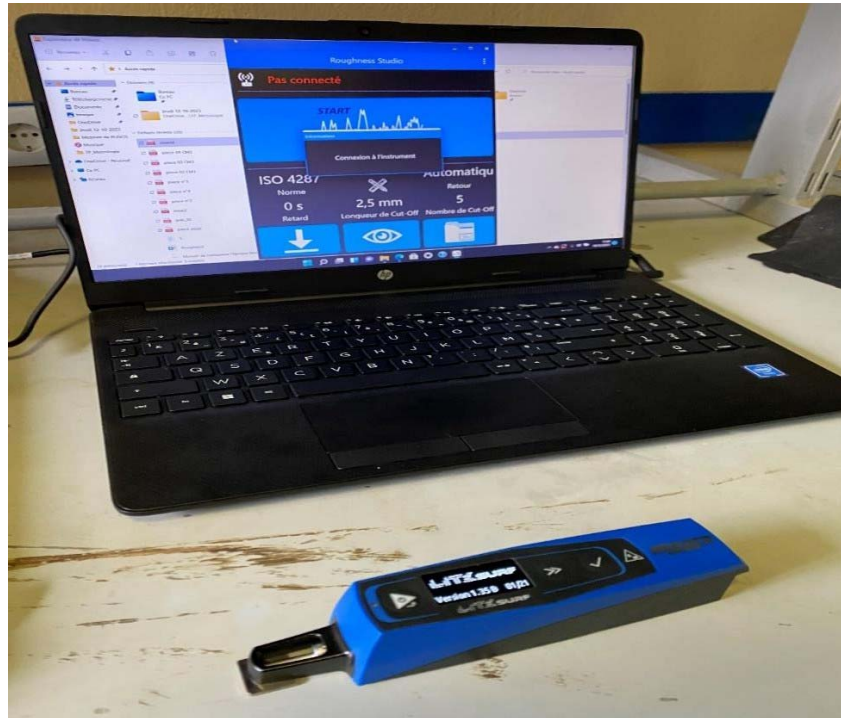


Figure II.7 : Profilomètre 2D (Le Rugosimètre – Mesure de l'Etat de Surface)

II.6 corrosion

La corrosion d'un matériau est la dégradation de celui-ci ou de ses propriétés mécaniques sous l'effet de l'environnement immédiat qui peut être le sol, l'atmosphère, l'eau ou d'autres fluides

II.6.1 Technique de la masse perdue

Les mesures de perte de poids sont une première approche de l'étude de la corrosion d'un métal dans une solution marine. Cette méthode présente l'avantage d'être d'une mise en œuvre simple et de ne pas nécessiter un appareillage important. Cette méthode consiste à mesurer la perte de masse Δm de surface des revêtements céramiques $Al_2O_3-TiO_2$ traité thermiquement et non traité pendant un temps d'immersion de l'échantillon dans une solution corrosive

II.6.2 Manipulation de la technique de masse perdue

Cette méthode dont le dispositif est représenté par la figure. (II.11) nécessite de laboratoire suivant :

- revêtements céramiques $Al_2O_3-TiO_2$
- Béchers

-Balance de précision de sensibilité de 0.0001g

- solution marin $\text{pH}=7.36$



Figure II.8 : la technique de la masse perdue

II.6.2.1 Manipulation

Chaque échantillon fini, a été pesé Sa masse et la durée du test ont été mentionnées L'échantillon a été suspendu dans un bêcher contenant de solution marin. Après chaque période de test choisie l'échantillon est retiré de la solution puis nettoyé à l'eau. Les produits de corrosion ont été éliminés de la surface du métal à l'aide d'une brosse à dent souple. Ensuite sa nouvelle masse a été également reportée.

Chapitre III :

Résultats et discussion

Introduction

Dans ce chapitre et de manière comparative on présentera les résultats de notre travail, on présentera d'abord l'observation micrographique de revêtement non traités et traités à 900°C par le microscope optique. Ensuite, on présentera les résultats la diffraction des rayons X obtenus pour les revêtements d'AT-40 après une caractérisation mécanique basée sur les mesures de dureté et en dernier lieu on présentera les résultats des tests de corrosion.

III.1 Caractérisation structural et microstructural des dépôts

III.1.1 Microscope

Les observations obtenues lors de l'analyse de la morphologie de la surface du dépôt $\text{Al}_2\text{O}_3 - 40\%\text{TiO}_2$ (AT-40) avant et après traitement thermique à l'aide d'un microscope optique peuvent être interprétées comme suit :

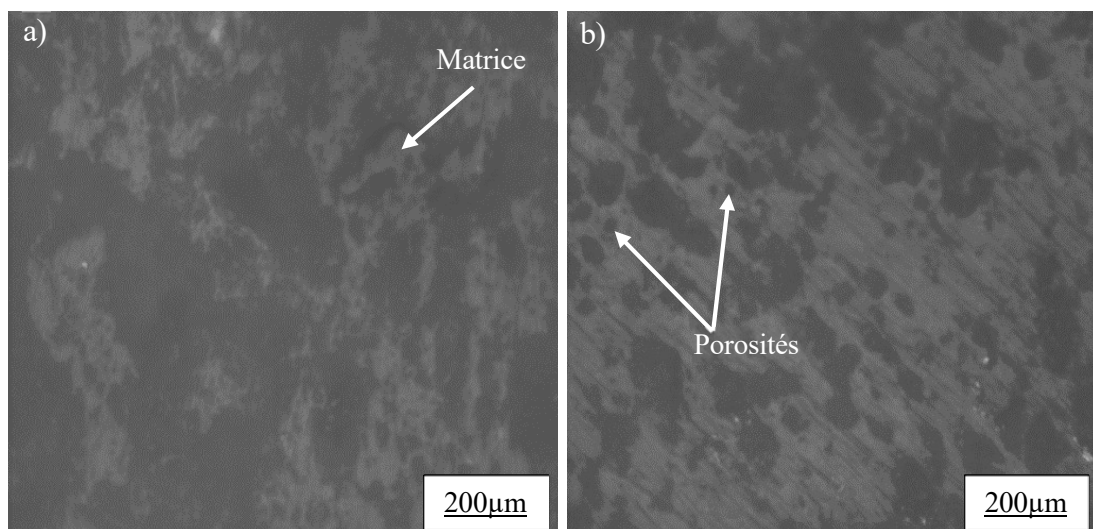


Figure III.1 :Morphologie du dépôt $\text{Al}_2\text{O}_3 - 40\%\text{TiO}_2$ (AT-40) : (a) avant traitement thermique,(b) après traitement thermique

- **Avant traitement** : les pores et les particules non fusionnées sont visibles. Cela indique la présence de vides dans la structure de l'échantillon, éventuellement liés à la porosité élevée. Les particules non fondues indiquent que certaines des particules éjectées n'ont pas atteint une température suffisante pour fondre complètement à la surface. Cela peut être dû à une mauvaise

dissolution de l'échantillon ou à un refroidissement rapide, qui limite la diffusion des particules et conduit à la formation de pores.

- **Après traitement à 900°C** : La taille et le pourcentage des pores est légèrement diminuée, des particules non fusionnées moins visibles, moins évidentes. Cette porosité peut être causée par divers facteurs tels que la taille des particules de la poudre utilisée, les paramètres de pulvérisation et les conditions de refroidissement. Une porosité élevée implique des propriétés mécaniques de revêtement faibles et une résistance à la corrosion réduite.

III.1.2 La diffraction des rayons X (DRX)

Les résultats de la diffraction des rayons X obtenus pour les revêtements d'AT-40 avant et après le traitement thermique sont présentés dans la **figure 2.III**

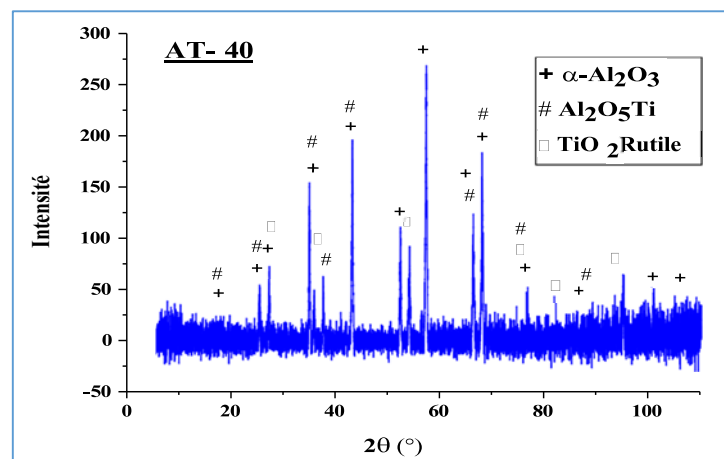


Figure III.2 : Diagramme de diffraction X du dépôt Al_2O_3 -40% TiO_2 (AT-40) avant traitement thermique

Les diagrammes XRD montrent un changement dans la composition des phases des revêtements traités thermiquement par rapport aux revêtements brut de projection thermique.

Le revêtement AT-40 non traité était principalement composé de :

- D'une phase α - Al_2O_3 de structure rhomboédrique, qui forme toujours la matrice de dépôt
- Deux phases secondaires TiO_2 -Rutile de structure tétragonale et Al_2TiO_5 de structure orthonométrique.

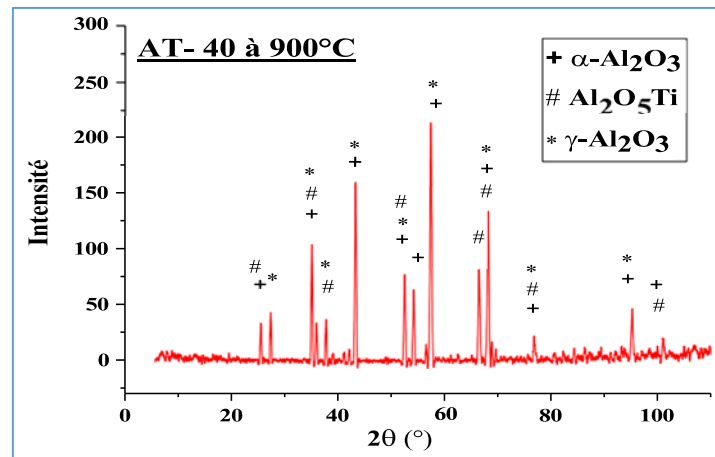


Figure III.3 : Diagramme de diffraction X du dépôt $\text{Al}_2\text{O}_3-40\%\text{TiO}_2$ (AT-40) après traitement thermique

Après le traitement thermique (Figure 3.III), une transformation de phase était évidente, Le revêtement était composé de la phase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ de structure rhomboédrique, de la phase Al_2TiO_5 de structure orthorhombique et de la phase $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ de structure cubique, la phase rutile avait disparu. Le changement de la composition des phases dans ces revêtements à 900°C peut être dû au traitement thermique conduisant à une transformation de phase.

On peut également constater (figure 4.III) que la teneur relative des phases former pour les dépôts AT-40 avant est après traitement thermique est légèrement modifier.

Avant traitement thermique la teneur relative de la phase $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ était a 55,8% et a augmenté à 81,5% après traitement thermique.

La teneur relative de la phase $\text{Al}_2\text{O}_5\text{Ti}$ avant traitement thermique était 23% et a diminué à 10,5% après traitement thermique.

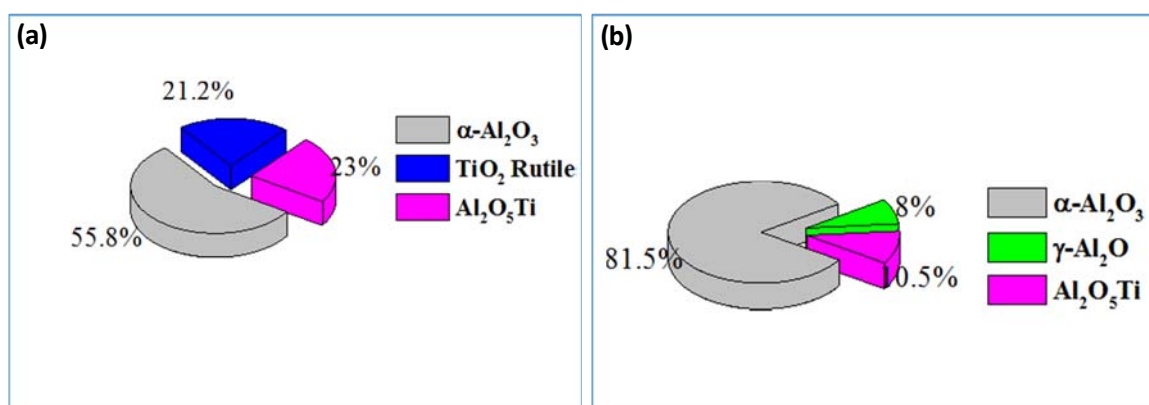


Figure III.4 : Quantification des phases des revêtements d' $\text{Al}_2\text{O}_3-40\%\text{TiO}_2$ (AT-40) : (a) avant traitement thermique, (b) après traitement thermique

III.2 Priorité mécanique

III.2.1 Microdureté

Les essais de dureté Vickers sont réalisés sur la surface du dépôt $\text{Al}_2\text{O}_3 - 40\% \text{TiO}_2$ (AT-40) par indentation sous une charge de 5N.

La figure ci-dessous illustre le profil de dureté du dépôt en (AT-40) avant et après traitement thermique obtenu par le procédé de projection plasma

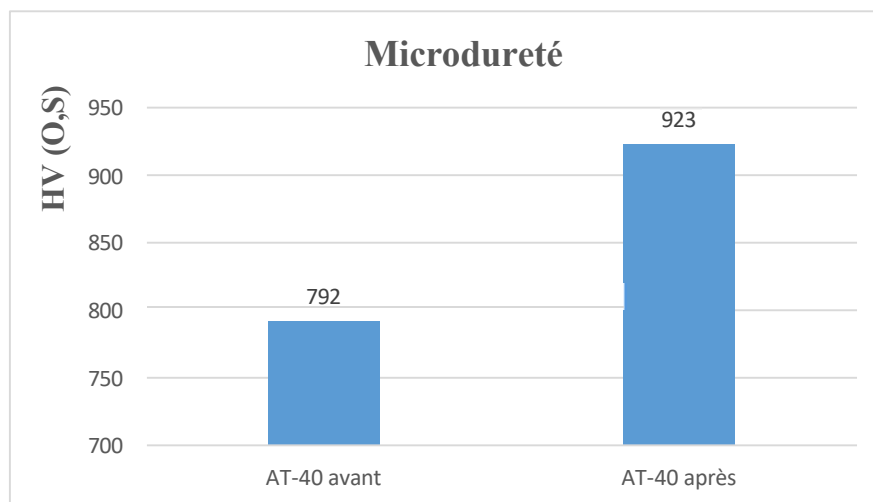


Figure III.5 : représentation en histogramme des résultats des essais de dureté.

- Le titre indique clairement que l'histogramme représente les valeurs de microdureté du revêtement.

2. Axe des Abscisses :

- Les deux catégories sur l'axe des abscisses sont "AT-40 avant" et "AT-40 après", représentant respectivement la microdureté du revêtement avant et après traitement thermique.

3. Axe des Ordonnées :

- L'axe des ordonnées mesure la dureté Vickers (HV) avec une charge de 0,5 kgf (HV 0,5), allant de 700 à 950 HV.

4. Valeurs de Microdureté :

- **AT-40 avant traitement thermique : 792 HV**
- **AT-40 après traitement thermique : 923 HV**

L'histogramme illustre de manière claire et concise l'effet bénéfique du traitement thermique sur la microdureté du revêtement AT-40. La dureté accrue après traitement indique une amélioration significative des propriétés mécaniques du revêtement, En effet, cette amélioration des propriétés après les traitements thermiques peut être expliquée par les différentes formations et modifications microstructurales

III.2.2 La rugosité

Les graphiques ci-dessus montrent les profils de rugosité des revêtements AT-40, avant et après traitement thermique.

1. Profil de Rugosité Avant Traitement Thermique :

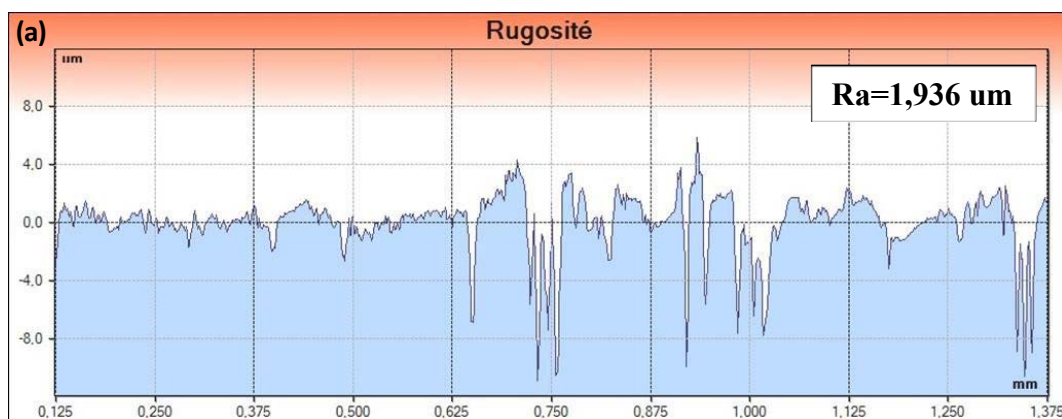


Figure III.6 profils de rugosité du revêtement AT-40, avant traitement thermique.

- Valeur de Ra (Rugosité moyenne arithmétique : 1,936
- Description du Profil :
 - Le profil montre des variations importantes et irrégulières de la surface du revêtement.
 - Il y a plusieurs pics et creux marqués, indiquant une surface relativement rugueuse et hétérogène.

2. Profil de Rugosité Après Traitement Thermique :

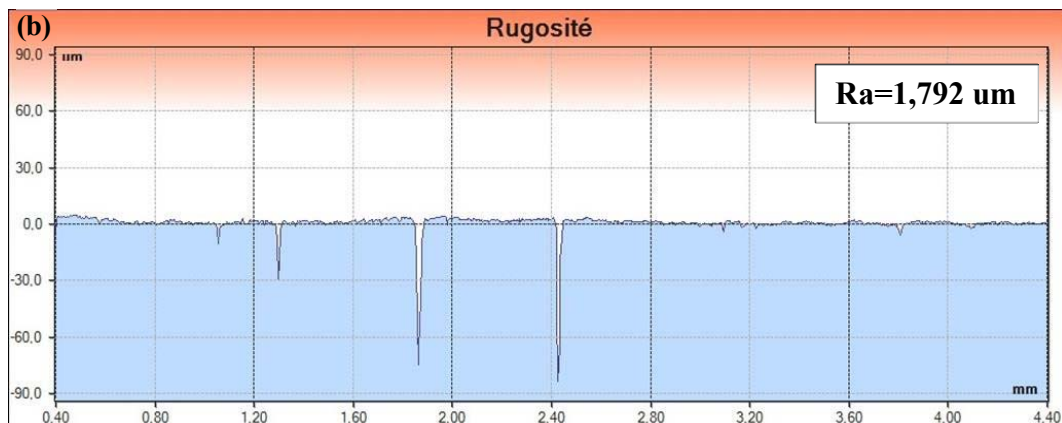


Figure III.7 profils de rugosité du revêtement AT-40, après traitement thermique.

- Valeur de Ra (Rugosité moyenne arithmétique) : 1,792 μm
- Description du Profil :
 - Le profil montre des variations plus régulières et moins prononcées de la surface du revêtement.
 - La rugosité semble plus uniforme, avec une valeur de Ra faible.

Analyse Comparative

- La valeur de Ra diminue de 1,936 μm à 1,792 μm après le traitement thermique.
- La diminution de Ra suggère une surface globalement plus uniforme et régularité
- La régularité des variations indique une distribution plus homogène des aspérités.

Avant Traitement : La surface présente de grandes irrégularités avec des pics et des vallées profondes, suggérant une porosité élevée et des défauts significatifs. Tandis qu'après traitement La surface semble plus cohérente avec des variations moins abruptes, ce qui pourrait indiquer une restructuration et une consolidation de la surface due au traitement thermique.

Il est bien connu que la rugosité de surface peut avoir un impact direct sur ses propriétés et ses performances. Pour atteindre les spécifications requises et optimiser les performances de la surface, il est souvent nécessaire de recourir à des méthodes de correction.

Impact du Traitement Thermique :

Le traitement thermique a une influence significative sur la rugosité de la surface du revêtement AT-40. Avant le traitement, la surface est irrégulière avec des variations marquées, tandis qu'après le traitement, elle devient plus uniforme avec une rugosité moyenne plus faible. Cette transformation est probablement due à la densification et à la redistribution des particules à la surface, améliorant ainsi les propriétés mécaniques et la performance du revêtement dans des applications industrielles. En tant qu'étudiant en Master Génie des Matériaux, il est essentiel de comprendre comment ces modifications de la rugosité influencent les propriétés fonctionnelles du matériau, telles que la résistance à l'usure et la corrosion.

III. 3 Comportement électrochimique

III. 3.1 Potentiel de circuit ouvert (OCP)

L'évolution du potentiel de circuit ouvert (OCP) en fonction du temps pour un revêtement AT-40 avant traitement thermique est représenté dans la Figure III. 10.

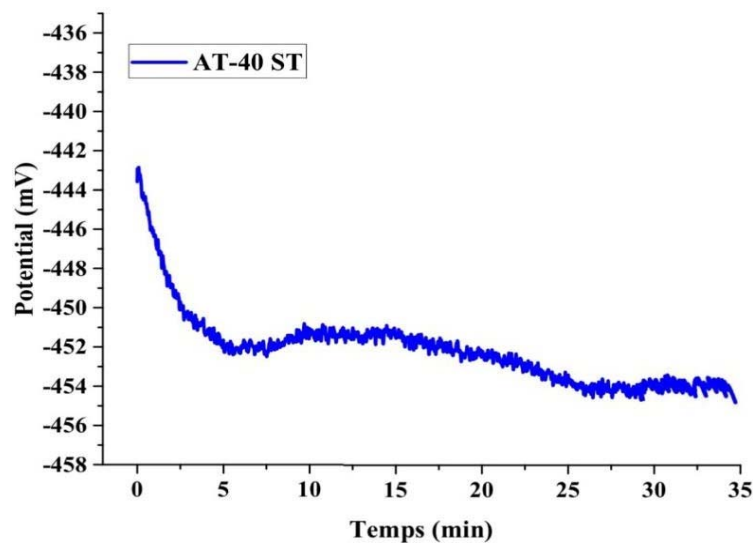


Figure III.8 : courbe de potentiel (Mv) en fonction de temps (min) de revêtement AT-40 avant traitement thermique.

Axe des Abscisses (Temps en minutes)

- Cet axe représente la durée de l'expérience, mesurée en minutes, sur une période de 0 à 35 minutes.

Axe des Ordonnées (Potentiel en millivolts)

- Cet axe indique le potentiel de circuit ouvert (OCP) en millivolts (mV), qui varie de -458 mV à -436 mV.

Interprétation des Phases

- La forte diminution initiale du potentiel (0-5 minutes) peut être due à des réactions électrochimiques rapides se produisant à la surface du revêtement. Cela inclut des changements rapides dans la composition de la surface. Une fois passé la phase initiale, le potentiel se stabilise autour de -453 mV (5-35 minutes) avec des fluctuations modérées. Ces fluctuations peuvent indiquer des réactions électrochimiques plus lentes ou une interaction stable entre le revêtement et l'électrolyte.
- La diminution rapide du potentiel initialement suggère une réactivité élevée du revêtement AT-40 ST au début de l'immersion dans l'électrolyte.
- Une stabilisation relative du potentiel après les premiers instants indique que le revêtement atteint un état d'équilibre électrochimique.

L'évolution du potentiel de circuit ouvert (OCP) en fonction du temps pour un revêtement AT-40 après traitement thermique est représentée dans la Figure III. 9.

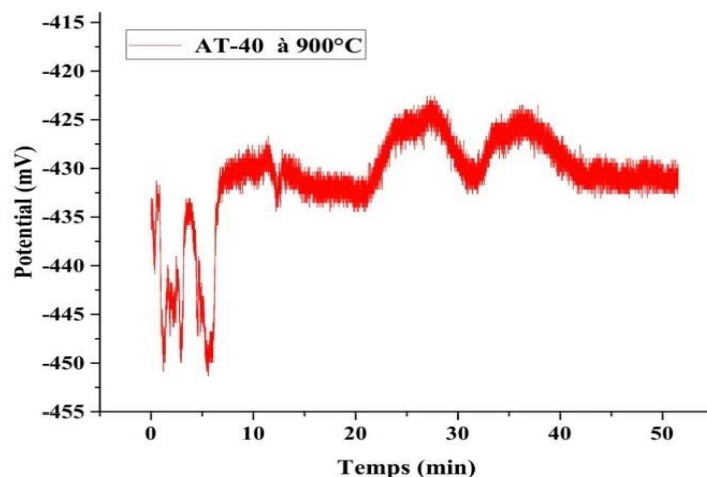


Figure III.9 : courbe de potentiel (Mv) en fonction de temps (min) de revêtement AT-40 traite thermiquement à 900°C.

Interprétation :

- **Au début de l'expérience (0 à 10 minutes) :** Le potentiel varie fortement, indiquant une phase d'initialisation et de stabilisation du système électrochimique. Ces variations peuvent être attribuées à l'ajustement initial de l'équilibre électrochimique entre l'électrolyte et le revêtement.
- **Entre 10 et 50 minutes :** Le potentiel oscille autour de -430 mV. Ces oscillations peuvent être dues à des réactions électrochimiques sur la surface du revêtement, qui atteignent un état quasi-stationnaire mais avec des fluctuations régulières. Les fluctuations autour de -430 mV après la phase initiale de stabilisation peuvent indiquer des phénomènes récurrents comme la formation et la dissolution de films passivants sur la surface du revêtement.

Analyse Comparative

- Le potentiel pour le revêtement traité thermiquement était autour de -430 mV avec des oscillations régulières, tandis que pour le revêtement non traité (ST), le potentiel est plus négatif (autour de -453 mV) et montre une stabilisation après une diminution rapide initiale.

On peut conclure que le revêtement traité à 900°C offre une meilleure protection contre la corrosion que le revêtement non traité (ST). Il existe donc une bonne corrélation entre les traitements thermiques et la protection contre la corrosion.

III. 3.2 Détermination la perte de masse

jours	Masse initial	5j	10j	20j	25j
Avant (g)	6,69	6,70	6,70	6,71	6,71
Après (g)	11,88	11,88	11,89	11,89	11,89

Tableaux III.1 : représentation de la variation du part de mass (g) en fonction du Temps des échantillons non traités et traités.

jours	5j	10j	20j	25j
Dm(g10 ⁻³) avant (g)	0.01	0.01	0.02	0.02
Dm(g10 ⁻³) après (g)	0	0.01	0.01	0.01

Tableaux III.2 : représentation de la variation du Dm (g) en fonction du Temps des échantillons non traités et traités.

Les graphiques ci-dessous montrent la variation de la perde de masse Δm (différence de masse) des échantillons de revêtement avant et après traitement thermique en fonction du temps d'immersion.

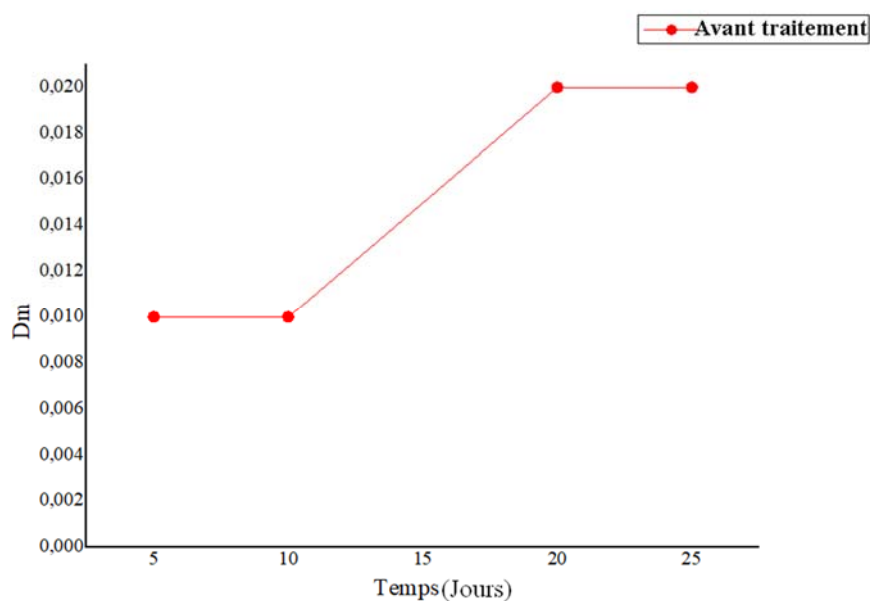


Figure III.10 : courbe de Dm(g) en fonction de temps avant traitement thermique.

La courbe représente l'évolution de la variable Dm avant traitement, mesurée en fonction du temps sur une période de 25 jours. Initialement, Dm reste constant à environ 0,01 pendant les 10 premiers jours. Ensuite, il y a une augmentation significative de Dm au jour 15, atteignant environ 0,018. Après ce pic, Dm continue d'augmenter légèrement, atteignant 0,02 au jour 25, avant de se stabiliser. Cette stabilisation peut suggérer que le système atteint un nouvel état d'équilibre après la réaction initiale.

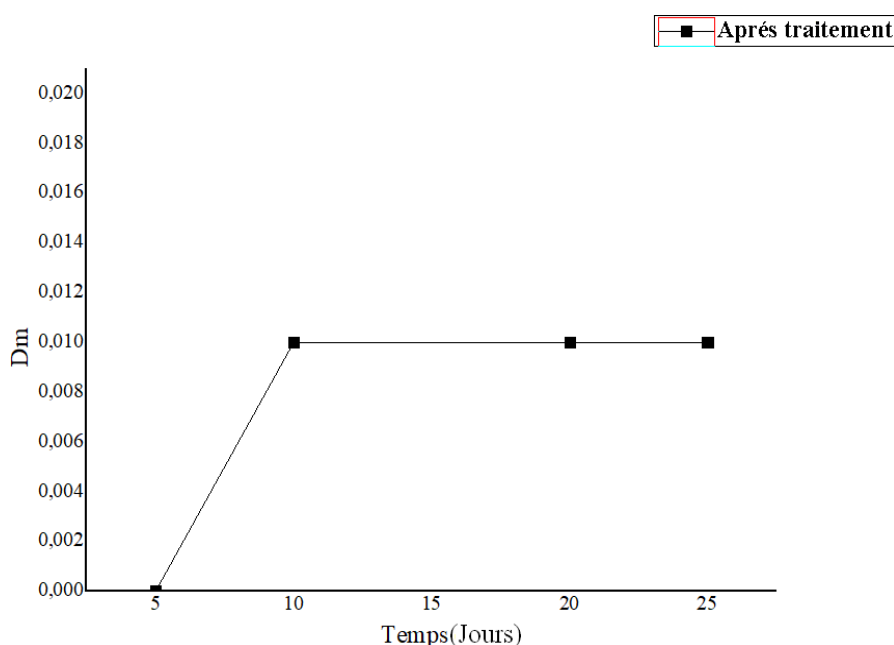


Figure III.11 : courbe de $Dm(g)$ en fonction de temps après traitement thermique.

La courbe après traitement présente l'évolution de la variable Dm sur une période de 25 jours. Contrairement à la courbe avant traitement, où Dm montrait une augmentation progressive et des fluctuations, cette courbe illustre une dynamique différente après l'application du traitement.

Initialement, au jour 5, Dm est nul, indiquant soit une absence de mesure, soit que la variable est effectivement à zéro au début de la période observée. Entre le jour 5 et le jour 10, il y a une augmentation rapide et significative de Dm , atteignant environ 0,01. Cette montée rapide peut être interprétée comme une réponse immédiate et notable au traitement appliqué.

À partir du jour 10, Dm se stabilise à environ 0,01 et reste constant jusqu'au jour 25.

Donc le traitement, Dm montre une augmentation rapide au début de la période observée, suivie d'une stabilisation complète. Cela peut indiquer que le traitement a un effet initial très marqué sur la variable, conduisant à une stabilisation rapide et durable de Dm à un niveau constant.

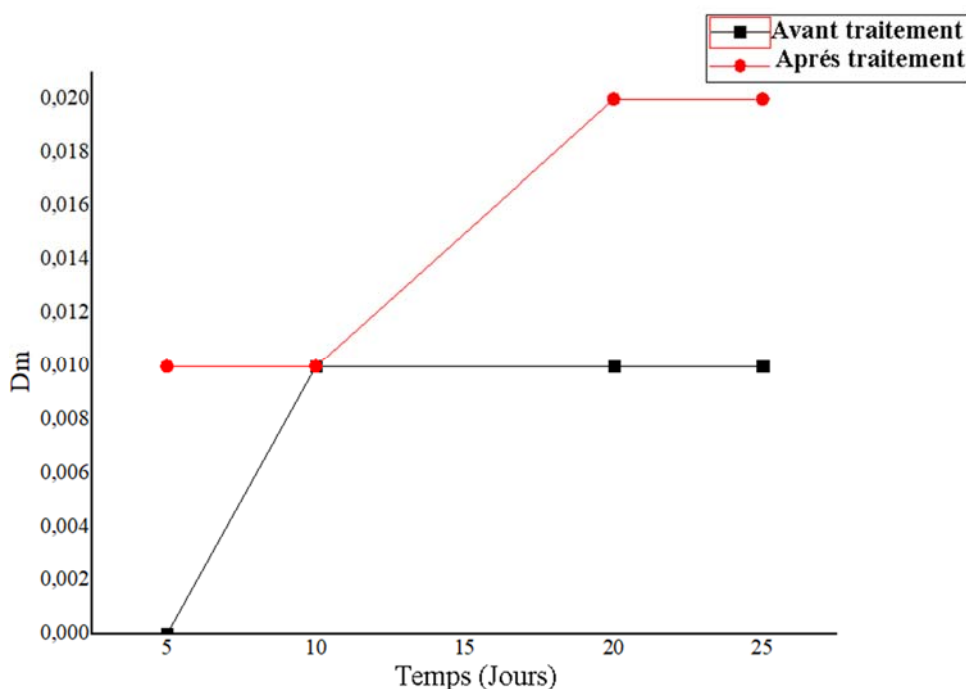


Figure III.12 : courbe de $Dm(g)$ en fonction de temps avant et après traitement thermique.

La courbe comparative avant et après traitement montre des différences notables dans l'évolution de la variable Dm sur une période de 25 jours. Avant traitement, Dm commence à environ 0,01 au jour 5 et reste stable jusqu'au jour 10. Ensuite, Dm augmente progressivement, atteignant environ 0,018 au jour 15 et 0,02 au jour 20, avant de se stabiliser à ce niveau jusqu'au jour 25. Cela suggère une augmentation progressive de Dm avec une tendance à se stabiliser à un niveau plus élevé après 20 jours.

En revanche, après traitement, Dm commence à zéro au jour 5, mais augmente rapidement pour atteindre environ 0,01 au jour 10. Contrairement à la courbe avant traitement, Dm reste ensuite constant à ce niveau jusqu'au jour 25. Cette différence indique que le traitement a un effet initial rapide, augmentant rapidement Dm à 0,01, puis le maintien à ce niveau constant sans fluctuation significative.

En conclusion, le traitement semble avoir un effet stabilisant sur Dm , provoquant une augmentation rapide initiale suivie d'une stabilité prolongée, contrastant avec l'augmentation progressive et les fluctuations observées avant traitement.

Conclusion générale

Conclusion générale

Conclusion générale :

Dans cette étude, nous avons effectué une analyse approfondie sur les dépôts de céramique à base d'alumine renforcée avec 40% de titane (AT-40), en mettant l'accent sur leurs propriétés structurelles, microstructurales, mécaniques et électrochimiques avant et après traitement thermique à 900°C.

Les observations au microscope optique ont révélé que le traitement thermique à 900°C entraîne une diminution notable de la porosité des dépôts. Avant le traitement, les surfaces présentaient des zones poreuses avec des pores plus gros. Après le traitement thermique, la porosité a diminué en raison du colmatage des particules poreuses, ce qui a conduit à une surface plus homogène et consolidée.

Les résultats de la diffraction des rayons X ont montré des transformations de phase importantes dans les dépôts AT-40 après traitement thermique. Avant le traitement, le revêtement était principalement composé de la phase α -Al₂O₃ (rhomboédrique) et des phases secondaires TiO₂-Rutile (tétragonale) et Al₂TiO₅ (orthorhombique). Après le traitement, une transformation de phase a été observée avec la disparition de la phase rutile et l'apparition de la phase γ -Al₂O₃ (cubique), ainsi qu'une augmentation de la teneur relative de la phase α -Al₂O₃.

Les mesures de microdureté ont montré une amélioration significative de la dureté des dépôts après traitement thermique. La dureté Vickers (HV) est passée de 792 HV avant traitement à 923 HV après traitement, indiquant une amélioration substantielle des propriétés mécaniques. Cette augmentation de la dureté est principalement due au changement microstructurale après traitement thermique

L'analyse de la rugosité a montré une diminution de la valeur de Ra (rugosité moyenne arithmétique) de 1,936 μm à 1,792 μm après traitement thermique. La surface est devenue donc plus uniforme avec des variations moins abruptes, suggérant une redistribution homogène des aspérités.

Les tests de corrosion ont révélé que le revêtement traité à 900°C offre une meilleure protection contre la corrosion que le revêtement non traité (ST).

Globalement, les résultats obtenus démontrent l'impact positif du traitement thermique sur les dépôts de céramique AT-40. Le traitement à 900°C améliore les propriétés mécaniques, électrochimiques et les rendant plus adaptés pour des applications industrielles exigeantes telles

Conclusion générale

que les revêtements anti-usure et anti-corrosion. Ces améliorations renforcent la durabilité et la performance des revêtements dans des conditions opérationnelles sévères.

Références bibliographiques

Références Bibliographiques

- [1] KRIBA, Ilhem Rafika. Etude numérique de l'écrasement de particules fondues sur des substrats métalliques-Application au procédé de projection thermique. 2010. Thèse de doctorat. Batna, Université El Hadj Lakhder. Faculté des Sciences.
- [2] POPYRIN, Anatoli. Cold spray technology. *Advanced materials & processes*, 2001, vol. 159, no 9, p.
- [3] FAUCHAIS, Pierre L., HEBERLEIN, Joachim VR, BOULOS, Maher I., et al. Surface Preparation. *Thermal Spray Fundamentals: From Powder to Part*, 2014, p. 755-805. 49-49
- [4] SCHOOP, M. U. Improvements in or connected with the coating of surfaces with metal, applicable also for soldering or uniting metals and other materials. UK Patent, 1910, vol. 5, p. 712. *Acta materialia*, 2006, vol. 54, no 3, p. 729-742.
- [5] PRONER, Alain. Revêtements par projection thermique. Ed. Techniques Ingénieur, 1999.
- [6] NOUROUZI, Salman. Contribution à l'étude du procédé arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive. 2004. Thèse de doctorat. Limoges.
- [7] P. L. Fauchais, J. V. R. Heberlein, and M. I. Boulos, "Overview of Thermal Spray," in *Thermal Spray Fundamentals*, Boston, MA: Springer US, 2014, pp. 17–72.
- [8] FAUCHAIS, Pierre L., HEBERLEIN, Joachim VR, BOULOS, Maher I., et al. Conventional Coating Formation. *Thermal Spray Fundamentals: From Powder to Part*, 2014, p. 807-980.
- [9] SCHOOP, M. U. Improvements in or connected with the coating of surfaces with metal, applicable also for soldering or uniting metals and other materials. UK Patent, 1910, vol. 5, p. 712.
- [10] GUSEV, V. M., ELAGINA, O. Yu, NESTERENKO, N. S., et al. The Effect of the Design of the Nozzle System of Electric Arc Metallizing Devices on the Conditions of Spraying Wire Materials. *Journal of Machinery Manufacture and Reliability*, 2021, vol. 50, p. 185-190.
- [11] SNIJDERS, P. C., JEURGENS, L. P. H., et SLOOF, W. G. Structural ordering of ultra-thin, amorphous aluminium-oxide films. *Surface science*, 2005, vol. 589, no 1-3, p. 98-105.

Références Bibliographiques

- [12] CHICOT, Didier, DUARTE, G., TRICOTEAUX, Arnaud, et al. Vickers Indentation Fracture (VIF) modeling to analyze multi-cracking toughness of titania, alumina and zirconia plasma sprayed coatings. *Materials Science and Engineering: A*, 2009, vol. 527, no 1-2, p. 65-76.
- [13] LIM, Ju-Wan, LEE, Jung-Joong, AHN, H., et al. Mechanical properties of TiN/TiB₂ multilayers deposited by plasma enhanced chemical vapor deposition. *Surface and Coatings Technology*, 2003, vol. 174, p. 720-724.
- [14] BRINKIENĖ, Kristina, KĖŽELIS, Romualdas, ČĖSNIENĖ, Jūratė, et al. Evaluation of wear resistance of plasma sprayed ceramic coatings. *Materials Science (Medžiagotyra)*, 2009, vol. 15, no 4, p. 302-305.
- [15] FAUCHAIS, Pierre L., HEBERLEIN, Joachim VR, BOULOS, Maher I., et al. RF induction plasma spraying. *Thermal Spray Fundamentals: From Powder to Part*, 2014, p. 479-576.
- [16] HEIMANN, Robert B. *Plasma-spray coating: principles and applications*. John Wiley & Sons, 2
- [17] CHICOT, Didier, DUARTE, G., TRICOTEAUX, Arnaud, et al. Vickers Indentation Fracture (VIF) modeling to analyze multi-cracking toughness of titania, alumina and zirconia plasma sprayed coatings. *Materials Science and Engineering: A*, 2009, vol. 527, no 1-2, p. 65-76008.
- [18] KESSMAN, Aaron J., RAMJI, Karpagavalli, MORRIS, Nicholas J., et al. Zirconia sol-gel coatings on alumina-silica refractory material for improved corrosion resistance. *Surface and Coatings Technology*, 2009, vol. 204, no 4, p. 477-483.
- [19] PAWLOWSKI, Lech. *The science and engineering of thermal spray coatings*. John Wiley & Sons, 2008.
- [20] NAKAMURA, Toshio, QIAN, G., et BERNDT, Christopher C. Effects of pores on mechanical properties of plasma-sprayed ceramic coatings. *Journal of the American Ceramic Society*, 2000, vol. 83, no 3, p. 578-584.
- [22] BESHISH, G. K., FLOREY, C. W., WORZALA, F. J., et al. Fracture toughness of thermal spray ceramic coatings determined by the indentation technique. *Journal of Thermal Spray Technology*, 1993, vol. 2, p. 35-38.

Références Bibliographiques

- [23] Microdureté des matériaux, Méthode d'essai, Organisation internationale de normalisation (ISO), 2015.
- [24] YOSHIDA, H., OKADA, K., IKUHARA, Y., et al. Improvement of high-temperature creep resistance in fine-grained Al₂O₃ by Zr⁴⁺ segregation in grain boundaries. Philosophical magazine letters, 1997, vol. 76, no 1, p. 9-14.
- [25] CLAUSSEN, Nils, STEEB, Joerg, et RF, PABST. Effect of induced microcracking on the fracture toughness of ceramics. 1977.
- [26] CHEN, I.-Wei et XUE, Liang An. Development of superplastic structural ceramics. Journal of the American Ceramic Society, 1990, vol. 73, no 9, p. 2585-2609. [27] WANG, Jenqdaw et RAJ, R. Interface effects in superplastic deformation of alumina containing zirconia, titania or hafnia as a second phase. Acta metallurgica et materialia, 1991, vol. 39, no 11, p. 2909-2919. 39 (1991) 2909-2919.
- [28] KELLETT, B. J. et LANGE, F. F. Hot forging characteristics of transformation-toughened Al₂O₃/ZrO₂ composites. Journal of Materials Research, 1988, vol. 3, p. 545-551.
- [29] CHOKSHI, Atul H. et PORTER, John R. High temperature mechanical properties of single phase alumina. Journal of materials science, 1986, vol. 21, p. 705-710.
- [30] CLARKE, D. R. High-temperature deformation of a polycrystalline alumina containing an intergranular glass phase. Journal of materials science, 1985, vol. 20, p. 1321-1332.
- [31] OKADA, Kazuki et SAKUMA, Taketo. The role of Zener's pinning effect on the grain growth in Al₂O₃-ZrO₂. Journal of the Ceramic Society of Japan, 1992, vol. 100, no 1160, p. 382-386.
- [32] LOURDIN, P., JUVÉ, D., et TRÉHEUX, D. Nickel-alumina bonds: mechanical properties related to interfacial chemistry. Journal of the European Ceramic Society, 1996, vol. 16, no 7, p. 745-752.
- [33] M. Courbière, D. Juvé, D. Tréheux, Collage de la structure du mécanisme des interfaces Cu-Al et propriétés mécaniques, Interfaces Métal-Céramique, (1990) 152-158 2 O 3

Résumé

Résumé

Résumé

Les revêtements composites céramiques s'imposent aujourd'hui comme une réponse au fort besoin industriel d'amélioration de la fiabilité des pièces sous sollicitations multiples. Le procédé de plasma est envisagé pour la réalisation de tels revêtements avec d'excellentes propriétés mécanique. Dans cette étude des revêtements à base d'alumine ont été déposés sur un Acier inoxydable SS_304 par la technique de projection plasma. Ces revêtements ont été soumis à un post-traitement à une température 900°C pendant une heure. Les observations microstructurales ont montré que le traitement thermique effectué pour les revêtements ont réduits les porosités en rendant les microstructures plus homogène et plus dense comparativement à ceux non traités. Les propriétés fonctionnelles de ces dépôts (dureté et la résistance à la corrosion) sont ainsi significativement améliorées par rapport à celles des revêtements non traités.

Mots clés : Projection thermique, traitement thermique, caractérisation mécanique, caractérisation chimique.

Summary

Ceramic composite coatings are increasingly recognized as a solution to the industrial demand for improved reliability of parts under multiple stresses. The plasma process is considered for creating such coatings with excellent mechanical properties. In this study, alumina-based coatings were deposited on SS_304 stainless steel using the plasma spraying technique. These coatings underwent a post-treatment at a temperature of 900°C for one hour. Microstructural observations showed that the heat treatment performed on the coatings reduced porosities, making the microstructures more homogeneous and denser compared to untreated ones. The functional properties of these coatings (hardness and corrosion resistance) are thus significantly improved compared to those of untreated coatings.

Key word : Thermal spray, heat treatment, mechanical characteristics, chemical characteristics.

المخلص

التكسية المركبة من السيراميك تُعدّ اليوم حلاً للطلب الصناعي الكبير على تحسين موثوقية الأجزاء تحت ضغوط متعددة. يتم استخدام عملية البلازما لتحقيق هذه التكسية ذات الخصائص الميكانيكية الممتازة. في هذه الدراسة، تم ترسيب طبقات أساسها الألومينا على باستخدام تقنية رش البلازما. تعرضت هذه التكسية إلى معالجة لاحقة عند درجة حرارة 900 °C الفولاذ المقاوم للصدأ SS_304 لمدة مئوية ساعة واحدة. أظهرت الملاحظات الميكروية أن المعالجة الحرارية التي أُجريت للتكسية قد قللت من المسامية وجعلت البنية الميكروية أكثر تجانساً وكثافة مقارنةً بالتكسية غير المعالجة. ونتيجة لذلك، تحسنت الخصائص الوظيفية لهذه الطبقات (الصلابة ومقاومة التآكل) بشكل ملحوظ مقارنةً بالطبقات غير المعالجة.

الكلمات الدالة: الرش الحراري، المعالجة الحرارية، الخصائص الميكانيكية، الخصائص الكيميائية.