

République algérienne démocratique et populaire
Ministère de l'enseignement supérieur et de la recherche scientifique
Université Saad Dahleb Blida 1



Faculté des sciences
Département de physique

Mémoire de fin d'étude
Pour l'obtention du diplôme de Master en Physique

Option : PHYSIQUE APPLIQUEE

Thème :

**Etude des propriétés des dépôts métalliques réalisés par
Cold Spray**

Présenté par :

BENNAI Hakima

Soutenu le 15 / 10 / 2020 devant le jury composé de :

OUIR Souad	MCB	U. Blida1	Président
MAADADI Sara	MAA	U. Blida1	Encadreur
HAMDELLOU Saliha	MCB	U. Blida1	Examineur

Blida 1-2019/2020-

RESUME

Cold Spray est une technique de revêtement bien établie dans le secteur industriel, dans laquelle des différents revêtements (métaux et alliages, composites et même matériaux nanostructurés) sont produits en pulvérisant des poudres à grande vitesse, générant un collage par déformation plastique sévère à des températures inférieures au point de fusion des poudres.

Le traitement de surface de la pièce permet d'augmenter la durée de vie des pièces et leurs fonctionnalités, ainsi que d'améliorer leurs caractéristiques. Les revêtements élaborés par Cold Spray offrent une plus grande résistance à la corrosion et permettent une durée de vie en service plus longue en milieu industriel corrosif.

Dans la présente étude, des revêtements en métal (Aluminium) ont été produits par cold spray.

Le travail proposé consiste en une étude microstructurale d'un dépôt d'Aluminium réalisé par cold spray sur un substrat de verre. L'évaluation de quelques propriétés physiques de dépôts est également requise, il s'agit principalement : des propriétés électriques et optiques...

Mots clés : revêtements métalliques, Cold Spray, caractérisation.

ABSTRACT

Cold Spray is a well-established coating technique in the industrial sector, in which different coatings (metals and alloys, composites and even nanostructured materials) are produced by spraying powders at high speed, generating adhesion by severe plastic deformation at temperatures below the melting point of the powders.

The surface treatment of the part increases the life of parts and their functionality, as well as improving their characteristics. The coatings developed by Cold Spray offer greater resistance to corrosion and allow a longer service life in corrosive industrial environments.

In the present study, metal coatings (Aluminum) were produced by the cold spray.

The proposed work consists of a microstructural study of an aluminum deposit produced by cold spray on a glass substrate. The evaluation of some physical properties of deposits is also required, mainly: electrical and optical properties ...

Keywords: metallic coatings, Cold Spray, characterization.

الملخص

الرش البارد هي تقنية طلاء راسخة في القطاع الصناعي، حيث يتم إنتاج الطلاءات المختلفة (المعادن والسبائك والمركبات وحتى المواد ذات البنية النانوية) عن طريق رش المساحيق بسرعة عالية، مما يولد التصاقاً عن طريق التشوه البلاستيكي في درجات حرارة تحت درجة انصهار المساحيق.

تعمل المعالجة السطحية للجزء على زيادة عمر الأجزاء ووظائفها، فضلاً عن تحسين خصائصها. توفر الطلاءات الرش البارد مقاومة أكبر للتآكل وتسمح بعمر خدمة أطول في البيئات الصناعية المسببة للتآكل.

في هذه الدراسة، تم إنتاج الطلاء المعدني (الألمنيوم) بالرش البارد.

يتكون العمل المقترح من دراسة هيكلية دقيقة لترسبات الألمنيوم الناتجة عن الرش البارد على طبقة سفلية من الزجاج. ويتضمن أيضاً تقييم بعض الخصائص الفيزيائية للرواسب، بشكل أساسي: الخواص الكهربائية والبصرية

الكلمات المفتاحية : الطلاء المعدني، الرش البارد، التوصيف.

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je remercie Dieu de m'avoir donné assez de patience et de volonté pour effectuer ce modeste travail.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à ma directrice de mémoire, Madame S. MAADADI. Je la remercie de m'avoir encadré, orienté, aidé, encouragé et conseillé tout au long de ce travail.

Je tiens également à présenter mes remerciements à Madame S. OUIR, pour m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de ce mémoire.

Mes sincères remerciements à Madame S. HAMDELLOU, d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Mes profonds remerciements à Mme F. Zahra, Ingénieur du Laboratoire de Physique Fondamentale et Appliquée 'Université Saad Dahleb'.

Je tiens à exprimer mes remerciements à mes parents pour leur amour, leurs conseils et leurs efforts inlassables qu'ils ne cessent de déployer pour nous. Un grand merci à mes frères et mes sœurs, pour leurs soutiens et leurs aides précieuses tout au long de mes études.

DEDICACE

Je dédie ce modeste travail, tout d'abord, à mes chers parents, je demande à Dieu Tout-Puissant de vous donner une bonne santé, pendant longtemps.

- *A ma chère mère Karima, à qui je dois la réussite, pour l'éducation qu'elle m'a donnée par tous les moyens et au prix de tous les sacrifices qu'elle m'a fait le sens du devoir qu'elle m'a appris depuis mon enfance.*
- *A mon cher père Salah pour ses conseils, ses encouragements et son soutien.*

A mes très chers frères Abd ellah, Abd elkader pour leur soutien et leurs encouragements.

A mes sœurs Zineb, Meriem, Imen et Sabrina, pour leur encouragement moral et leur soutien, et à leurs enfants que j'aime tant, Nada, Oumaima, Milissa, Ayoub et Ishak.

A tous les cousins, voisins et amis que j'ai connu jusqu'à présent, je vous remercie pour leur amour et leurs encouragements.

Sans oublier ma défunte grand-mère qui a quitté la vie, que Dieu ait pitié d'elle, ses prières et supplications sont les raisons de mon succès.

TABLES DES MATIERES

	INTRODUCTION GENERALE.....	1
	CHAPITRE I : PROJECTION A FROID « COLD SPRAY »	
I.1.	Introduction.....	3
I.2.	Projection thermique.....	3
I.3.	Le procédé cold spray.....	6
I.3.1.	Définition.....	6
I.3.2.	Principe général.....	6
I.3.3.	Installation de cold spray.....	8
I.4.	Les paramètres de cold spray.....	9
I.4.1.	Nature de gaz.....	9
I.4.2.	Géométrie de la buse.....	9
I.4.3.	Réparation granulométrique, qualité et morphologie de la poudre.....	10
I.4.4.	Préparation de surface du substrat.....	10
I.4.5.	Pression du gaz.....	10
I.4.6.	Température de gaz.....	11
I.4.7.	Distance de projection.....	11
I.4.8.	Influence de l'angle de tir.....	11
I.5.	Les différents types de cold spray.....	12
I.5.1.	La projection à froid à base pression « LPCS ».....	12
I.5.2.	La projection à froid à haute pression « HPCS ».....	12
I.5.3.	La projection à froid assistée par laser « LACS ».....	13
I.5.4.	La projection à froid assistée par force électrostatique.....	14
I.6.	Les différents matériaux pouvant utilisés dans le cold spray.....	14
I.7.	Les avantages et les inconvénients.....	14
I.7.1.	Les avantages.....	15
I.7.2.	Les inconvénients.....	15
I.8.	Les différentes applications du cold spray.....	15
I.8.1.	Construction de pièces massives.....	15
I.8.2.	Revêtements de protection.....	15
I.8.3.	Revêtements fonctionnels.....	16
I.8.4.	Réparation et restauration de pièces.....	16
I.9.	Conclusion.....	16

CHAPITRE II : GENERALITES SUR L'ALUMINIUM

II.1.	Introduction.....	17
II.2.	Les métaux.....	17
II.2.1.	Définition.....	17
II.2.2.	Les différents types des métaux.....	17
II.3.	L'aluminium.....	18
II.3.1.	Historique.....	18
II.3.2.	Définition.....	19
II.4.	Propriétés d'aluminium.....	19
II.4.1.	Propriétés atomiques et structurales.....	20
II.4.2.	Propriétés mécaniques.....	21
II.4.3.	Propriétés physico-chimiques.....	22
II.5.	Production de l'aluminium.....	23
II.6.	Conclusion.....	25

CHAPITRE III : TECHNIQUES EXPERIMENTALES

III.1.	Introduction.....	26
III.2.	Matériaux de projection.	26
III.3.	Préparation des échantillons.....	26
III.3.1.	Découpage.....	26
III.3.2.	Enrobage.....	27
III.3.3.	Polissage des échantillons.....	27
III.4.	Caractérisation Microstructurale.....	29
III.4.1.	Observation microscopique.....	29
III.4.2.	Microscopie électronique à balayage (MEB).....	30
III.4.3.	La spectrométrie de fluorescence des rayons X (XRF).....	31
III.4.4.	Calcul de porosité.....	32
III.5.	Caractérisation mécanique.....	33
III.5.1	L'essai de microdureté Vickers.....	33
II.6.	Conclusion.....	34

CHAPITRE IV : RESULTATS ET DISCUSSIONS

IV.1.	Introduction.....	35
IV.2.	Conditions expérimentales.	35

IV.2.1.	Le substrat.....	35
IV.3.	Caractérisation Microstructurale.....	36
IV.3.1.	Observation au microscope optique.....	36
IV.3.2.	Observation au microscope électronique à balayage (MEB).....	37
IV.3.3.	Analyse avec XRF.....	41
IV.3.4.	Mesure du taux de porosité du revêtement d'aluminium.....	43
IV.4.	Mesure de la micro dureté sur le revêtement d'aluminium.....	44
IV.5.	Conclusion.....	44
	CONCLUSION GENERALE.....	46
	REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE.....	47

LISTE DES FIGURES

Figure I.1	Principe générale de la projection thermique.	3
Figure I.2	Organigramme de la projection thermique.	4
Figure I.3	Coupe d'un dépôt réalisé par projection thermique.	5
Figure I.4	Températures et vitesses de particules en projection thermique.	5
Figure I.5	Schéma de principe du procédé cold spray.	6
Figure I.6	Déformation plastique progressive des particules impactantes.	7
Figure I.7	Schéma d'un système cold spray.	8
Figure I.8	La tuyère de Laval vue en coupe.	9
Figure I.9	Evolution de la vitesse des particules en fonction de la pression du gaz propulsant.	10
Figure I.10	Evolution de la vitesse des particules en fonction de la température pour deux types de gaz propulsant (Hélium et Azote).	10
Figure I.11	Schéma du système de la projection à froid à basse pression.	12
Figure I.12	Schéma du système de la projection à froid à haute pression.	12
Figure I.13	Schéma de principe de la projection cold spray assistée par laser.	13
Figure II.1	Organigramme de différents types de métaux.	18
Figure II.2	Photographie d'un morceau d'aluminium.	19
Figure II.3	La structure d'aluminium en perspective.	20
Figure II.4	La structure d'aluminium en projection.	20
Figure II.5	Etapes et opérations unitaires pour l'élaboration de l'aluminium.	25
Figure III.1	Notre matériau utilisé.	26
Figure III.2	Notre échantillon enrobé à froid.	27
Figure III.3	Polisseuse.	28
Figure III.4	Polisseuse de finition.	28
Figure III.5	Microscope optique Leica DM750M.	29
Figure III.6	Interaction entre la matière et les électrons.	30
Figure III.7	Microscope Electronique à Balayage (FEI QUANTA 650) au niveau de laboratoire FUNDALP.	31
Figure III.8	Phénomènes d'excitation et de désexcitation de l'atome.	31
Figure III.9	Spectromètre de Rayons (X Epsilon 3-XL).	32

Figure III.10	Logiciel Image j.	33
Figure IV.1	Observation métallographique d'une coupe transversale d'un dépôt d'aluminium réalisé sur verre ordinaire avant polissage.	37
Figure IV.2	Image par MEB d'une section transversale du revêtement de l'aluminium.	37
Figure IV.3	Image par MEB d'une section transversale du revêtement de l'aluminium agrandie 250X.	38
Figure IV.4	Image par MEB d'une section transversale du revêtement de l'aluminium agrandie 8000X.	39
Figure IV.5	Spectre EDX avec tableau des principaux éléments présents.	40
Figure IV.6	Spectre XRF du revêtement d'Al.	42
Figure IV.7	Spectre XRF zoomé du revêtement d'Al.	43
Figure IV.8	Micro dureté Vickers sur le dépôt d'aluminium.	44

LISTE DES TABLEAUX

Tableau II.1	Propriétés atomiques de l'aluminium.	21
Tableau II.2	Propriétés mécaniques de l'aluminium.	22
Tableau II.3	Propriétés physiques de l'aluminium.	23
Tableau IV.1	Conditions expérimentales des dépôts réalisés par cold spray.	35
Tableau IV.2	Les compositions chimiques de dépôt d'Al par l'analyse XRF.	41
Tableau IV.3	Valeurs des taux de porosité du revêtement d'aluminium calculer avec le logiciel Image J.	42

ACRONYMES

HVOF :	High Velocity Oxy-Fuel.
CGDS :	Cold-Gaz Dynamique Spraying.
LPCS :	Cold Spray.
HPCS :	Cold Spray.
CS :	Cold Spray.
P.D.F :	Projection dynamique à froid.
XRF :	X-ray fluorescence.
CPT :	Thermal Spray Center.
MEB :	Microscope électronique à balayage.
EDS :	Energy Dispersive X-ray spectroscopy.
ETD :	Everhart thornley Detector.
RX :	Rayons X.
FUNDALP :	laboratoire Physique Fondamentale et Appliquée à l'université de Blida.

INTRODUCTION GENERALE

Les traitements de surface sont généralement utilisés pour améliorer les performances des revêtements contre la corrosion, l'usure et l'érosion.

La projection thermique est l'une des techniques de traitement de surface les plus largement utilisées, qui comprend toutes les pièces dans lesquelles le matériau d'apport à l'état fondu ou pâteux est accéléré et transporté vers un substrat sur lequel il solidifie. Elle permet de déposer différents types de revêtements comme les céramiques, les carbures et les composites, etc...dans tous les secteurs d'activité [1].

La projection à froid « cold spray » est la plus récente parmi toutes les techniques de projection thermique, développée au milieu des années 1980 à l'Institut de Mécanique Théorique et Appliquée de la division sibérienne de l'Académie russe des sciences [2,3].

La différence entre cette technique et les autres méthodes thermiques est l'absence de températures élevées dans le processus [4], elle permet de déposer des revêtements sur des substrats avec un jet de fines particules (1-50 μm) [5] à très haute vitesse entraînée par un gaz comprimé supersonique [5,6,7], les particules sont toujours à l'état solide lors de leur impact sur le substrat [5], le dépôt s'accumule en raison de la déformation plastique des particules à l'impact [8].

Dans ce contexte, nous avons utilisé ce procédé pour déposer l'un des matériaux les plus utilisés qui est l'aluminium pour des applications anticorrosion.

Le but de ce mémoire est de caractériser des revêtements d'aluminium réalisés par cold spray sur des substrats en verre. Dans ce travail nous avons fait une étude microstructurale de ces dépôts (microscope optique, microscope électronique à balayage et spectrométrie de rayon X) ainsi que leurs micro-duretés.

Le travail présenté dans ce manuscrit est organisé en quatre (04) chapitres :

Le premier chapitre présente une brève étude bibliographique sur le procédé projection thermique en général et plus particulièrement la projection à froid « cold spray » et ces applications.

Le deuxième chapitre porte sur les métaux et leurs différentes familles et une recherche bibliographique sur l'aluminium ainsi que leurs propriétés.

Le troisième chapitre décrit les techniques de caractérisation et les différents équipements utilisés dans notre recherche.

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

Chapitre I :
Projection à froid
« Cold Spray »

I.1. Introduction

Divers termes, particulièrement « métallisation par énergie cinétique », « métallisation cinétique », « pulvérisation cinétique », « dépôt de poudre à grande vitesse » et « méthode de pulvérisation dynamique à gaz froid » ont été utilisés pour définir la technique projection à froid [9].

Le procédé de pulvérisation à froid a été initialement développé au milieu des années 1980 à l'Institut de Mécanique Théorique et Appliquée de la division sibérienne de l'Académie russe des sciences [2,3], mais il a été introduit au niveau du laboratoire en Amérique du Nord et en Europe uniquement dans les années 2000 [3].

Dans ce chapitre, nous approchons une synthèse bibliographique sur la technique projection à froid avec description de procédé et ses applications.

I.2. Projection thermique

La projection thermique est utilisée pour déposer des revêtements métalliques, céramiques et composites [3]. Tous les systèmes de projection thermique utilisent une source de chaleur (flamme, arc électrique, plasma) pour fondre ou porter à l'état plastique et accélérer un matériau d'apport sous forme de poudre, de fil ou de baguette, puis le projeter sur la surface à revêtir où il se solidifie (voir **figure I.1**)[1].

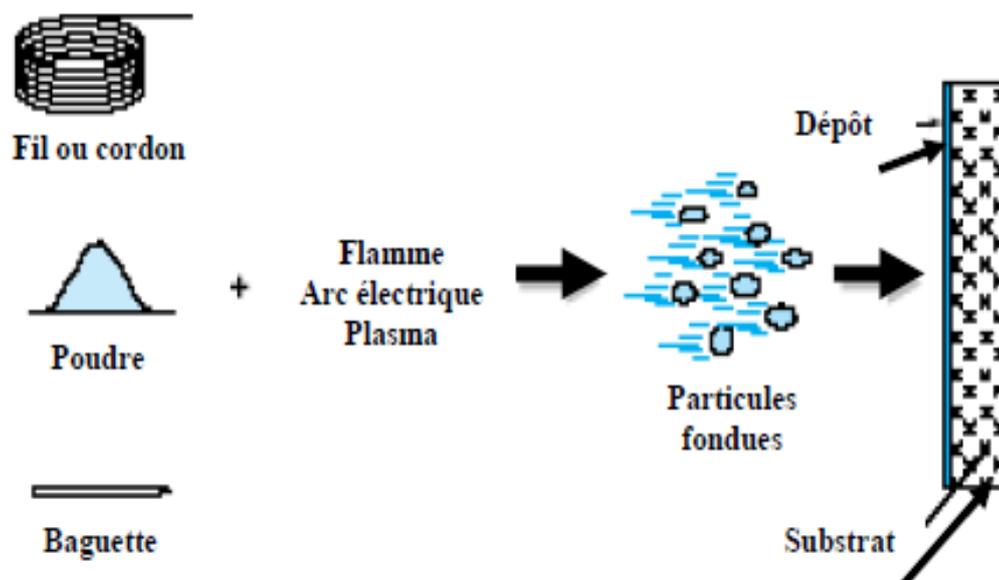


Figure I.1 : Principe général de la projection thermique [1].

Selon le type d'énergie qu'ils utilisent, trois catégories principales de projection thermique peuvent être divisées, telles que [5]:

- Energie calorifique : dans une flamme (HVOF, flamme, canon à détonation), où les matériaux à projeter sont fondus en les introduisant, sous forme de poudre ou de fil.
- Energie électrique : un arc électrique sert soit à exciter ou à ioniser un gaz pour créer un plasma thermique (haute densité énergétique), soit directement à fondre le matériau projeté (arc fil).
- Energie cinétique : elle permet la déformation plastique des particules lors de l'impact et la création de liaisons entre elles (procédé de projection à froid).

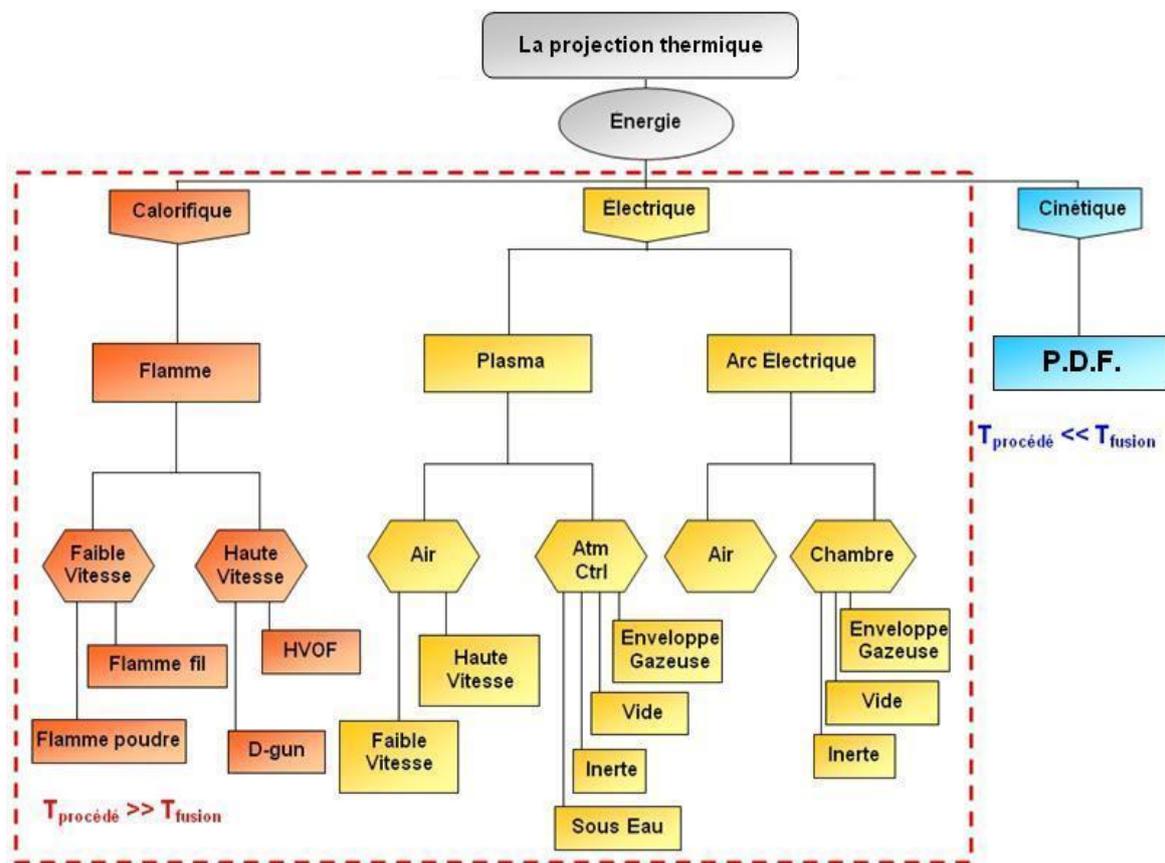


Figure I.2 : Organigramme de la projection thermique [5].

La technique de projection à froid « Cold Spray » est la plus récente parmi toutes les techniques de projection thermiques. Une différence essentielle entre cette technique et d'autres méthodes thermiques consiste en l'absence de températures élevées dans le processus [4], donc l'absence de changement d'état physique du matériau projeté (températures très basses). En projection

thermique « classique » le matériau est toujours fondu (ou semi-fondu) avant de venir s'étirer sur le substrat (voir **figure I.3**)[10,5].

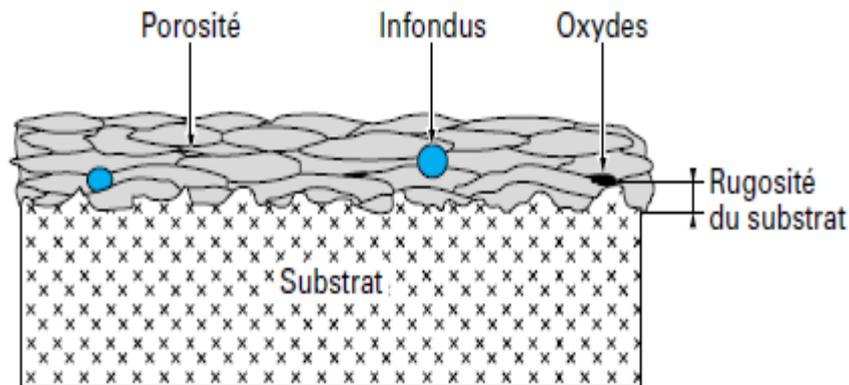


Figure I.3 : Coupe d'un dépôt réalisé par projection thermique [1].

En revanche, la vitesse est plus importante par rapport à d'autres procédés de projection et les particules restent dans l'état solide tout au long de leur trajet de jet gazeux [5].

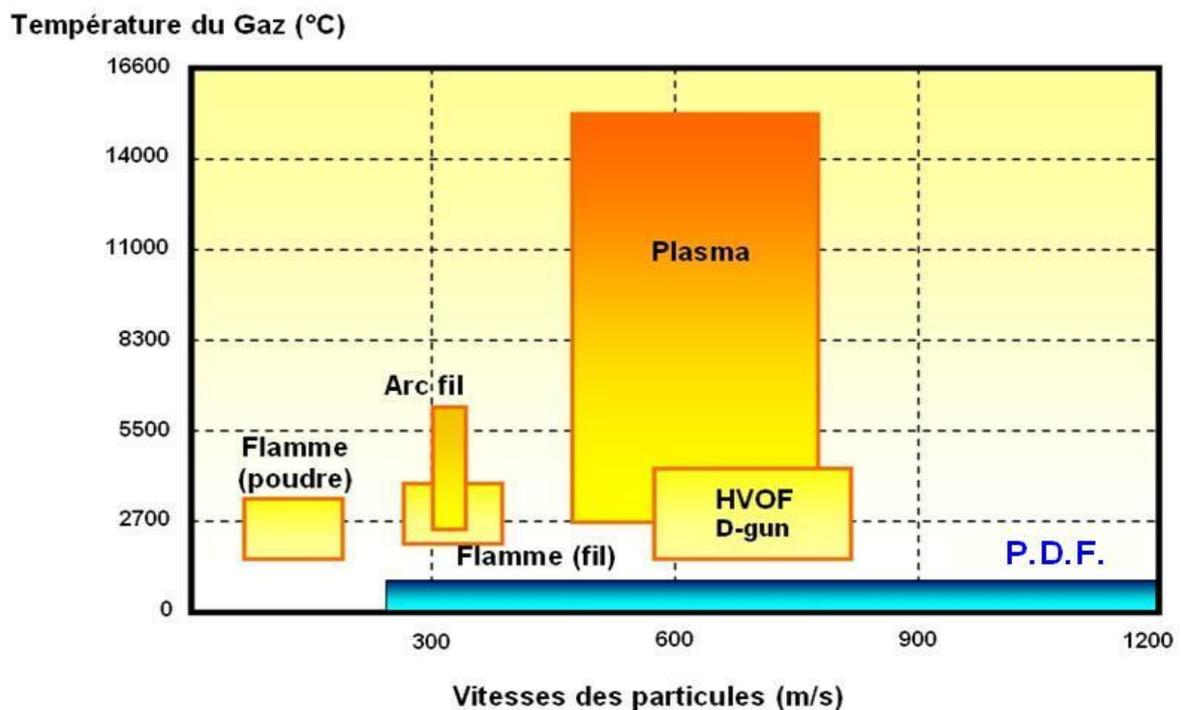


Figure I.4 : Températures et vitesses de particules en projection thermique [5].

I.3. Le procédé cold spray

I.3.1. Définition

Le procédé de projection dynamique par gaz froid (CGDS : Cold-Gaz Dynamique Spraying) est un procédé d'élaboration de revêtements sur un substrat avec un jet de fines particules (1-50 μm) [5] à très haute vitesse (300-1200 m/s) entraînée par un gaz comprimé supersonique [5,6,7].

Ce procédé est basé sur le choix de la combinaison de la température, de la vitesse et de la taille des particules qui permet une projection à une température la plus basse possible. Dans ce procédé de projection le revêtement se forme à partir des particules en poudre qui sont accélérées à une température inférieure au point de fusion du matériau. En conséquence, les effets délétères de la haute température, des gaz, et des autres problèmes traditionnels de la projection thermique sont éliminés ou réduits au minimum [11].

I.3.2. Principe général

Dans la projection à froid les gaz utilisables sont l'hélium, l'azote et l'air [5]. Ce gaz est comprimé entre (1-4 MPa)[6] généralement, ce flux gazeux circule ensuite dans une buse Laval à géométrie spéciale de type convergente-divergente (voir **figure I.5**).

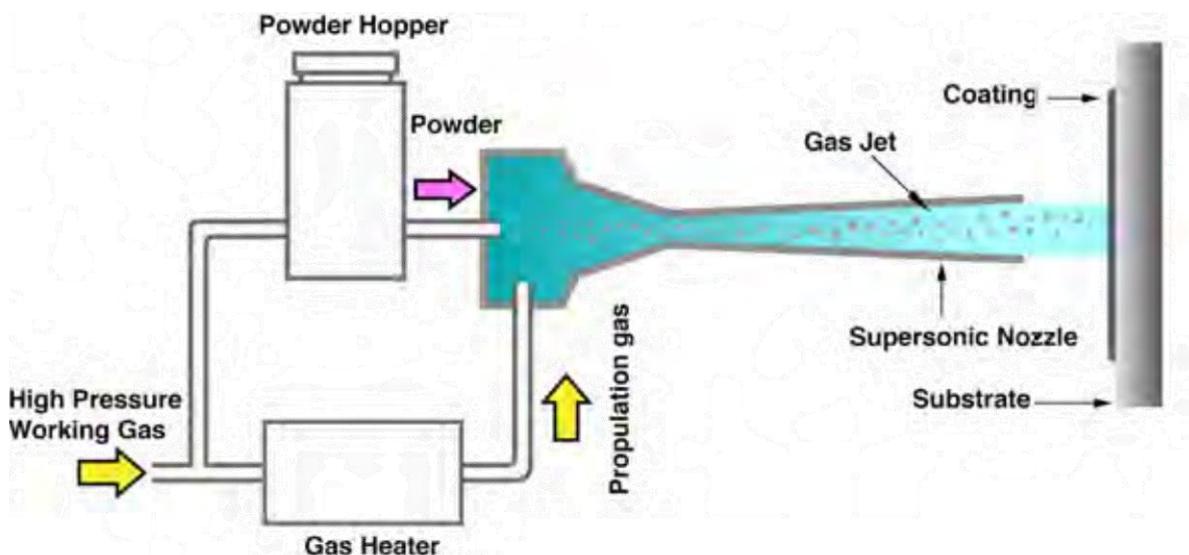


Figure I.5 : Schéma de principe du procédé cold spray [12].

Ils acquièrent une vitesse supersonique [5,6] en sortie de buse après qu'il traverse sa partie convergente. Ensuite, la partie divergente va permettre au gaz de continuer à élever sa vitesse. Les particules sont introduites axialement à l'aide d'un gaz porteur dans la partie convergente de la tuyère et sont accélérées lors de la détente du gaz après le passage du col [5].

Le temps de séjour des particules est relativement bref, si bien que la température des particules reste toujours très inférieure à la température du gaz. Dans tous les cas, les particules sont toujours à l'état solide lors de leur impact sur le substrat [5]. Le dépôt s'accumule en raison de la déformation plastique des particules à l'impact (voir **figure I.6**)[8].

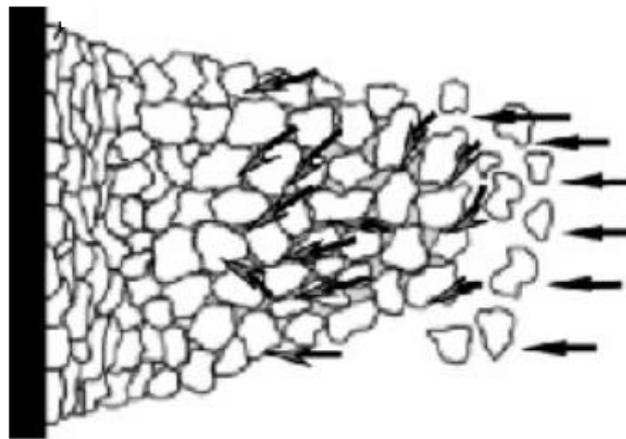


Figure I.6 : Déformation plastique progressive des particules impactantes [5].

I.3.3. Installation de Cold Spray

Dans les systèmes Cold Spray actuels, la pression et la température sont réglées au niveau de la partie amont de la buse de projection. Deux lignes sont généralement distinctes, celle du gaz principal et celle du gaz porteur servant à l'alimentation du distributeur de poudre. Le gaz principal est préchauffé à l'aide d'un tube résistif en forme de spirale. Ce dernier permet une élévation de la température des particules afin de les rendre plus aptes à la déformation lors de l'impact [6].

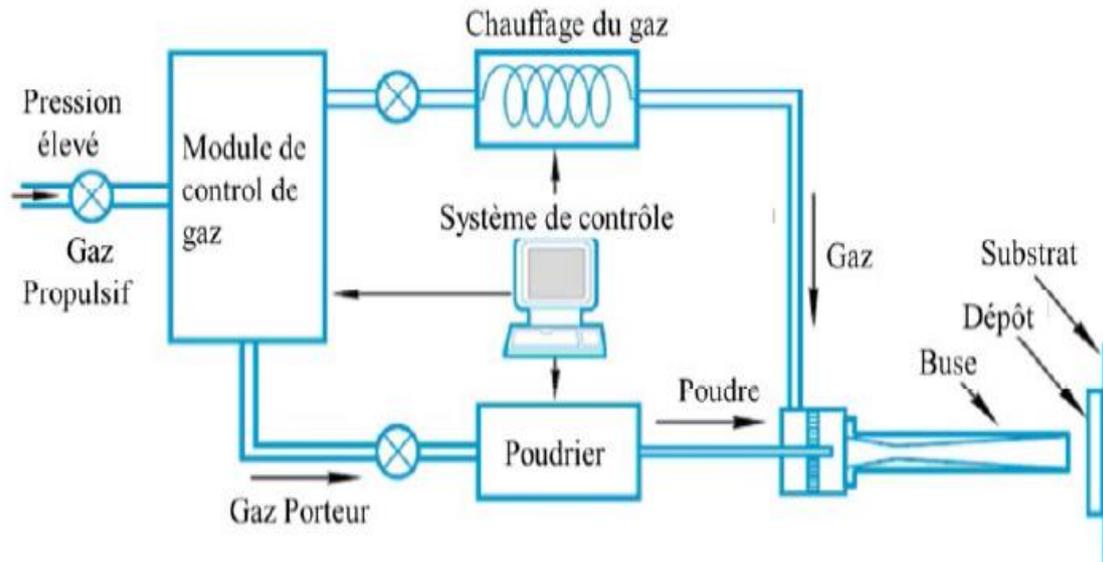


Figure I.7 : Schéma d'un système Cold Spray [6].

I.4. Les paramètres du Cold Spray

Différents paramètres influent sur le procédé cold spray tels que [5] :

- Nature du gaz ;
- Géométrie de la buse ;
- Répartition granulométrique de la poudre ainsi que sa qualité et sa morphologie ;
- Préparation de surface du substrat ;
- Pression du gaz ;
- Température du gaz ;
- Distance de projection.

I.4.1. Nature de gaz

Dans le processus de pulvérisation dynamique de gaz froid. L'hélium (He) suffisamment chauffé possède une grande vitesse qui le rend plus efficace que l'azote (N₂) avec un gain de 60% de vitesse à température et pression constantes (particule d'aluminium) et réduit la température des particules de 100 K [5].

I.4.2. Géométrie de la buse

Dans le procédé cold spray, les buses Laval utilisées sont de type convergente-divergente [13]. La consommation du gaz augmente avec la taille du col de la buse, il faut noter que les

paramètres de la région convergente de la buse ont très peu d'influence sur la vitesse des particules [11].

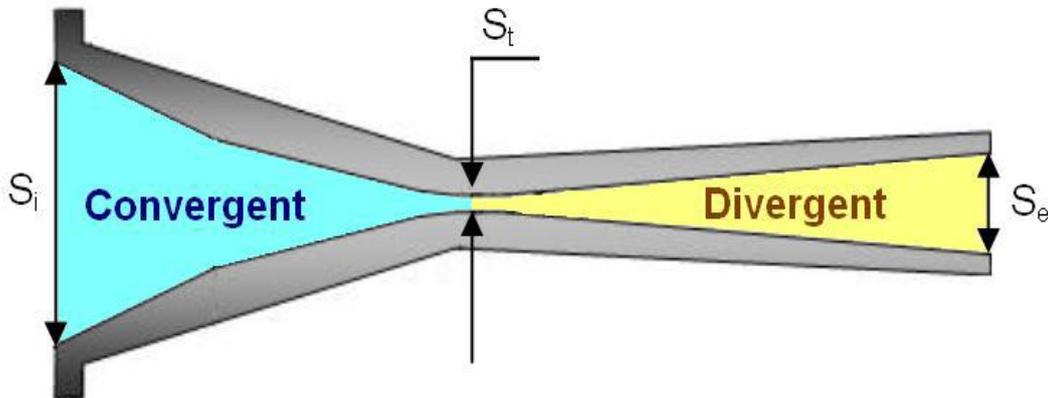


Figure I.8: La tuyère de Laval vue en coupe [5].

I.4.3. Répartition granulométrique, qualité et morphologie de la poudre

Les caractéristiques des particules telles que, leur masse volumique, leur facteur de forme et leur taille influent sur le procédé cold spray [14]. Dans les mêmes conditions de propulsion de gaz, l'accélération des particules est meilleure avec des particules de densité et de taille plus petites.

La morphologie des particules peut aussi influencer sur leur accélération. Plus la particule est de forme irrégulière, plus il sera facile d'accélérer cette dernière puisque la force exercée sur elle sera plus importante [11].

I.4.4. Préparation de surface du substrat

Nombreux matériaux sont utilisés comme substrats pour la projection dynamique par gaz froid comme, les métaux, les céramiques ou plus récemment les polymères. Les deux premières familles de matériaux ont fait leurs preuves en ce qui concerne la tenue mécanique des revêtements élaborés. A travers ce procédé, la rugosité de surface du substrat n'est, a priori, pas nécessaire comme cela peut être le cas en projection plasma, le substrat peut se trouver dans un état poli. Cependant, nombreuses études ont démontré l'intérêt de la préparation de surface. Les revêtements ainsi élaborés sont connus pour leur très bonne adhérence [13].

I.4.5. Pression du gaz

La pression du gaz propulsant est un facteur influent de la vitesse des particules. Selon la **figure I.9** [14], l'augmentation de la pression du gaz quel que soit son type provoque une augmentation de la vitesse des particules (elle reste plus forte avec l'Hélium qu'avec l'Azote) [11,14].

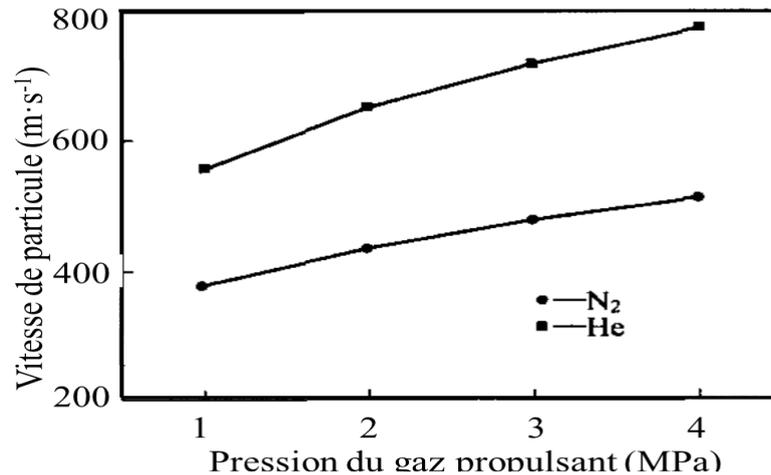


Figure I.9 : Evolution de la vitesse des particules en fonction de la pression du gaz propulsant [14].

I.4.6. Température du gaz

Li et Al ont démontré que l'augmentation de la température provoque une augmentation de la vitesse des particules. Cette vitesse est plus importante avec le gaz Hélium utilisé comme propulsif qu'avec le gaz azote [14].

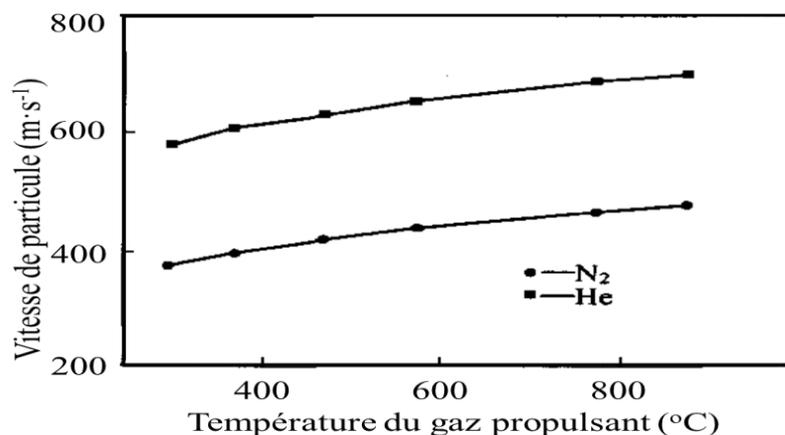


Figure I.10: Evolution de la vitesse des particules en fonction de la température pour deux types de gaz (Hélium et Azote) [14].

I.4.7. Distance de projection

Pour une buse optimisée, la distance de projection n'a pas d'influence significative sur la variation de vitesse des particules [11,14]. D'autre part, la distance de projection a une influence sur le rendement de dépôt [14].

I.4.8. Influence de l'angle de tir

Généralement, pour qu'il y ait un revêtement, l'angle d'impact sur le substrat doit être compris entre 45 et 90°. Néanmoins, dès 60°, le rendement de dépôt est divisé par deux.

La variation d'angle a un effet sur le rendement de dépôt, comme les trois domaines suivant l'angle [5] :

- De 90 à 80° le rendement est maximum (angle de dépôt maximum).
- De 70 à 50° le rendement diminue drastiquement et tend vers 0 (angle de transition).
- En dessous de 40° le rendement est nul (angle sans dépôt) [5].

I.5. Les différents types de cold spray

Actuellement, plusieurs méthodes d'injection de poudre dans la gorge de la buse, à savoir la projection à froid à basse pression (LPCS) et la projection à froid à haute pression (HPCS), la projection à froid assistée par laser (LACS) et la projection à froid assisté par force électrostatique.

I.5.1. La projection à froid a basse pression « LPCS »

Dans la pulvérisation à froid basse pression (LPCS), l'air comprimé ou l'azote peut être utilisé comme gaz de pulvérisation. Elle utilise une pression du gaz relativement faible, entre 5 et 10 bars, et à une température d'environ 550°C [15,16]. Dans ce système, le gaz contenu dans un réservoir suit une canalisation vers le système de chauffage de l'équipement où il est chauffé et amené à la chambre basse pression et chauffant le pistolet de pulvérisation puis forcé à travers la buse (Figure I.11) [15].

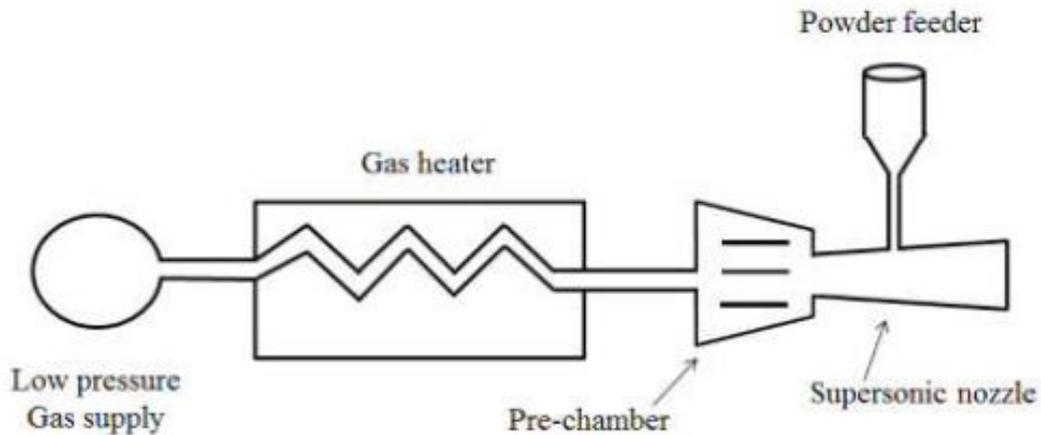


Figure I.11: Schéma du système de projection à froid à basse pression [15].

La figure ci-dessus montre le système LPCS dans lequel les particules de poudre solides introduites radialement en aval et accélérées à travers la buse vers le matériau de base [16].

I.5.2. La projection à froid à haute pression « HPCS »

L'autre configuration CGS disponible dans le commerce est le spray à froid haute pression (HPCS). Dans le HPCS, l'hélium ou l'azote peuvent être utilisés comme gaz vecteur, la pression du gaz pendant le processus de pulvérisation est d'environ 25-40 bars et la température de fonctionnement peut atteindre jusqu'à 1000°C [15].

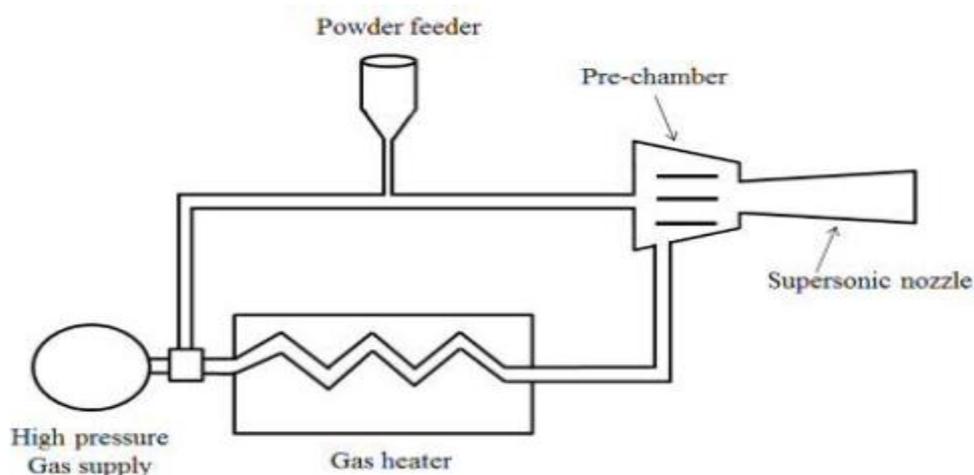


Figure I.12: Schéma du système de projection à froid à haute pression [15].

Comme le montre la **figure I.12**, au niveau de la préchambre, le gaz propulseur se mélange aux particules de poudre et pénètre axialement dans le flux gazeux, en amont de la section convergente de la buse à une pression plus élevée que le gaz accélérateur pour empêcher le reflux du gaz porteur vers le doseur de poudre. A la sortie de la buse (côté divergeant) la vitesse des particules peut atteindre entre 600-1200 m/s [15].

I.5.3. La projection à froid assistée par laser (LACS)

Dans cette technique, CS est utilisé en parallèle avec un chauffage laser. Le laser est couplé à une projection à froid soit comme moyen de préparation de surface, soit pour améliorer la liaison en fournissant un apport de chaleur supplémentaire principalement dans une projection à froid à basse pression [18].

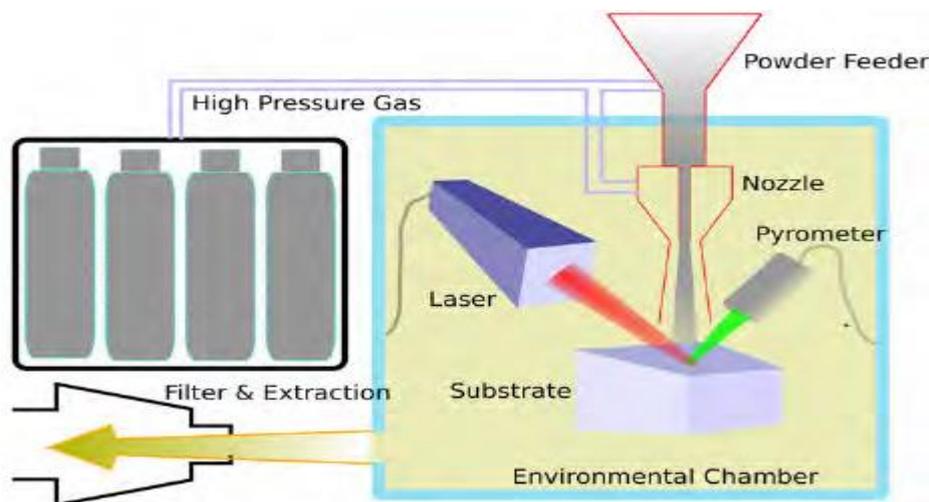


Figure I.13: Schéma de principe de la projection cold spray assistée par laser [3].

I.5.4. La projection à froid assisté par force électrostatique

L'utilisation d'un champ électrostatique en parallèle avec CS a été envisagée conceptuellement dans quelques études théoriques. L'idée était d'accélérer davantage une particule au moyen d'un champ électrostatique et ainsi d'augmenter sa vitesse d'impact [18].

I.6. Les différents matériaux pouvant être utilisés dans le cold spray

Les poudres utilisées en cold spray sont choisies par leur capacité à se déformer plastiquement à l'impact. C'est pourquoi des matériaux comme les céramiques sont proscrits même si d'autres

tentatives ont été réalisées mais, mettant en jeu d'autres mécanismes de construction des revêtements [13].

Les matériaux utilisables en projection dynamique par gaz froid sont les métaux et les alliages ductiles. Il est possible de les classer suivant leur structure cristalline respective [13]:

- Métaux de type structure cubique face centrée (c.f.c.) : Al, Cu, Ag, Pt, Ni, Au et γ -Fe;
- Métaux de type structure cubique centrée (c.c.) : W, Ta, Mo, Nb, V, Cr et α -Fe;
- Métaux de type structure hexagonale compact (h.c.) : Cd, Zn, Co, Mg et Ti.

I.7. Les avantages et les inconvénients

Le procédé de pulvérisation à froid a des avantages et des inconvénients.

I.7.1. Les avantages

La technique P.D.F. présente des avantages tels que :

- Pas d'oxydation, minimum d'échange thermique avec substrat ;
- Haute efficacité de déposition ;
- Pas de changement de phase [11] ;
- Haute densité, conductivités thermique et électrique des dépôts élevés ;
- Grossissement de grain minimal, composition et phase stables [5].

I.7.2. Les inconvénients

Le Cold Spray présente toutefois des limites telles que :

- Il est difficile de déposer la poudre sur les substrats qui ont une ductilité faible ou nulle à cause de la mauvaise liaison entre les particules et le substrat ;
- Le substrat doit être suffisamment dur [11] ;
- Détérioration rapide de la tuyère avec certains matériaux ;
- Nuisance sonore [5].

I.8. Les différentes applications du cold spray

I.8.1. Construction de pièces massives

La production des revêtements de grandes épaisseurs et moins chers est possible avec Cold Spray, que ceux qui pourraient être obtenus avec d'autres méthodes, comme exemple par projection plasma, etc. Il existe un potentiel important pour la fabrication de composants

industriels, ceux réalisés à partir de titane et de ses alliages ou ceux appelés communément matériaux d'ingénierie tel que l'aluminium et ses alliages [14].

I.8.2. Revêtements de protection

I.8.2.1. Revêtements anticorrosion

La projection à froid produit des revêtements anti corrosion (revêtements avec faible porosité) [17]. Ils offrent une plus grande résistance à la corrosion et en conséquence ont une durée de vie en service plus longue en milieu industriel naturel corrosif [14].

I.8.2.2 Revêtements résistant aux hautes températures

La projection à froid peut être utilisée aussi dans des applications où une conductivité électrique ou thermique est nécessaire. Par exemple, les revêtements de Cu projetés à froid peuvent être utilisés dans les plaques de connexion [17]. De plus, une possibilité consiste à utiliser des revêtements projetés à froid comme revêtements de barrière thermique [17,14], par exemple dans des têtes de piston en aluminium. La conductivité est l'une des propriétés clés des revêtements projetés à froid, ainsi, il est idéal pour les conducteurs et la gestion thermique, par exemple, comme revêtements de blindage électrique sur les plastiques ou comme revêtements conducteurs sur des substrats non métalliques [17].

I.8.2.3. Revêtements anti-usure

Les revêtements anti-usure réalisés par projection thermique sont beaucoup utilisés dans les moteurs des turbines à gaz. Ils comprennent les cermets, composites à matrice métallique et les alliages anti-attribution (alliages Al ou de Zn ou de Bronze) [14].

I.8.3. Revêtements fonctionnels

En plus des applications ci-dessus, des revêtements projetés à froid pourraient être utilisés comme revêtements où les propriétés antiadhésives et magnétiques sont requises [17]. Les revêtements fonctionnels sont nombreux parmi lesquels les revêtements amorphes, les biomatériaux et les matériaux composites, les couches intermétalliques, les revêtements nano structurés ou encore les revêtements thermoplastiques [14].

I.8.4. Réparation et restauration de pièces

Cold Spray se note comme une nouvelle méthode de réparation des composants des moteurs de turbine. L'aluminium et ses alliages sont actuellement à l'étude pour la réparation des boosters de la fusée spatiale et la récupération des pièces et des stocks de plaques utilisés dans les

structures d'aéronefs, pour la réparation de l'enveloppe des turbines à gaz. Comme pour l'aluminium, d'autres études sont menées sur la projection de cuivre, de titane et de tantale [14].

I.9. Conclusion

Cold Spray ou projection à froid est parmi les techniques de dépôt qui permet de réaliser des revêtements en limitant l'oxydation des matériaux avec un rendement élevé. Les dépôts élaborés grâce à ce procédé présentent alors de nombreux avantages (peu oxydé, dureté élevée) [19].

Ce chapitre est une étude bibliographique sur la projection thermique et plus particulièrement la technique cold spray utilisée dans ce mémoire.

Chapitre II :

Généralités sur l'aluminium

II.1. Introduction

Parmi le groupe de substance solide qui a toujours été au cœur de notre vie quotidienne les métaux [20]. Entre les métaux les plus demandés actuellement, il y a l'aluminium, qui présente des propriétés remarquables.

Dans ce chapitre, nous présentons une recherche bibliographique sur l'un des métaux le plus utilisé, l'aluminium.

II.2. Les métaux

II.2.1. Définition

Les métaux sont l'un des types de matériaux d'ingénierie les plus largement utilisés [21]. Ce sont des éléments naturels. On les trouve dans le sol, le plus souvent sous forme de minerai, parfois sous forme de métal [22].

Ils présentent les caractéristiques suivantes [22] :

- Bon conducteur de chaleur ;
- Bon conducteur de l'électricité ;
- Ils prennent un éclat métallique lorsqu'on polit ;
- Ils peuvent facilement être recyclés, une fois triés...etc.

II.2.2. Les différents types de métaux

Les métaux sont classés en deux grandes classes [22] :

- Les métaux ferreux ;
- Les métaux non ferreux.

II.2.2.1. Les métaux ferreux

Les minéraux ferreux sont des métaux qui contiennent de grandes quantités de fer.

- Les aciers : sont des matériaux contenant en masse plus de fer que tout autre élément et dont la teneur en carbone est inférieure à 1,7% [22],
- Les fontes : Ce sont des alliages de fer et de carbone, leurs teneurs en carbone sont comprises entre 2 et 6.69% [22].

II.2.2.2. Les métaux non ferreux

Les minéraux non ferreux sont des métaux pauvres en fer.

Les principales familles sont [22] :

- L'aluminium et ses alliages ;
- Le cuivre et ses alliages ;
- Le magnésium et ses alliages.

L'organigramme suivant explique ces deux types de métaux :

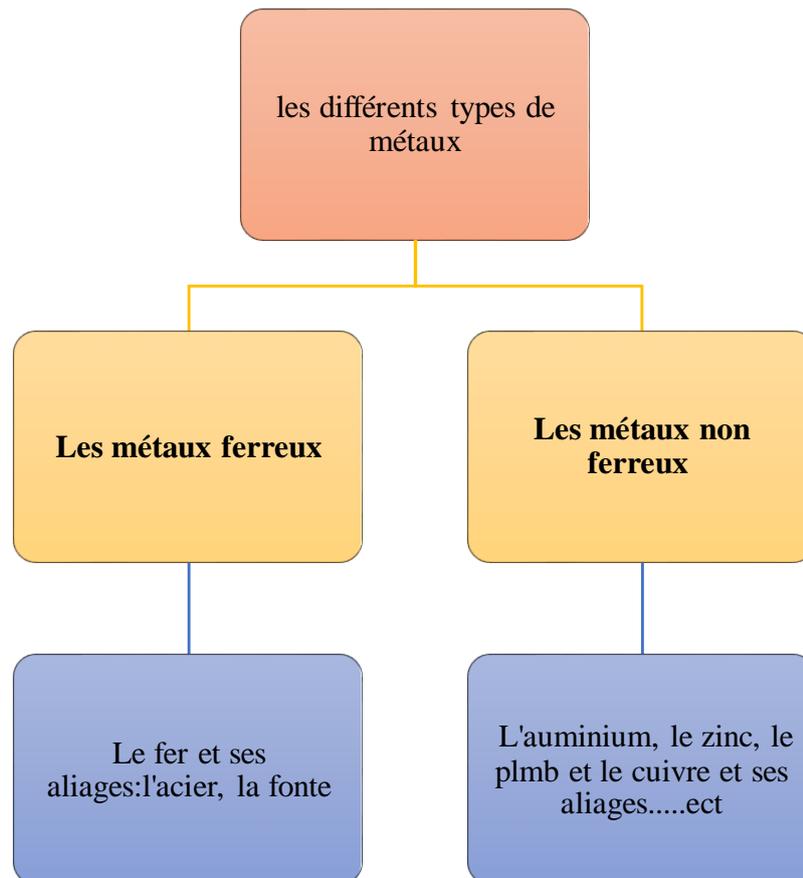


Figure II.1: Organigramme de différents types de métaux.

Parmi les nombreux métaux non ferreux on retrouve l'aluminium.

II.3. L'aluminium

I.3.1. Historique

L'aluminium a connu un développement étonnant après la découverte en 1854 par Henri Sainte-Claire Deville, d'un petit lingot réalisé par voie chimique [23]. En 1886, un procédé par électrolyse, due à Charles Martin Hall et Paul Héroult, moins coûteux, a engendré le démarrage d'une nouvelle industrie, à une tout autre échelle [24].

Actuellement l'aluminium est l'un des matériaux le plus utilisé, sa demande ne cesse de s'accroître au fil des années, en particulier dans les secteurs de l'industrie automobile et spatiale. Cela est dû à ses excellentes propriétés mécaniques, notamment pour les alliages Al-Si qui en plus de leur légèreté ont une excellente coulabilité qui permettent d'être utilisés pour des pièces de formes très compliquées à parois minces [25].

Il peut simplement être un métal utile mais spécialisé, comme le magnésium ou le titane [26].



Figure II.2 : Photographie d'un morceau d'aluminium.

II.3.2. Définition

L'aluminium est le troisième métal le plus abondant dans la croûte terrestre, presque deux fois plus abondant que le fer [27]. Cependant il ne s'y trouve pas à l'état métallique, mais sous forme des combinaisons, le plus souvent avec l'oxygène et le silicium [28].

L'aluminium pur du commerce est un métal d'un blanc d'argent [29] et ne contient pas d'isotopes naturels [30].

II.4. Propriétés de l'aluminium

Les propriétés des métaux caractérisent leur comportement face à différentes actions extérieures correspondant aux diverses conditions d'emploi [30]. L'aluminium présente certaines propriétés telles que :

II.4.1. Propriétés atomiques et structurales

L'aluminium est un élément du III^{ème} groupe de la classification de Mendeleïev, dont le nombre atomique est de 13 [31].

La structure cristalline de l'aluminium pur est de type **CFC**, c'est-à-dire Cubique à Faces Centrées présentée en **figure II.3** [32,33] dont le paramètre à 21°C est 4,04912 Å, cette structure est la seule forme stable dans l'état solide [34].

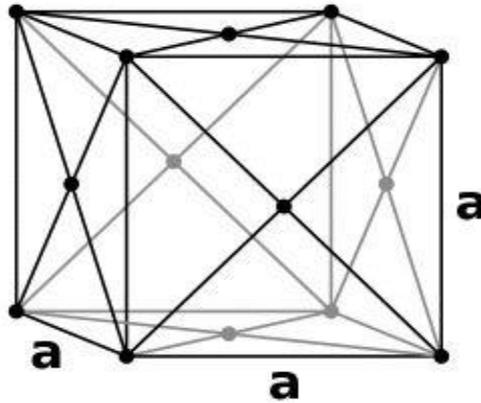


Figure II.3 : la structure d'aluminium en perspective [35].

La **figure II.4** représente une schématisation simple de cette maille en projection [35].

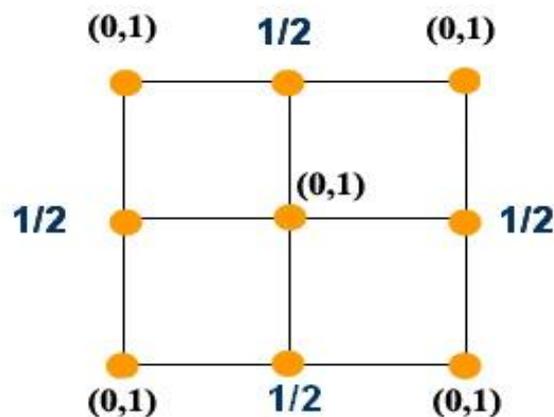


Figure II.4 : la structure d'aluminium en projection [35].

Les propriétés atomiques sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau II.1 : Propriétés atomiques de l'aluminium [36].

Propriétés atomiques	
Numéro atomique	13
Rayon atomique (pm)	142
Masse molaire (g/mole)	27
Structure cristalline	c.f.c
Paramètre de maille (nm)	0.404

II.4.2. Propriétés mécaniques

Généralement les propriétés mécaniques de l'aluminium pur à l'état recuit sont faibles, et on peut grandement améliorer ses propriétés par écrouissage, traitements thermiques ou addition d'éléments d'alliage [34]. L'aluminium est un métal ductile et très malléable [35], Le module d'élasticité E de l'aluminium est faible de $65\ 000\ \text{N/mm}^2$ à $70\ 000\ \text{N/mm}^2$ [34].

Voici un tableau montrant les principales caractéristiques mécaniques de l'aluminium :

Tableau II.2: Propriétés mécaniques de l'aluminium [35].

Propriété	Unité	Valeur
Allongement à la rupture	%	20 à 30
Module d'élasticité (Young)	(Gpa)	67.5
Coefficient de poisson	(Sans dim)	0.34
Capacité calorique volumique	(MJ/m ³ °K)	2.39
Limite élastique à la traction Re	(MPA)	30
Module de torsion	(GPA)	27
Limite de résistance à la rupture Rm	(MPA)	60 à 125

II.4.3. Propriétés physico-chimiques

L'aluminium a une densité de $2,7 \text{ g/cm}^3$ seulement, environ trois fois plus faible que la moyenne de celle de l'acier [37]. Il est très résistant à la corrosion atmosphérique, du fait de la formation instantanée d'une couche protectrice d'alumine, qui protège le métal contre toute nouvelle attaque [30,38].

D'autres propriétés intéressantes comprennent sa conductance thermique et électrique élevée, sa neutralité magnétique et le faible coût de fonctionnement qui en résulte [39]. Il a donc un point de fusion de 660°C , Conductivité thermique $\lambda = 237 \text{ W. m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$, Coefficient de dilatation linéique (à 20°C) $\alpha = 23,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ et une résistivité électrique $\rho = 0,0265 \mu\Omega\text{m} \dots \text{etc.}$ [40].

Les propriétés physiques les plus importantes sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau II.3 : Propriétés physiques de l'aluminium [34].

Propriété	Unité	Valeur	Remarque
Masse volumique ρ	Kg. m^{-3}	2698	
Point de fusion	$^\circ\text{C}$	660.45	Sous $1013 \cdot 10^{-3}$ Bar
Point d'ébullition	$^\circ\text{C}$	2056	Sous $1013 \cdot 10^{-3}$ Bar
Pression de vapeur	Pa	$3.7 \cdot 10^{-3}$	à 927°C
énergie interne massique U	J. Kg^{-1}	$3.98 \cdot 10^5$	
Capacité thermique massique C_P	$\text{J. Kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	897	à 25°C
Conductivité thermique	$\text{W. m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	237	à 27°C
Coefficient de dilatation linéique	10^{-6} K^{-1}	23.1	à 25°C
Résistivité électrique ρ	$10^{-9} \Omega\text{m}$	26.548	à 25°C
Susceptibilité magnétique K		$0.6 \cdot 10^{-3}$	à 25°C
Module d'élasticité longitudinal E	MPa	69000	
Coefficient de poisson		0.33	

Pour les propriétés optiques, le pouvoir réflecteur de l'aluminium poli est excellent et varie avec la longueur d'onde. Dans le spectre visible il est de l'ordre de 85% à 90%, seul l'argent peut faire mieux. Cette propriété peut être améliorée par des traitements de surface comme le polissage et le brillantage [35].

II.5. Production de l'aluminium

Dans la nature, l'aluminium n'existe que sous forme d'hydroxyde d'aluminium dans un minéral s'appelle la bauxite [41].

Aujourd'hui, nombreux procédés ont été créés comme par exemple le procédé Peniakoff Sapeck, le procédé Devilleou et le procédé Petersen Haglund. Cependant, dans le monde de l'industrie, c'est le procédé inventé par Bayer qui est utilisé [42].

Donc, le procédé de transformation industrielle de l'aluminium à partir de la bauxite est constitué de trois étapes essentielles [43].

- **Première étape**

L'extraction de l'alumine (Al_2O_3) de la bauxite, par le procédé Bayer constitué d'opérations d'hydrométallurgie, qui met en jeu trois opérations unitaires de transformation [43] :

- Le broyage : la bauxite est broyée en fines particules pour faciliter l'extraction ;
- Une lixiviation : attaque des particules du minerai par une base, elle est réalisée dans des autoclaves, produisant une dissolution de l'alumine contenue dans la bauxite [43] ;
- La décantation : séparation de la phase liquide (riche en aluminium) de la phase solide. Les résidus, appelés « boues rouges », sont lavés plusieurs fois. La couleur des résidus provient de la couleur de l'oxyde de fer dû au fer présent dans la bauxite [42] ;
- La précipitation refroidissement de la liqueur pour précipiter l'aluminium sous forme d'hydrate d'alumine ($\text{Al}_2\text{O}_3, 3\text{H}_2\text{O}$) [42] ;
- La calcination : elle représente le chauffage de l'alumine à plus de 1000°C afin de le déshydrater [42].

- **Deuxième étape**

L'électrolyse en sels fondus de l'alumine, donnant l'aluminium liquide [43].

• **Troisième étape**

L'affinage et la mise à la nuance pour l'obtention d'alliage (**Figure II.5**). L'affinage comporte : l'extraction d'impuretés métalliques (Na ; Ca ; Li) et non métalliques (H) par dégazage (réalisé par insufflation d'un gaz inerte dans le métal liquide) et l'extraction d'inclusions d'oxydes en suspension dans le métal liquide par flottation puis par filtration avant coulée, en général coulé continue pour obtenir des bandes ou des barres [43].

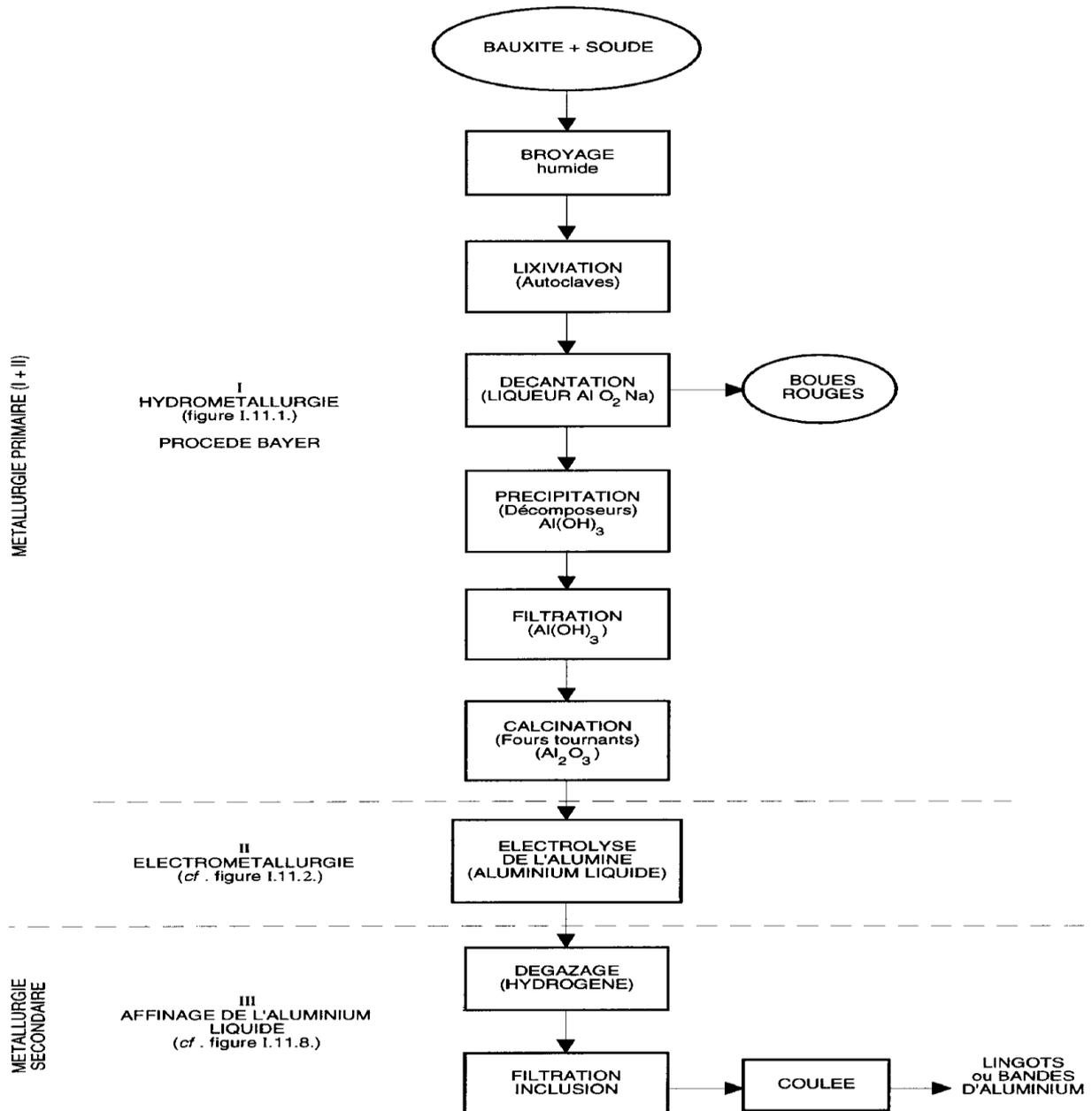


Figure II.5 : Etapes et opérations unitaires pour l'élaboration de l'aluminium. [43].

II.6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons rappelé les notions nécessaires sur l'aluminium et ses différentes propriétés.

Chapitre III :

Techniques expérimentales

III.1. Introduction

Dans ce chapitre, après avoir étudié la théorie de la technique cold spray et les propriétés de l'aluminium, nous présentons les différentes techniques de caractérisation expérimentale qui ont été mises en œuvre pour l'analyse des échantillons telles que, une observation microstructurale avec le microscope optique et électronique à balayage, une analyse avec la spectroscopie de rayon X (XRF) et l'étude des propriétés mécaniques.

III.2. Matériaux de projection

Dans notre étude, l'échantillon utilisé est un dépôt d'aluminium sur un substrat en verre ordinaire. Il est élaboré au CPT (u. de Barcelone, Espagne par Mme Mebdoua, collaboratrice de laboratoire (Physique Fondamentale et Appliquée FUNDALP à l'université de Blida).

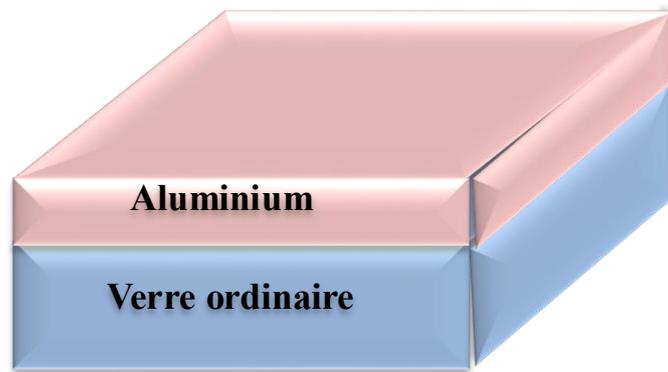


Figure III.1: Notre matériau utilisé.

Ce revêtement a été déposé par cold spray à haute pression.

III.3. Préparation des échantillons

Après le découpage des échantillons et avant toute observation métallographique, les échantillons ont été enrobés puis polis mécaniquement.

III.3.1. Découpage

Le découpage des échantillons a été réalisé à l'aide d'un coupe-verre.

III.3.2. Enrobage

Dans notre travail, nous avons enrobé les échantillons dans un moule circulaire avec une résine à froid afin de mieux les manipuler durant l'opération de polissage (voir **figure III.3**).



Figure III.2: Notre échantillon enrobé à froid.

III.3.3. Polissage des échantillons

Le polissage est une technique qui permet de rendre la surface lisse et brillante et vise à éliminer la rugosité et la porosité.

Dans notre travail, le polissage mécanique a été effectué manuellement avec des disques tournants en carbures de silicium (SiC) de granulométrie (N° 180) jusqu'à (N° 2000), à l'eau courant comme un lubrifiant. La figure suivante montre la polisseuse utilisée au sein du département de mécanique, université de Blida 1.



Figure III. 3: Polisseuse.

Les échantillons ont subi un polissage de finition avec une poudre d'alumine Al_2O_3 ayant une granulométrie de $1\mu m$ pour avoir une surface polie miroir (voir **figure III.6**).



Figure III.4: Polisseuse de finition.

III.4. Caractérisation Microstructurale et structurale

Différentes techniques sont utilisées pour définir et étudier la microstructure de l'échantillon, par exemple, observation microscopique à l'aide du microscope optique et électronique à balayage.

III.4.1. Observation microscopique

Le microscope optique est un instrument optique qui donne une image agrandie d'un objet invisible à l'œil nu.

Le microscope optique utilisé est un microscope de marque **Leica DM750M** qui se trouve au niveau du laboratoire Physique Fondamentale et Appliquée à Blida, il est équipé de quatre objectifs de 5X jusqu'à 50X et un oculaire 10X. Deux modes d'observation sont disponibles avec ce microscope :

- Mode de transmission, si l'échantillon est transparent ou partiellement transparent à la lumière ;
- Mode de réflexion, si l'échantillon a une réflectivité élevée comme une surface métallique.

La **figure III.7** montre le microscope optique de marque **Leica DM750M**.



Figure III.5: Microscope optique Leica DM750M.

III.4.2. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique de surface présente une excellente résolution spatiale et une grande profondeur de champ, de l'ordre de quelques nanomètres.

Cette technique permet d'obtenir une image en relief (topographique) ou une image en contraste de phase d'un échantillon. Elle permet aussi d'obtenir la composition chimique locale et la cartographie d'un solide grâce au détecteur EDS.

Le MEB consiste à balayer la surface d'un échantillon point par point et ligne par ligne avec un faisceau d'électrons très fin (sonde). Diverses interactions entre les électrons incidents (primaires) et la matière génèrent différents signaux dont certaines (**électroniques**) sont utilisés pour construire des images et d'autres (**RX**) pour la microanalyse chimique (voir **figure III.8**).

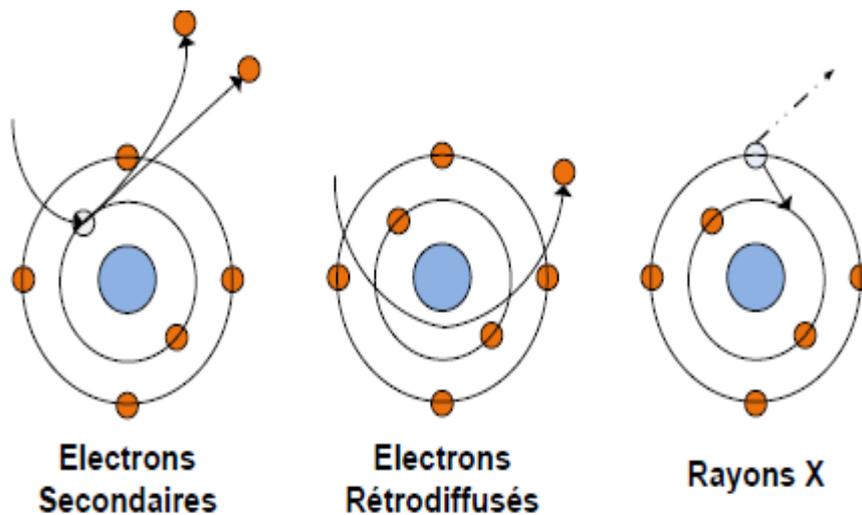


Figure III.6: Interaction entre la matière et les électrons [44].

Cette observation microstructurale a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage de type (FEI QUANTA 650) au niveau du laboratoire Physique Fondamentale et Appliquée FUNDALP à l'université de Blida 1.



Figure III.7: Microscope Electronique à Balayage (FEI QUANTA 650) au niveau de laboratoire FUNDALP.

III.4.3. La spectrométrie de fluorescence des rayons X (XRF)

La fluorescence X (XRF) est une technique d'analyse élémentaire non destructive quantitative et qualitative utilisée pour identifier et quantifier la plupart des éléments chimiques qui composent un échantillon solide ou liquide.

Lorsqu'un échantillon est bombardé par un faisceau de rayons X, les atomes passent de leur état fondamental à un état excité, ensuite va retrouver son état stable en libérant de l'énergie sous forme de rayon X (voir **figure III.10**). Ce rayonnement constitue le phénomène de « fluorescence ».

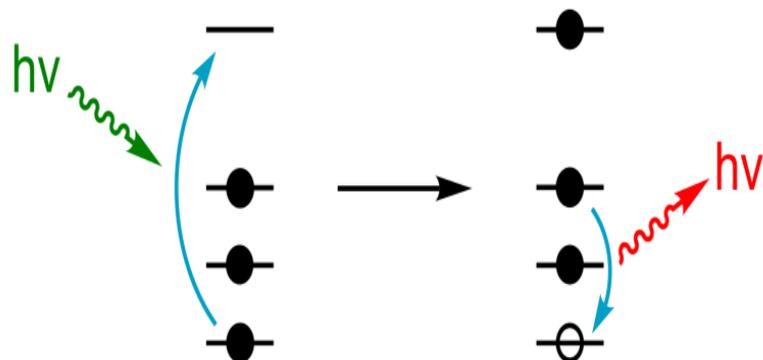


Figure III.8: Phénomènes d'excitation et de désexcitation de l'atome [44].

Le spectre des rayons X émis par la matière est caractéristique de la composition de l'échantillon, en analysant ce spectre, on peut en déduire la composition élémentaire, c'est-à-dire les concentrations massiques en éléments.

Le spectromètre de rayon X utilisé est de marque Epsilon3 XL de la société PANalytical (**figure III.11**), avec un tube à rayons X et un détecteur de dérive de silicium (SDD) qui se trouve au niveau du même laboratoire cité auparavant (FUNDALP).

Le système est commandé par un ordinateur sur lequel est installé le logiciel d'analyse dédié « Epsilon 3 ».

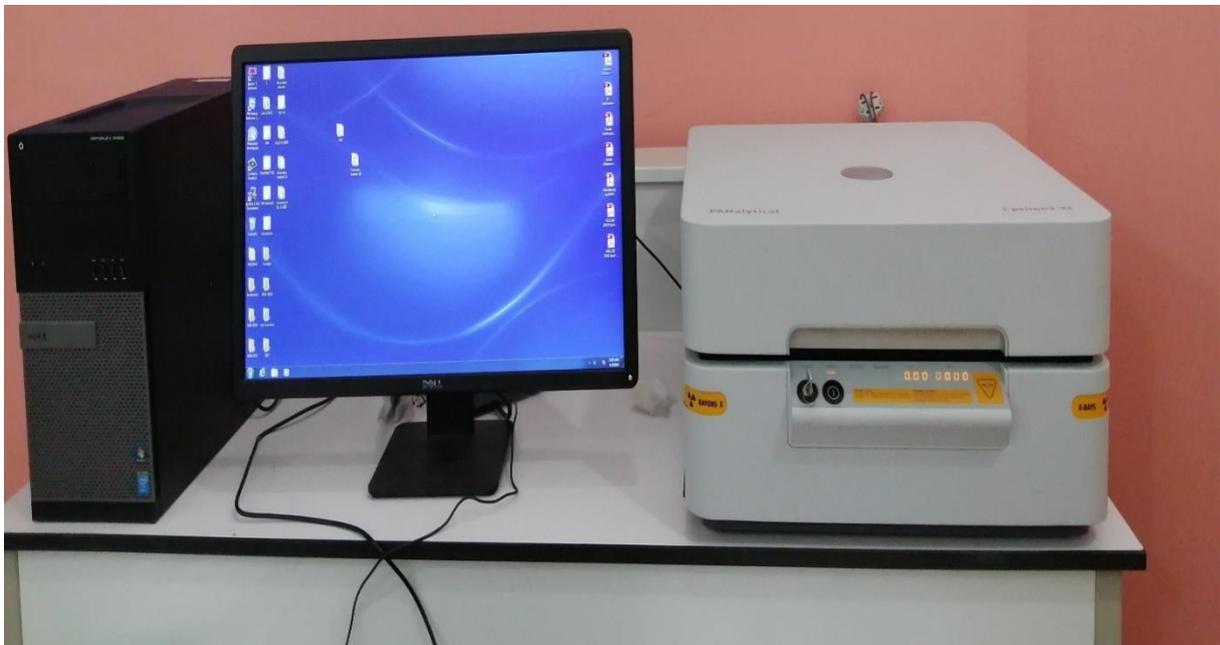


Figure III.9 : Spectromètre de Rayons (X Epsilon 3-XL).

III.4.4. Calcul de porosité

La porosité est définie comme une propriété d'un milieu comportant des vides (pores), qui est une grandeur physique comprise entre 0 et 100 %.

Différentes techniques de caractérisation existent pour caractériser le taux de porosité, directes (tomographie, ...) ou indirectes (mesure de densité, pesée, par poussée d'Archimède, ...).

Dans notre travail nous avons utilisé la mesure de taux de porosité par analyse d'images à l'aide d'un logiciel **Image j**

Image j:

Logiciel image j : est un logiciel libre de traitement et d'analyse d'images, il fonctionne sous de multiples plates-formes (Windows, Mac, Linux, Unix,).

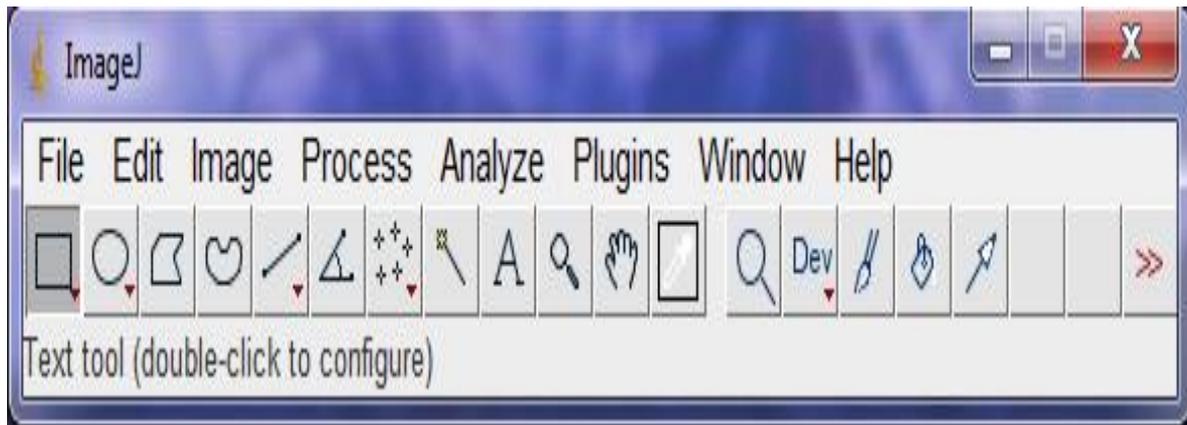


Figure III.10: logiciel Image j.

III.5. Caractérisation mécanique

Différents essais mécaniques utilisés pour la caractérisation des propriétés mécaniques des matériaux, par exemple : la dureté, la résistance à la traction, la résistance aux chocs, la limite de fatigue...etc.

Dans cette étude, nous avons mesuré l'une de ses propriétés mécaniques qui est la dureté.

III.5.1. L'essai de micro dureté Vickers :

La dureté d'un matériau détermine la résistance que répond une surface d'un échantillon à la pénétration d'un poinçon avec une force pendant un temps donné.

Il existe plusieurs méthodes pour déterminer la dureté d'un matériau. Dans notre cas, l'essai de la micro dureté Vickers est réalisé sur une coupe transversale.

Des mesures de la micro dureté Vickers ont été effectuées avec des charges de 200 g pendant 15 secondes.

II.6. Conclusion

Nous avons présenté dans ce chapitre les différentes techniques de caractérisation expérimentale d'un dépôt d'aluminium sur un substrat de verre ordinaire réalisé par le procédé cold spray.

Chapitre IV : Résultats et discussions

IV.1. Introduction

Ce chapitre est consacré à la partie expérimentale de notre travail, il expose une caractérisation de revêtement d'aluminium élaboré par projection à froid à haute pression. Il consiste principalement d'observations par microscopie optique et électronique à balayage, mesure du taux de porosité et de la microdureté.

Les différents moyens et techniques expérimentaux utilisés dans cette étude ont été décrits dans le chapitre précédent.

IV.2. Conditions expérimentales

Nous analysons dans ce travail des dépôts réalisés par projection à froid de revêtement d'aluminium utilisant le dispositif de projection à froid « cold spray » à haute pression. Ces dépôts ont été effectués selon les conditions expérimentales présentées dans ce tableau :

Tableau IV.1 : Conditions expérimentales des dépôts réalisés par cold spray.

Paramètre	AL
Pression (bar)	30
Distance de projection (mm)	40
Gaz de projection	N ₂
T(C°)	400

IV.2.1. Le substrat

Les substrats sont d'une épaisseur de 4 mm.

IV.3. Caractérisation Microstructurale

Une fois que les revêtements d'aluminium réalisés sur un substrat de verre ordinaire élaborés sont découpés, enrobés et polis, il est important de les caractériser et connaître leurs propriétés.

Le revêtement a été observé et analysé par la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage et la fluorescence de rayon X ainsi le taux de porosité a été mesuré à l'aide de logiciel image j.

IV.3.1. Observation au microscope optique

L'observation par microscope optique des matériaux solides permettent une première approche sur sa texture. Une coupe transversale de notre échantillon a été observée au microscope optique en mode de réflexion.

Voici un exemple d'une coupe transversale de notre revêtement d'aluminium, est illustrée sur la figure suivante.

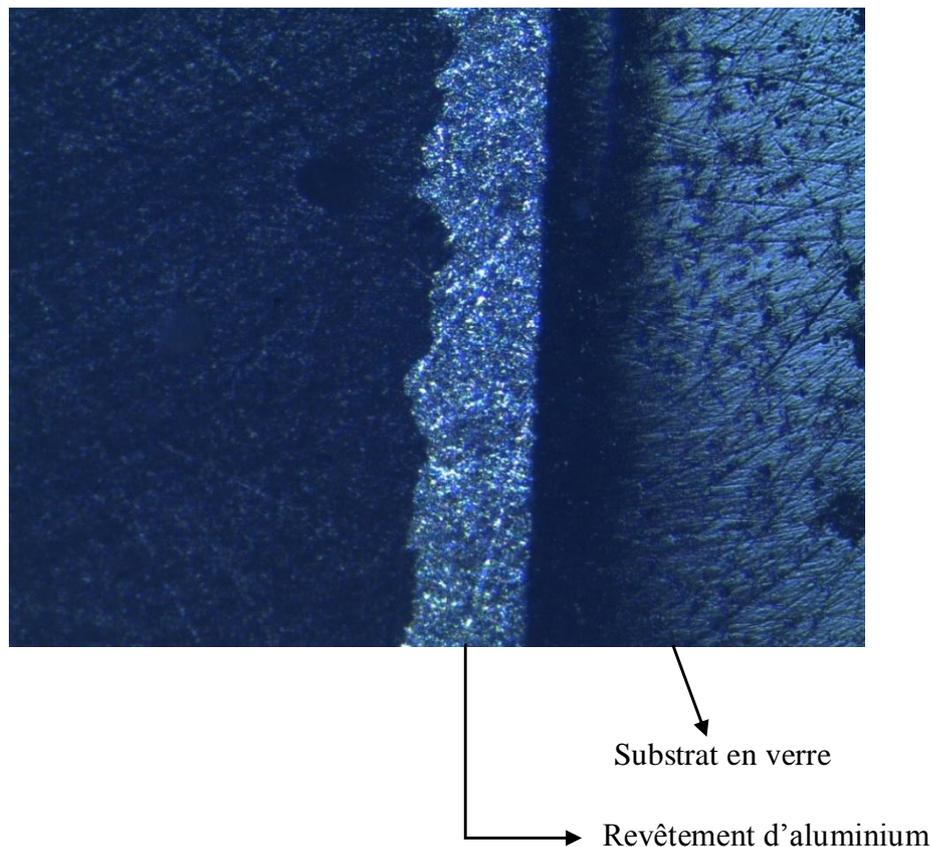


Figure IV.1 : Observation métallographique d'une coupe transversale d'un dépôt d'aluminium réalisé sur verre ordinaire avant polissage.

D'après la **figure IV.1**, notre revêtement d'aluminium semble dense, homogène et bien adhérent à la surface du substrat en verre ordinaire avec une épaisseur peut varier. Cela a été confirmé à l'aide d'un microscope électronique à balayage.

IV.3.2. Observation au microscope électronique à balayage (MEB)

Des observations microstructurales au microscope électronique à balayage en coupe transversale et en surface de notre revêtement d'aluminium déposé sur un substrat de verre fournissant des informations sur sa morphologie, son épaisseur, ses défauts existants...etc.

La figure suivante représente une coupe transversale de notre revêtement d'aluminium. Nous observons encore que le revêtement apparaît dense avec une épaisseur comprise entre 99.13 et 133.4 μm (**figure III.2**).

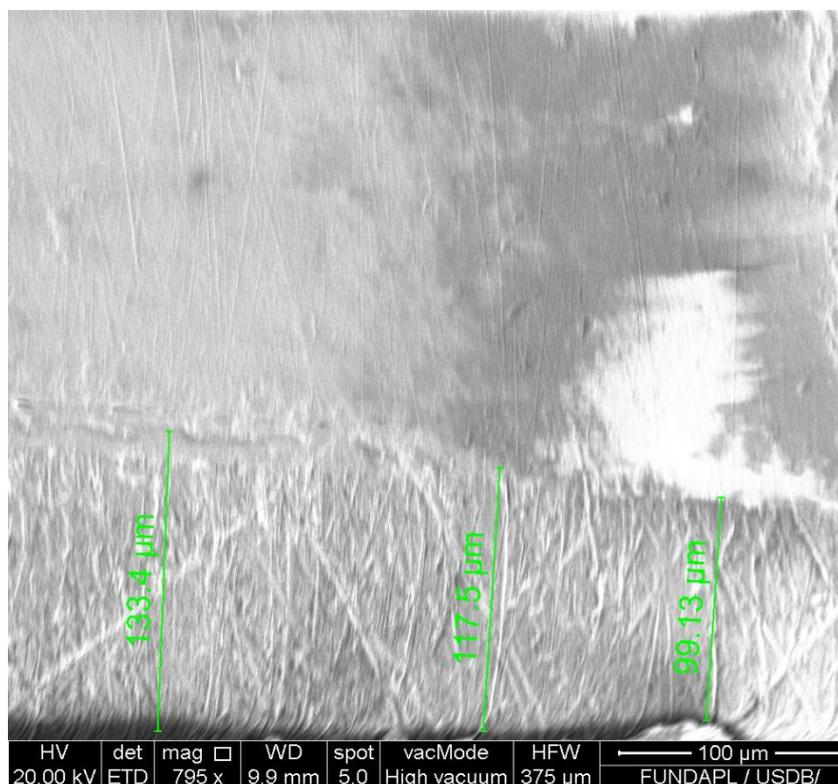


Figure IV.2: Image par MEB d'une section transversale du revêtement de l'aluminium.

La figure suivante montre une image topographique agrandie 250X captée par un détecteur ETD de la surface de revêtement d'Al.

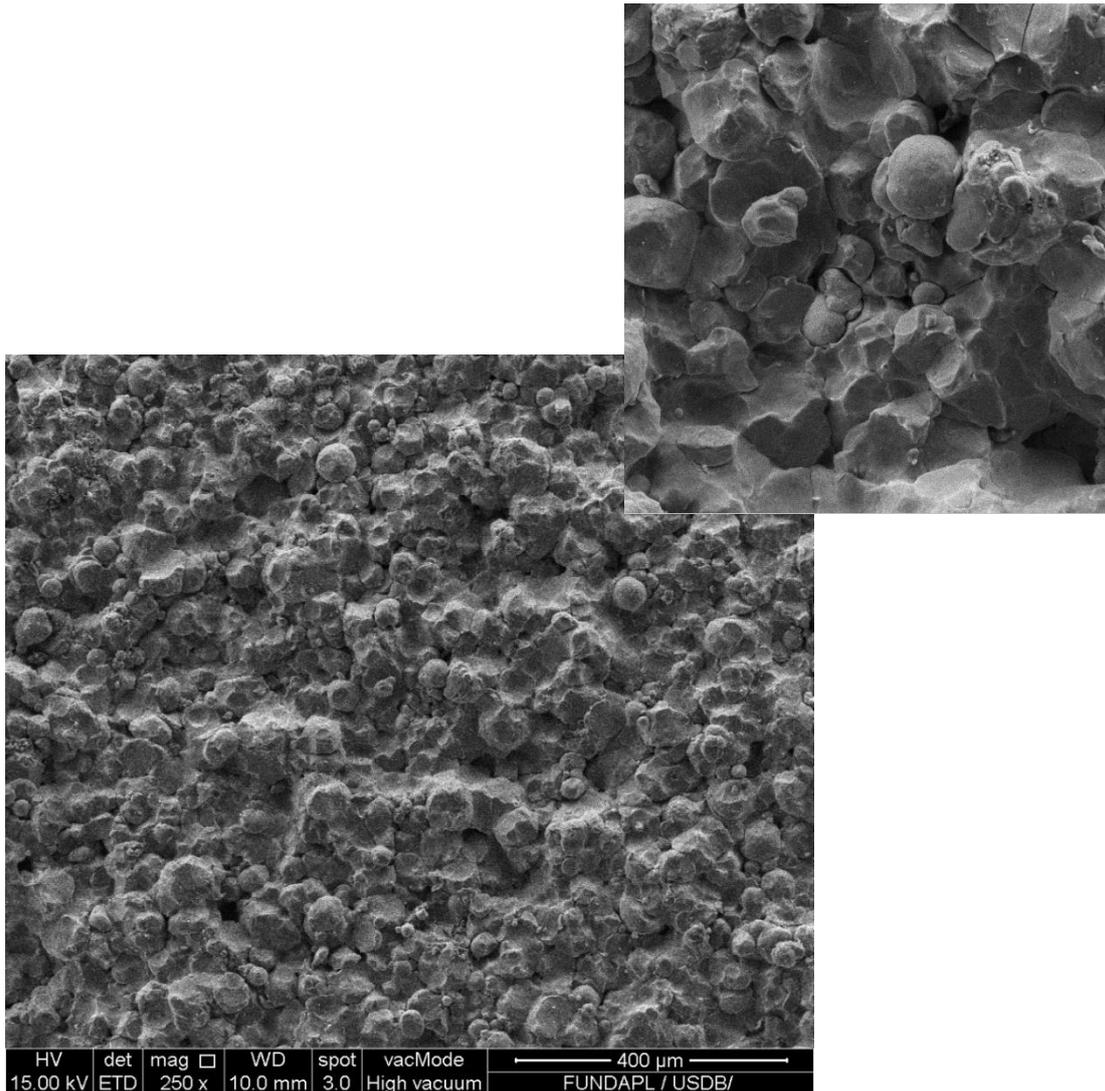


Figure IV.3: Image en surface par MEB du revêtement de l'aluminium agrandie 250X.

D'après cette image en relief nous pouvons clairement observer :

- Une rugosité assez élevée du dépôt. Cela est dû à l'impact des particules de granulométrie différentes (sont toujours à l'état solide) à haute vitesse, ce qui justifie l'adhérence.

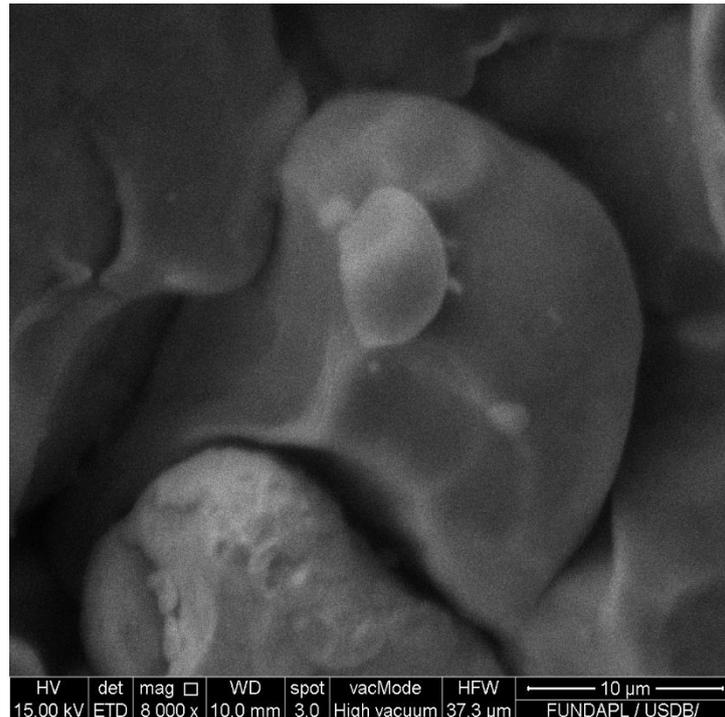


Figure IV.4: Image par MEB d'une section transversale du revêtement de l'aluminium agrandie 8000X.

On voit plus clairement sur l'image précédente, les particules d'aluminium déformées plastiquement de tailles différentes adhérentes sur le substrat.

Une analyse en composition par EDS a été effectuée pour déterminer le pourcentage atomique des constituants du revêtement. Elle permet d'identifier la nature et la quantité des éléments présents dans l'échantillon.

La **figure IV.5** montre une microanalyse par EDS d'une partie de revêtement d'AL. Nous observons que ce dépôt contient :

- Un grand pourcentage d'aluminium 83.51% avec la présence d'oxygène et du carbone ;
- Concernant l'oxygène est due à l'oxydation de la surface de notre dépôt à l'air libre (formation instantanée d'une couche protectrice d'alumine) ;
- Le carbone : contaminant au laboratoire.

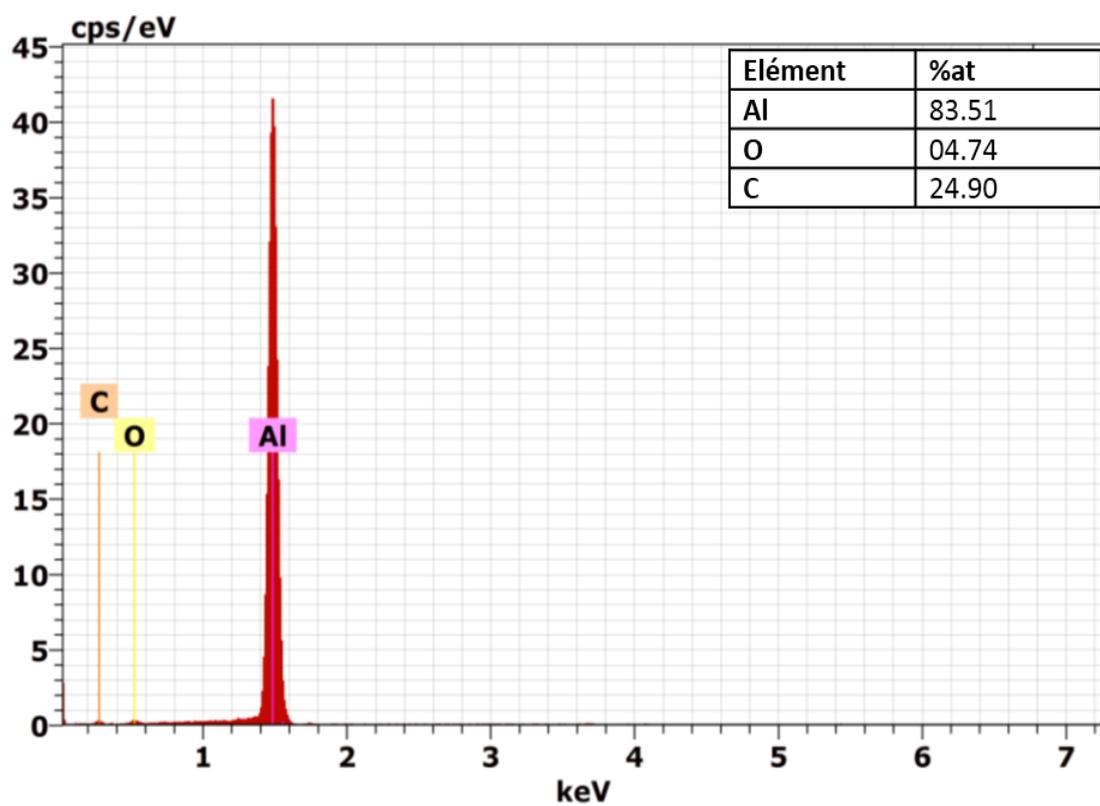
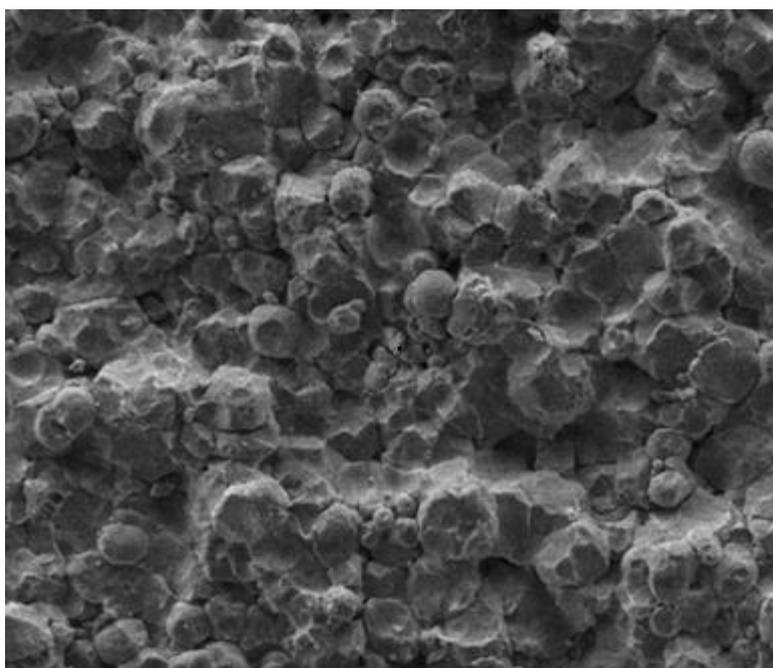


Figure IV.5: Spectre EDX avec tableau des principaux éléments présents.

IV.3.3. Analyse avec XRF

Une analyse qualitative et quantitative avec la fluorescence X de notre dépôt d'Al a été faite afin de déterminer sa composition chimique.

Le tableau suivant révèle les concentrations mesurées par la technique de fluorescence X.

Tableau IV.3: Les compositions chimiques de dépôt d'Al par l'analyse XRF.

Eléments	Concentration	Unité
Al	96.682	%
Si	1.060	%
P	3615.5	ppm
S	445.7	ppm
Cl	1097.2	ppm
K	655.6	ppm
Ca	5344.4	ppm
Ti	145.7	ppm
V	99.1	ppm
Cr	289.0	ppm
Mn	21.0	ppm
Fe	2903.5	ppm
Co	300.8	ppm
Ni	446.0	ppm
Cu	6745.1	ppm
Zn	106.1	ppm
Ga	199.8	ppm
As	1.0	ppm
Rb	23.3	ppm
Sr	49 .6	ppm
Zr	79.7	ppm
Ir	4 .3	ppm
Pb	15.1	ppm

Les résultats obtenus dans le tableau montrent que le revêtement d'Al contient un pourcentage élevé de l'aluminium 96% et certains éléments à faibles pourcentages formés à partir de collage de dépôt sur le substrat et le procédé de projection.

La figure suivante montre un spectre XRF du revêtement d'Al.

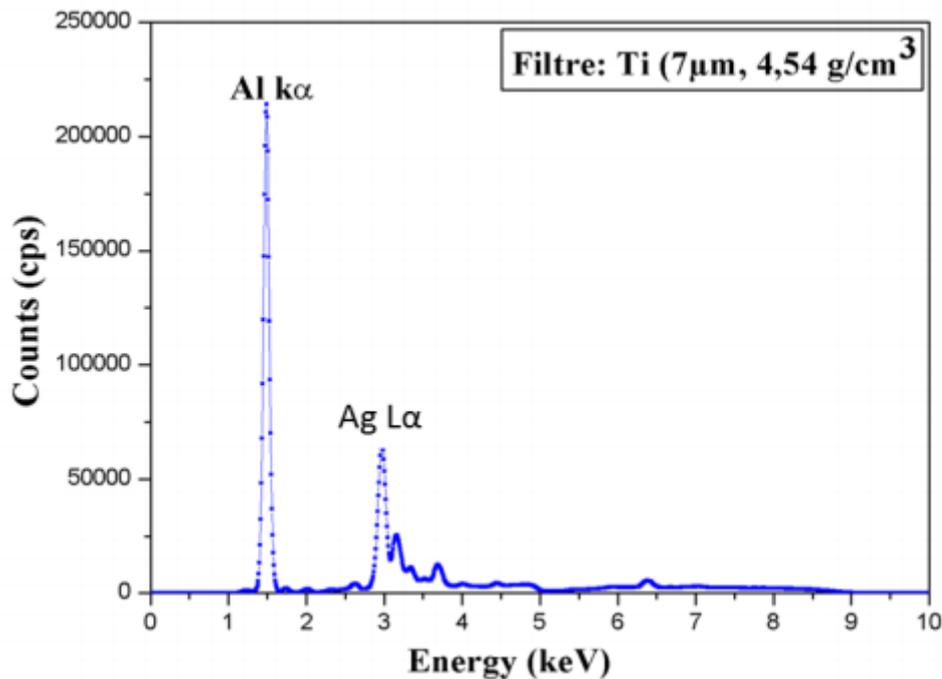


Figure IV.6: Spectre XRF du revêtement d'Al.

D'après le spectre précédent, on observe :

- Un grand pic d'Al avec une intensité de plus de 200 000 cps, confirmant les résultats obtenus dans le **tableau IV.3**. La présence du pic de Ag est une caractéristique de la source d'Ag.
- Pour bien montrer le pic d'aluminium, nous l'avons zoomé (voir figure IV.7). Le spectre montre clairement le pic d'Al avec les deux pics (Si et P) étant des impuretés.

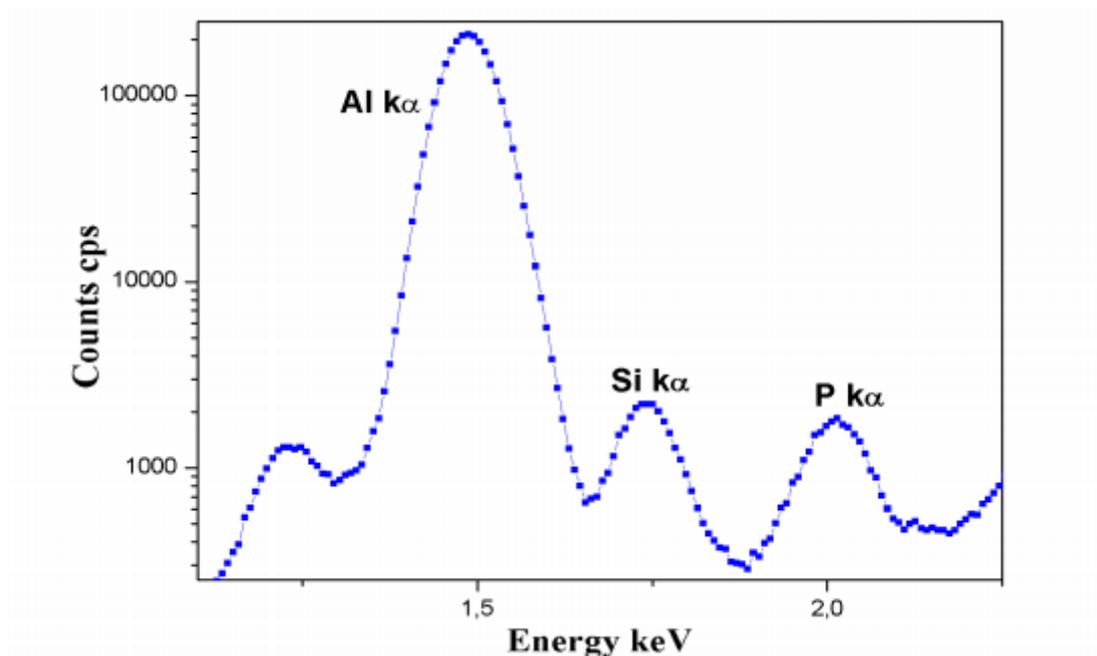


Figure IV.7: Spectre XRF zoomé du revêtement d'Al.

IV.3.4. Mesure du taux de porosité du revêtement d'aluminium

Pour que la porosité d'un revêtement soit visible, il faut l'observer en coupe transversale avec un microscope optique ou un microscope électronique à balayage en mode contraste de phase. Notre échantillon a été préparé au début par un polissage mécanique avec différentes tailles de grain allant de 180 à 2000 et ensuite un polissage de finition.

L'acquisition des images de la coupe transversale de notre échantillon est faite par microscopie optique. Quatre photos sont prises avec un grandissement 200X, chaque image a été analysée numériquement avec le logiciel Image j pour quantifier son taux de porosité.

Chaque image en niveau de gris a été convertie en une image binaire (noir ou blanc), c'est ce qu'on appelle un seuillage d'image. Pour mesurer le taux de porosité global, Image J calcule le rapport entre le nombre de pixels noirs sur le nombre total de pixels dans l'image traitée.

Les valeurs obtenues sont représentées dans le tableau suivant :

Tableau IV.4: Valeurs des taux de porosité du revêtement d'aluminium calculer avec le logiciel Image J.

Taux de porosité(%)	2.74	3.05	3.45	2.61
---------------------	------	------	------	------

D'après les résultats obtenus dans le tableau précédent, on note :

- Les valeurs des taux de porosité sont variées ente 2% et 4% quelle que soit la région de revêtement, c'est une valeur très faible par rapport aux valeurs obtenues par d'autres procédés de projection thermique et comparable à celles réalisées par projection à froid.

IV.4. Mesure de la micro dureté sur le revêtement d'aluminium

Les mesures de la micro dureté Vickers sont prises sur une section transversale sous une charge de 0,2 kgf pendant 15 minutes avec une série de 6 mesures pour notre dépôt.

A partir de l'histogramme ci-dessus qui représente la variation de la micro dureté Vickers sur notre dépôt on observe que les valeurs de la micro dureté Vickers varient entre 247.7 HV et 287.4 HV sous une charge de 200g, ceci est cohérent avec les résultats obtenus dans les travaux précédents.

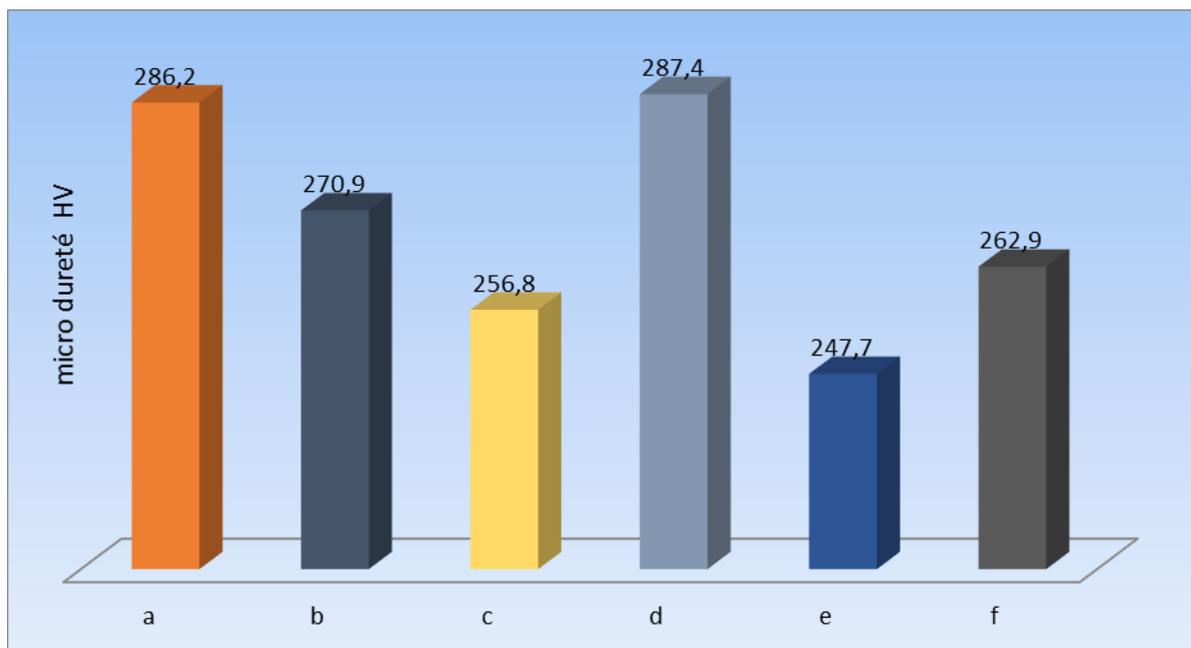


Figure IV.8: Micro dureté Vickers sur le dépôt d'aluminium.

IV.5. Conclusion

Ce chapitre présente les résultats obtenus par les caractérisations microstructurales et mécaniques (micro dureté Vickers), ou les résultats microstructuraux présentés dans des images

MEB, microscope optique, analyse XRF et calcul du taux de porosité et les résultats de la micro dureté Vickers présentés dans un tableau.

CONCLUSION GENERALE

Le travail réalisé dans le cadre de ce mémoire consiste à étudier les propriétés microstructurales et mécaniques d'un revêtement d'aluminium élaboré par le procédé de projection à froid « Cold Spray » sur un substrat de verre ordinaire.

L'observation microscopique nous montre la densité, l'homogénéité et l'adhérence du dépôt d'Al sur le substrat.

Le revêtement d'aluminium observé avec le microscope électronique à balayage présente une épaisseur comprise entre 99.13 et 133.4 μm et une rugosité assez élevée due à l'effet de l'impact des particules de granulométrie différentes à haute vitesse.

La microanalyse par EDS, montre la présence d'un grand pourcentage d'aluminium avec la présence d'oxygène due à l'oxydation de la surface de notre dépôt à l'air libre et du carbone qui vient de contaminant a laboratoire.

Les valeurs des taux de porosité varient de 2% à 4% quelle que soit la région de revêtement, c'est une valeur comparable à celles réalisées par projection à froid.

Les valeurs de microdureté Vickers varient entre (247.7 et 287.4) HV.

En perspective : il faudrait approfondir la caractérisation des revêtements d'aluminium, identifier les propriétés électriques et optiques.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUE

1. A. Proner, « Revêtements par projection thermique », Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, Vol. M1 645, 1999.
2. R.C. Dykhuizen, M.F. Smith, « Gas Dynamic Principles of Cold Spray », Journal of Thermal Spray Technology, Volume 7(2), 1998, pp 205-212.
3. D. K. Christoulis, M. Jeandin, E. Irissou, J-G. Legoux and W. Knapp, « Laser assisted cold spray (LACS) ». D.C. dimitras. NdYAG laser, InTech, .2012, pp.59-96, 10.5772/2000. Hal-00685037.
4. M. Winnicki, T. Piwowarczyk, A. Małachowska and A. Ambroziak, « effect of gas pressure and temperature on stereometric properties of al+al₂o₃ composite coatings deposited by LPCS method », archives of metallurgy and materials, Volume 59, 2014.
5. F. Raletz, « Contribution au développement d'un procédé de projection dynamique à froid (P.D.F) pour la réalisation de dépôts de nickel », thèse de doctorat, université de limoges, 2005.
6. M. Yu, « élaboration de composites à matrice métallique d'alliages d'aluminium par projection à froid », thèse de doctorat, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard ,2013.
7. A.Moridi, S.M.Hassan-Gangaraj, M.Guagliano and M.Dao « cold spray coating :review of material systems and future perspectives » , Cold spray coating: review of material systems and future perspectives, Surface Engineering, 30:6,2014, pp 369-395.
8. H. Ye, J. wang « preparation of aluminum coating on lexan by cold spray », journal of Materials Letters,2014, pp 21-24.
9. H. Singh, T. S. Sidhu, S. B. S. Kalsi, « Cold spray technology: future of coating deposition processes », Frattura ed Integrità Strutturale,22, 2012, pp 69-84.
10. L.L. Descurninges, « Influence de l'oxydation des particules de poudres de tantale sur les propriétés des dépôts cold spray », thèse de doctorat, École nationale supérieure des mines de Paris, 2013.
11. X. Guo, « Etude des procédés d'élaboration et caractérisation des revêtements de bronze et de ses composites préparés par projection à froid », Thèse doctorat, Université de Technologie de Belfort-Montbéliarden sciences pour l'ingénieur, 2009.
12. K. Ogawa, D.Seo, « repair of turbine blades using cold spay technique », Fracture and Reliability Research Institute, Tohoku university japan, 2011.

13. Q. Blochet, « Influence de la rugosité de surface du substrat sur l'adhérence de revêtements à base d'aluminium élaborés par projection dynamique par gaz froid (« cold spray ») », thèse doctorat, École nationale supérieure des mines de Paris, 2015.
14. X. Suo, « Réalisation et caractérisation des revêtements à base magnésium élaborés par projection à froid », thèse doctorat, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2012.
15. F. Santos da silva, N. Cinca, s-d. irene carcia, j-m. guilemany and a-v. benedetti « cold gaz coating: basic principles, corrosion protection and applications », *Eclética Química Journal*, V 42,2017, pp 09-32.
16. H.Singh, T.S.Sidhu S.B.S. Kalsi and J.Karthikeyan « developement of cold spray from innovation to emerging future coatng technology », *Journal of the Brazilian. Society of Mechanical Sciences and Engineering* 35,2013, pp 231–245.
17. H. Koivulluoto, « Mcostructural characteristics and corrosion properties of cold-sprayed coatings », Tampere University of Technology. Publication; Vuosikerta 882, 2010.
18. H. Assadi, H.Gartner and T.Klassen « cold spraying-a materials perspective », *Journal of Acta Materialia*, V 116,2016, pp 382- 407.
19. Y. Danlos, « étude de l'association laser-projection thermique pour l'optimisation de revêtements » thèse doctorat, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2011.
20. M. Hélie, « métaux métalliques phénomène de corrosion », livre, 2018.
21. K.J. Kurzydowski, « structure and properties of metals », *ACTA PHYSICA POLONICA A*, V96, 1999.
22. A. Hidouri, « cours de matériaux métalliques (1er Année Licence Appliquée Génie Mécanique) », Technologue à ISET Gafsa Tunisie, 2016-2017.
23. B. Mokhtar, « effet des traitements de vieillissement sur l'évolution de la structure et les propriétés mécaniques des fils en alliages d'aluminium(AGS) tréfilés à l'ENICAB », thèse de doctorat, université Mohamed khider-bskra, 2018.
24. T. Brault-Vattier, « L'aluminium aux XXe et XXIe siècles Étude d'économie industrielle », thèse de doctorat en sciences économiques, Université de Pau et des Pays de l'Adour, France, 2015.
25. A. Hakem, « influence du murissement sur l'évolution des propriétés mécaniques et structurales de l'alliage ALSi12Cu1Mg », *Journal of materials and engineering structures* 4,2017, pp 245–257.
26. R. Lesclous, « Comprendre l'aluminium primaire », *gérer et comprendre*, N°78, Décembre 2004.

27. E.Ghali, « aluminum and aluminum alloys », Uhlig's Corrosion Handbook, Second Edition, 2003.
28. K.Guler, « l'aluminium et ses alliages fabrication-emploi », 2011.
29. M. J. T W. Kchevarri, « l'aluminium et quelques-unes de ses application », la houille blanche N 11, (Novembre 1909),publié en ligne 2011,pp 287-289.
30. G.E. Totten and d. S. Mackenzie, « handbook of aluminum », Volume 7 Physical Metallurgy and Processes, 2003.
31. Bensaada.S, « métaux et alliages non ferreux », université de Biskra,2019.
32. G. Murry et R.l'évêque, « aide-mémoire métallurgie », 3^e édition Dunod, 2019.
33. B. Barlas, « Etude du comportement et de l'endommagement en fatigue d'alliages d'aluminium de fonderie. », Thèse doctorat, École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2004.
34. S. Yamina, « Caractérisation microstructurale et propriétés mécaniques et électrochimiques des alliages Al-Mg et Al-Cu-Mg », Thèse doctorat, université Badji Mokhtar- Annaba, 2017.
35. « Projet tutoré : l'aluminium En quoi l'aluminium est un métal indispensable dans le domaine des industries ? », IUT Saint-Jérôme, 2014.
36. S. Thibault. « Modifications des propriétés physico-chimiques et de la microstructure de l'aluminium après nitruration par implantation d'ions multichargés », Thèse doctorat, Université de Caen, 2009.
37. J.R. Davis, « Aluminum and Aluminum Alloys », Light Metals and Alloys, ASM International, p351-416, 2001.
38. N. L. Sukiman, X. Zhou, N. Birbilis, A.E. Hughes, J. M. C. Mol, S. J. Garcia, X. Zhou and G. E. Thompson, « Durability and Corrosion of Aluminium and Its Alloys: Overview, Property Space, Techniques and Developments », INTECH, 2012.
39. P.G. Sheasby and R. Pinner, « chapter 1 Introduction: Aluminium, Its Properties, Alloys and Finishes », Surface Treatment and Finishing of Aluminum and Its Alloys, 6th Edition 2001.
40. M. Dupeux « aide-mémoire science des matériaux », 2e édition Dunod, IUT • Licence • Master • Écoles d'ingénieurs, 2004, 2008.
41. J.V. Jakobsen, « Microstructure and Mechanical Properties of Welded AA6082 Aluminium Alloys », Norwegian University of science and technology, Science and Engineering, 2016.

42. S. Aouraghe, J.J-A. Bernet, V. Daujat et H.N. âhman, « étude de structures en aluminium exposées en extérieur », projet industriel, école européenne d'ingénieurs en génie des matériaux, Octobre 2015 – Juin 2016.
43. J. Philibert, A.Vignes, Y. Bréchet et P. Combrade « métallurgie du minerai au matériau », 2e édition Dunod, 2013.
44. N. Bounar, « Cours de Microanalyse », destiné au 1ère Année Master I (LMD) en Génie des Matériaux, Université de Jijel, 2015.