

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE



UNIVERSITE SAAD DAHLAB DE BLIDA 1
FACULTE DE TECHNOLOGIE
DEPARTEMENT DE MECANIQUE

Projet de Fin d'Etudes
Pour l'obtention du Diplôme de Master en option
L'ingénierie des matériaux et des surfaces

Titre

**Etude de l'adhérence des revêtements déposés par projection
thermique**

Proposé et encadré par :
Professeur Bacha Nacer E

Réalisé par :
Elmelali Oussama
Bensafi Oussama

Année universitaire 2019/2020

Remerciements

Je tiens à remercier Monsieur le professeur Bacha Nacer E, qui a bien voulu diriger nos travail, qu'il veuille trouver ici l'assurance de ma profonde gratitude pour son aide précieuse qu'il m'a apportée tout au long de ce travail.

Nous prions, Madame, Monsieur, membre du jury d'accepter nos sentiments respectueux et nos gratitudes pour faire partie du jury.

Selon la tradition, et à travers cette page de remerciements, nous tenons à saluer toutes les personnes qui, de près ou de loin, ont contribué à la concrétisation de ce travail.

Nous voudrions remercier les membres du jury pour leur précieux temps accordé à la lecture et à la critique de ce travail.

Nos très cordiaux remerciements vont aussi à tous nos enseignants pour tous les efforts conjugués tout au long de notre période d'études.

A tous ceux qui, de près ou de loin, ont contribué à la réalisation de cet humble travail, un grand merci.

Dédicaces

- Je dédie ce travail tout particulièrement aux personnes qui me sont les plus chères au monde ; Mes très chers **parents** pour leur patience, soutien et confiance,
- Ma **mère** n'a pas cessé de prier pour moi, m'encourager et me soutenir et qui a su m'entourer de tout son amour et son affection,
- Mon **père** qui s'est sacrifié afin que rien n'entrave le déroulement de mes études,
- Je dédie ce travail également à mes **sœurs** et à tous les membres de ma famille,
 - Bien sûr à mes **amis** et **collègues** de la promotion sortante,
 - A tous ceux qui **m'aiment**.....

Elmelali Oussama

- Je dédie ce travail tout particulièrement aux personnes qui me sont les plus chères au monde ; Mes très chers **parents** pour leur patience, soutien et confiance,
- Ma **mère** n'a pas cessé de prier pour moi, m'encourager et me soutenir et qui a su m'entourer de tout son amour et son affection,
- Mon **père** qui s'est sacrifié afin que rien n'entrave le déroulement de mes études,
- Je dédie ce travail également à mes **sœurs** et à tous les membres de ma famille,
 - Bien sûr à mes **amis** et **collègues** de la promotion sortante,
 - A tous ceux qui **m'aiment**.....

Bensafi Oussama

ملخص

غالبًا ما تكون الأجزاء المطلوبة لتحمل الضغوط التي تتضمن عدة ظواهر في وقت واحد ، على سبيل المثال: التآكل ، التآكل ، الاحتكاك ، الصدمات ، التآكل ، الاستقرار الكيميائي ، إلخ. من أجل تحسين سلوك المواد ، فإن الاتجاه هو ، من ناحية ، لتكييف الحلول التي تتضمن تقنيات المعالجة السطحية المناسبة ، ومن ناحية أخرى ، اللجوء إلى حماية المواد عن طريق الطلاء الصلب و المواد المقاومة للحرارة.

يتم استخدام الطلاءات التي يتم الحصول عليها عن طريق الرش الحراري من أجل تلبية المتطلبات الصناعية المتزايدة الشدة ، في مجالات التطبيق الواسعة بشكل متزايد.

في هذه المذكرة سنتناول دراسة الالتصاق وسبل تحسينه والاختبارات التي ستجرى لمعرفة قوة الالتصاق والتقنيات المستخدمة في تحضير سطح الركيزة والاسقاط الحراري للحصول على دعامة صلبة (ترسبات) وتحافظ على أدواتنا وموادنا وآلاتنا الصناعية.

RESUME

On demande le plus souvent aux pièces de résister à des sollicitations impliquant simultanément plusieurs phénomènes, par exemple : Abrasion, érosion, frottement, chocs, corrosion, stabilité chimique,...etc. Pour l'amélioration du comportement des matériaux la tendance est donc, d'une part, d'adapter des solutions faisant intervenir des techniques de traitements de surface adéquat et d'autre part, de recourir à la protection des matériaux par des revêtements durs et réfractaires.

Les revêtements obtenus par projection thermique sont utilisés afin de satisfaire des exigences industrielles de plus en plus sévères, dans des domaines d'application de plus en plus étendus.

Dans cette mémoire nous traiterons de l'étude de l'adhérence et des moyens de l'améliorer et des essais à effectuer pour connaître la force d'adhésion et les techniques utilisées dans la préparation de la surface du substrat et la projection thermique pour obtenir un support solide (dépôts) et préserver nos outils et matériaux et machines industrielles.

ABSTRACT

Parts are most often asked to withstand stresses involving several phenomena simultaneously, for example: Abrasion, erosion, friction, shocks, corrosion, chemical stability, etc. In order to improve the behavior of materials, the trend is therefore, on the one hand, to adapt solutions involving appropriate surface treatment techniques and, on the other hand, to resort to the protection of materials by hard coatings and refractory.

Coatings obtained by thermal spraying are used in order to meet increasingly severe industrial requirements, in increasingly wide fields of application.

In this thesis we will deal with the study of the adhesion and the means of improving it and the tests to be carried out to know the adhesion force and the techniques used in the preparation of the surface of the substrate and the thermal projection to obtain a solid support (deposits) and preserve our tools and materials and industrial machines.

TABLE DE MATIERE

Remerciements

Dédicaces

ملخص

Résumé

Abstract

Table de matière

Liste des figures

Liste des tableaux

Liste des symboles

| | |
|---|-----------|
| Introduction générale :..... | 17 |
| Chapitre1. La projection thermique :..... | 20 |
| 1.1. Introduction :..... | 20 |
| 1.2. La projection thermique :..... | 21 |
| 1.3. Principe du procédé :..... | 22 |
| 1.4. Les différences techniques de la projection thermique :..... | 23 |
| 1.4.1. Projection à la flamme :..... | 24 |
| 1.4.1.1. Projection flamme poudre :..... | 24 |
| 1.4.1.2. Projection flamme fil :..... | 25 |
| 1.4.1.3. Flamme hypersonique :..... | 26 |
| 1.4.2. Projection par arc électrique entre deux fils :..... | 27 |
| 1.4.3. Projection plasma :..... | 28 |

| | |
|--|-----------|
| 1.4.3.1. Principe de la projection plasma :..... | 28 |
| 1.4.3.2. Projection plasma atmosphérique (APS/SPS) :..... | 30 |
| 1.4.3.3. Projection plasma sous basse/très basse pression (VPS/VLPPS) :..... | 31 |
| 1.4.3.4. Les paramètres influençant de la projection plasma :..... | 31 |
| 1.4.4. La projection thermique à froid (cold spray) :..... | 32 |
| 1.5. Structure et caractéristiques des dépôts :..... | 33 |
| 1.6. Revêtements nanostructures par projection thermique :..... | 35 |
| 1.7. Principaux domaines d'application :..... | 35 |
| 1.8. Conclusion :..... | 36 |
| Chapitre 2. Etude de l'adhérence :..... | 38 |
| 2.1. Introduction :..... | 38 |
| 2.2. Notion d'adhérence :..... | 38 |
| 2.2.1. Adhésion :..... | 38 |
| 2.2.2. Adhérence :..... | 39 |
| 2.2.3. Les enjeux de la mesure de l'adhérence :..... | 41 |
| 2.2.4. Comment déterminer l'adhérence :..... | 42 |
| 2.3.1. Adhésion physico-chimique :..... | 42 |
| 2.3.2. Adhésion mécanique :..... | 43 |
| 2.4. Adhésion par diffusion :..... | 44 |
| 2.5. Ancrage mécanique :..... | 45 |
| 2.6. Théorie du mouillage ou modèle thermodynamique :..... | 46 |
| 2.7. Paramètres influençant le mouillage :..... | 47 |

| | |
|---|-----------|
| 2.7.1. Température :..... | 47 |
| 2.7.2. Temps :..... | 48 |
| 2.7.3. Atmosphère :..... | 48 |
| 2.7.4. Etat de surface du substrat :..... | 48 |
| 2.7.5. Impuretés du métal :..... | 49 |
| 2.8. Construction des dépôts :..... | 49 |
| 2.9. Phénomènes d'oxydation :..... | 50 |
| 2.10. Porosité et défauts de contacts :..... | 52 |
| 2.11. Paramètres opératoires de projection affectant l'adhérence :..... | 54 |
| 2.12. Conclusion :..... | 57 |
| Chapitre 3. Préparation de surface :..... | 58 |
| 3.1. Introduction :..... | 58 |
| 3.2. Nettoyage de la surface :..... | 59 |
| 3.3. Traitement des surfaces polluées :..... | 59 |
| 3.4. Rugosité d'une surface :..... | 59 |
| 3.4.1. Surface idéale :..... | 59 |
| 3.4.2. Surface réelle d'un matériau :..... | 60 |
| 3.4.3. Principes de mesure :..... | 61 |
| 3.4.4. Formes à respecter du substrat :..... | 63 |
| 3.5. Activation de la surface :..... | 63 |
| 3.5.1. Grenailage :..... | 64 |
| 3.5.1.a) Meulage :..... | 67 |

| | |
|--|-----------|
| 3.5.1.b) Système de décapage à éponge :..... | 68 |
| 3.5.1.c) Brosse métallique :..... | 69 |
| 3.5.1.d) Jet d'eau sous pression :..... | 69 |
| 3.5.1.e) Ablation laser :..... | 70 |
| 3.5.1.f) Attaque chimique :..... | 70 |
| 3.5.1.g) Le dégraissage :..... | 70 |
| 3.6. Conclusion :..... | 71 |
| Chapitre 4. Méthodes d'essais :..... | 72 |
| 4.1. Introduction :..... | 72 |
| 4.2. L'essai normalise de traction :..... | 73 |
| 4.3. Les essais de cisaillement :..... | 75 |
| 4.3.1. Les essais de cisaillement avec collage :..... | 75 |
| 4.3.2. L'essai de cisaillement sans utilisation de colle :..... | 75 |
| 4.3.3. L'essai de cisaillement par traction :..... | 77 |
| 4.4. Les essais d'indentation :..... | 78 |
| 4.4.1. Les essais permettant de déterminer la dureté :..... | 78 |
| 4.4.1.1. L'essai de dureté Vickers :..... | 79 |
| 4.4.1.2. L'essai de dureté Knoop :..... | 79 |
| 4.4.1.3. L'essai de dureté Rockwell :..... | 80 |
| 4.4.2. Généralités sur les essais permettant de déterminer l'adhérence des revêtements épais :.... | 80 |
| 4.4.2.1. L'essai d'indentation inter-faciale :..... | 81 |
| 4.4.2.2. Les travaux de Choulier, Ostojic et Mc Pherson :..... | 81 |

| | |
|--|-----------|
| 4.4.2.3. Les développements de Lesage, Chicot et Démarécaux :..... | 82 |
| 4.4.2.4. Le travail de Liu :..... | 84 |
| 4.4.3. Les essais d'indentation perpendiculaire au plan d'interface :..... | 85 |
| 4.4.4. Les essais d'indentation sur une section de l'échantillon :..... | 85 |
| 4.5. Les autres d'essais :..... | 87 |
| 4.5.1. Les essais de ténacité :..... | 87 |
| 4.5.2. Les essais de flexion :..... | 87 |
| 4.5.3. Essai d'adhérence par choc laser :..... | 88 |
| 4.5.4. Essais non-destructifs :..... | 89 |
| 4.6. Conclusion :..... | 89 |
| Conclusion Générale :..... | 91 |
| Bibliographie :..... | 92 |

LISTE DES FIGURES

| | |
|--|----|
| <u>Figure 1.1</u> : Schoop et sa première installation de projection thermique en 1914 | 20 |
| <u>Figure 1.2</u> : Repères historiques de la projection thermique..... | 21 |
| <u>Figure 1.3</u> : Schéma de principe de la projection thermique..... | 22 |
| <u>Figure 1.4</u> : Principe de la projection thermique..... | 23 |
| <u>Figure 1.5</u> : Schéma de famille des procédés de projection thermique..... | 23 |
| <u>Figure 1.6</u> : Gammes de températures et vitesses des particules en fonction du procédé de projection thermique utilisé..... | 24 |
| <u>Figure 1.7</u> : Schéma du principe d'un pistolet flamme poudre..... | 25 |
| <u>Figure 1.8</u> : Opération d'un pistolet flamme poudre | 25 |
| <u>Figure 1.9</u> : Schéma d'un pistolet flamme fil | 26 |
| <u>Figure 1.10</u> : Principe de fonctionnement de HVOF | 27 |
| <u>Figure 1.11</u> : type d'opération projection HVOF | 27 |
| <u>Figure 1.12</u> : Principe de fonctionnement de projection arc-fil | 28 |
| <u>Figure 1.13</u> : Principe de fonctionnement de projection plasma..... | 29 |
| <u>Figure 1.14</u> : Projection au plasma atmosphérique (APS) | 30 |
| <u>Figure 1.15</u> : opération de projection plasma VPS/ VLPPS | 31 |
| <u>Figure 1.16</u> : Représentation schématique des différents paramètres influençant la projection plasma | 32 |
| <u>Figure 1.17</u> : Structure d'un dépôt obtenu par projection plasma..... | 33 |
| <u>Figure 2.1</u> : Energies libres de surface | 41 |
| <u>Figure 2.2</u> : Rugosité et espacement types | 44 |
| <u>Figure 2.3</u> : Schéma du processus d'adhésion d'un revêtement projeté thermiquement | 45 |

| | |
|--|----|
| <u>Figure 2.4</u> : L'adhésion mécanique sur un substrat | 46 |
| <u>Figure 2.5</u> : Equilibre d'un liquide sur un solide, en présence d'une phase vapeur..... | 46 |
| <u>Figure 2.6</u> : Représentation schématique d'un dépôt montrant les défauts possibles dans un dépôt par projection thermique. | 50 |
| <u>Figure 2.7</u> : Effet des techniques de projection sur le contenu des oxydes et porosité..... | 51 |
| <u>Figure 2.8</u> : Représentations schématiques de mauvais étalements de lamelles qui génèrent des pores | 52 |
| <u>Figure 2.9</u> : Représentation schématique de la formation de pores par masquage | 53 |
| <u>Figure 2.10</u> : Représentation schématique de la porosité d'un dépôt projeté | 53 |
| <u>Figure 3.1</u> : Tâches d'huile et de graisse dans un assemble métallique | 58 |
| <u>Figure 3.2</u> : Représentation schématique des contaminants d'une surface métallique industrielle..... | 59 |
| <u>Figure 3.3</u> : Schéma d'une surface idéale (en gris)..... | 60 |
| <u>Figure 3.4</u> : Structure microscopique de la surface d'un métal usiné | 60 |
| <u>Figure 3.5</u> : Paramètres de mesure de rugosité | 62 |
| <u>Figure 3.6</u> : Exemples de certaines géométries acceptées ou rejetées de substrats..... | 64 |
| <u>Figure 3.7</u> : Exemples de certaines géométries acceptées ou rejetées de substrats..... | 65 |
| <u>Figure 3.8</u> : Opération de grenailage en atelier | 65 |
| <u>Figure 3.9</u> : Représentation schématique d'une opération de grenailage | 66 |
| <u>Figure 3.10</u> : Pistolet de grenailage..... | 66 |
| <u>Figure 3.11</u> : Présence de particules abrasives après grenailage..... | 67 |
| <u>Figure 3.12</u> : La meule | 68 |
| <u>Figure 3.13</u> : Éponge abrasive..... | 68 |
| <u>Figure 3.14</u> : Brosse Bristle..... | 69 |

| | |
|--|----|
| <u>Figure 3.15</u> : Ablation laser..... | 70 |
| <u>Figure 3.16</u> : solution de préparation des surfaces | 70 |
| <u>Figure 4.1</u> : Représentation symbolique des essais d'adhérence | 72 |
| <u>Figure 4.2</u> : Assemblage d'une éprouvette pour l'essai de traction selon la norme EN 582 | 73 |
| <u>Figure 4.3</u> : Revêtement d'alumine (Al ₂ O ₃) pure après un essai de traction..... | 74 |
| <u>Figure 4.4</u> : Schémas de deux essais de cisaillement | 75 |
| <u>Figure 4.5</u> : Schéma de l'essai de cisaillement sans colle | 76 |
| <u>Figure 4.6</u> : L'essai de cisaillement par traction | 77 |
| <u>Figure 4.7</u> : Exemple de comportement au cours de l'essai de cisaillement par traction | 77 |
| <u>Figure 4.8</u> : Indenteur Vickers | 79 |
| <u>Figure 4.9</u> : Indenteur Knoop | 79 |
| <u>Figure 4.10</u> : Les essais d'indentation sur un échantillon revêtu..... | 80 |
| <u>Figure 4.11</u> : Représentation schématique de l'essai d'indentation inter-faciale..... | 81 |
| <u>Figure 4.12</u> : Représentation schématique des résultats..... | 83 |
| <u>Figure 4.13</u> : Représentation de l'empreinte et de la zone plastique à l'interface | 83 |
| <u>Figure 4.14</u> : Modélisation numérique de l'essai d'indentation inter-faciale..... | 85 |
| <u>Figure 4.15</u> : Schéma de l'essai d'indentation dans le substrat..... | 86 |
| <u>Figure 4.16</u> : Courbe de la force normale en fonction du temps..... | 86 |
| <u>Figure 4.17</u> : Éprouvette CT modifiée pour l'essai de ténacité d'après | 87 |
| <u>Figure 4.18</u> : Éprouvette d'essai de flexion quatre points..... | 88 |
| <u>Figure 4.19</u> : Éprouvette de flexion trois points..... | 88 |
| <u>Figure 4.20</u> : Principe de l'essai d'adhérence par choc | 89 |

LISTE DES TABLEAUX

| | |
|--|----|
| <u>Tableau 1.1</u> : Caractéristiques des différents procédés de projection thermique..... | 32 |
| <u>Tableau 1.2</u> : Influence des paramètres d'une projection thermique par Pistolet à la flamme - arc électrique – plasma | 37 |
| <u>Tableau 2.1</u> : Paramètres relatifs à la préparation du substrat | 56 |
| <u>Tableau 2.2</u> : Paramètres relatifs à la poudre | 56 |
| <u>Tableau 2.3</u> : Paramètres opératoires de projection d'un matériau pulvérulent | 56 |
| <u>Tableau 3.1</u> : Quelques exemples des valeurs de Ra | 63 |
| <u>Tableau 4.1</u> : Principaux essais d'adhérence | 90 |

LISTE DES SYMBOLES

θ : Angle de contact ($^{\circ}$)

γ_{sv} : énergie libre de surface du solide en présence d'une phase vapeur (mJ.m^{-2})

γ_{sl} : énergie libre inter-faciale solide – liquide (mJ.m^{-2})

γ_{lv} : énergie libre de surface du liquide (mJ.m^{-2})

W : le travail d'adhésion (J)

ε_1 : La déformation

h_l : L'épaisseur du revêtement (mm)

E_l : Le module d'élasticité de Young du revêtement (GPa)

G_i : L'énergie d'une fissure à l'interface

G_{res} : L'énergie de déformation inter-faciale

G_{totale} : L'énergie d'interface totale

HV : dureté Vickers

HK : dureté Knoop

F = Force appliquée (N)

K_{IC} : Ténacité inter-faciale (MPa)

ψ : Le demi-angle

INTRODUCTION GENERALE

En matière de protection des matériaux, on demande le plus souvent aux pièces de résister à des sollicitations impliquant simultanément plusieurs phénomènes, par exemple : abrasion, érosion, frottement, chocs, corrosion, stabilité chimique,...etc. Pour l'amélioration du comportement des matériaux la tendance est donc, d'une part, d'adapter des solutions faisant intervenir des techniques de traitements de surface adéquat et d'autre part, de recourir à la protection des matériaux par des revêtements durs et réfractaires.

Les traitements de surface répondent à des besoins réels d'amélioration des performances des matériaux. Leur fonction étant d'améliorer la tenue du matériau vis-à-vis des sollicitations externes, tout en préservant ses propriétés volumiques.

Les revêtements obtenus par projection thermique sont largement employés pour modifier les propriétés physiques, chimiques et mécaniques des surfaces des pièces industrielles. Les sollicitations supportées par les revêtements peuvent être mécaniques, thermiques, chimiques ou une combinaison de celles-ci. Outre leurs propriétés intrinsèques, les propriétés d'application des revêtements reposent aussi sur celles de leur substrat et, bien entendu, tout au long de leur vie, de leur adhérence à celui-ci. Lorsque le niveau des actions mécaniques supportées est faible, l'adhérence n'est pas le facteur le plus important. Mais il devient essentiel lorsque l'intensité des efforts augmente. C'est pourquoi l'adhérence est devenue depuis une trentaine d'années une problématique majeure dans le développement des revêtements obtenus par projection thermique. Deux aspects sont ici à considérer. D'une part il est nécessaire d'apprécier l'adhérence des revêtements au moyen d'un essai approprié pour contrôler son aptitude au service. D'autre part, il est nécessaire de comprendre les mécanismes responsables de l'adhérence afin de rechercher plus efficacement les améliorations et les modes d'élaboration les plus à même de conférer au couple substrat - revêtement les meilleures propriétés d'usage.

Les revêtements obtenus par projection thermique sont utilisés afin de satisfaire des exigences industrielles de plus en plus sévères, dans des domaines d'application de plus en plus étendus.

Le plus souvent utilisés à l'origine comme barrières thermiques, les revêtements sont maintenant utilisés pour assurer des fonctionnalités de surface à des substrats de faible coût et/ou de faible poids volumique. En dehors de leur coût de mise en œuvre, de leur inapplicabilité aux surfaces de forme complexe, les revêtements voient leurs performances limitées lorsque le chargement mécanique en service est tel que des contraintes de cisaillement au voisinage de l'interface revêtement/substrat sont suffisantes pour produire des décohésions locales entre substrat et revêtement. Les industriels cherchent donc à augmenter l'adhérence revêtement substrat pour éviter l'apparition de ce type de défaillance. Pour cela, ils ont besoin de méthodes fiables pour la caractériser et la quantifier.

Les méthodes cherchant à évaluer l'adhérence des revêtements sont très nombreuses. On ne recense pas moins d'une centaine d'essais différents parmi lesquels l'essai normalisé de traction (EN 582 ou C133), des essais de cisaillement, de flexion ou encore des essais de ténacité sur éprouvette de mécanique de la rupture. Le nombre de ces essais illustre bien la difficulté d'estimer l'adhérence de revêtements qui, par sa nature, ne peut être une propriété intrinsèque et ne peut donc être mesurée directement à l'aide d'un simple essai.

De plus, la plupart d'entre eux mettent en jeu des chargements mécaniques assez éloignés du mode de sollicitation supportée en service et se révèlent souvent peu fiables et peu reproductibles. D'autre part, ces essais ne fournissent pas de renseignements sur le mécanisme d'adhésion lui-même. Parmi les équipements de caractérisation les plus répandus, les machines de dureté micro et macroscopiques figurent en très bonne place aussi bien dans les laboratoires de contrôle industriel que dans les laboratoires de recherche. C'est pourquoi, tout naturellement, il a été recherché des méthodes d'estimation de l'adhérence basées sur des essais d'indentation.

Parmi ceux-ci, l'indentation interfaciale, développée à la fin des années 80, présente l'avantage d'être simple à réaliser. Conçue pour amorcer puis propager une fissure à l'interface entre le revêtement et son substrat, elle se prête à la modélisation par une énergie ou une ténacité d'interface mieux capable l'introduction de représenter les propriétés d'adhérence des matériaux que la résistance à la traction déduite de l'essai de traction standard.

Face aux enjeux industriels, la réalisation de revêtements constitue une des solutions couramment employée afin d'apporter de nouvelles fonctionnalités (barrière thermique, protection contre l'usure ou une atmosphère oxydante, propriété optique, propriété

électrique,...) aux matériaux de l'aéronautique, de l'automobile, de la micro-électronique ou encore du biomédical. A ces fins, de multiples procédés industriels existent et sont choisis selon divers critères : le type de matériaux constituant le revêtement, le coût, la topologie de la pièce à revêtir, l'épaisseur souhaitée, les caractéristiques mécaniques attendues... Parmi eux on distinguera les procédés de déposition par voie physique (PVD) ou chimique (CVD), ou bien les procédés de projection thermique, dont la projection par plasma d'arc soufflé. En raison de ses nombreux avantages, cette dernière technique est couramment adoptée.

Dans ce travail, nous allons passer en revue les différentes de caractérisation de l'adhérence des revêtements et nous ferons une discussion sommaire sur chacune d'elle. Avant cela, nous rappellerons les différentes techniques de déposition de revêtements par projection thermique. Enfin nous terminerons par une conclusion sur notre travail.

CHAPITRE 1

LA PROJECTION THERMIQUE

1.1/ INTRODUCTION

La projection thermique a été inventée en 1909 par Schoop qui observa une incrustation de plomb consécutive au mur en ciment et qui eut l'idée d'utiliser un chalumeau oxyacétylique pour projeter un métal en fusion. Il a tout d'abord déposé des matériaux à bas point de fusion comme le plomb, en pulvérisant, à l'aide d'un fluide chauffé, du métal fondu, mais les difficultés étaient considérables. L'appareil utilisé était intransportable et souvent le métal se refroidissait au cours de la pulvérisation et l'était plus dans l'état physique voulu pour former un revêtement lors de son impact. Pour cela, il a amélioré le procédé en projetant le métal sous forme de poudre, à travers une flamme. Malheureusement il n'était pas facile d'obtenir un revêtement et un débit de poudre régulier, c'est pourquoi dès 1913, SCHOOP remplaça la poudre par un fil métallique entraîné par deux molettes [1, 2, 3]. A partir de 1914, cette technique se développe sous le nom de « schoopage » et consiste principalement à projeter du zinc et l'aluminium, matériaux aisément fusible [1]. Par manque de matière première spécifique et des challenges technologiques, le procédé est resté stagnant jusqu'à la deuxième guerre mondiale. La figure 1.1 montre Schoop et sa première installation de projection thermique.

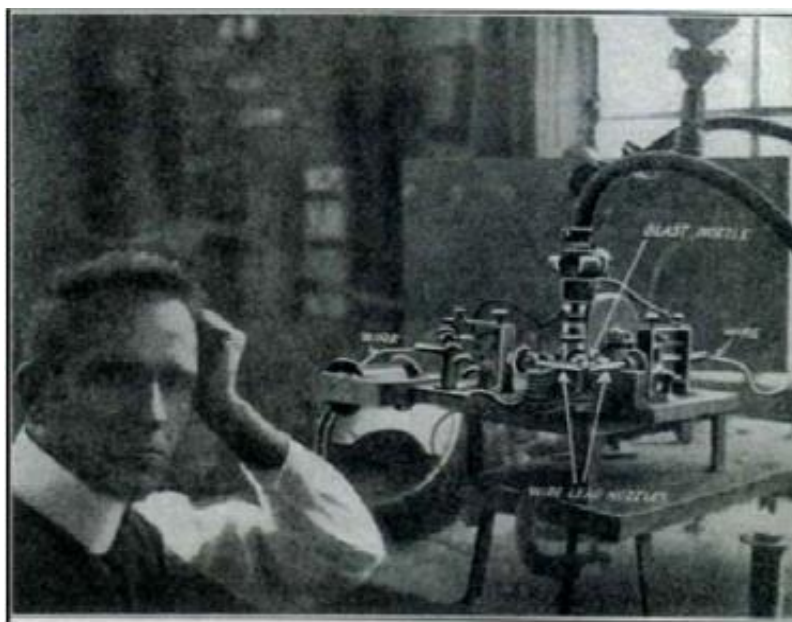


Figure 1.1: Schoop et sa première installation de projection thermique en 1914 [4]

Le procédé s'est considérablement développé au début des 1950 pour des besoins militaires, et ne cesse de croître et de trouver une place indispensable dans de nouvelles applications [4, 5, 6].

Les propriétés particulières de ce type de revêtement s'avèrent intéressantes et l'utilisation de la projection thermique se développe de plus en plus. La figure 1.2, présente quelques repères historiques dans l'évolution de la technologie [2].

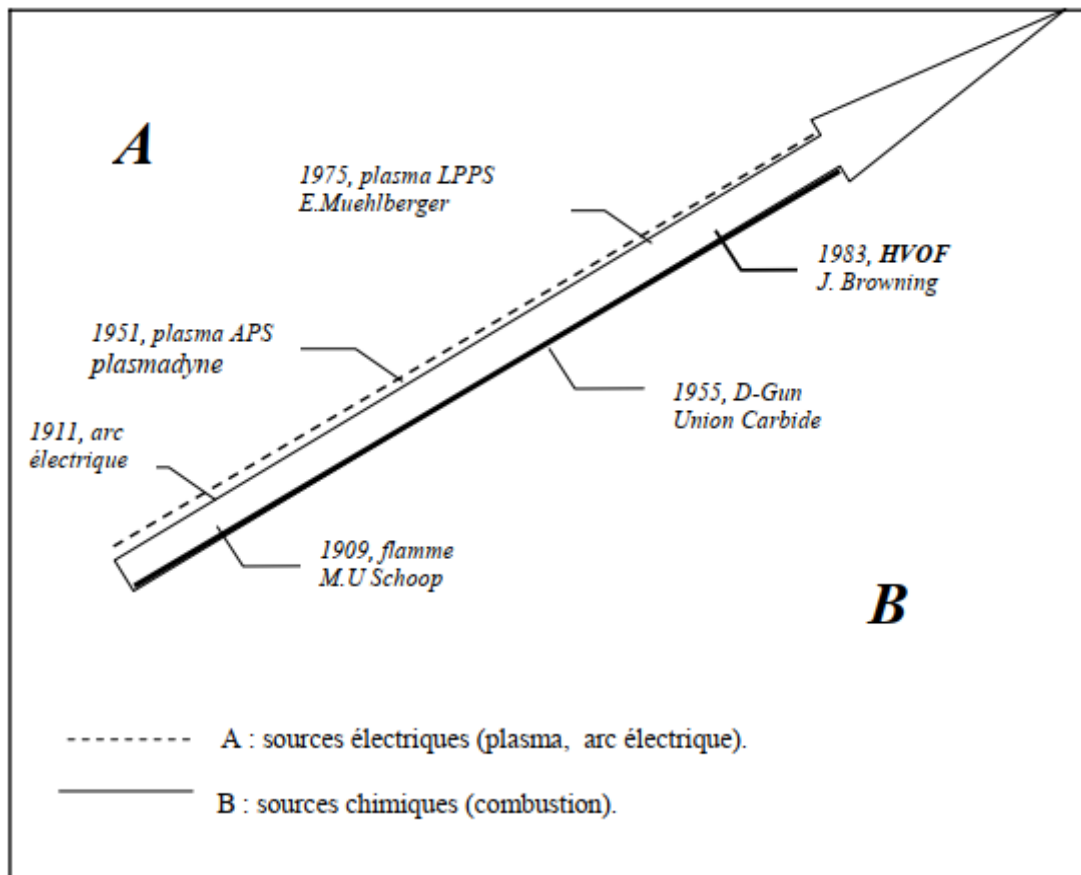


Figure 1.2: Repères historiques de la projection thermique [2]

1.2/ LA PROJECTION THERMIQUE

La projection thermique fait partie des techniques de traitement de surface par voie sèche. Cette technique regroupe un ensemble de procédés utilisés pour réaliser des revêtements épais (quelques dizaines de micromètres à quelques centaines généralement) de nature très variées sur des substrats (pièce à revêtir) tout aussi variés [7].

1.3/ PRINCIPE DU PROCEDE

La projection thermique consiste à utiliser une source de chaleur (flamme, arc électrique, plasma) pour fondre un matériau d'apport ou le porter à l'état pâteux, puis le projeter sur la surface à revêtir sur laquelle il se solidifie. Comme le montre la figure 1.3, la matière à déposer, sous forme de poudre, de fil, de cordon ou de baguette est fondue totalement ou partiellement dans une source de chaleur. Un gaz vecteur permet une pulvérisation de la matière, et le transport des gouttelettes ainsi formées qui heurtent, s'étalent et se solidifient sur la surface à revêtir, formant un dépôt par empilements successifs [7].

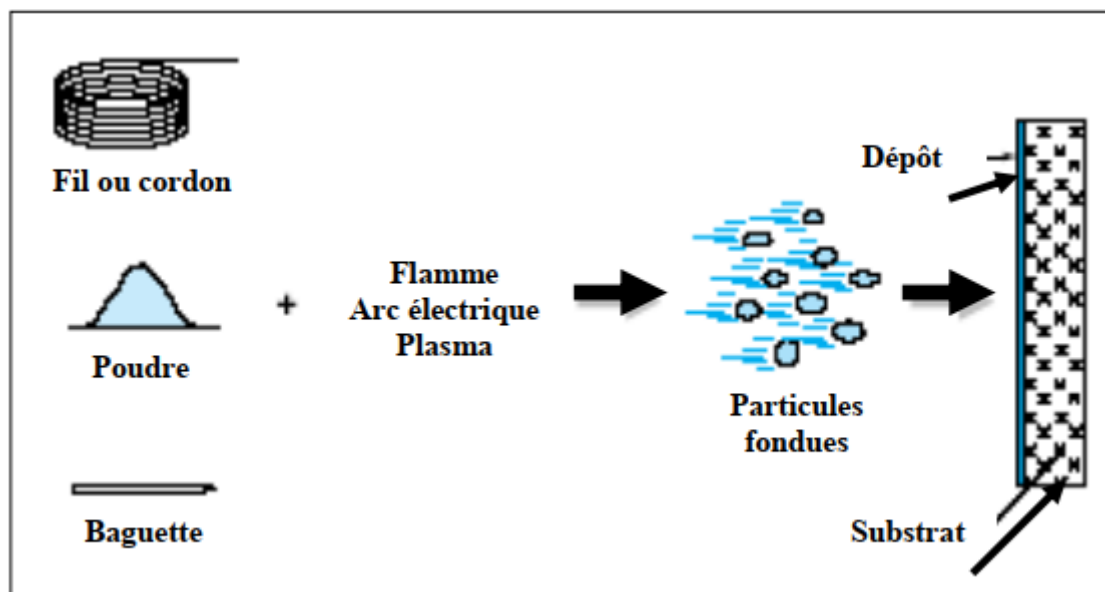


Figure 1.3: Schéma de principe de la projection thermique [7]

Le temps d'étalement de la matière fondue sur la surface varie de 1 à 3 μs et le temps de solidification est de quelques dizaines de μs . En générale, la phase de solidification débute avant la fin de la phase d'étalement, les particules impactent sur des lamelles déjà solidifiées, le temps entre 2 impacts au même point étant d'environ une centaine de μs [9].

La source d'énergie doit donc être puissante pour fournir l'énergie nécessaire à la fusion rapide du matériau (transfert thermique) et délivrer un effet gazeux susceptible de véhiculer les particules (transfert cinétique) [10] comme la montre la figure 1.4.

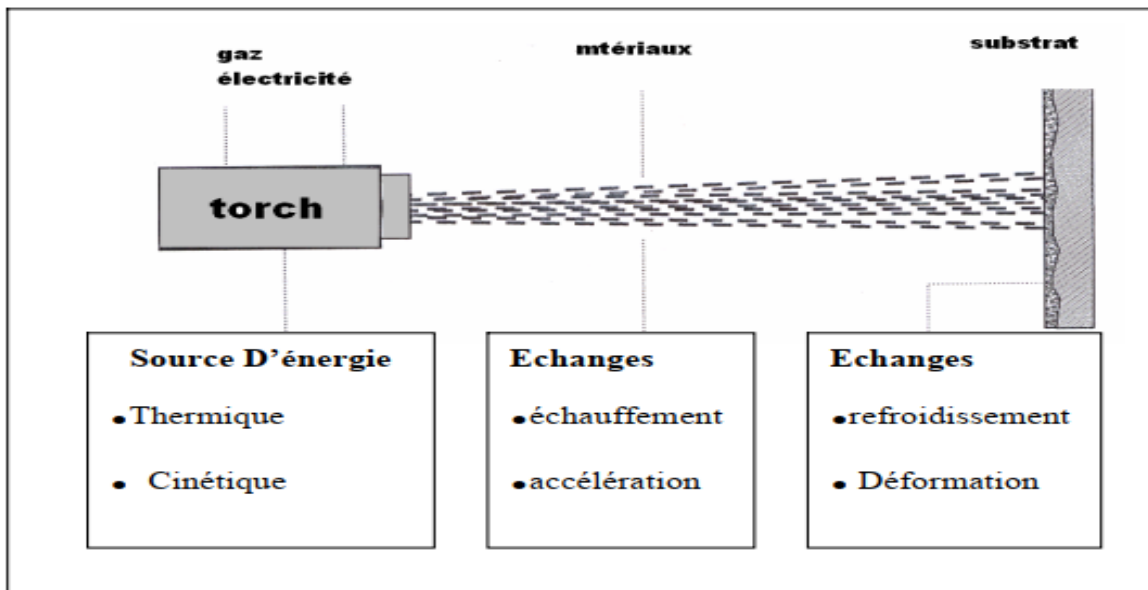


Figure 1.4: Principe de la projection thermique [11].

La morphologie et les propriétés des dépôts dépend de :

- la nature de matériaux à projeter
- la source de chaleur
- l'atmosphère environnant
- le substrat à revêtir

1.4/ LES DIFFERENTES TECHNIQUES DE LA PROJECTION THERMIQUE

Il existe trois techniques principales:

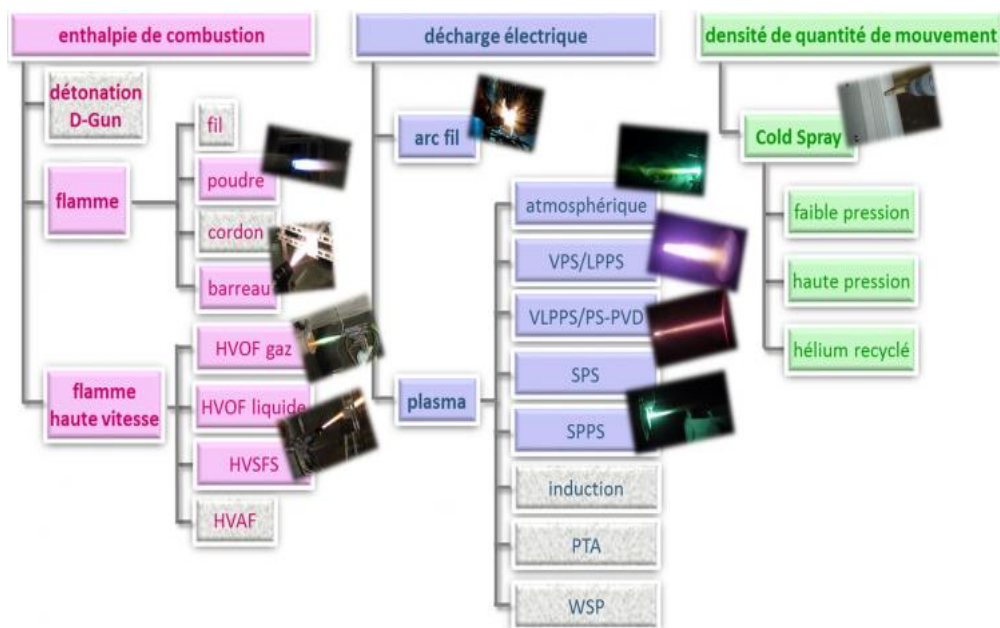


Figure 1.5: Schéma de famille des procédés de projection thermique [12]

Ces différents procédés de projection thermique se caractérisent par des gammes de températures et vitesses de particules différentes. Le choix du procédé est donc à définir en fonction de plusieurs paramètres [12].

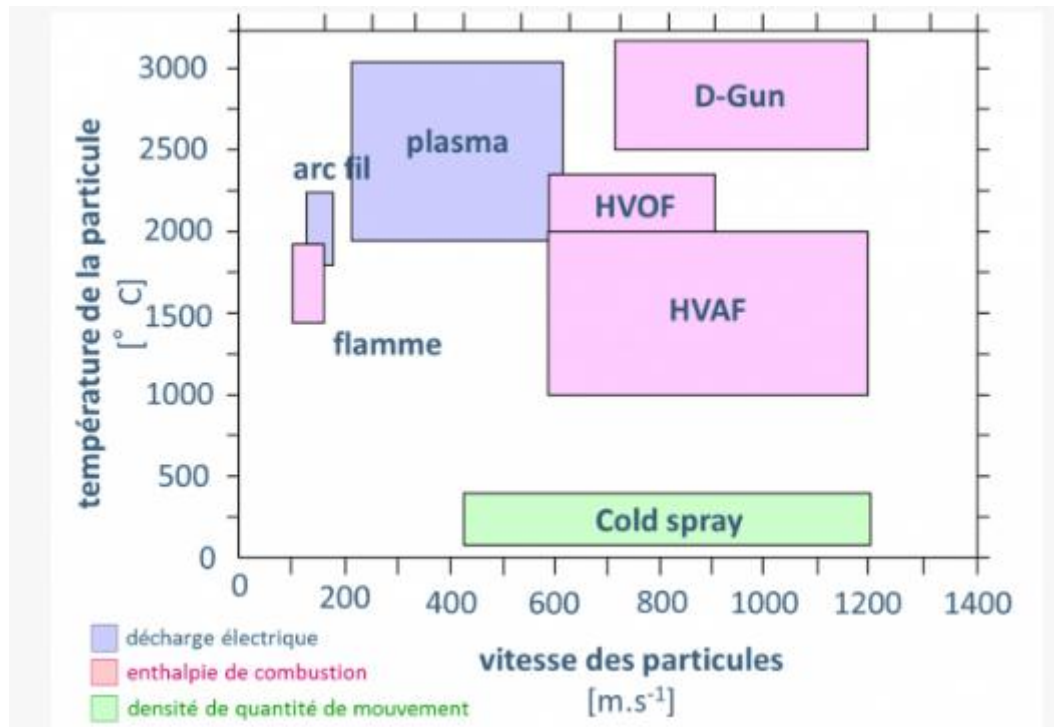


Figure 1.6: Gammes de températures et vitesses des particules en fonction du procédé de projection thermique utilisé [12]

1.4.1/ PROJECTION A LA 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 [7] :

1.4.1.1/ Projection flamme poudre

Le procédé de projection par flamme est le procédé de projection thermique le plus ancien, consistant à introduire un matériau sous forme de poudre dans une flamme oxy-combustible et à le véhiculer jusqu'au substrat grâce à l'énergie cinétique transmise par les gaz de combustion (Figure 1.7). 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 [7]. La figure 1.8 représente une déposition flamme-poudre en cours.

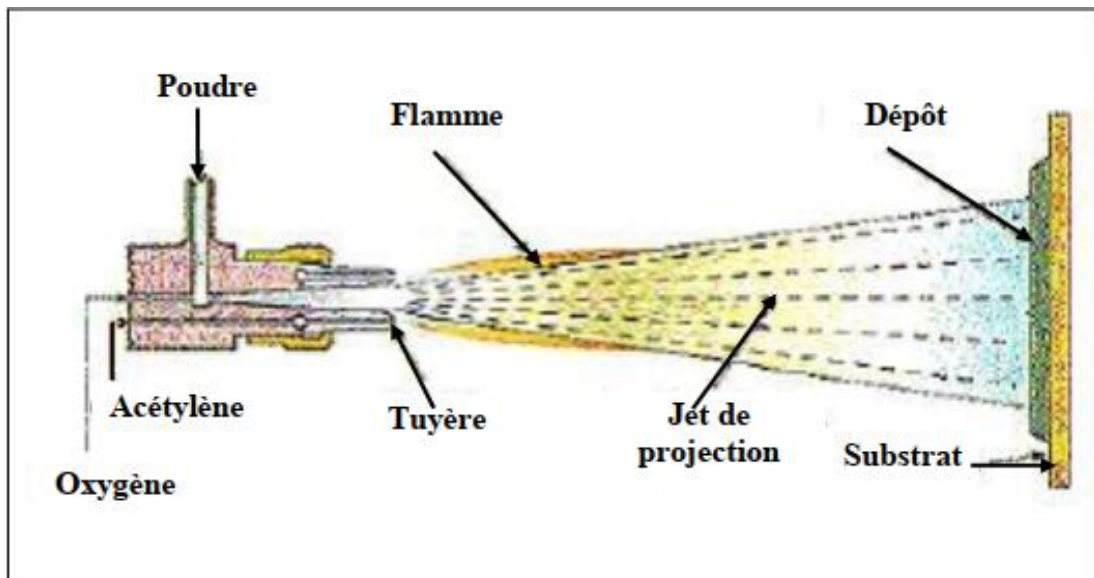


Figure 1.7: Schéma du principe d'un pistolet flamme poudre [13]



Figure 1.8: Opération d'un pistolet flamme poudre [12]

1.4.1.2/ Projection flamme fil

Dans cette technique (figure 1.9) 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 [7, 13].

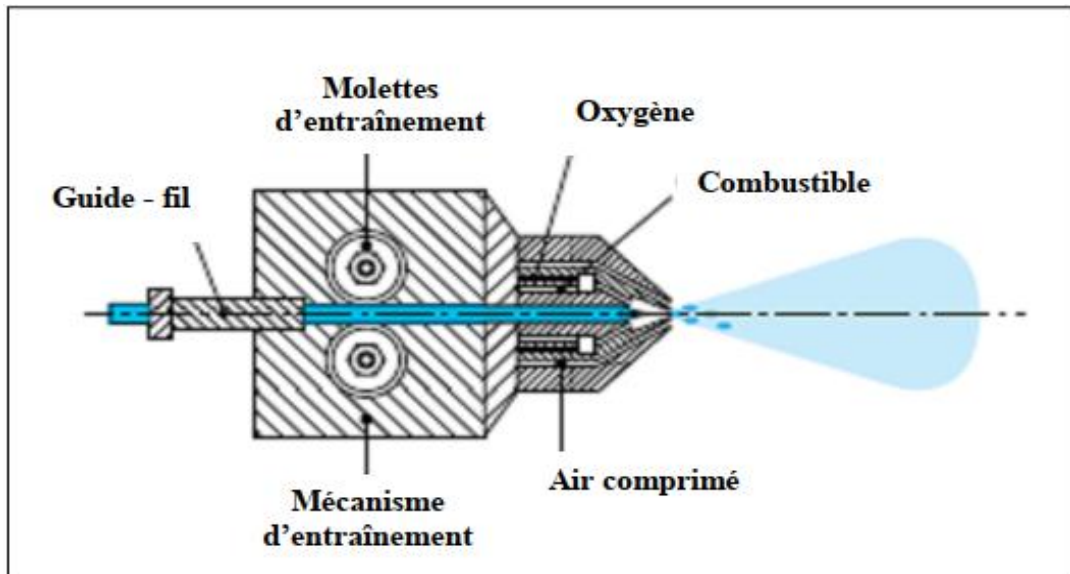


Figure 1.9: Schéma d'un pistolet flamme fil [7]

1.4.1.3/ Flamme hypersonique

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

✓ **La projection hypersonique à tir continu : HVOF (High Velocity Oxy Fuel)**

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 (figure 1.10). Le matériau à projeter, généralement sous forme de poudre, est injecté à l'aide d'un gaz neutre dans la flamme où il est fondu et accéléré dans la tuyère à une vitesse de 300 – 600 m/s. Les pressions importantes atteintes dans le pistolet n'autorisent pas l'utilisation de l'acétylène comme gaz combustible

(risque d'explosion). [10-14] Pendant leur temps de séjour très court (quelques dixièmes de millisecondes) dans la flamme, les particules sont généralement chauffées à l'état pâteux, l'énergie cinétique (vitesse > 300 m/s) acquise permettant cependant la réalisation de dépôts caractérisés par une faible porosité (< 2%), une bonne adhérence (70- 100 MPa) et une faible rugosité de surface [7]. La figure 1.11 montre une opération de déposition HVOF en cours d'utilisation.

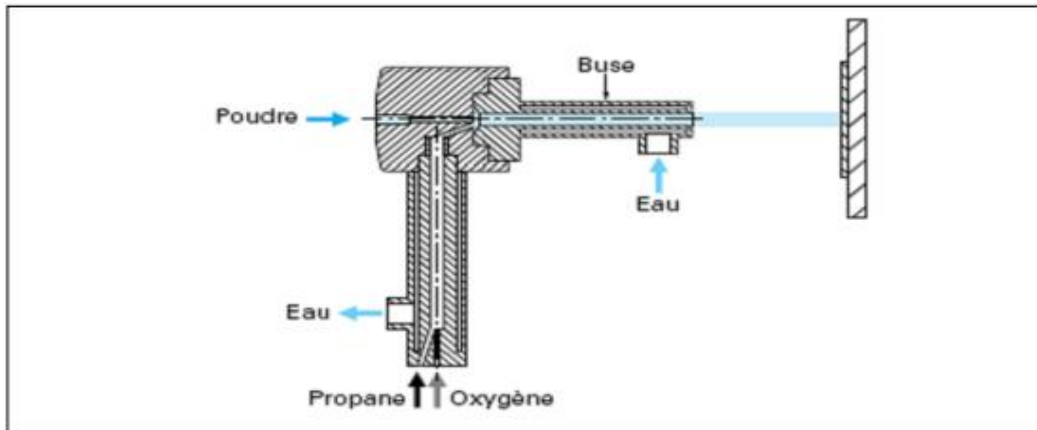


Figure 1.10: Principe de fonctionnement de HVOF [7]



Figure 1.11 : type d'opération projection HVOF [12]

1.4.2/ PROJECTION PAR ARC ELECTRIQUE ENTRE DEUX FILS

Cette technique consiste à faire éclater un arc électrique entre deux électrodes sous formes de fils ductiles consommables comme source de chaleur pour fondre le matériau (figure 1.12). Celui-ci, réduit à l'état de gouttelettes, est pulvérisé sur le substrat par un jet d'air comprimé. Les pistolets à arc électrique sont alimentés par des générateurs à courant continu avec des tensions d'arc comprises entre 25 et 40 V, pour des intensités de courant

allant de 100 à 500 A Ce procédé de projection est simple et économique mais limité aux matériaux conducteurs et tréfilables ; le récent développement des fils fourrés céramiques tend à y remédier [13, 14].

Le principe de ce procédé de projection thermique consiste à faire éclater un arc électrique entre deux fils ductiles consommables tout en atomisant le matériau fondu aux deux extrémités par un jet de gaz comprimé (air/azote) qui projette la matière liquide sur un substrat.

Ce type d'équipement est communément appelé « push-pull ». A l'intérieur du pistolet, les fils sont guidés par deux tubes permettant de positionner les fils avant leur entrée dans la zone de fusion et d'assurer la polarité du courant électrique aux fils. Une buse située derrière l'extrémité des fils dirige le flux de gaz comprimé à grande vitesse vers l'extrémité des fils en fusion pour générer l'atomisation des particules. La température de l'arc créé entre les fils est d'environ 6000 K, température suffisante pour traiter les différents métaux mais qui induit aussi de par sa valeur une vaporisation relativement importante et un chauffage excessif des gouttelettes.

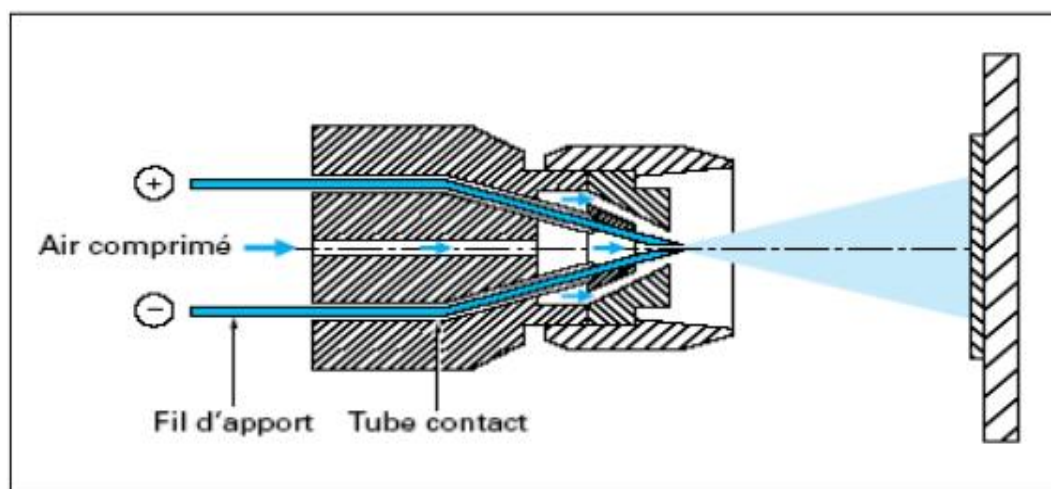


Figure 1.12: Principe de fonctionnement de projection arc-fil [7]

1.4.3/ PROJECTION PLASMA

1.4.3.1/ Principe de la projection plasma

C'est cette technique qui a été utilisée pour déposer nos échantillons, elle utilise comme source thermique un arc électrique de forte intensité (plusieurs centaines d'ampères) éclatant entre deux électrodes, dans un plasma gazeux, initié par une décharge haute

fréquence en général. Le flux gazeux, ainsi porté à très haute température (15000 à 20 000 °C), est étranglé dans une tuyère, et s'échappe de la buse à vitesse élevée de 1000 à 1500 m/s. C'est à l'intérieur de ce jet de plasma à haute énergie que l'on injecte le matériau d'apport sous forme de poudre véhiculée par un gaz porteur, généralement de l'argon. Les particules sont fondues et transportées par ce jet de gaz sur le substrat [7, 13, 14]. L'efficacité du procédé de projection plasma (voir principe à la figure 1.13) et les caractéristiques des dépôts obtenus sont également fortement influencées par les propriétés de la poudre injectée. La densité des poudres injectées influe sur leur accélération et sur leur échauffement dans le flux plasma : les poudres compactes sont plus favorables au transfert de chaleur que les poudres peu denses.

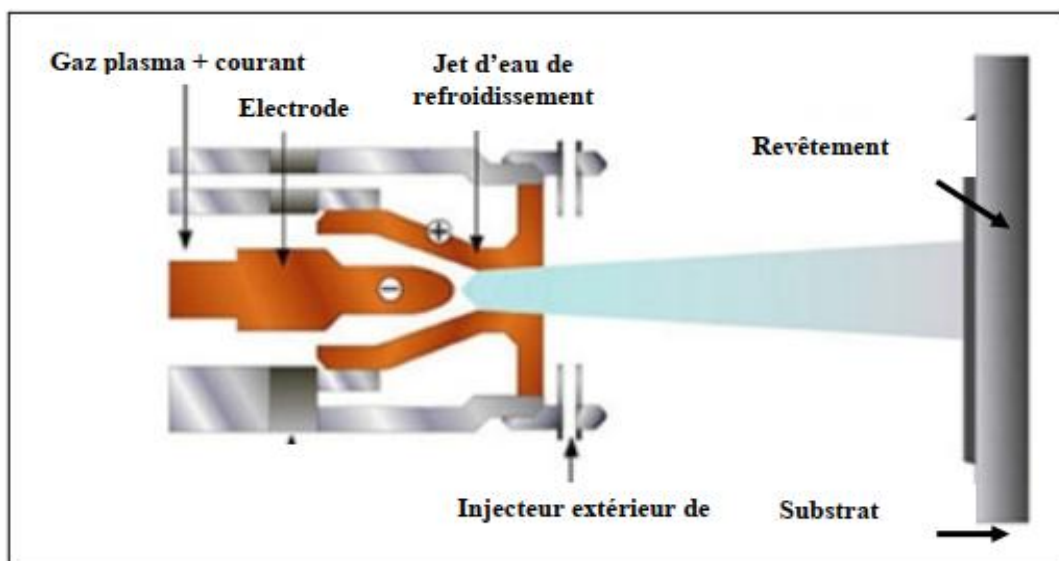


Figure 1.13: Principe de fonctionnement de projection plasma [18]

Le plasma est considéré comme 4ème état de la matière. C'est un gaz ionisé constitué d'une collection des molécules, atomes, ions et électrons dont l'ensemble est électriquement neutre [7, 15].



C'est un gaz ionisé constitué de molécules, d'atomes, d'ions et d'électrons, l'ensemble étant électriquement neutre. Un plasma Ar/H₂ sera ainsi constitué des espèces suivantes :

Ar, H, H⁺, Ar⁺, e⁻.

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

- Une source de puissance (générateur à courant continu)
- Une décharge ionisant le gaz (générateur haute fréquence ou haute tension)

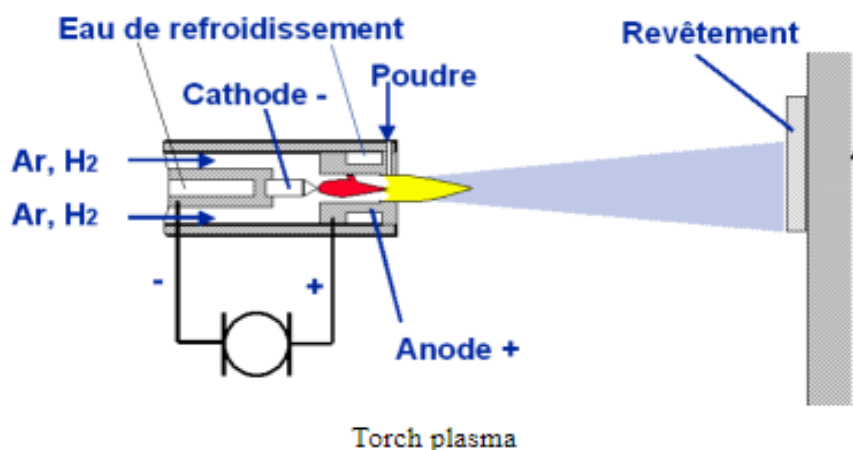
- Un couplage assurant le contact entre deux électrodes via le gaz plasma

Pour la projection thermique, deux propriétés conditionnent vitesse et température des particules projetées :

- la conductivité thermique qui détermine les transferts plasma-particules et donc l'état de fusion des particules lors de leur impact sur le substrat.
- la viscosité qui permet de diminuer les entrées d'air dans le jet plasma, d'augmenter la longueur du jet et d'éviter les réactions chimiques des particules (oxydation en particulier).

1.4.3.2/ Projection plasma atmosphérique (APS/SPS)

Une torche de projection plasma à courant continu est utilisée comme une source d'énergie et de quantité de mouvement pour fondre et projeter des poudres sur un substrat. Un arc à fort courant électrique est créé dans une tuyère cylindrique servant d'anode où circulent des gaz plasmagènes, produisant un plasma thermique à forte valeur d'enthalpie. Les variations d'enthalpie sont principalement dues à la chaleur libérée par l'ionisation des différents gaz Ar, He et H₂. A l'intérieur du plasma, les particules sont chauffées, fondues tout en étant accélérées pour être déposées sur un substrat. Le dépôt est formé d'un empilement de lamelles résultant de l'écrasement et de la solidification de particules projetées [12] (voir la figure 1.14).



La figure 1.14 : Projection au plasma atmosphérique (APS) [12]

1.4.3.3/ Projection plasma sous basse/très basse pression (VPS/VLPPS)

Le principe est le même que la projection atmosphérique conventionnelle avec l'utilisation d'une torche à plasma mais qui est placée dans une enceinte confinée et étanche où la pression peut être diminuée et où l'air peut être remplacé par un gaz inerte (argon). Dans le cas de la projection VPS (Vacuum Plasma Spraying) les pressions de travail sont de 3 à 30 kPa. Pour la projection VLPPS elles sont inférieures à 1 kPa.

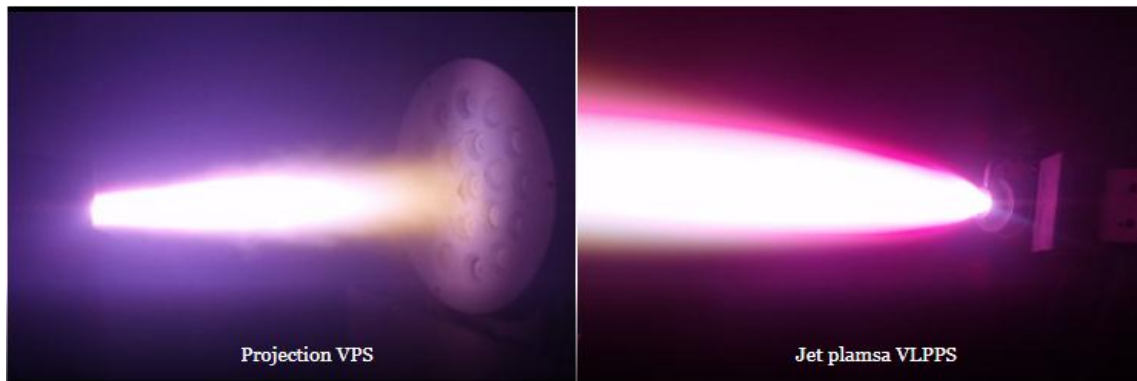


Figure 1.15 : opération de projection plasma VPS/ VLPPS [12]

Le milieu neutre est associé à l'atmosphère contrôlée en oxygène et en pression ce qui permet d'obtenir des dépôts exempt d'oxydes. La forte détente des gaz dans le divergent de la torche (différence de pression entre le col de la tuyère et la chambre) résulte en une accélération de l'écoulement du plasma, et par conséquent des particules, ce qui permet de réaliser des dépôts très denses. Le préchauffage des pièces peut être réalisé sans risque d'oxydation de la surface, ce qui augmente le phénomène de diffusion, diminue les contraintes résiduelles et améliore la qualité de l'interface entre les matériaux du substrat et du dépôt. Ce procédé présente aussi comme avantage l'augmentation de la densité d'énergie du plasma qui favorise les échanges thermiques et permet à très basse pression de vaporiser certains métaux [12].

1.4.3.4/ Les paramètres influençant de la projection plasma

La morphologie et les propriétés des dépôts dépendent de nombreux paramètres expérimentaux, comme le schématise la figure 1.16, relatifs principalement à :

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

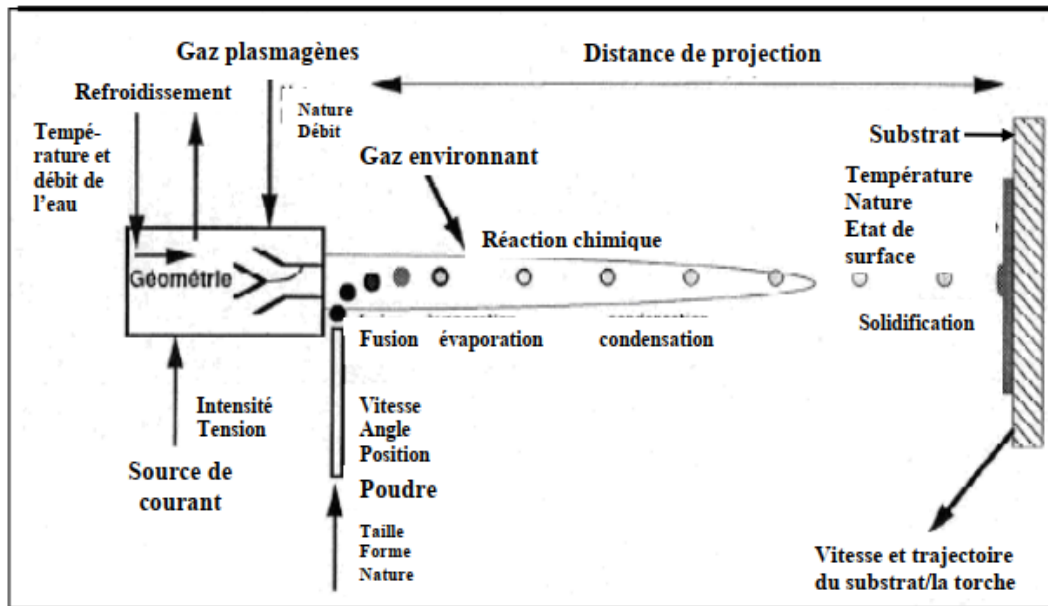


Figure 1.16: Représentation schématique des différents paramètres influençant la projection plasma [16]

Le tableau 1.1 résume les caractéristiques des différents procédés de projection thermique.

| Caractéristiques des différents procédés de projection thermique | | | | | |
|--|-------------------|----------------|------------|----------|--------------------|
| Caractéristiques | Projection flamme | Arc électrique | plasma | HVOF | Canon à détonation |
| Température de flamme (°C) | 3 000 | 6 000 | 12 000 | 3 000 | 3 000 |
| Vitesse des particules (m/s) | 40 à 150 | 250 | 200 | 700 | 950 |
| Taux horaire de dépôt (Kg/h) | 1 à 20 | 5 à 30 | 1 à 4 | 3 à 5 | 3 à 5 |
| Rendement moyen (%) | 50 à 70 | 80 | 70 | 70 | 70 |
| Taux de porosité (%) | 10 à 20 | 8 à 15 | 1 à 10 | 0.5 à 2 | 0.5 à 2 |
| Force d'adhérence (MPa) | 20 à 40 | 40 | 30 à 70 | 50 à 80 | 50 à 80 |
| Épaisseur déposée (mm) | 0.1 à 1.5 | 0.2 à 3 | 0.05 à 1.5 | 0.05 à 1 | 0.05 à 1 |

Tableau 1.1 : Caractéristiques des différents procédés de projection thermique [8]

1.4.4/ LA PROJECTION THERMIQUE A FROID (COLD SPRAY)

Cette technique, communément appelée «cold spray», consiste à accélérer le matériau sous forme de poudre à une vitesse supersonique pour obtenir une déformation suffisante à l'impact sur le substrat afin de permettre la formation d'un revêtement. Sa particularité réside dans la faible température des gaz porteurs, inférieure dans certains cas à 600 °C, ce qui permet au matériau de rester à l'état solide.

Ce procédé permet d'éliminer ou de minimiser les effets néfastes communs aux techniques traditionnelles de projection thermique, tels que l'oxydation à haute température, l'évaporation, la recristallisation, les contraintes résiduelles. Les dépôts réalisés peuvent avoir des épaisseurs comprises entre 10 μm et 10 mm. Cette technique permet de conserver la structure initiale de la poudre et d'obtenir des dépôts denses avec très peu d'impuretés. La déformation à grande vitesse des particules au moment de l'impact permet d'obtenir des dépôts de grande compacité. De plus, les poudres résiduelles peuvent être réutilisées. Cette technique de dépôt se limite aux métaux et alliages ductiles comme Zn, Sn, Ag, Cu, Al, Ti, NiCr, CuAl... ainsi qu'aux polymères ou mélanges supérieurs à 50 % de matériaux ductiles et de métaux cassants ou céramiques. Les substrats doivent être suffisamment résistants pour supporter la projection de particules solides à haute vitesse sans subir de déformations excessives.

Cette technologie est principalement utilisée pour résoudre les problèmes de corrosion, d'usure ou de conductivité électrique, avec des applications dans de nombreux domaines tels que le biomédical, l'aérospatial, la chimie ou l'électronique. A titre d'exemple, la conductivité électrique des dépôts de cuivre obtenus par ce procédé atteint 90 % de celle du métal massif, ce qui est très supérieur aux 50 % obtenus par les procédés classiques de projection à la flamme ou HVOF [8].

1.5/ STRUCTURE ET CARACTERISTIQUES DES DEPOTS

Les dépôts obtenus par projection thermique possèdent une structure lamellaire et une porosité comprise entre 1 % et 25 % suivant les procédés et matériaux utilisés. La porosité provient soit de microcavités dues à un empilage imparfait des gouttelettes, soit de gaz emprisonnés lors de la solidification du revêtement. Par exemple, la figure 1.17 montre schématiquement la structure d'un revêtement déposé par projection plasma.

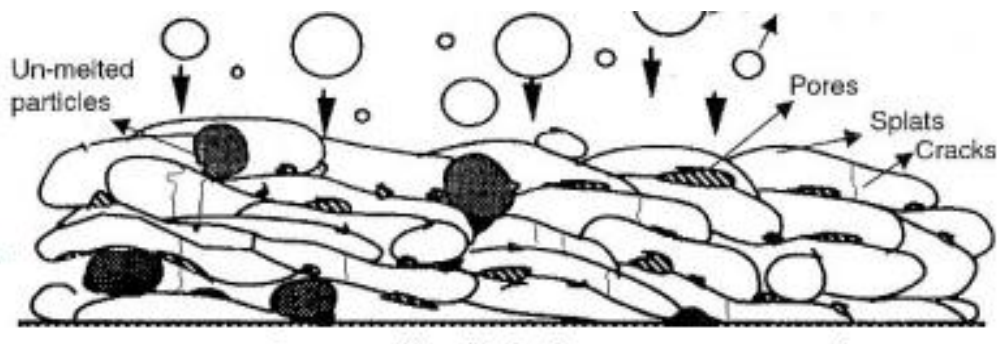


Figure 1.17: Structure d'un dépôt obtenu par projection plasma [17]

La porosité est une propriété parfois utile (par exemple, pour certaines utilisations en tant que barrières thermiques), mais le plus souvent, elle doit être la plus faible possible (les revêtements devant être denses pour résister à l'usure). Elle peut être éliminée ou fortement réduite par un colmatage ou un traitement thermique.

La composition et la structure métallurgique du dépôt peuvent être différentes de celles du matériau de départ en raison de divers phénomènes pouvant se produire lors de la projection : oxydation, décarburation, vaporisation, déposition inégale des différents constituants dans le cas de mélange. En raison de la très grande vitesse de refroidissement des particules au contact du substrat, la structure métallurgique du revêtement est du type trempée, généralement à phase unique. La structure métallurgique du matériau d'origine peut ainsi se trouver modifiée avec, par exemple, le cas de l'alumine projetée sous la forme alpha qui se retrouve en phase gamma dans le dépôt. La couche déposée peut être fissurée en raison de l'existence de gradients thermiques importants apparaissant lors de l'élaboration du dépôt. La température du substrat étant plus faible que celle des particules, elle induit des contraintes supérieures à la limite à la rupture du dépôt. Des contraintes résiduelles apparaissent alors dans le revêtement et au niveau de l'interface dépôt/substrat. Leur effet sur la qualité des dépôts est non négligeable car elles peuvent provoquer une dégradation rapide de celui-ci et affecter l'adhérence et/ou la cohésion des dépôts et la résistance au frottement par écaillage et par fissuration. Une partie d'entre elles peut être accommodée par la plasticité du matériau à température élevée. Les performances des revêtements obtenus par projection thermique sont fonction de leur composition chimique et également de leur microstructure et des contraintes résiduelles. Ces propriétés sont directement reliées aux types de procédés utilisés et aux paramètres de dépôt tels que la granulométrie et la morphologie de la poudre, l'angle de déposition, le flux de gaz, la distance entre la torche et le substrat, le taux de déposition, la vitesse de refroidissement...

Les effets non souhaités du revêtement sur les caractéristiques et performances du substrat doivent également être pris en compte. Par exemple, le revêtement peut rendre la pièce sensible à la corrosion en favorisant l'apparition de piqûres, en raison de la présence de porosités interconnectées, ou en créant un couple galvanique avec le substrat. La forme des pièces est également un paramètre important pour la qualité des dépôts. Les angles pouvant être recouverts sont fonction de la vitesse des particules. Les procédés à haute vitesse peuvent permettre de recouvrir des angles plus faibles que ceux utilisant une vitesse de particules moins importante.

Un traitement thermique est souvent appliqué au dépôt après la projection afin d'améliorer l'adhérence, de modifier la structure métallurgique ou de relaxer les contraintes résiduelles [8]. Le tableau 1.2 présente quelques paramètres importants intervenants dans la qualité finale d'un revêtement.

1.6/ REVETEMENTS NANOSTRUCTURES PAR PROJECTION THERMIQUE

Des dépôts nanostructurés obtenus par projection thermique sont développés afin d'obtenir des revêtements de hautes performances conçus pour favoriser des caractéristiques spécifiques :

- ✓ Plus grande résistance aux nombreux types d'usure
- ✓ Augmentation de l'adhérence
- ✓ Amélioration de la biocompatibilité
- ✓ Amélioration de la résistance aux chocs thermiques et réduction de la conductivité thermique
- ✓ Meilleur fini des surfaces et facilité d'usinage
- ✓ Uniformité et reproductibilité améliorées [19]

1.7/ PRINCIPAUX DOMAINES D'APPLICATION

- ✓ Frottement (glissement et anti-glissement), résistance à l'abrasion, à l'usure
- ✓ Barrière thermique, conductivité thermique
- ✓ Résistivité électrique
- ✓ Anti-corrosion
- ✓ Anti-adhérence
- ✓ Multicouches, gradients
- ✓ Matériaux composites, implantation de composés fragiles dans la matrice du dépôt
- ✓ Abradables
- ✓ Rechargement de dépôts
- ✓ Mise en forme de pièces [12]

Par exemple, nous présentons ci-dessous quelques applications industrielles.

- ✓ Freins et embrayages de moteurs électriques
- ✓ Segments de voitures ou prothèses médicales
- ✓ Barrières thermiques dans des chambres de combustion, sur des pistons
- ✓ Remplacement des chemises dans les cylindres d'un moteur automobile [12]

1.8/ CONCLUSION

Sous l'expression « projection thermique » on retrouve donc un grand nombre de techniques qui permettent de déposer les revêtements de qualité variable. Un revêtement sera développé pour ses propriétés physiques telles que sa grande dureté, sa capacité à résister aux attaques chimiques ou à être biocompatible.

Toutefois, il est indispensable de connaître l'adhérence du revêtement sur le substrat et de pouvoir la quantifier rapidement et de façon fiable. Les méthodes utilisées pour l'estimer sont présentées dans les suivantes chapitres.

| Influence des paramètres de projection thermique | |
|--|---|
| Paramètres | Pistolet à la flamme |
| Débit des gaz | Un excès d'oxygène augmente l'oxydation du dépôt, donc sa dureté et réduit sa résistance mécanique (flamme oxydante). |
| Pression des gaz | Une pression trop forte des gaz augmente les pertes de métal donc toutes les consommations. |
| Diamètre du fil ou du cordon | Un diamètre de fil ou de cordon plus grand augmente le grain du dépôt et les pertes. |
| Vitesse du fil ou du cordon | Trop grande, elle augmente la cadence et la grosseur du grain ; trop faible, elle augmente l'oxydation du dépôt. |
| Pression de l'air (vecteur de projection) | Son accroissement diminue la grosseur du grain, mais augmente l'oxydation du dépôt. |
| Distance de projection | - Trop faible, elle crée des turbulences, des pertes et des défauts d'adhérence. - Trop grande, elle augmente le refroidissement des grains et entraîne une mauvaise adhérence. |
| Angle de projection | La projection oblique augmente les pertes et diminue l'adhérence. |
| Vitesse de balayage | Trop rapide, elle augmente les pertes de métal. Trop lente, elle donne des épaisseurs de dépôt irrégulières et élève la température du support. |
| Refroidissement | - Trop rapide, il génère le délaminage des couches. - Trop lent, il entraîne une surchauffe et donc une augmentation de l'oxydation du dépôt. |
| Paramètres | Projection à l'arc électrique |
| Tension électrique à l'arc | - Elle doit être constante pour chaque métal projeté. Une baisse de 1 ou 2 volts entraîne le décrochage de l'arc et rend la projection irrégulière, voire impossible. - Les gouttelettes peuvent alors faire place à de petits morceaux de fils projetés. - L'élévation de l'intensité augmente la vitesse du fil, la grosseur du grain et surchauffe le dépôt. |
| Autres paramètres | Les autres paramètres tels que pression de l'air, distance et angle de projection, ou vitesse de balayage ou rotation, influent de la même façon que dans le cas d'un pistolet à flamme. |
| Paramètres | Projection plasma |
| Granulométrie des Poudres | Elle influe directement sur la porosité ou la compacité du dépôt. Plus fine, elle donne un revêtement moins poreux. |
| Débit des poudres | Il doit être aussi régulier que possible. Son élévation augmente la porosité du dépôt et les particules sont mal fondues. |
| Nature des gaz du plasma | Un gaz neutre comme l'argon ou l'hélium permet un dépôt peu ou pas oxydé, alors qu'un plasma d'azote peut entraîner un phénomène de nitruration du dépôt. |
| Température du plasma | Son élévation augmente la vitesse du jet de plasma, donc celle des particules et permet des revêtements plus compacts. |
| Autres paramètres | L'influence des paramètres classiques reste identique à ceux décrits ci-dessus. |

Tableau 1.2 : Influence des paramètres d'une projection thermique par Pistolet à la flamme - arc électrique – plasma [18]

CHAPITRE 2

ETUDE DE L'ADHERENCE

2.1/ INTRODUCTION

Pour aborder les phénomènes de liaison entre un revêtement et son substrat, on distingue deux notions différentes : l'adhésion et l'adhérence [20].

Il convient de différencier les deux mots français « adhérence » et « adhésion » qui se traduisent tous les deux par le mot « adhésion » en anglais mais qui n'ont pas la même signification.

Les propriétés d'usage d'un composite revêtement/substrat dépendent des caractéristiques intrinsèques des différentes zones qui le constituent et notamment de l'interface couche-substrat. En effet, cette interface est souvent ressentie comme un point faible dans cette chaîne. Elle conditionne la tenue mécanique du système. Or, la fonctionnalité recherchée dans un tel composite ne peut être assurée que si, sous une sollicitation mécanique externe ou sous l'effet de contraintes résiduelles, le revêtement reste adhérent au substrat qu'il doit recouvrir et protéger. L'adhérence dépend de l'ensemble des phénomènes et des mécanismes qui maintiennent liés les composants macroscopiques et régissent la résistance à la rupture d'une interface.

2.2/ NOTION D'ADHERENCE

2.2.1/ Adhésion

L'adhésion peut être définie comme l'ensemble des interactions physico-chimiques qui se produisent lors de la mise en contact de deux matériaux. Ces interactions surviennent uniquement lorsque le contact est intime, c'est à dire lorsque les matériaux sont suffisamment proches ($<0.5\text{nm}$) [21]. Elles provoquent ainsi une résistance mécanique à la séparation.

L'énergie d'adhésion peut être définie comme l'énergie nécessaire à la séparation donc la somme de l'ensemble des interactions à l'interface. Parmi elles, les phénomènes de liaisons interatomiques chimiques, qui comprennent les liaisons métalliques, ioniques et covalentes, puis physiques, représentées par les liaisons de Van der Waals, sont à prendre en compte. Puis, des interactions peuvent être formées par diffusion. Pour le couple métal / métal, ce

phénomène peut aboutir, lorsque l'énergie apportée est suffisante, à la formation de phases intermédiaires dans la zone de transition. L'interface disparaît alors au profit de la formation d'une zone inter-faciale. L'inter-diffusion tend de manière générale à améliorer l'adhésion entre les matériaux [22, 23]. Le phénomène de diffusion peut également s'étendre au couple oxyde / métal ; le couplage des liaisons engendrées reste néanmoins difficilement compréhensible [24].

2.2.2/ Adhérence

L'adhérence est la quantité d'énergie à fournir pour désolidariser deux matériaux ou deux parties d'un matériau monolithique. Cette énergie vise à contrer les liaisons interatomiques de la diffusion, de l'ancrage mécanique ainsi qu'à combler les pertes dues aux déformations plastiques lors des essais d'adhérence.

L'ancrage mécanique, caractérisé par la pénétration des particules dans le substrat dans une zone généralement à une amélioration de l'adhérence. Cette dernière résulte en effet de l'accroissement de l'énergie mécanique due à la déviation de la rupture sur les inégalités de l'interface.

L'inter-diffusion, dont le résultat produit une zone de transition, favorise l'adhérence et élève la quantité de l'adhérence. L'amélioration de la quantité de l'adhérence lors de la formation de composés intermétalliques est en revanche controversée. Plus fragiles que les matériaux initiaux, ils peuvent en effet l'améliorer [25, 26, 27, 28] ou au contraire la détériorer [23, 29].

L'adhérence peut donc être qualifiée de grandeur macroscopique qui englobe entre autres les effets microscopiques donc l'adhésion elle-même. L'énergie d'adhérence, égale à la somme de l'énergie d'adhésion et de l'énergie de déformation des différentes pièces, reste donc supérieure à l'adhésion et représente la seule grandeur accessible expérimentalement et numériquement [30,31]. En effet, lors des essais d'adhérences, la matière autour de l'interface est nécessairement déformée plastiquement. L'essai d'adhérence par choc laser ne déroge pas à cette règle. Ce seront donc les niveaux d'adhérence qui seront estimés dans la suite.

Plusieurs mécanismes interviennent sur l'adhésion tels que : la diffusion, les réactions chimiques, les forces électrostatiques, l'accrochage mécanique, etc....

Cependant, pour les revêtements réalisés par projection plasma, l'adhérence est générée essentiellement par deux types de liaisons [32] :

- l'accrochage mécanique,
- les liaisons physico-chimiques à différentes échelles.

En considérant la solidification rapide des particules, leur vitesse de refroidissement et la microstructure lamellaire des dépôts, l'accrochage mécanique semble être le mécanisme principal qui engendre l'adhérence [33]. Le comportement mécanique du dépôt et en particulier l'adhésion dépend de la morphologie des particules écrasées, du contact entre les lamelles ainsi que de la rugosité du substrat.

Dans le cas de fortes pressions de contact, les revêtements peuvent être confrontés au risque de délaminage (ou décollement) à l'interface. Ce risque est d'autant plus grand que les contraintes de cisaillement sont élevées dans la zone de l'interface. La mesure de l'adhérence est donc de très haute importance pour l'amélioration des procédés puisqu'elle va permettre de comparer valablement l'action des différents paramètres d'élaboration.

L'adhérence caractérise la résistance à la rupture d'une interface entre revêtement et substrat pour un échantillon revêtu. De nombreux essais différents ont été mis en œuvre pour caractériser l'adhérence. Généralement, on applique une action mécanique croissante jusqu'à la séparation du revêtement de son substrat. Pourtant ces essais ne rendent généralement pas bien compte du phénomène de délaminage interfacial [34].

Pour le plus grand nombre parmi la centaine d'essais qui ont été imaginés pour rendre compte de l'adhérence des revêtements épais, le résultat est exprimé par la résistance à la rupture de la cohésion de l'ensemble substrat revêtement [35]. Homogène à une contrainte, cette mesure est spécifique à chaque essai et ne peut généralement pas être comparée aux résultats obtenus par les autres essais.

L'adhérence et l'adhésion sont donc deux notions différentes mais complémentaires. L'adhérence caractérise la tenue d'un ensemble de deux matériaux maintenus solidaires par adhésion.

A l'aide d'un exemple très simple, il est possible de proposer une définition de l'énergie d'adhésion: si l'on considère deux corps A et B initialement distincts et possédant respectivement les énergies libres de surface Y_A et Y_B , le rapprochement de A et B par la

surface S correspond à une diminution de l'énergie libre du système. Cette énergie libre devient [36]:

$$\gamma_{AB} = \gamma_A + \gamma_B - W \dots [36]$$

Où W représente le travail, par unité de surface, nécessaire pour séparer réversiblement les deux corps A et B. " W " est, par définition, l'énergie d'adhésion (voir la figure 2.1).

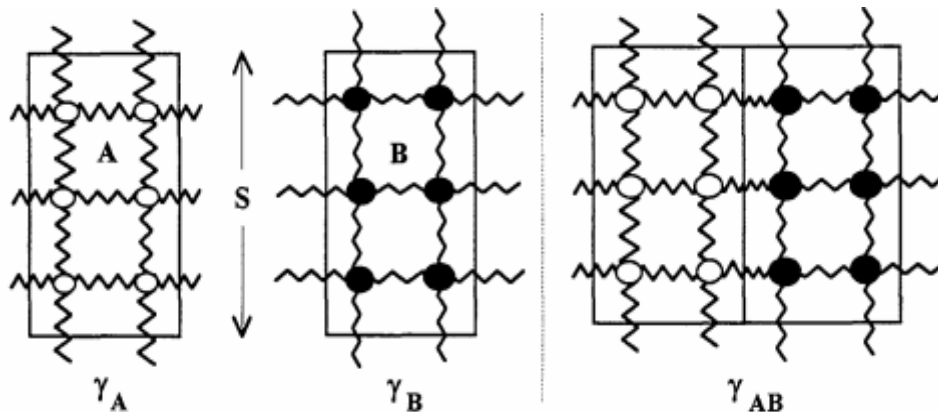


Figure 2.1 : Energies libres de surface [37]

2.2.3/ Les enjeux de la mesure de l'adhérence

Nous avons vu dans le chapitre précédent que la projection thermique est une technique qui permet de créer un revêtement dans le but de modifier les propriétés mécaniques superficielles d'une pièce. On cherchera donc à créer un revêtement dont l'objectif sera exprimé dans le cahier des charges du traitement de surface demandé. L'adhérence, bien que ne faisant pas partie directement des propriétés désirées, est un paramètre essentiel dans la fiabilité du revêtement déposé. En effet, à quoi servirait le revêtement le plus performant possible s'il se détachait du substrat au premier cycle de chargement subi ? Le projecteur devra donc s'attacher à créer des revêtements fortement adhérents spécialement dans le cas de pièces soumises à des chargements élevés.

Il convient donc ensuite de pouvoir déterminer l'adhérence des revêtements, avec des techniques simples, rapides et fiables [38].

2.2.4/ Comment déterminer l'adhérence ?

L'adhérence peut être appréciée de plusieurs manières par exemple en termes de force ou en terme de travail. Selon Rickerby, la mesure doit remplir idéalement un certain nombre de critère. Elle doit :

- être non destructive ;
- être facilement adaptable à des essais systématiques sur des pièces de géométrie complexe ;
- être relativement simple à réaliser et à interpréter ;
- permettre une standardisation et une automatisation ;
- être reproductible ;
- être directement reliée à la fiabilité du revêtement dans son utilisation spécifique [38].

2.3.1/ ADHESION PHYSICO-CHIMIQUE

Ce modèle postule que l'adhésion entre deux corps a pour cause la création de liaisons physico-chimiques à l'interface.

En général, les auteurs distinguent deux types de liaison physico-chimique: les liaisons interatomiques et les liaisons intermoléculaires. Les liaisons intermoléculaires sont principalement les liaisons de type Van der Waals.

Elles sont dues aux interactions électromagnétiques produites par la fluctuation continue des électrons à l'intérieur d'une molécule. Les liaisons intermoléculaires correspondent à des forces d'attraction entre les molécules, elles possèdent une faible énergie de liaison. Les liaisons intramoléculaires ou interatomiques sont, parmi les plus importantes, la liaison ionique, la liaison covalente et la liaison métallique.

A l'échelle de l'atome, elles correspondent à des interactions à courte distance et possèdent donc une forte énergie de liaison.

L'électrodeposition du laiton permet, par exemple, d'obtenir une liaison chimique entre le cuivre et le caoutchouc par l'intermédiaire du soufre. L'adhésion est alors due à la création de liaisons polysulfures entre le cuivre et l'élastomère réticulé au soufre [39]. La liaison chimique est également mise en jeu dans le mécanisme de pontage par des agents de

couplage. C'est le cas, par exemple, des silanes utilisés pour le collage de verres [40]. Carré et Schultz [41] ont montré que l'énergie de rupture augmente avec la longueur du couplage chimique et avec le nombre des liaisons inter-faciales. La liaison hydrogène résulte de l'attraction d'un atome d'hydrogène, légèrement chargé positivement, par les doublets électroniques libres d'un élément par conséquent très électronégatif tel que O, N, F, Cl, ... La liaison hydrogène permet, par exemple, d'expliquer la cohésion de l'eau.

La liaison hydrogène ainsi que les liaisons ionique et covalente sont appelées, par certains auteurs [42,43], liaisons acido-basiques. L'étude faite par Fowkes en 1987 met en évidence l'influence des interactions acido-basiques pour l'adsorption de polymères considérés comme basiques (PMMA) ou acides (PVC) sur des surfaces de silice (acide) ou de carbonate de calcium (basique). L'auteur montre qu'aucune adsorption d'un polymère basique n'apparaît sur une surface basique alors qu'une adsorption forte existe entre un polymère acide et une surface basique, d'une part, et entre un polymère basique et une surface acide d'autre part.

Si les liaisons acido-basiques conditionnent fortement la valeur de l'angle de mouillage, il faut noter, à aire interraciale constante, que le volume de la goutte influe aussi sur l'angle de contact. Celui-ci peut prendre une valeur comprise entre deux valeurs limites définies par Lavielle [44].

De plus, la rugosité ou l'hétérogénéité des surfaces peuvent induire une hystérèse de l'angle de contact [45,46]. Les liaisons physico-chimiques ne peuvent donc, à elles seules, expliquer l'adhésion entre deux corps et d'autres modèles doivent être utilisés.

2.3.2/ ADHESION MECANIQUE

Le modèle de l'adhésion mécanique trouve son origine dans les travaux de Mac Bain publiés en 1926 [47]. Selon ce modèle, l'adhésion dépend de la pénétration et de l'ancrage d'un matériau dans les pores et sur les aspérités du substrat. La porosité et la rugosité sont, dans ce modèle, des facteurs favorables à l'adhésion puisqu'ils permettent d'augmenter l'aire interraciale et de multiplier les aspérités. Pour un couple donné de matériaux, [48] l'adhésion augmente avec le produit. Cependant, lorsque la rugosité dépasse une certaine valeur, les particules fondues ne parviennent plus au fond des aspérités. Dans ces conditions, l'adhésion diminue parce que l'aire interraciale décroît et parce que les parties non mouillées constituent des amorces de rupture par effet d'entaille.

La (figure 2.2) montre, de façon schématique, une rugosité et un espacement entre aspérités permettant un excellent contact entre la particule et le substrat, et favorisant ainsi une bonne adhésion par accrochage mécanique [49].

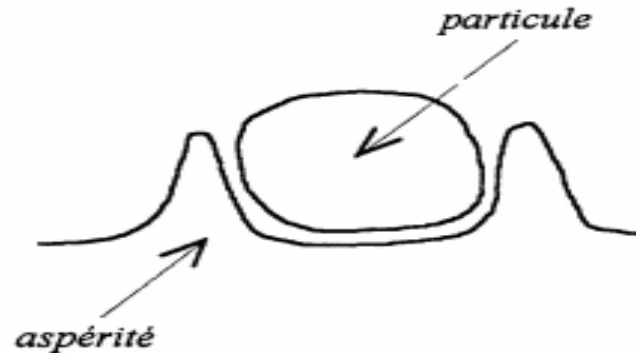


Figure 2.2 : Rugosité et espacement types [49]

La théorie de l'adhésion par accrochage mécanique s'applique parfaitement aux revêtements déposés par projection thermique. L'adhésion est encore renforcée par les contraintes de compression résultant du sablage de la surface du substrat, avant projection. Localement, il faut également tenir compte des différentes forces physico-chimiques de liaison décrites précédemment et, éventuellement, d'autres facteurs plus spécifiques tels que les phénomènes de diffusion [50,51].

2.4/ ADHESION PAR DIFFUSION

Cette théorie est généralement utilisée pour expliquer l'auto-adhésion ou l'adhésion entre deux matériaux macromoléculaires, par inter-diffusion des molécules des plans superficiels. Pour ces matériaux, en l'absence de composé défini, l'inter-diffusion se traduit par la création d'une zone de transition, hétérogène, appelée interphase ou interface épaisse.

Pour des polymères thermo-plastiques, Kaush [52, 53] a montré que l'auto-adhésion est contrôlée par la diffusion puisque l'énergie de rupture est proportionnelle à la racine carrée de la durée du contact. Plus récemment, De gennes [54] a proposé le concept de reptation pour décrire l'interpénétration des zones en contact, la diffusion s'effectuant essentiellement par les extrémités des chaînes macro-moléculaires.

Nous avons choisi de limiter notre recherche aux théories de l'adhésion parmi les plus utilisées. Nous pensons qu'elles suffisent pour expliquer le processus d'adhésion d'un

revêtement projeté thermiquement. (La figure 2.3) schématise les différents phénomènes décrits précédemment et susceptibles d'apporter leur contribution à l'adhésion du revêtement.

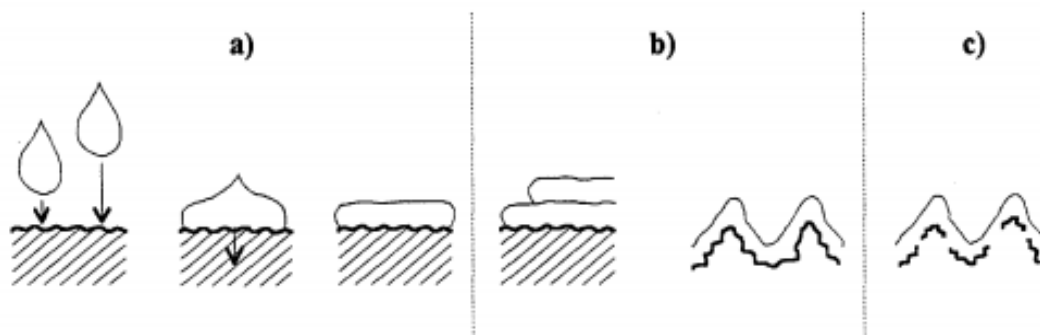


Figure 2.3 : Schéma du processus d'adhésion d'un revêtement projeté thermiquement [54]

- a) Etablissement du contact fonction des différentes forces physico-chimiques de liaison
- b) Accrochage mécanique
- c) Adhésions spécifiques

2.5/ ANCORAGE MECANIQUE

La rugosité du substrat est considérée comme un paramètre déterminant pour l'adhérence des revêtements. D'une part, son accentuation permet une pénétration du dépôt dans les aspérités du substrat et un emboîtement des deux matériaux. Ce phénomène, qui est souvent désigné par le terme vague d'"ancrage mécanique", conduit à une augmentation de l'adhérence des revêtements. L'adhérence par ancrage mécanique peut résulter plus précisément de l'accroissement de l'énergie mécanique dû à la déviation de la rupture sur les irrégularités de l'interface au cours de l'essai d'adhérence. Dans le cas de revêtements obtenus par projection, l'ancrage mécanique peut également résulter de la contraction des particules lors de leur refroidissement (Figure 2.4). La contraction se trouve, en effet, contrariée par la rugosité du substrat, conduisant ainsi à un accrochage des particules. La meilleure adhérence des dépôts réalisés sur des substrats rugueux peut également être issue d'une augmentation de l'aire de contact qui permet de multiplier le nombre de sites favorables à la formation de liaisons [55].

La pénétration par capillarité de particules liquide dans les pores et entre les aspérités des surfaces en contact et la solidification ultérieure de ces particules crée un ancrage mécanique. L'augmentation de la surface réelle de contact et l'accroissement concomitant du nombre de liaisons interfaciales permettent d'expliquer la forte adhésion constatée et l'accroissement de la résistance au cisaillement du dépôt dans le plan de l'interface.

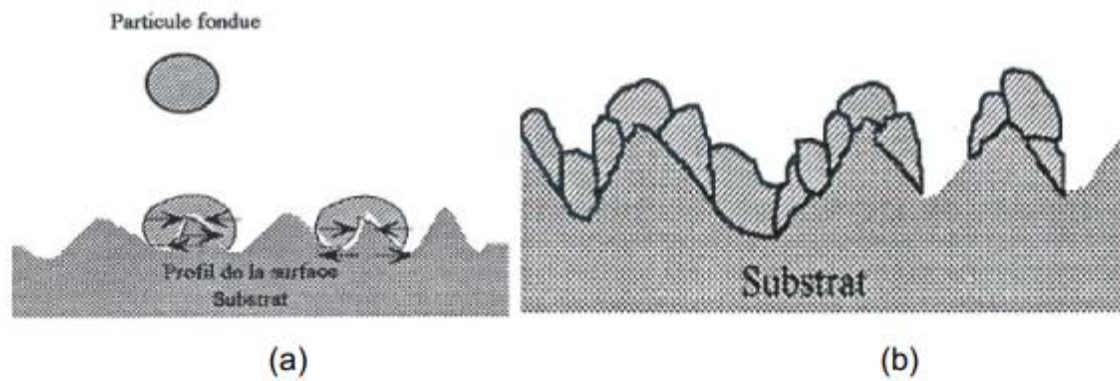


Figure 2.4: L'adhésion mécanique sur un substrat [55]

2.6/ THEORIE DU MOUILLAGE OU MODELE THERMODYNAMIQUE

La théorie établie par Sharpe et Schonhom [56], il est possible d'examiner son formalisme à partir de l'exemple d'un liquide, sous la forme d'une goutte, en contact avec la surface plane d'un solide, en présence d'une phase vapeur (voir la figure 2.5).

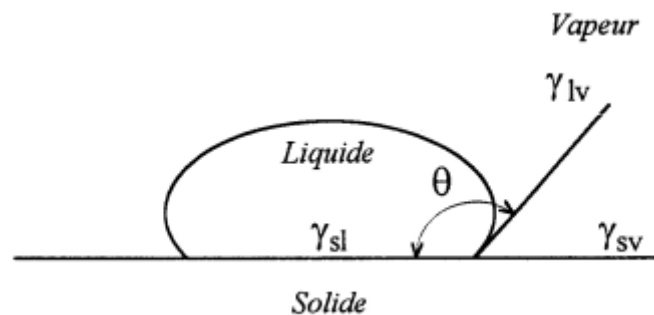


Figure 2.5 : Equilibre d'un liquide sur un solide, en présence d'une phase vapeur [56]

L'équilibre de la goutte sur la surface du solide impose que la somme des forces de liaison soit nulle. En assimilant tension superficielle et énergie libre de surface, la condition d'équilibre s'écrit suivant la relation de Young [57] :

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cos \theta \dots [57]$$

γ_{SV} : énergie libre de surface du solide en présence d'une phase vapeur

γ_{SL} : énergie libre inter-faciale solide – liquide

γ_{LV} : énergie libre de surface du liquide

θ : angle de contact

L'énergie d'adhésion, quant à elle, peut être évaluée par le travail d'adhésion exprimé par la relation de Dupré [58] :

$$W = \gamma_{SV} + \gamma_{LV} - \gamma_{SL} \dots [58]$$

La combinaison de ces deux relations conduit à l'expression du travail d'adhésion W en fonction de l'angle de mouillage θ :

$$W = \gamma_{LV} (1 + \cos \theta) \dots [58]$$

Ainsi, pour une énergie libre de surface du liquide (γ_{LV}) donnée, l'adhésion est d'autant plus élevée que l'angle de mouillage θ est petit [59].

L'énergie libre de surface d'un matériau correspond à l'énergie qu'il faut dépenser, toutes choses égales par ailleurs, pour augmenter sa surface de l'unité. L'énergie superficielle dépend donc de la nature des liaisons physico-chimiques qui constituent le matériau. Elle est d'autant plus grande que le niveau d'énergie des liaisons est élevé.

Les liaisons physico-chimiques jouent par conséquent un rôle important dans l'établissement du contact entre un liquide et son substrat, et conditionnent la valeur de l'angle de mouillage. Elles font l'objet de la section suivante.

2.7/ PARAMETRES INFLUENCANT LE MOUILLAGE

2.7.1/ Température

La température influence la mouillabilité en modifiant les paramètres physiques du substrat (masse volumique ou paramètres de maille du substrat) et du liquide. De manière générale, la tension de surface du liquide diminue et le mouillage s'améliore lorsque la température augmente [60].

2.7.2/ Temps

A l'équilibre, le système liquide-solide présente un angle de contact et une tension de surface qui ne doit pas évoluer. Pour atteindre cet état d'équilibre, un délai entre quelques dizaines de secondes à quelques minutes peut être envisagé dans le cas d'un système non réactif. Dans les cas où les processus chimiques sont mis en jeu, on peut envisager un délai de plusieurs minutes ou même de dizaines de minutes. Dans ce dernier cas, des phénomènes de pulsion (θ variant périodiquement avec le temps) ou d'hystérésis peuvent être observés.

2.7.3/ Atmosphère

Les mesures sous vide peuvent être accompagnées de perturbations de la goutte à cause du dégazage provenant soit du substrat, soit des gaz éventuellement inclus dans le plot de métal solide, qui généralement s'éliminent après la fusion. Ces mesures sont donc effectuées sous un gaz neutre. Selon sa pression partielle, son adsorption et sa solubilité dans le liquide, un composant tensioactif de l'atmosphère peut, en fonction de la température, s'adsorber et se dissoudre dans le liquide puis éventuellement réagir avec le solide. Ces processus peuvent provoquer des modifications des tensions superficielles et interfaciales, donc de l'angle de contact. La présence de l'oxygène dans l'atmosphère, par exemple, peut conduire à la formation d'une couche d'oxyde qui confine les métaux liquides ou il se forme un oxyde et avoir les effets d'une impureté, modifiant la nature des interactions entre le liquide et le solide.

2.7.4/ Etat de surface du substrat

Plusieurs auteurs ont étudié l'influence apportée par la rugosité de surface des substrats sur le mouillage des métaux liquides. D'après ces études, la rugosité du substrat est l'une des raisons principales de la disparité des valeurs d'angle de mouillage relevées dans la littérature.

Les surfaces réelles n'étant pas idéalement lisses, elles comportent des défauts topographiques et chimiques qui peuvent constituer des obstacles au libre étalement de la goutte. De manière générale, on constate que pour un liquide non mouillant, une surface polie tend à diminuer l'angle de contact.

2.7.5/ Impuretés du metal

Dans la plupart des cas, les impuretés ont des propriétés tensioactives vis-à-vis de la phase liquide, en modifiant les tensions interfaciales du système solide-liquide. Il a été montré que l'oxygène et le soufre modifient ainsi considérablement la tension de surface du fer. De la même façon, la quantité d'oxygène absorbée dans le cuivre peut modifier sa tension de surface. On notera que la décroissance de la tension de surface ne modifie pas nécessairement l'angle de mouillage [61].

2.8/ CONSTRUCTION DES DEPOTS

Dans le procédé de projection thermique, selon les températures de fusion des particules, relativement à la température de flamme, la particule peut être fondue, semi-fondue ou solide quand elle atteint un substrat ou une surface préenduite. La température de fusion de particules, la distance de pulvérisation et la vitesse jouent un rôle très important pour assurer que toutes les particules affectent le substrat sont dans un état fondu. D'autre part si les particules sont petites ou si elles conduisent la chaleur facilement, alors il est plus facile de réaliser cet objectif [62].

Au commencement, la particule est fondue et propulsée en dehors du pistolet sous forme de sphère; alors, à son premier contact avec le substrat, l'impact crée une onde de choc à l'intérieur de la particule et dans le substrat.

Après impact, la forme de la particule change en lamelle. Les particules arrivent à grande vitesse et s'écrasent sur la surface de substrat à recouvrir, la forme lamellaire est due au transfert de l'énergie cinétique de la particule en énergie d'écoulement visqueux puis en énergie de surface [63].

Après la déformation de la particule, le processus de la solidification commence à l'interface entre la particule et le substrat (ou revêtement précédemment déposé). Cette interface forme le radiateur (perte de la chaleur à travers le substrat). En s'aplatissant et se solidifiant, une particule se lie, plus ou moins, aux aspérités du substrat. La formation des lamelles peut s'accompagner d'un phénomène d'éclaboussure à l'impact et /ou à la fin de la phase d'étalement [62].

Le revêtement présente une structure lamellaire hétérogène (une particule est déjà solidifiée lorsque la suivante arrive au même point) constituée par un empilement de

particules individuelles plus ou moins fondues; comportant éventuellement des oxydes, des microporosités, des fissurations inter et intra lamellaires, des zones de contact entre lamelles et avec le substrat plus ou moins parfaites. La structure lamellaire des dépôts est responsable de l'anisotropie des propriétés mécaniques. La qualité des dépôts projetés dépend essentiellement de l'étalement des lamelles et de la nature du contact entre elles (figure 2.6) [64].

Une lamelle représente la brique principale dans la construction d'un dépôt par projection thermique. La forme et la structure de la lamelle fournissent beaucoup d'informations sur certains propriétés de dépôt, Une bonne compréhension des mécanismes gouvernant l'écrasement et l'étalement des particules est donc indispensable.

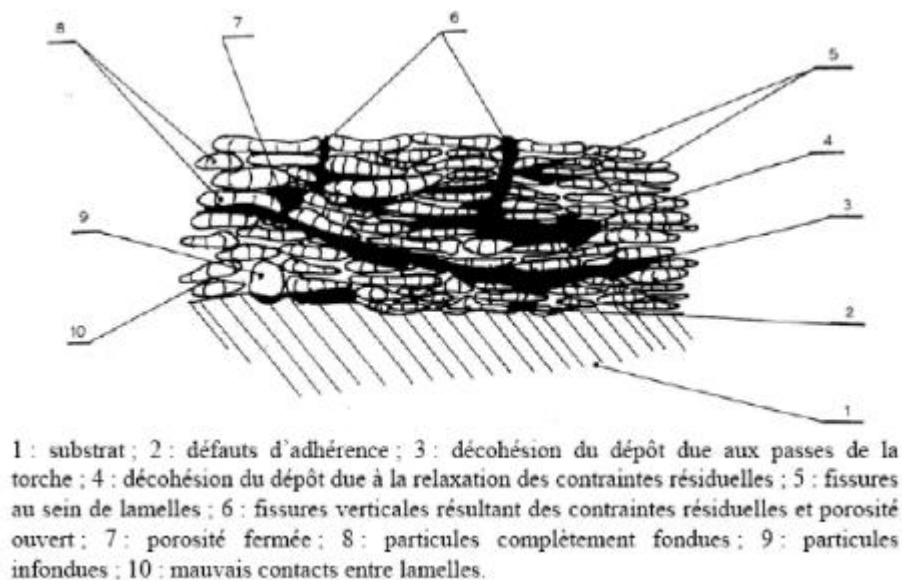


Figure.2.6: Représentation schématique d'un dépôt montrant les défauts possibles dans un dépôt par projection thermique [64]

2.9. PHENOMENES D'OXYDATION

L'étude de la teneur d'oxyde est importante dans les dépôts métalliques réalisés par projection thermique puisqu'ils contrôlent habituellement les propriétés de fonctionnement des matériaux. En général, il y a des traces d'oxydes au sein du dépôt et à l'interface dépôt/substrat.

L'inclusion d'oxydes (qui sont fragiles) dans les dépôts tend généralement à dégrader leurs propriétés, ils présentent des lamelles moins fortement liées, une composition chimique

hétérogène et des contraintes internes résultant de la différence de coefficient de dilatation thermique entre oxydes et métaux. La force d'adhérence avec le substrat et la ductilité (fissures dans la couche) est réduite en présence d'oxydes. D'autre part, l'oxydation des couches n'est pas toujours nuisible. Par exemple quand l'oxydation des couches WC-Co17 déposées par HVOF est bien douce, la dureté du dépôt augmente 60 à 75 % (de 850 à 1500 Hv), comparé au matériau WC-Co17 aggloméré. Les contraintes résiduelles sont un problème difficile à cerner dans les couches oxydées, parce que la force de rupture et la ductilité des couches sont diminuées [65].

Le contenu d'oxyde dans le dépôt dépend de la technique de pulvérisation, des paramètres de pulvérisation et des compositions en produit de départ, ESPIE et ses collaborateurs ont rapporté que le contenu d'oxygène dans les particules en acier à faible teneur en carbone, pulvérisé par plasma, a augmenté avec la distance de jet. Fukushima et Kuroda ont présenté l'effet semblable pour le revêtement de Ni-20Cr pulvérisé par plasma, mais ils ont également signalé que le contenu d'oxygène dans le revêtement en acier inoxydable pulvérisé par HVOF a été diminué. Suivant les indications du graphique (voir figure 2.7), la projection d'arc fil et l'APS ont produit des couches d'oxydation et de porosité significatives tandis que le HVOF manifestait une valeur rigoureusement plus basse [66].

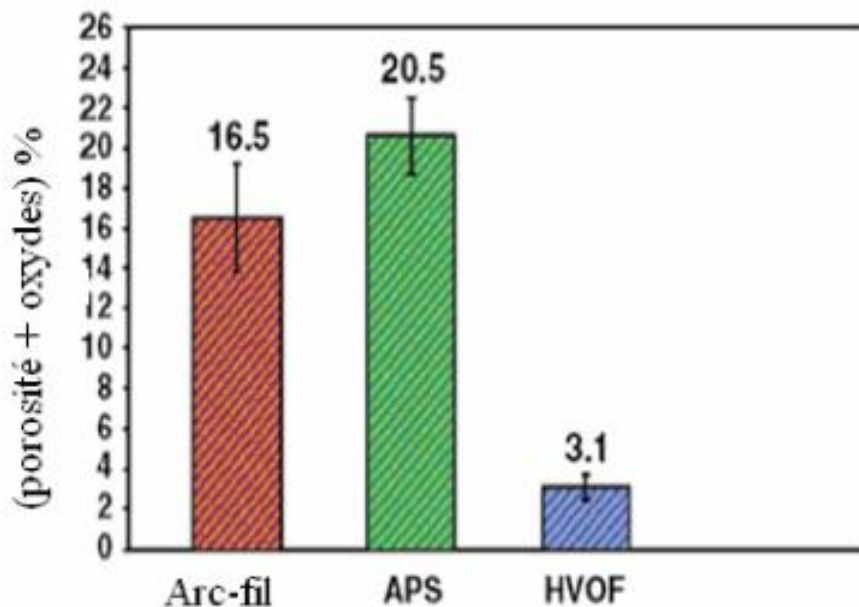


Figure 2.7: Effet des techniques de projection sur le contenu des oxydes et porosité [66]

2.10/ POROSITE ET DEFAUTS DE CONTACTS

Parmi les défauts des revêtements obtenus par projection thermique, la présence de porosité due à des empilements imparfaits de particules. La porosité est comprise entre 3 à 20% et est principalement due à l'état de fusion de la particule lors de l'impact et au caractéristique de mouillabilité du substrat. [67] En effet, lorsque la température d'une particule au moment de l'impact est trop faible, celle-ci s'étale mal. Un empilement de telles particules génère un dépôt à forte rugosité. Ces particules trop visqueuses ne peuvent remplir toutes les irrégularités de la surface (Figure.2.8). Il se produit alors des défauts d'empilement [68].

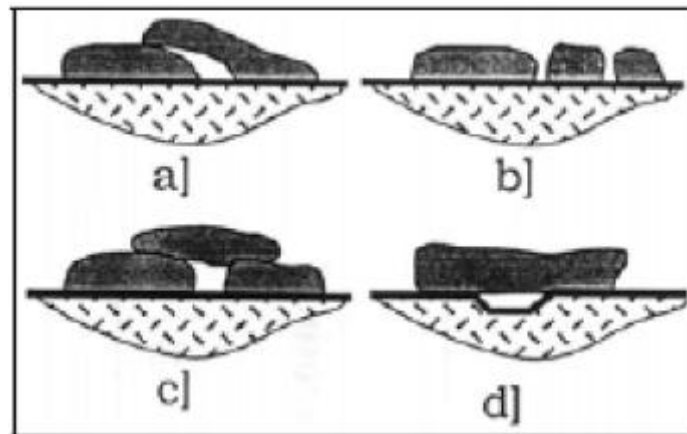


Figure 2.8: Représentations schématiques de mauvais étalements de lamelles qui génèrent des pores (a) mauvais recouvrement; b) fragmentation de la lamelle; c) et d) mauvais remplissage des anfractuosités de la surface) [68]

Ces défauts d'empilement peuvent prendre une forme globulaire ou surfacique lorsqu'il s'agit des contacts imparfaits entre les lamelles. Des accidents de surface (ex : une grosse particule infondue, une particule de tungstène,...) ou des inclinaisons du substrat (formant un angle inférieur à 60° avec le jet de matière (Figure.2.9) peuvent créer des effets de « masquage » où des lamelles s'étalant sur l'accident, empêchent les suivantes d'atteindre le substrat : il se forme alors un pore à l'endroit de l'accident [69, 70].

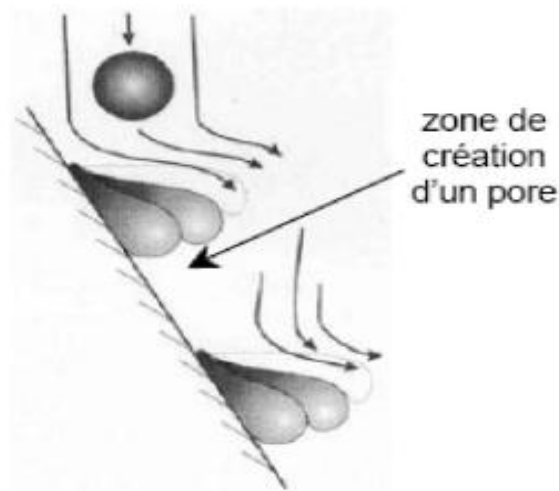


Figure.2.9: Représentation schématique de la formation de pores par masquage [70]

Un autre facteur, la dimension des particules projetées; L. PAWLOWSKI a mesuré des taux de porosité allant de 5,5 % à 8,5 % en volume par le procédé APS, lorsque la granulométrie de la poudre projetée augmente. On peut distinguer trois types de porosités (voir figure.2.10): **Fermée:** ce qui correspond à des pores dans les lamelles ou entre elles mais sans connections ni avec le substrat, ni avec la surface;

Ouverte: le pore, dans ce cas, part de la surface jusqu'à l'intérieur du dépôt sans atteindre la surface du substrat;

Interconnectée (ou débouchant): elle découle de la porosité ouverte mais dans ce cas, elle se propage à travers tout le dépôt mettant le substrat en contact avec l'extérieur.

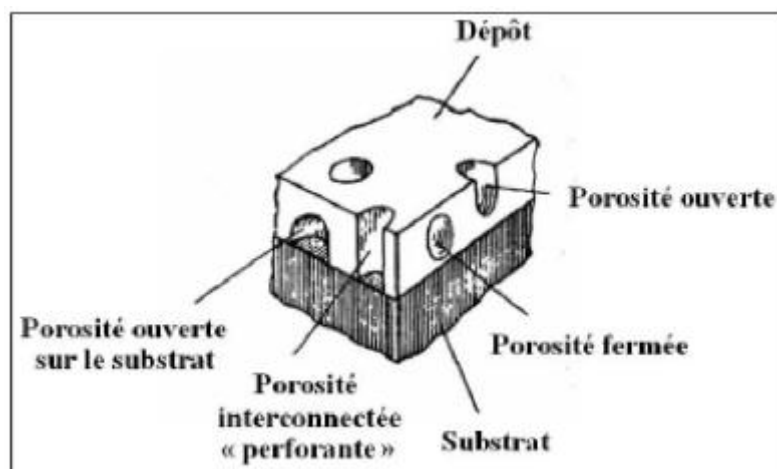


Figure 2.10: Représentation schématique de la porosité d'un dépôt projeté [71]

La présence de la porosité peut être critique pour certains types d'application mais favorable pour d'autres. Dans le cas de revêtements destinés à la protection contre la corrosion, la porosité interconnectée va être totalement rédhibitoire, elle induit une mise en contact du substrat avec l'environnement extérieur. En revanche la porosité est nécessaire dans le cas d'utilisation comme barrière thermique (TBC). Le paramètre le plus important dans ce cas est la conductivité thermique. La présence de pores dans les dépôts va faire décroître très rapidement la conductivité thermique en créant de nombreuses résistances thermiques de contact entre chaque lamelle.

On trouve aussi les pores inter lamellaires qui sont généralement plats et parallèles à la surface du substrat (ils se forment en général aux endroits de mauvais contacts), et à travers les lamelles, les micro fissures créées lors du refroidissement de ces dernières qui sont généralement perpendiculaires à la lamelle. Les macrofissurations peuvent également être considérées comme de la porosité [71].

2.11/ PARAMETRES OPERATOIRES DE PROJECTION AFFECTANT L'ADHERENCE

La projection thermique présente certains avantages, par rapport aux autres procédés de recouvrement de surface, qui découlent de quatre caractéristiques communes aux différentes techniques de projection :

- ✓ La température du substrat peut être maintenue inférieure à 100°C, ce qui permet d'éviter la modification microstructurale du substrat et l'oxydation de la surface de la pièce pendant la projection. La réalisation de revêtements sur des pièces parachevées ou sur des pièces en aluminium, zinc, étain, matières plastiques, verres, ou encore sur cartons ou papiers est également possible.
- ✓ Les matériaux d'apport et les matériaux de base peuvent être choisis indépendamment les uns des autres. Leur combinaison permet d'optimiser le multi-matériau en vue d'une application particulière.
- ✓ La projection thermique peut être automatisée. Elle peut se prêter à la production, en grande ou petite série, ou même à l'unité, de revêtements sur des pièces de petite comme de grande taille. La qualité, la fiabilité et la reproductibilité sont également les avantages d'un procédé automatisé.

- ✓ Le revêtement est localisé et d'épaisseur contrôlée. Il est possible, par exemple, de réparer des pièces par apport de matière sur les seules parties usées ou endommagées.

Quelque soit la technique de projection adoptée, les principaux éléments à maîtriser sont la préparation de la surface du substrat, la nature des matériaux projetés, la chaleur nécessaire à la fusion de ces matériaux, la vitesse de la flamme et des particules qui influencent directement les caractéristiques du revêtement obtenu [72].

Les surfaces destinées à être revêtues doivent être propres, sans contamination de graisses, d'huiles ou de peintures. Les substrats sont préparés par sablage (ou grenailage) pour donner à la surface une rugosité favorable à l'accrochage mécanique des particules projetées. La rugosité moyenne R_a , généralement utilisée, est comprise entre 5 et 10 μm . Cette valeur de la rugosité, fonction du matériau, permet d'augmenter la surface de contact et de multiplier le nombre d'aspérités. L'accrochage dépend aussi de la possibilité d'ancrage des particules projetées dans les pores et autres irrégularités que peuvent être les cavités ouvertes créées, lors du sablage, par l'enlèvement d'impuretés à la surface du matériau de base [73].

Du point de vue thermique, les matériaux utilisables ne doivent pas se sublimer lors de la projection. En effet, dans le cas d'un passage de l'état solide à l'état gazeux, le matériau d'apport volatilisé serait perdu pour la projection thermique. Ces matériaux peuvent être des métaux (Cu, Ni, Al, ...), des alliages métalliques ou des céramiques (Carbures, Oxydes, Nitrures, ...). Ils se présentent sous la forme de fils, de cordons, de baguettes ou de poudres. La forme sous laquelle ces matériaux sont utilisés dépend de leurs propriétés et du procédé de projection.

L'immense variété des matériaux projetables fait de la projection thermique la technique la plus souple et la plus diversifiée de tous les procédés de traitement de surface. Néanmoins, les paramètres opératoires sont très nombreux et l'optimisation des propriétés des revêtements présente de ce fait quelques difficultés. Pas moins de 29 paramètres de projection, pour un matériau d'apport pulvérulent, ont été répertoriés par Colombari et Capelle [74].

Ces paramètres opératoires sont rassemblés dans le tableau et classés en trois grandes catégories :

| Paramètres relatifs à la préparation du substrat | |
|---|--|
| <ul style="list-style-type: none"> - nature du matériau abrasif - granulométrie - pression de sablage - distance de sablage - angle d'incidence du jet | <ul style="list-style-type: none"> - nombre de passes - temps de sablage par unité de surface - vitesse de déplacement de la torche - mise en œuvre d'un préchauffage - temps entre sablage et projection |

Tableau 2.1 : Paramètres relatifs à la préparation du substrat [74]

| Paramètres relatifs à la poudre |
|--|
| <ul style="list-style-type: none"> - taille moyenne des grains ou particules de poudres - distribution statistique de la taille moyenne des grains - constitution et forme des grains - composition de la poudre |

Tableau 2.2 : Paramètres relatifs à la poudre [74]

| Paramètres de projection thermique | | |
|--|---|---|
| Alimentation en poudre | Apport d'énergie | Déplacement de la torche |
| <ul style="list-style-type: none"> - débit de poudre - nature du gaz porteur - débit du gaz porteur - nombre d'injecteurs (situation et inclinaison) | <ul style="list-style-type: none"> - nature et conception de la torche - tension d'alimentation et intensité du courant - nature des gaz plasma - débit des gaz plasma - nature de l'atmosphère - refroidissement | <ul style="list-style-type: none"> - distance de projection - vitesse tangentielle pièce/torche - vitesse axiale torche/pièce - épaisseur du dépôt obtenu - angle d'inclinaison torche/pièce |

Tableau 2.3 : Paramètres opératoires de projection d'un matériau pulvérulent [74]

2.12/ CONCLUSION

L'adhérence et l'adhésion sont deux notions différentes mais complémentaires. L'adhérence caractérise la tenue d'un ensemble de deux matériaux maintenus solidaires par adhésion.

L'adhérence est générée essentiellement par deux types de liaisons: l'accrochage mécanique, les liaisons physico-chimiques à différentes échelles.

Les paramètres influençant le mouillage: la température, temps, atmosphère, Etat de surface du substrat, Impuretés du métal.

CHAPITRE 3

PREPARATION DE SURFACE

3.1/INTRODUCTION

Le principal objectif d'une préparation de surface est d'aboutir à une bonne adhérence du revêtement sur son substrat. L'adhérence est la clé de succès dans la projection thermique d'un revêtement. Le but de la préparation de surface est d'augmenter la rugosité de la surface pour favoriser l'accrochage mécanique des revêtements sur leur substrat. La rugosité est ici typiquement référée à un patron de pics ou 'profile' [75].

Lorsqu'une pièce arrive dans l'atelier, elle peut être rebutée, neuve ou déjà revêtue. Dans le cas d'une pièce neuve ou rebutée, elle est dans la majorité des cas revêtue d'une couche de graisse pour la protéger contre la corrosion. Il faudra alors, avant de la projeter, enlever toute trace de graisse par un procédé de nettoyage approprié. Les pièces neuves présentent, en plus, des arêtes coupantes qu'il faudra enlever afin d'obtenir les dimensions voulues et/ou éviter les angles vifs qui sont souvent difficiles à revêtir. Parfois, les pièces sont stockées momentanément avant d'être projetées.

La préparation de la surface doit se faire alors juste avant la projection afin de garder une surface active prête à recevoir le revêtement. Enfin, toute la surface d'une pièce peut ne pas être concernée par le revêtement. Il faut alors couvrir les parties de la pièce non concernée par le revêtement par un masque. L'activation de la surface d'une surface se fait juste avant la projection. Habituellement, le grenaillage ou le meulage sont les méthodes les plus fréquemment utilisées pour activer la surface d'une pièce. Récemment, de nouvelles technologies sont apparues, tels que le traitement par jet d'eau ou par ablation laser, et peuvent offrir une alternative très intéressante.



Figure 3.1: Tâches d'huile et de graisse dans un assemble métallique [75]

3.2/NETTOYAGE DE LA SURFACE

La première étape de la préparation d'une surface est son nettoyage. Il faut s'assurer que la surface a été complètement nettoyée de traces d'huile, de graisse, de rouille ou de peinture. Le chauffage du substrat n'enraye pas les contaminants de la surface et affectera la qualité de l'adhérence du revêtement. Après le nettoyage, les surfaces doivent être protégées de la poussière, de débris ou simplement des traces de doigts. Ils doivent manipuler avec précaution avec des objets propres durant leur transport [75].

3.3/TRAITEMENT DES SURFACES POLLUEES

Afin d'éviter les différents problèmes de décohésion entre le dépôt et le substrat, les techniques de préparation doivent permettre de nettoyer les matériaux des graisses et autres agents étrangers présents à la surface (figure 3.2) et/ou de modifier leur état géométrique. L'élaboration d'un dépôt par projection thermique impose de réaliser une série d'opérations avant projection, indispensables afin d'améliorer l'adhérence [76].

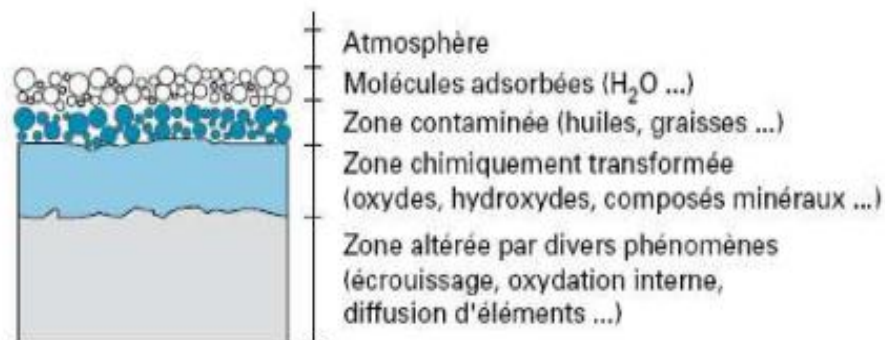


Figure 3.2 : Représentation schématique des contaminants d'une surface métallique industrielle [77]

3.4/RUGOSITE D'UNE SURFACE

3.4.1/ Surface idéale

Quelque soit le modèle d'assemblage, les atomes en position de cran ont une coordination égale à la moitié de celle des atomes du volume. Cette propriété a été utilisée pour calculer l'énergie de ces atomes à partir de l'énergie de cohésion (définie comme la différence entre l'énergie de l'atome libre et l'énergie cristalline), elle-même reliée à l'enthalpie de sublimation.

Quand on élève la température d'une telle surface, l'énergie d'activation thermique provoque le mouvement des atomes qui diffusent sur la surface à partir de leur position d'équilibre, introduisant une rugosité des marches et des terrasses (roughening). Quatre nouvelles positions sont alors possibles: l'adatom sur une terrasse, la lacune dans une terrasse, l'adatom sur une contremarche [75].

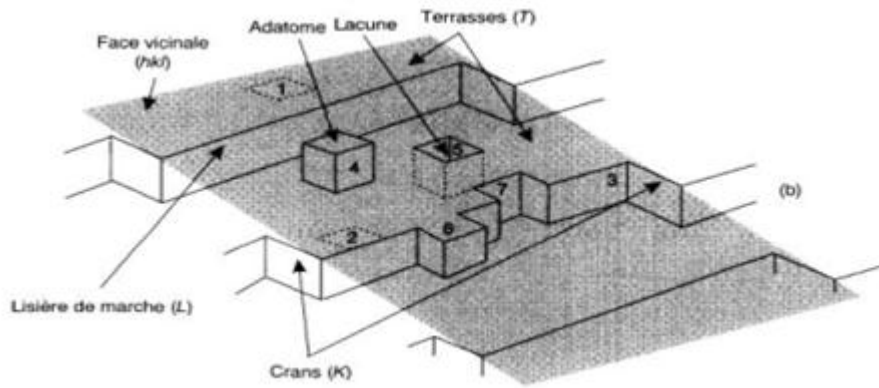


Figure 3.3 : Schéma d'une surface idéale (en gris) [75]

La surface n'est déjà plus exactement un plan du réseau cristallin puisqu'il n'y a pas de raison pour que ce processus de diffusion soit ordonné.

3.4.2/ Surface réelle d'un matériau

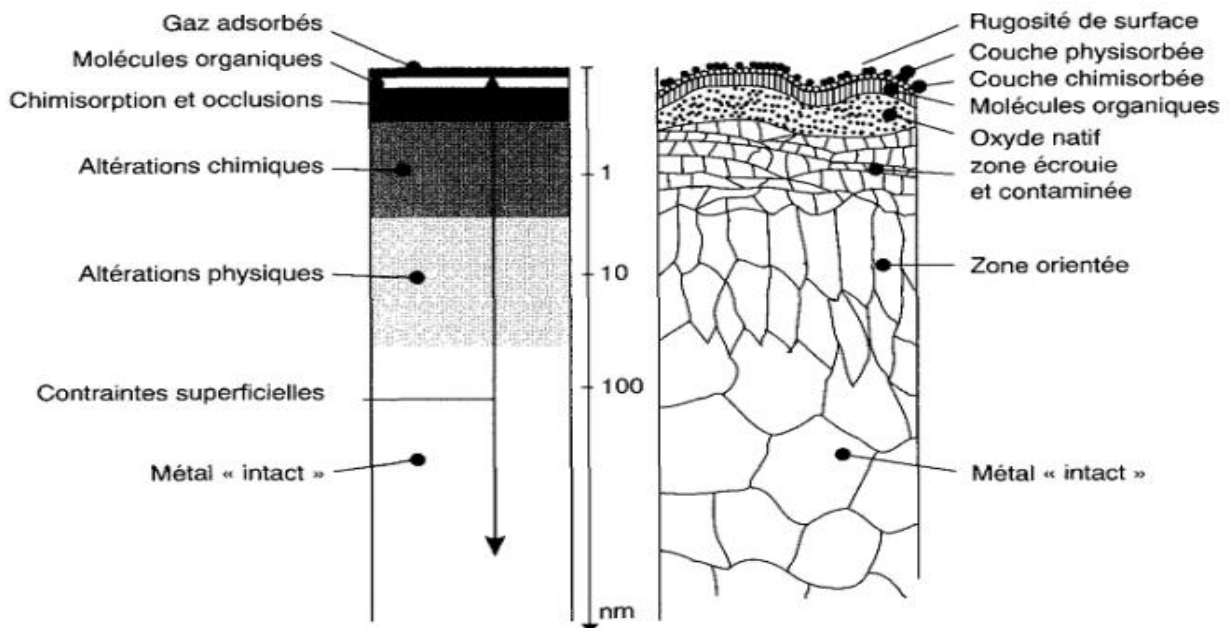


Figure 3.4 : Structure microscopique de la surface d'un métal usiné [75]

En allant du volume du matériau (bulk material) vers l'extrême surface, on traverse d'abord le métal intact, non perturbé par la coupe mais ayant ses propres défauts (impuretés, joints de grains, inclusions.. .). Ensuite, se présente une zone texturée où les modifications induites par la coupe sont essentiellement structurales. Puis vient une zone écrouie caractérisée par un grand désordre des grains et la présence de nouvelles impuretés introduites dans le matériau au moment de la coupe. Cette région est recouverte d'une zone oxydée (oxyde natif) dont l'épaisseur va dépendre du matériau et de la cinétique d'oxydation. Par exemple, dans le cas du silicium, l'épaisseur de la couche d'oxyde natif est de l'ordre de deux nanomètres et augmente très peu avec le temps. Il en est de même pour la majorité des métaux passifs. Dans le cas de l'aluminium, du titane ou du zirconium, il est possible de trouver ou de former des couches d'oxydes ou d'hydroxydes de plusieurs centaines de nanomètres.

Finalement, on trouve l'extrême surface caractérisée par la présence de couches physisorbées et chimisorbées de molécules organiques, inertes ou vivantes (film biologique ou biofilm). L'ingénierie des surfaces doit prendre en compte toute cette région modifiée par divers types de dégradations ou de modifications : contraintes superficielles, altérations physiques et mécaniques, réactions chimiques avec l'atmosphère environnante qu'elle soit contrôlée ou non [75].

3.4.3/ Principes de mesure

Une surface usinée n'est pas une surface parfaitement lisse: selon la méthode d'usinage et les outils utilisés, mais aussi selon le matériau, elle présente de nombreuses irrégularités micro-géométriques ou macro-géométriques. Ces irrégularités sont définies par comparaison avec une ligne "moyenne", et sont classées en deux catégories: des aspérités ou "pics", et des cavités ou "creux". L'ensemble de ces défauts de surface constitue la rugosité [75].

La rugosité d'une surface donnée peut être déterminée par la mesure d'un certain nombre de paramètres. On peut citer notamment, parmi les plus utilisés comme le montre schématiquement la figure 3.5 :

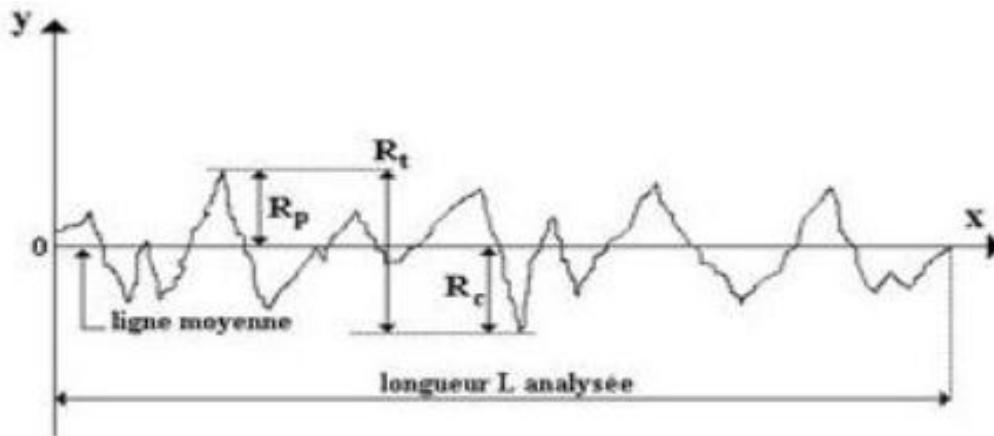


Figure 3.5 : Paramètres de mesure de rugosité [75]

R_p : Pic maximal observé sur la longueur analysée. Si l'on pose un repère cartésien dont l'axe des abscisses est aligné sur la ligne centrale de la surface à mesurer, le pic maximal, lu sur l'axe des ordonnées, pourra également être noté $R_p = y_{\max}$ (voir diagramme ci-dessous fg 3)

R_c : Creux maximal observé sur la longueur analysée (voir diagramme ci-dessus fg 3)

R_c = | y_{\min} |

R_t : Rugosité totale. Elle correspond à la somme du pic maximal et du creux maximal observé sur la longueur analysée. $R_t = R_p + R_c$ (voir diagramme ci-dessous fg 3)

R_a : Écart moyen, ou moyenne arithmétique des distances entre pics et creux successifs. "Ra" correspond à la différence entre cette distance moyenne et la "ligne centrale". Ce paramètre "moyen" permet de donner une indication générale résumant les autres paramètres de rugosité d'une surface donnée, et est par conséquent fréquemment utilisé.

Le terme Ra provient de roughness average ; au Royaume-Uni on parle souvent de CLA (center line average) et aux USA de AA (arithmetic average).

R_q : Ecart quadratique moyen. Rq est souvent appelé RMS (root mean square)

$$R_q = \sqrt{\frac{1}{L} \int_0^L z^2(x) dx} \quad [41] \dots [75]$$

| procédé d'usinage | Ra (μm) |
|-------------------|----------------------|
| - Rabotage | - 25 à 3,2 |
| - Fraisage | - 12,5 à 0,8 |
| - Tournage | - 12,5 à 0,8 |
| - Rectification | - 1,8 à 0,05 |
| - Rodage | - 0,4 à 0,025 |
| - Polissage | - 0,4 à 0,010 |

Tableau 3.1 : Quelques exemples des valeurs de Ra [75].

La rugosité est mesurée à l'aide d'un instrument appelé rugosimètre. Ils permettent de déterminer de manière sûre et précise un certain nombre de paramètres de rugosité (Ra, Rz...). La connaissance de la rugosité d'une surface, dans le cadre d'une préparation de surface avant la déposition d'un revêtement, permet un meilleur ancrage mécanique des lamelles ou dépôt sur son substrat. Elle permet aussi de respecter certaines normes qui exigent une préparation précise de la surface avant la déposition de tout dépôt (organique ou métallique). En recherche, elle permet d'évaluer l'efficacité des différents abrasifs utilisés sur une surface d'un substrat donné et de déterminer le temps de grenailage optimale pour assurer une bonne reproductibilité des résultats.

3.4.4/ Formes à respecter du substrat

Les substrats nécessitent parfois une rectification de leur forme afin de faciliter l'adhérence du revêtement sur eux. On peut ainsi enlever de la matière au substrat, arrondir certaines formes pour éviter la concentration de contraintes en certains points anguleux ou difficiles d'accès [75]. Des exemples de formes acceptables et inacceptables sont donnés à la (figure 3.6, 3.7).

3.5/ACTIVATION DE LA SURFACE

Les méthodes suivantes sont couramment utilisées pour activer une surface d'un substrat avant la projection thermique :

- Grenailage (sandblasting)
- Meulage
- Jet d'eau
- Faisceau laser (procédé PROTAL)
- Attaque chimique
- Le dégraissage
- Le sablage.

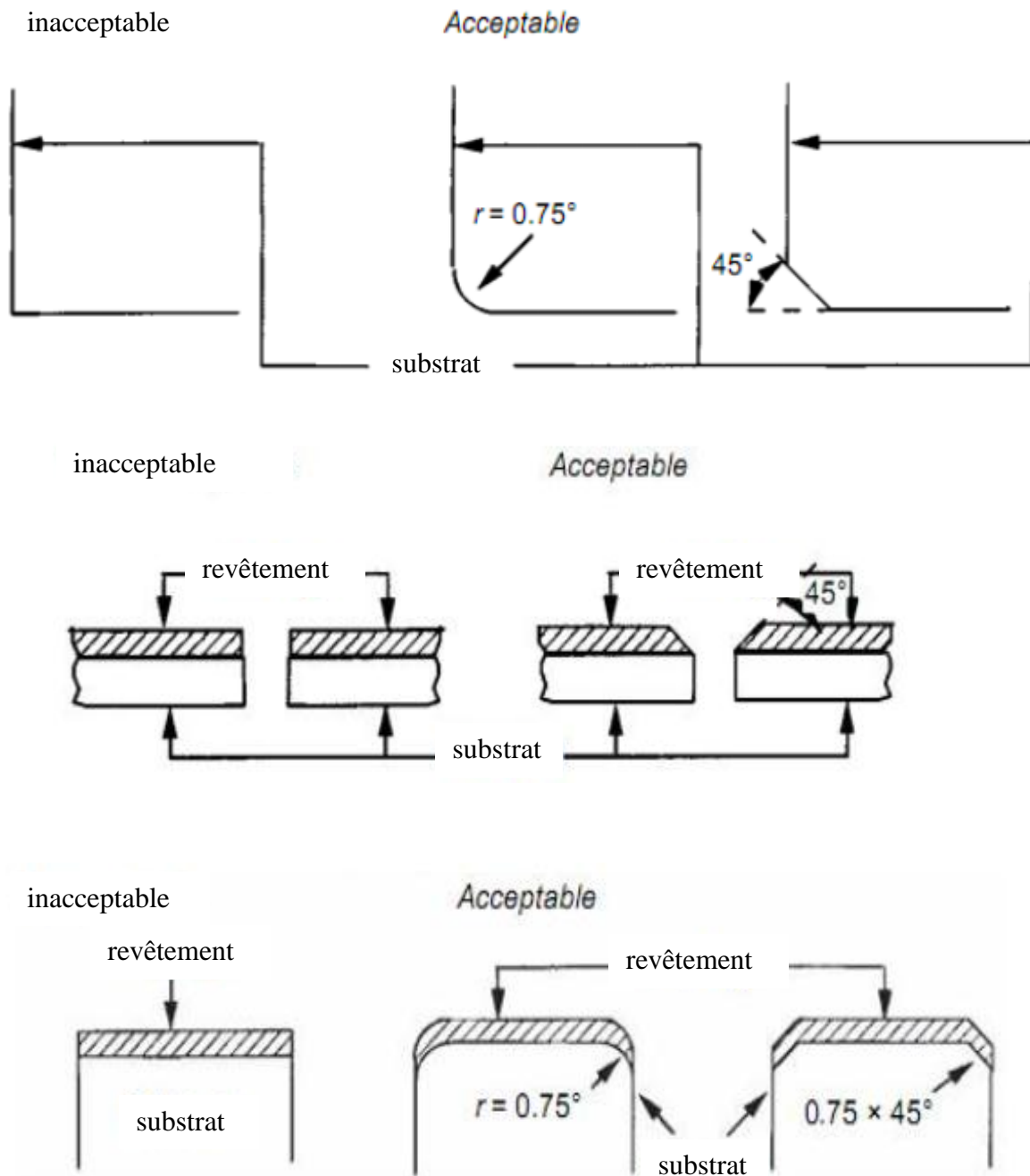


Figure 3.6 : Exemples de certaines géométries acceptées ou rejetées de substrats [75].

3.5.1/ Grenailage

Le grenailage, montré schématiquement à la (figure 3.8, 3.9, 3.10) est utilisé pour activer les surfaces des substrats métalliques. L'abrasif est aspiré dans le pistolet, accéléré dans un souffle d'air comprimé et projeté sur la surface d'un substrat. Les principaux paramètres opératoires dans cette opération sont : l'abrasif choisi (type, dureté, forme, rigidité), type de substrat, temps de grenailage, pression d'air, angle d'impact, distance de

projection. Le but de l'opération de grenailage est avant tout d'augmenter la rugosité de la surface. Il sert aussi à décontaminer la surface, à augmenter la surface d'adhérence du substrat et induire des contraintes de surface en compression [75].

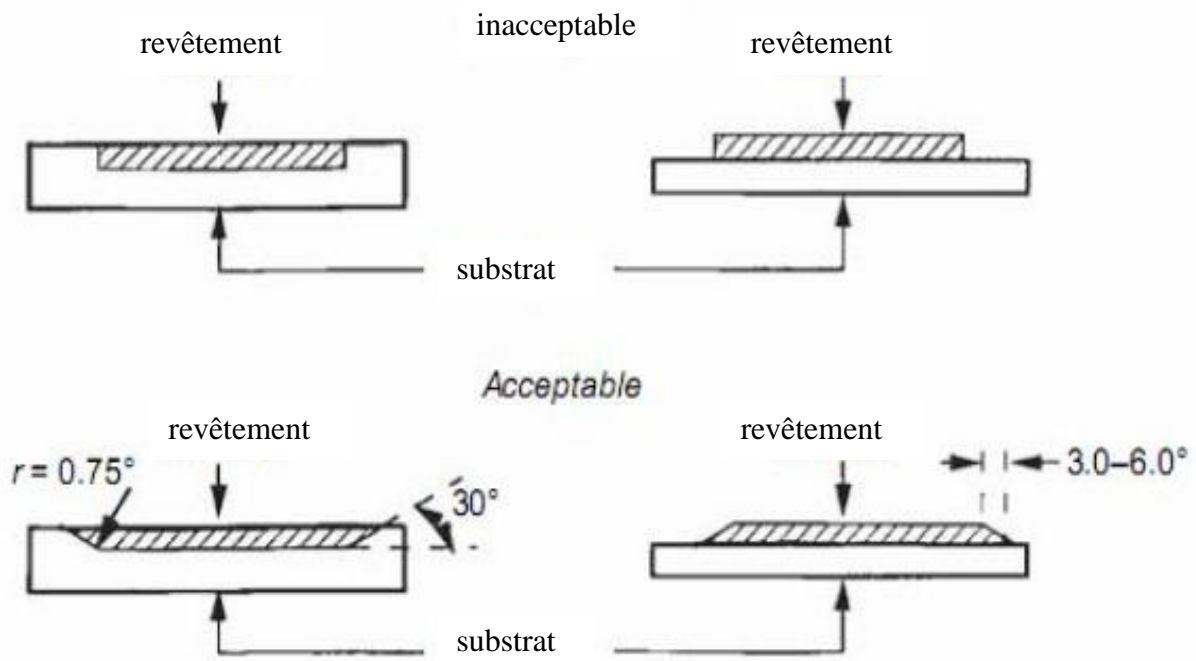


Figure 3.7 : Exemples de certaines géométries acceptées ou rejetées de substrats [75].



Figure 3.8 : Opération de grenailage en atelier [75]

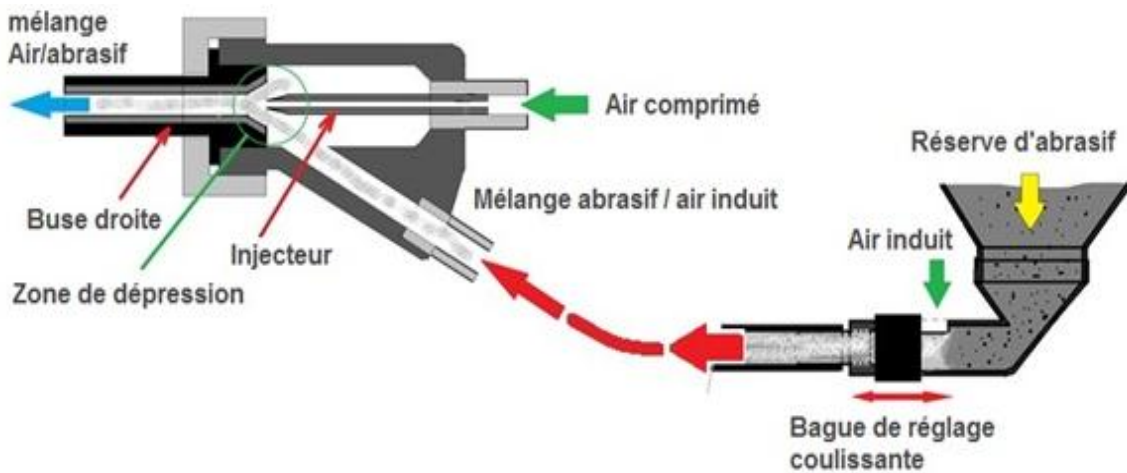


Figure 3.9 : Représentation schématique d'une opération de grenaillage [75]

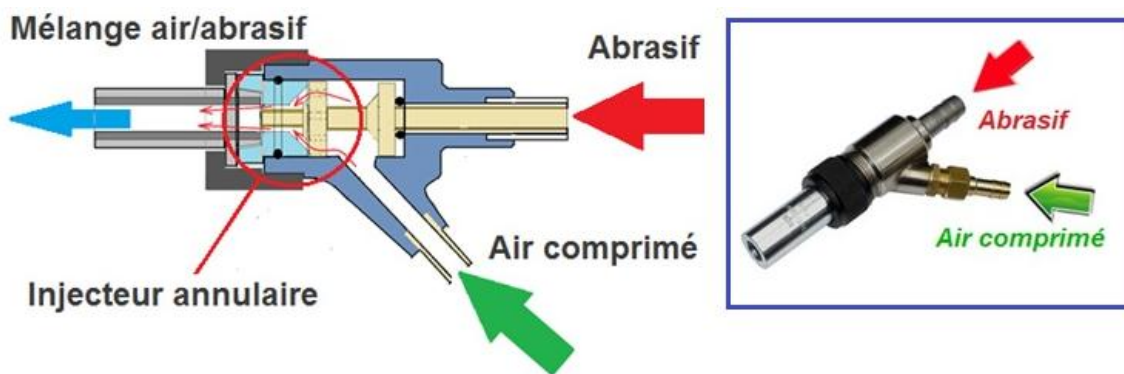


Figure 3.10 : Pistolet de grenaillage [75]

Dans les ateliers, les installations de grenaillage sont automatisées surtout pour la production en série. Ce sont des cabines qui peuvent accommoder de très grandes pièces, le grenaillage peut se faire alors à l'aide d'un robot. Il est à remarquer cependant qu'il ne faut pas confondre le grenaillage avec le shot peening qui lui est une opération de travail à froid par projection d'abrasifs pour créer des contraintes de compression en surface. Après le grenaillage, on doit nettoyer la pièce en soufflant de l'air comprimé sur la pièce afin de déloger les particules abrasives qui peuvent éventuellement être piégée dans les creux des vallées de la surface rugueuse comme l'illustre la figure 3.11 [75].

Les facteurs influençant la sélection de l'abrasif sont guidés par : la taille du substrat, sa dureté, l'épaisseur de l'aire de la pièce à traiter, du type de revêtement et la rugosité requise, vitesse de préparation requise. D'autres paramètres dépendent de l'abrasif lui-même tels que la taille de la particule, la pression du grenaillage, le diamètre de la buse et son cycle de vie.

Par exemple, les oxydes réfractaires qui possèdent des angles coupants peuvent s'incruster dans les substrats mous comme l'aluminium. Les abrasifs en aciers, qui se déforment plutôt que ne se fracturent à l'impact, sont meilleurs pour le nettoyage de la plupart des substrats dont la dureté ne dépassent pas 45 HRC. Cependant, ils créent de grandes contraintes en surface que les oxydes d'aluminium, c'est pourquoi ils ne doivent pas être utilisés sur les substrats minces car ils peuvent les déformer. La rugosité la plus adéquate pour la plupart des conditions de projection thermique est d'environ 100 μ par pouce (2.5 μ m) à 500 μ par pouce (13 μ m) Ra.



Figure 3.11: Présence de particules abrasives après grenailage [75]

Lorsqu'une partie de la pièce n'est pas concernée par la grenaille, on la protège avec un ruban de masquage qui sera enlevé après l'opération de grenailage [75].

Il existe aussi d'autres méthodes utilisées en pratique, pour augmenter la rugosité d'une surface avant la projection thermique :

a) Meulage : l'utilisation d'une meule avec un disque approprié pour dégarnir le substrat de sa rouille, porosité, saleté, etc. et en même temps augmenter la rugosité de la surface. L'augmentation de Ra n'est pas aussi significative que celle de la machine de grenailage mais elle est souvent suffisante en employant une sous couche d'accrochage avant la déposition du revêtement proprement dit. C'est surtout un moyen pratique sur site où l'on ne peut déplacer une machine aisément une machine de grenailage alors que la meule se tient facilement dans le coffre d'une voiture [75].



Figure 3.12 : La meule [75]

b) Système de décapage à éponge : Le système utilise des éponges en polyuréthane qui sont projetées sur le substrat avec une pression de 5 bars. En appuyant sur la surface dure du substrat, les éponges se déforment en se comprimant. Tout de suite après, elles reprennent leur forme initiale et aspirent en même temps les particules arrachées du substrat. Cette méthode est très utile dans les endroits où le risque d'explosion est grand. Les particules auto-inflammables sont vite aspirées par les éponges qui peuvent être aidées par un système de succion obtenu par la mise en place d'une trompette aspirante proche de la surface du substrat. De plus, le système génère très peu de poussières et ceci est très important dans les installations qui ne supportent pas la saleté (aéronautique, aérospatiale, installations alimentaires, etc.) [75].

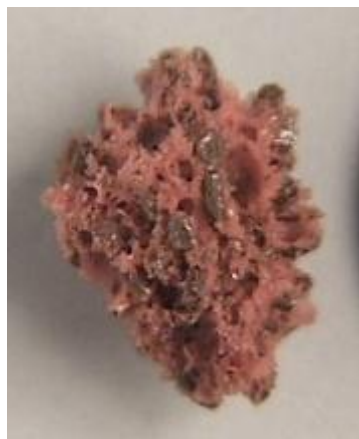


Figure 3.13 : Éponge abrasive [75]

c) Brosse métallique : un nouveau système basé sur une brosse métallique qui permet la préparation, sur site, de surfaces dont la superficie est limitée. Une version pneumatique ou électrique est proposée [78]. Une photo de l'appareil est montrée à la figure 3.14.

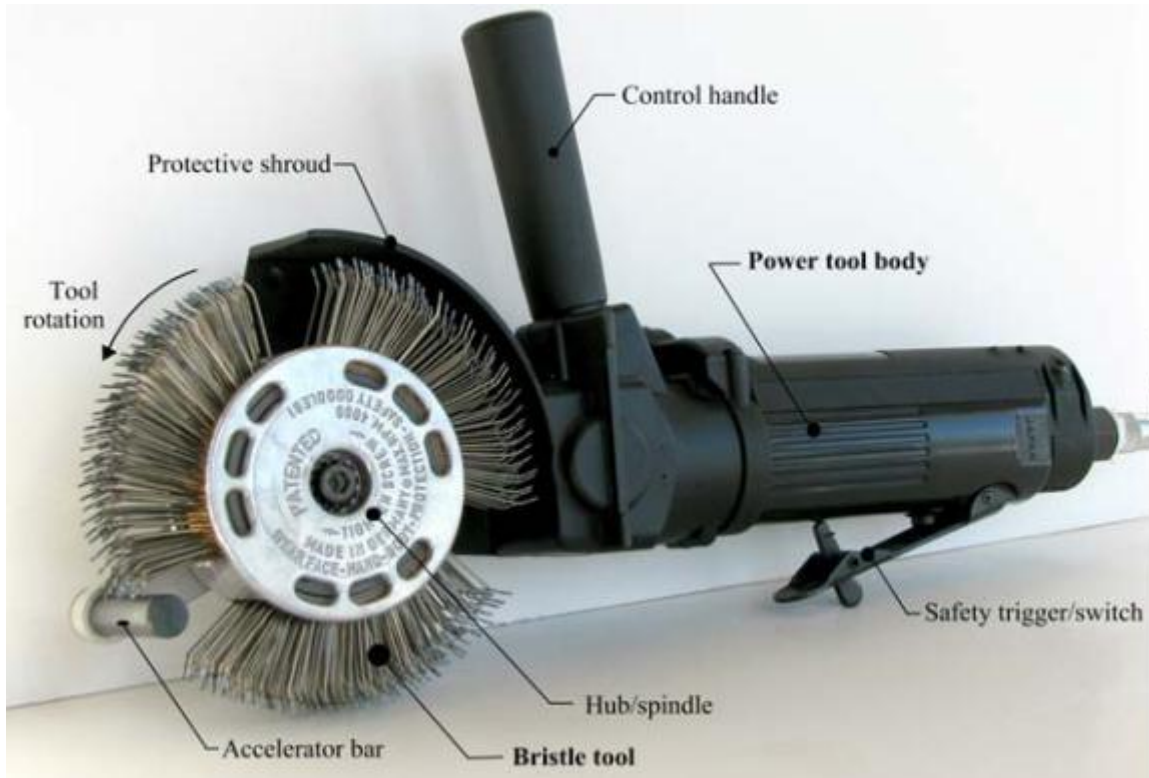


Figure 3.14 : Brosse Bristle [75]

L'avantage de ce système est qu'il est très versatile et peut être équipé d'un aspirateur pour évacuer les poussières. Il convient très bien pour les travaux de préparation de surface localisés.

d) Jet d'eau sous pression : La pression de l'eau peut atteindre 1800 bars. Cette méthode a été utilisée pour préparer des substrats en superalliage de nickel qui ne souffrent pas d'une éventuelle corrosion après traitement. De plus, l'équipement utilisé est très cher et est généralement utilisé (avec des paramètres opératoires différents) pour la découpe des matériaux [75].

L'avantage à utiliser le jet d'eau sous pression est qu'il permet d'enlever les sels solubles présents sur les surfaces des pièces. L'eau est un produit peu coûteux et disponible en larges quantités sur les sites industriels. Il n'y a pas de particules abrasives et génère pas de poussières.

e) Ablation laser : Machine très couteuse employée pour la fusion locale des substrats avec un faisceau laser pulsé. Elle a été utilisée pour la préparation de substrats en Ti [75].



Figure 3.15 : Ablation laser [75]

f) Attaque chimique : des acides peuvent être utilisés pour activer une surface mais ne sont pratiquement pas utilisés en pratique à cause de la difficulté à contrôler leur attaque et nécessitent des précautions d'hygiène et de sécurité qui peuvent être endommageables pour la santé et l'environnement [75].



Figure 3.16 : solution de préparation des surfaces [75]

g) Le dégraissage : Le dégraissage est à la base de tous les traitements de surface. Son objectif est d'éliminer les matières grasses et également les poussières et autres agents

formant une couche intermédiaire de faible cohésion. Il existe deux grands types de dégraissage chimique: le dégraissage solvant et le dégraissage alcalin.

Le principe du dégraissage solvant réside dans la capacité du solvant à solubiliser les corps gras sans altération du corps dissout ou du solvant lui-même. Quatre grandes catégories de solvants peuvent être utilisées : les solvants oxygénés (peu utilisés mais qui présentent des avantages environnementaux), les solvants hydrocarbonés (très inflammables), les solvants chlorés (efficaces, ininflammables mais avec un impact sur l'environnement) et les solvants fluorés (gammes et propriétés larges) [77].

En règle générale, le choix du solvant doit tenir compte des critères suivants : le pouvoir solvant, le point d'ébullition, la concentration seuil pour la sécurité et l'inertie vis à vis des matériaux à nettoyer. Il existe deux types de graisses [77] :

- Les corps gras d'origine organique (végétale ou animale)
- Les corps gras d'origine minérale

Dans la plupart des cas, le dégraissage alcalin est constitué de plusieurs bains : deux dégraissages alcalins et au moins deux rinçages. Les temps de trempage sont assez longs (5 à 30 minutes). Le rinçage qui suit un dégraissage alcalin est une opération primordiale car il

3.6/ CONCLUSION

En résumé, la préparation de surface avant projection thermique est une étape très importante pour favoriser l'adhérence d'un revêtement. Des procédés conventionnels existent et ont montré leur fiabilité et présentent de bons résultats d'adhérence.

De nouvelles techniques ont vu le jour et parmi elles les procédés de prétraitements par laser tel que le procédé de texturation de surface. D'après les travaux réalisés précédemment, ce procédé peut favoriser l'adhérence des revêtements élaborés par projection, et il semble être aujourd'hui le plus proche des objectifs environnementaux.

Les procédés lasers offrent des solutions aux problèmes des rejets chimiques, et ils sont plus rentables que les techniques conventionnelles. Néanmoins, cette méthode reste encore nouvelle dans le domaine du traitement de surface et aussi pour des applications à l'échelle industrielle. Le procédé doit être alors bien optimisé afin de bien maîtriser les différents paramètres opératoires.

CHAPITRE 4

METHODES D'ESSAIS

4.1/INTRODUCTION

Le recensement de la totalité des essais d'adhérence est quasiment impossible à réaliser étant donné le nombre d'essais et de variantes possibles [79]. Toutefois, il est possible de distinguer quelques grandes familles (figure 4.1)

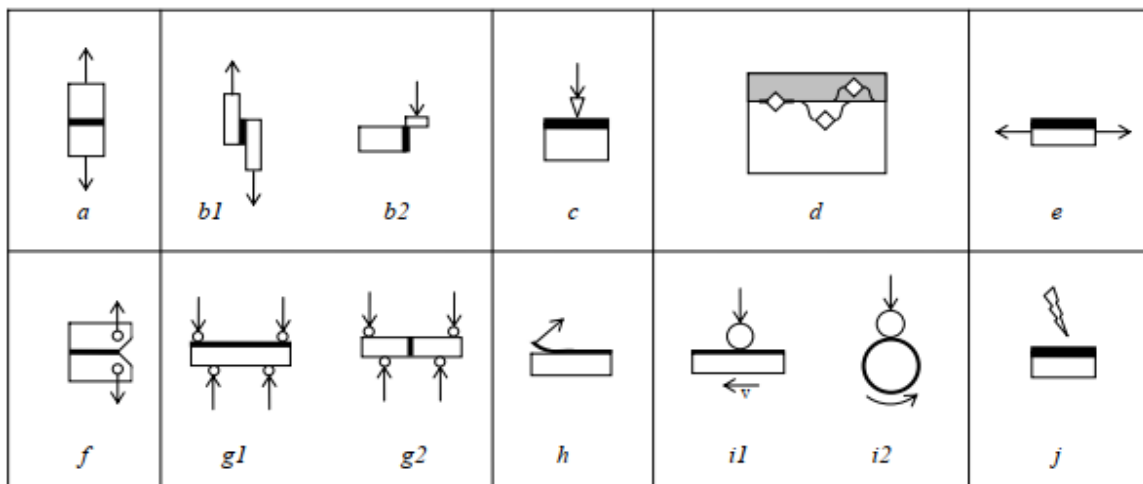


Figure 4.1 : Représentation symbolique des essais d'adhérence [80]

Les essais de traction par pions collés (*a*) sont les plus répandus et sont normalisés (EN 582, ISO 14916, ASTM C 633). Dans certains cas, on réalise une pré-fissuration de l'éprouvette pour localiser la rupture à l'interface [80].

Des essais de cisaillement peuvent aussi être utilisés. Certains reprennent le principe de l'essai de traction avec une contre-éprouvette collée (*b1*), d'autres recourent à l'application d'une charge directement sur le revêtement (*b2*) mais seulement pour les revêtements épais (d'épaisseur supérieure à 150 μm selon EN 15340).

Les essais d'indentation sur le revêtement cherchent à produire le décollement du revêtement et à mesurer la longueur de la fissure formée à l'interface. On distingue les essais d'indentation normaux à la surface (*c*) des essais réalisés dans la section de l'échantillon (*d*) à l'interface ou bien dans l'un ou l'autre des matériaux.

D'autres essais de traction peuvent être réalisés longitudinalement (*e*) mais la caractérisation de l'adhérence se heurte à des problèmes d'interprétation.

Des essais de ténacité sur éprouvettes CT (*f*) ou des essais DCB (*double cantilever beam*) sont parfois réalisés mais le collage est aussi nécessaire pour la réalisation de ces essais. Plus rarement, on pourra rencontrer des essais de flexion qui agiront en cisaillement (*g1*) voire en traction (*g2*) sur le revêtement, avec le recourt au collage pour ce dernier et éventuellement à une pré-fissuration de l'interface ; des essais d'arrachement du revêtement (*h*) ; des essais tribologiques sur des échantillons plans (*i1*) ou cylindriques (*i2*). De nouvelles méthodes (*j*) permettent aussi de mesurer l'adhérence des revêtements en appliquant une action à distance (action thermique, choc laser...) mais elles restent expérimentales.

4.2/L'ESSAI NORMALISE DE TRACTION

L'essai de traction est un des rares essais normalisés pour la mesure de la résistance de l'interface. Ses normes sont européenne (EN 582), américaine (ASTM C 633) ou internationale (ISO 14916). Il s'agit de l'essai le plus répandu dans les laboratoires industriels et même les laboratoires scientifiques jusqu'à récemment.

Pour réaliser l'essai, une éprouvette cylindrique standard, revêtue sur sa face plane, est assemblée par collage, généralement avec de la résine d'époxy, à une contre-éprouvette de dimension identique (figure 4.2). Cet assemblage est soumis à un essai de traction jusqu'à sa rupture. La valeur de la résistance à la traction est obtenue en divisant la force maximale de rupture par l'aire de la surface projetée.

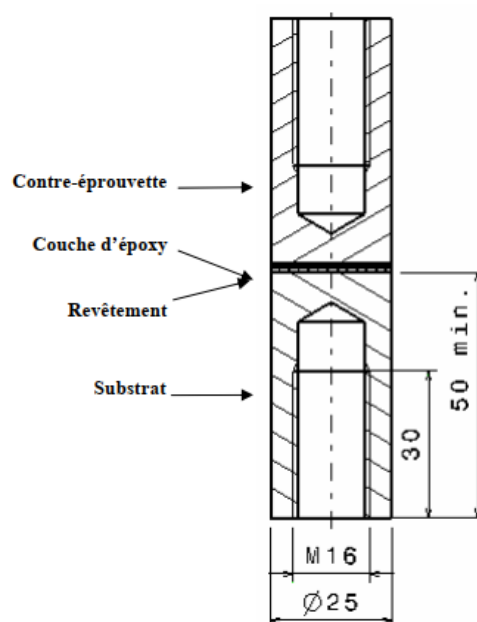


Figure 4.2 : Assemblage d'une éprouvette pour l'essai de traction selon la norme EN 582 [81]

Au cours de cet essai, plusieurs types de rupture peuvent apparaître. Il pourra s'agir *i)* de rupture dite « adhésive » quand la rupture de l'interface entre le substrat et le revêtement ; *ii)* de rupture dite « cohésive » lorsque la rupture du revêtement apparaît dans son épaisseur ; *iii)* de rupture de la colle (à l'intérieure de la couche de colle ou à l'interface entre la colle et le revêtement ou à l'interface entre la colle et la contre-éprouvette). Ces différents modes de ruptures peuvent apparaître simultanément [81, 82, 83].

La figure 4.3 représente une éprouvette revêtue d'alumine ayant subi l'essai de traction. On peut observer les trois modes de rupture. L'interprétation du résultat de l'essai est dans ce cas très difficile et des valeurs identiques de résistance à la traction peuvent représenter des mécanismes de ruptures extrêmement différents.

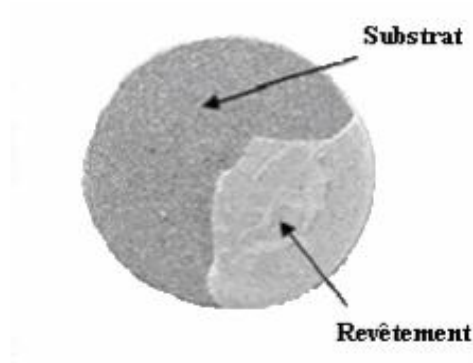


Figure 4.3 : Revêtement d'alumine (Al_2O_3) pure après un essai de traction [82]

L'utilisation de colle est une source de problèmes de différents ordres. Tout d'abord, la colle possède une résistance à la traction qui est parfois inférieure à celle du revêtement ce qui limite les capacités de l'essai. De plus, la colle peut pénétrer dans les porosités ouvertes du revêtement [83], et dans le cas des revêtements minces, atteindre le substrat, formant une sorte de composite « colle – revêtement ». Ce composite possède alors des propriétés mécaniques différentes de celles du revêtement et n'est donc pas représentatif du comportement observé. La norme [81] recommande alors l'utilisation d'un essai de flexion mais ce dernier a aussi ses propres limitations et est très sensible aux conditions de préparation.

De même, il faut noter que cet essai est difficile à mettre en œuvre car il impose que le système soit parfaitement aligné pour que la sollicitation en traction soit unidirectionnelle. Cet alignement peut être favorisé par l'utilisation de rotules sur l'axe de traction mais n'est jamais parfait dans la pratique.

4.3/LES ESSAIS DE CISAILLEMENT

4.3.1/ Les essais de cisaillement avec collage

En service, les revêtements sont majoritairement sollicités par des efforts de cisaillement. C'est pourquoi l'essai de cisaillement, proposé par la norme américaine ASTM F 1044 [84] (figure 4.4), est communément utilisé pour remplacer l'essai de traction décrit précédemment.



Figure 4.4 : Schémas de deux essais de cisaillement. a) standard. b) corrigé [84]

Dans cet essai, on cherche à imposer le cisaillement pur par l'action des contraintes tangentielles dans la zone d'interface [84]. Pour cela, un échantillon revêtu est collé à une contre-éprouvette (figure 4.4/ a) puis l'assemblage est soumis à un effort croissant jusqu'à sa rupture. On constate néanmoins que cet essai présente un grand nombre des inconvénients déjà évoqué pour l'essai de traction comme par exemple l'utilisation d'une colle limitant la plage de mesure et pouvant pénétrer le revêtement. De plus il est rigoureusement impossible d'obtenir du cisaillement pur par cet assemblage. En effet, le désalignement des forces appliquées crée un moment de flexion et un effort de traction au niveau de l'interface. Le cisaillement pur est envisageable en corrigeant la configuration des éprouvettes et en appliquant l'effort de cisaillement dans le plan de l'interface revêtement / substrat (figure 4.4/ b).

4.3.2/ L'essai de cisaillement sans utilisation de colle

Afin de remédier aux problèmes engendrés par l'utilisation de colle, il est possible de réaliser l'essai de cisaillement à l'aide d'un outil qui cherche à séparer le revêtement en

appliquant sur ce dernier une action de cisaillement (figure 4.5). Cet essai est normalisé selon EN 15340 [85].



Figure 4.5 : Schéma de l'essai de cisaillement sans colle [85]

Une éprouvette est soumise à un chargement en cisaillement dans une direction parallèle au plan d'interface en utilisant un outil d'usinage en métal dur (généralement en carbure de chrome ou de tungstène) comme un poinçon appuyant sur le revêtement tandis qu'un porte éprouvette maintient le substrat fixe pendant l'essai. La force est augmentée jusqu'au délaminage ou la rupture du revêtement.

La force nécessaire pour produire la rupture est appelée limite de résistance en cisaillement.

Trois modes de ruptures peuvent être observés. Le premier correspond à la localisation de la fissure à l'interface. C'est le cas idéal quand la cohésion du revêtement est supérieure à son adhérence au substrat. Dans cette situation, la contrainte limite en cisaillement associée au délaminage du revêtement, c'est-à-dire la résistance au cisaillement, peut être calculée. Le second mode correspond à une rupture mixte quand l'adhérence est similaire à la cohésion. Le troisième mode apparaît quand l'adhérence est supérieure à la cohésion [86].

Les principaux avantages de cet essai sont l'absence de colle, la rapidité d'exécution et l'absence de préparation contrairement à l'essai réalisé sur une machine de traction. Toutefois, cet essai présente quelques limitations. Par exemple, il n'est pas possible de calculer une résistance en cisaillement pertinente quand la rupture est mixte ou cohésive. L'épaisseur du revêtement est aussi une limitation car la charge est appliquée sur le revêtement approximativement à 50 – 100 μm de l'interface. Afin d'être appliqué correctement sans glissement, le chargement doit concerner une part substantielle du revêtement. C'est pourquoi l'essai est recommandé pour des revêtements d'épaisseur supérieure à 150 μm [85]. De plus, il existe un moment de flexion non nul au niveau de l'interface.

4.3.3/ L'essai de cisaillement par traction

On rencontre aussi un troisième type d'essai de cisaillement, il s'agit d'un essai de traction où le revêtement est sollicité principalement en cisaillement. Une éprouvette de traction plane est revêtue sur une de ses faces (figure 4.6) et soumise à un essai de traction avec un chargement appliqué lentement jusqu'à la rupture totale de l'éprouvette.

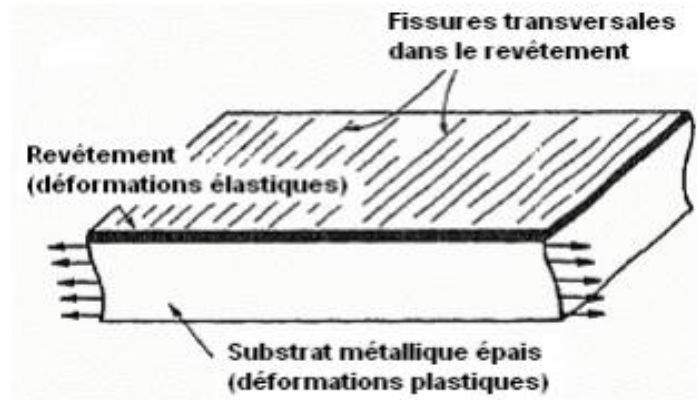


Figure 4.6 : L'essai de cisaillement par traction [87]

Au cours cet essai, deux familles de comportements peuvent être observées en fonction de la ductilité du revêtement ; pour chacun de ces comportements, il existe plusieurs modèles qui permettent d'obtenir une ténacité d'interface du système revêtement – substrat.

Le modèle le plus fiable concerne le cas où le revêtement subit un délaminage. Lors de l'essai, une fissure est créée et se propage le long de l'interface. Le revêtement est alors rompu et fléchit sous l'effet des contraintes résiduelles (figure 4.7). Malheureusement, ce cas idéal est rarement rencontré pour les revêtements durs et épais.



Figure 4.7: Exemple de comportement au cours de l'essai de cisaillement par traction [87]

La cohésion du revêtement est supérieure à l'adhérence ce qui permet d'estimer le taux de restitution d'énergie d'une fissure à l'interface (G_i). Il est défini par l'équation suivant :

$$G_i = \frac{1}{2} \sigma \cdot \varepsilon_1 \cdot h_r = \frac{1}{2} E_r \cdot \varepsilon_1^2 \cdot h_r = \frac{1}{2} \frac{\sigma^2}{E_r} h_r \quad \dots [87]$$

Où ε_1 est la déformation pour laquelle a lieu la rupture du revêtement produite par la première fissure propagée à l'interface, h_r est l'épaisseur du revêtement, E_r est le module d'élasticité de Young du revêtement. La valeur des contraintes résiduelles est un paramètre essentiel pour obtenir G_i car l'énergie de déformation correspondante participe à la propagation de la fissure inter-faciale. Cette influence peut être exprimée par la valeur de G_{res} .

$$G_{res} = \frac{1}{2} E_r \times \varepsilon_{res}^2 \times h_r = \frac{1}{2} \frac{\sigma_{res}^2}{E_r} h_r \quad \dots [87]$$

Ainsi, l'énergie d'interface totale G_{totale} est définie par l'équation suivant :

$$G_{totale} = G_i \pm G_{res} \quad \dots [87]$$

4.4/LES ESSAIS D'INDENTATION

4.4.1/Les essais permettant de déterminer la dureté

Un essai de mesure de dureté permet de déterminer la résistance à la déformation d'un matériau. Généralement, les essais de dureté consistent à mesurer la déformation plastique après pénétration du matériau.

On recense plusieurs essais de dureté par pénétration. Dans l'industrie on rencontrera fréquemment les essais Brinell et Rockwell où le pénétrateur prend la forme d'une sphère ou d'un cône. Pour nos utilisations en recherche, les essais Vickers et Knoop (pénétrateurs pyramidaux à base carrée et losange) seront plus volontiers employés bien que les deux précédents puissent être toujours utilisés (surtout pour leur propriété de symétrie axiale). On utilise différentes charges de pénétration. Pour des charges appliquées supérieures à 2 N, on parle de macro-indentation. Pour des profondeurs de pénétration de l'indenteur inférieures à 200 nm, on parle de nano-indentation. Entre ces deux bornes, on parle de micro-indentation voire d'indentation sous charge réduite (norme ISO 14577-1).

On définit ci-dessous les essais que nous rencontrerons au cours de la présente étude. Dans tous les cas, la dureté est équivalente à la charge appliquée divisée par l'aire de l'empreinte persistante après le retrait du pénétrateur.

4.4.1.1/ L'essai de dureté Vickers

Cet essai est réalisé en utilisant un pénétrateur pyramidal à base carrée avec un angle au sommet de 136° (figure 4.8).

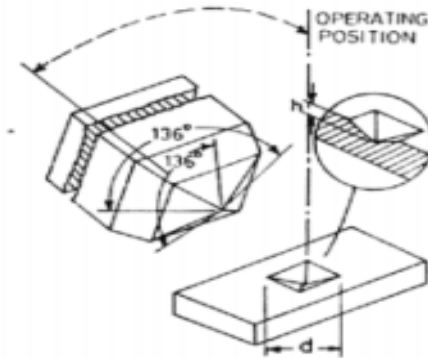


Figure 4.8: Indenteur Vickers [88]

Le nombre de dureté Vickers noté HV est défini par l'équation suivant :

$$HV = 1,854 \frac{P}{d^2} = 0,189 \frac{F}{d^2} \quad \dots [88]$$

Où P est la charge exprimée en kgf, d est la moyenne des longueurs des diagonales de l'empreinte en mm et F est la charge exprimée en N.

4.4.1.2/ L'essai de dureté Knoop

Cet essai reprend les bases de l'essai Vickers ; seules les dimensions du pénétrateur sont modifiées. Il est réalisé en utilisant un pénétrateur pyramidal à base losange dont une diagonale est sept fois plus longue que l'autre (figure 4.9).

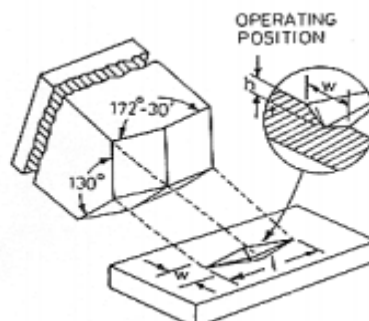


Figure 4.9 : Indenteur Knoop [88]

Le nombre de dureté Knoop noté HK est défini par l'équation suivant :

$$HK = 14,229 \frac{P}{l^2} \dots [88]$$

Où P est la charge exprimée en kgf et l est la longueur de la grande diagonale de l'empreinte en mm.

4.4.1.3/ L'essai de dureté Rockwell

L'essai de dureté Rockwell est réalisé à l'aide de pénétrateur conique (HRC) ou sphérique (HRB). Dans le cas de la dureté Rockwell C, le pénétrateur est un cône à 120° en diamant et la charge appliquée est 150 kgf. Le nombre de dureté dépend de la profondeur de l'empreinte après le retrait de la charge.

4.4.2/ Généralités sur les essais permettant de déterminer l'adhérence des revêtements épais

A partir de ces essais de bases, plusieurs équipes ont cherché à délaminer le revêtement du substrat. Il est possible de classifier la diversité de ces essais en trois grandes familles (figure 4.10) :

- les essais réalisés sur le revêtement, perpendiculairement au plan d'interface (1),
- les essais réalisés sur une section de l'échantillon, dans le revêtement (2), dans le substrat (3, 4),
- les essais réalisés à l'interface entre le revêtement et le substrat (5).

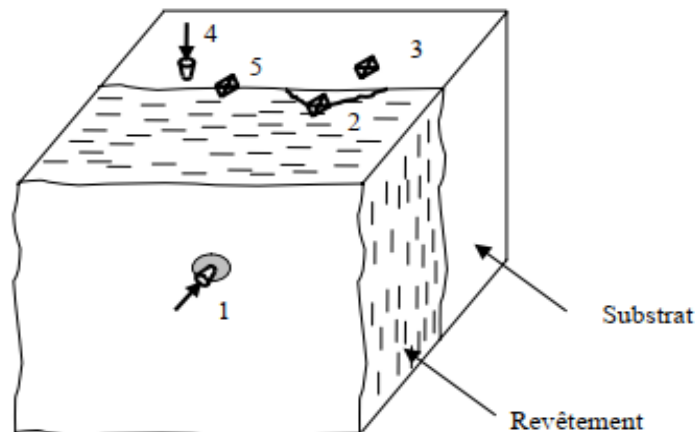


Figure 4.10 : Les essais d'indentation sur un échantillon revêtu

4.4.2.1/ L'essai d'indentation inter-faciale

L'essai d'indentation inter-faciale a été utilisé pour la première fois à la fin des années 80 et a reçu depuis plusieurs développements en particulier pour l'interprétation en terme de ténacité apparente d'interface [89,90]. Cet essai est désormais de plus en plus employé pour remplacer d'autres essais. Le principe de cet essai est de réaliser une série d'indentation Vickers dans une section de l'échantillon pour créer et propager une fissure le long de l'interface entre le revêtement et le substrat.

4.4.2.2/ Les travaux de Choulier, Ostojic et Mc Pherson

Choulier [91] a été le premier à réaliser l'indentation à l'interface avec un indenteur Vickers créant ainsi une fissure le long l'interface. L'intérêt de ses travaux, appliqués à un revêtement de Stellite déposé sur de l'acier inox 304 L, réside dans la choix des paramètres d'études : l'épaisseur du revêtement, les traitements thermiques post-projection et la durée d'application de la charge. Il montre, à l'instar de Ostojic et Mc Pherson [92], que la fissure inter-faciale est de forme globalement semi-circulaire et située dans le plan de l'interface (figure 4.11).

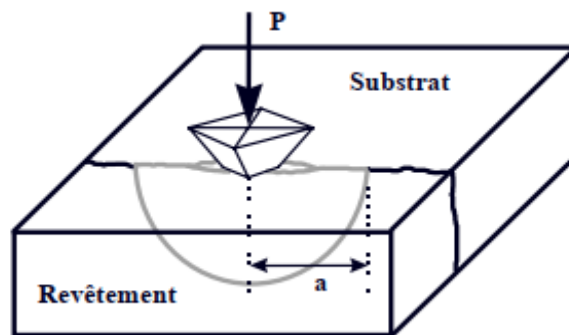


Figure 4.11 : Représentation schématique de l'essai d'indentation inter-faciale [93]

A partir du modèle proposé dans [94], Choulier détermine un couple (P_c, a_c) définissant l'amorçage visible de la fissure inter-faciale ; P_c étant la charge appliquée et a_c la taille de la diagonale de l'empreinte, égale pour ce point à la longueur de la fissure.

Il définit à partir de ce point une « ténacité inter-faciale » K_{IC} par l'équation suivant :

$$K_{IC} = \frac{1}{\pi^{3/2} \times \tan \psi} \times \frac{P_c}{a_c^{3/2}} \quad \dots [94]$$

Où ψ est le demi angle au sommet de l'indenteur ($\psi = 68^\circ$).

Il définit cette valeur (K_{IC}) comme une caractéristique mécanique de l'interface. Il évoque la possibilité que cette valeur dépende aussi du module d'Young et de l'épaisseur du revêtement mais ces deux paramètres ne sont pas présents dans l'expression proposée.

Cette hypothèse est développée par Richard *et al.* [95] qui proposent la relation suivante en absence de contraintes résiduelles :

$$K_{1c} = C_{ste} \left(\frac{E}{H} \right)^{1/2} \times \frac{P}{a^{3/2}} \dots [94]$$

Où E et H sont le module de Young et la dureté, respectivement, sans préciser de quel matériau il s'agit.

4.4.2.3/ Les développements de Lesage, Chicot et Démarécaux

Démarécaux, Chicot et Lesage [96] reprennent l'analyse des travaux de Choulier et, en les associant à leurs propres travaux, démontrent que les modèles de Choulier et Richard ne peuvent s'appliquer et proposent l'analyse qui suit. Premièrement, l'exposant 3/2 n'est jamais vérifié expérimentalement à l'interface. Deuxièmement, ces modèles ne prennent pas en compte les propriétés du substrat, or il apparaît qu'elles sont indispensables pour modéliser le comportement à l'interface.

Ils reviennent à l'idée première de Choulier [94] en définissant à partir des essais d'indentation inter-faciale un point critique d'apparition de la fissure. En utilisant ses données et en les regroupant dans un graphique avec une échelle bilogarithmique, la relation entre la charge appliquée (P) et la longueur de fissure (a) est représentée par une droite appelée droite de fissuration (figure 4.12).

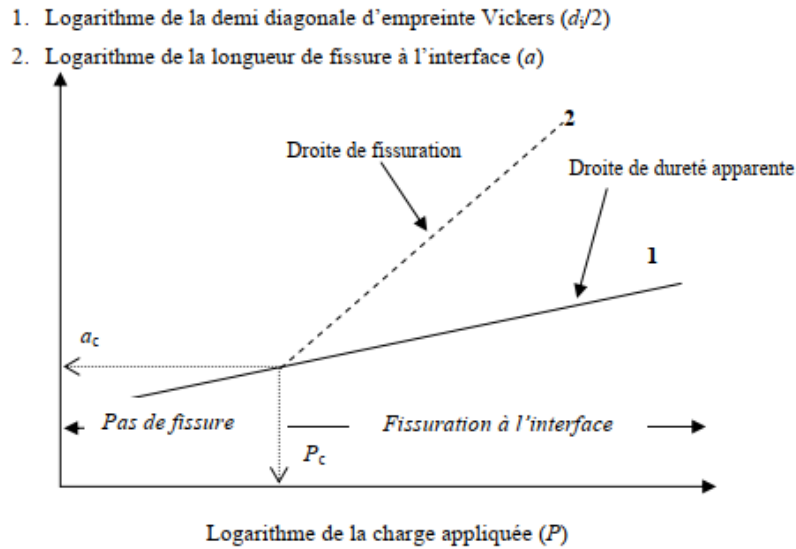


Figure 4.12 : Représentation schématique des résultats [94]

A partir du couple (P_c, a_c) ainsi obtenu, les auteurs proposent la relation pour définir une ténacité apparente d'interface notée K_{ca} [93] :

$$K_{ca} = 0,015 \frac{P_c}{a_c^{3/2}} \cdot \left(\frac{E}{H} \right)_I \dots [93]$$

Où P_c et a_c sont les coordonnées du point critique défini ci-dessus et $(E/H)_I$ le rapport défini ci-dessous. Les auteurs considèrent la moyenne des caractéristiques géométriques dans le substrat et dans le revêtement des diagonales d'empreintes (d) et des rayons de zones plastiques (b) pour écrire à l'interface :

$$d_I = \frac{d_R + d_S}{2} \quad \text{et} \quad b_I = \frac{b_R + b_S}{2} \dots [93]$$

Où d et b sont la diagonale d'empreinte et le rayon de zone plastique respectivement et où les indices I, S, R représentent, respectivement, l'interface, le substrat et le revêtement.

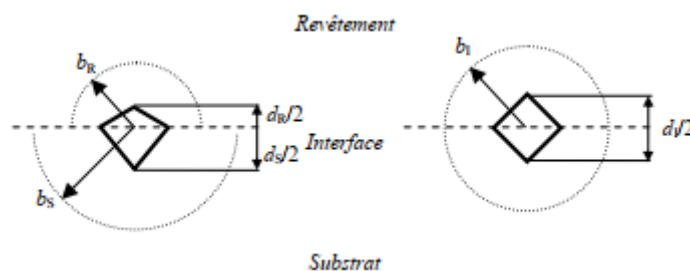


Figure 4.13 : Représentation de l'empreinte et de la zone plastique à l'interface [93]

Les diagonales d’empreintes sont définies par la relation générale de la dureté exprimée par l’équation :

$$H = C \cdot \frac{P}{d^2} \dots [97]$$

Où H est la dureté, C est une constante, P est la charge appliquée, et les rayons de zone plastique sont définis par la relation de Lawn [97] qui les exprime en fonction des propriétés mécaniques des matériaux :

$$b = \frac{d}{2} \sqrt{\frac{E}{H}} \cot^{1/3} \xi \dots [97]$$

Où ξ est le demi angle entre les arêtes de l’indenteur (pour un indenteur Vickers, $\xi = 74^\circ$)

A l’interface, en remplaçant les équations dessus d_I et b_I dans b on obtient :

$$\left(\frac{E}{H}\right)_I^{1/2} = \frac{2}{\cot^{1/3} \xi} \times \frac{b_I}{d_I} = \frac{2}{\cot^{1/3} \xi} \times \frac{b_R + b_S}{d_R + d_S} \dots [97]$$

En remplaçant d_R , d_S , b_R , b_S par leurs expressions définies en (d_I) et (b_I) on obtient la relation suivant qui caractérise le comportement global du système revêtement – substrat :

$$\left(\frac{E}{H}\right)_I^{1/2} = \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_S^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_S}{H_R}\right)^{1/2}} + \frac{\left(\frac{E}{H}\right)_R^{1/2}}{1 + \left(\frac{H_R}{H_S}\right)^{1/2}} \dots [97]$$

4.4.2.4/ Le travail de Liu

En 2005, Liu [98, 99] a réalisé une modélisation par éléments finis où il confirme le modèle proposé au paragraphe précédent. Cette modélisation reprend des résultats de mesure de longueur de fissure inter-faciale et détermine les coefficients d’intensité de contraintes K et taux de restitution d’énergie G . Il met en évidence le fait que K_I soit prépondérant dans le mécanisme de délaminage et confirme ainsi les hypothèses de Chicot, Démarécaux et Lesage.

La figure 4.14, issue de la thèse de Liu [99], présente le modèle numérique. Le revêtement et le substrat sont assemblés et l'interface présente un bloc-fissure permettant sa rupture. L'indenteur Vickers est modélisé indéformable.

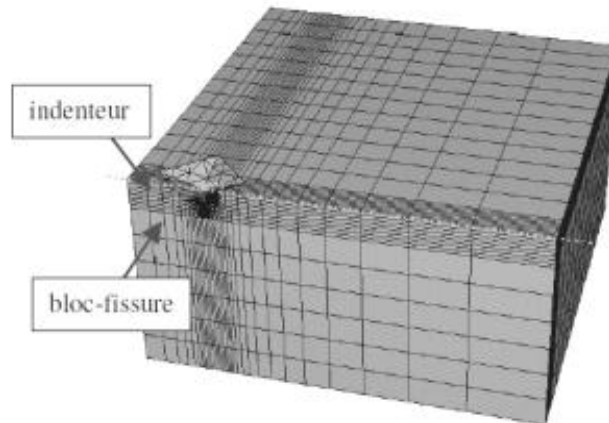


Figure 4.14: Modélisation numérique de l'essai d'indentation inter-faciale [99]

4.4.3 / Les essais d'indentation perpendiculaire au plan d'interface

Pour réaliser ses essais, un essai de dureté Rockwell C est pratiqué sur la surface de l'échantillon revêtu avec une forte charge, le but étant de délaminer le revêtement en créant une fissure à l'interface des deux matériaux. Le rapport des rayons de l'empreinte laissée sur le revêtement et de la fissure inter-faciale sert de base à la modélisation numérique qui permettra de définir la ténacité d'interface du couple revêtement – substrat [100, 101].

La principale difficulté de cette méthode est la mesure de cette fissure d'interface qui est cachée par le revêtement. Cette mesure pourra être effectuée plus aisément avec un revêtement mince et translucide. Elle pourra aussi être réalisée à l'aide d'un profilomètre qui pourra mettre en évidence la légère bosse engendrée par la fissure.

4.4.4/ Les essais d'indentation sur une section de l'échantillon

Récemment, Zhang et Li [102] ont proposé une méthode de détermination de l'adhérence basée sur un essai de dureté instrumenté. L'indentation est pratiquée sur une section de l'échantillon, dans le substrat, à proximité de l'interface (figure 4.15). La force appliquée est augmentée jusqu'au délaminage du revêtement.

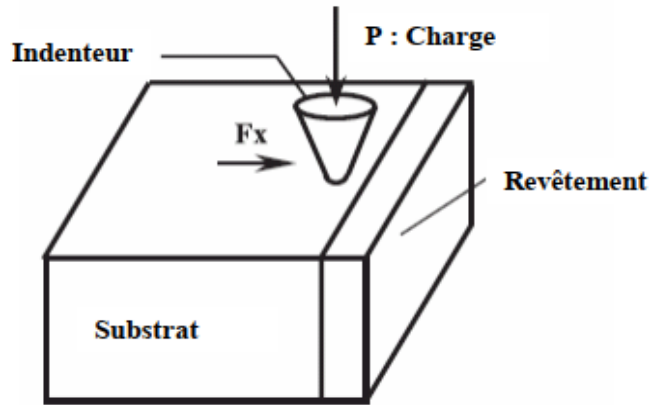


Figure 4.15 : Schéma de l'essai d'indentation dans le substrat [102]

Pendant l'essai, la force normale au plan du revêtement F_x est enregistrée en fonction du temps. Au début de l'essai, la valeur absolue de F_x augmente jusqu'à ce qu'elle atteigne une certaine valeur à partir de laquelle elle décroît. Cette valeur correspond à un changement de pente sur la courbe (figure 4.16) indiquant l'apparition du délaminage du revêtement (point III).

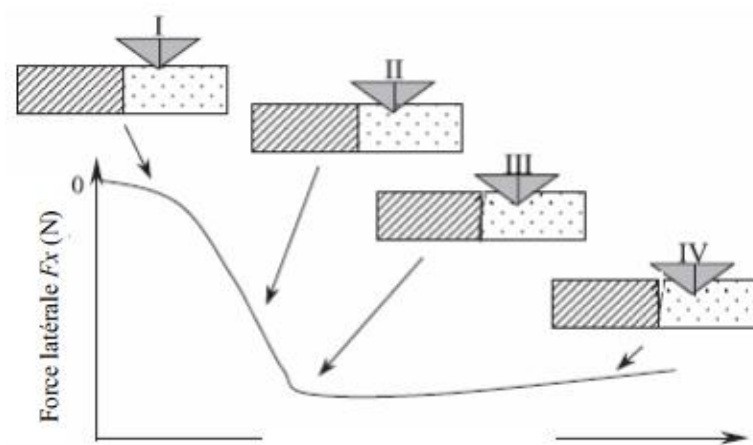


Figure 4.16 : Courbe de la force normale en fonction du temps [102]

Cette méthode d'essai, associée à un traitement numérique par éléments finis a été employée avec les revêtements céramiques ($Al_2O_3-TiO_2$) projetés sur de l'acier. Les résultats obtenus ont été comparés avec des résultats obtenus par essais de traction et sont dans la même gamme de valeurs.

4.5/LES AUTRES ESSAIS

Nous décrivons dans cette section quelques essais moins utilisés ou en cours de développement.

4.5.1/ Les essais de ténacité

La ténacité d'interface peut aussi être obtenue par un essai proche de l'essai normalisé qui permet de déterminer la ténacité des matériaux massifs à l'aide d'éprouvette CT (Figure 4.17). L'éprouvette est réalisée en appliquant le revêtement sur une demi-éprouvette puis en collant une autre demi-éprouvette à l'aide d'une résine époxy. L'interface revêtement-substrat est pré-fissurée puis l'essai est mené de façon classique selon la norme ASTM 399 [103].

On constate que cet essai impose l'utilisation d'un agent collant qui possède ses propres limites mécaniques et ainsi limite les capacités de l'essai pour les revêtements très adhérents.

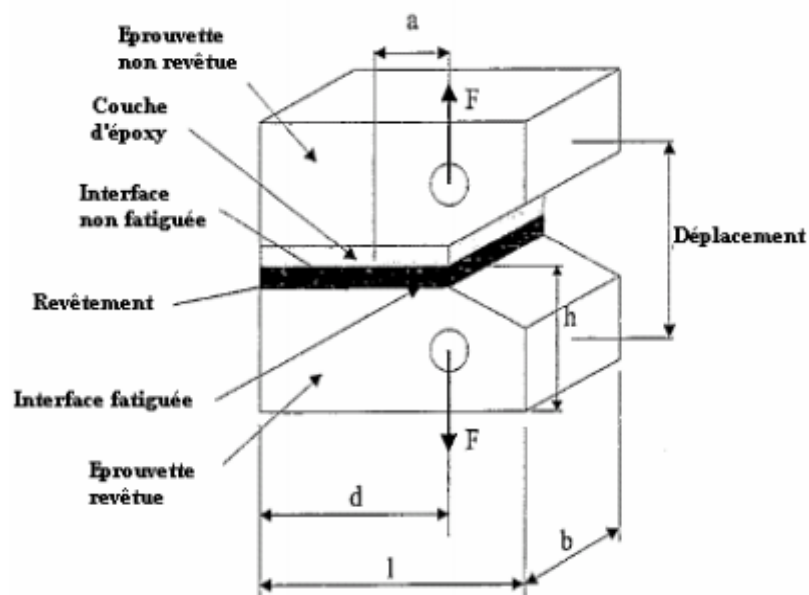


Figure 4.17 : Éprouvette CT modifiée pour l'essai de ténacité d'après [103]

4.5.2/ Les essais de flexion

Les essais de flexion peuvent avoir différentes configurations. Le revêtement peut être principalement sollicité en traction ou en cisaillement. Richard *et al.* [104] ont réalisé des essais de flexion quatre points (Figure 4.18) pour créer des fissures de mode I détectées par les capteurs acoustiques. Les fissures apparaissent premièrement sur le revêtement sollicité en traction.

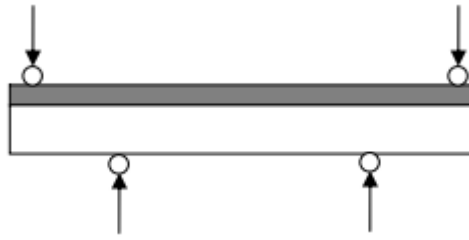


Figure 4.18 : Éprouvette d'essai de flexion quatre points [104]

Dans cet essai, plus le nombre de fissures créées et l'amplitude du signal sont grands, plus les dommages sur l'éprouvette ne sont visibles. Cette méthode est purement quantitative et permet simplement des comparaisons entre deux éprouvettes.

Thurn *et al.* [105] Utilisent un essai de flexion trois points (figure 4.19) pour créer une fissure inter-faciale mesurée au microscope pour obtenir une ténacité inter-faciale.

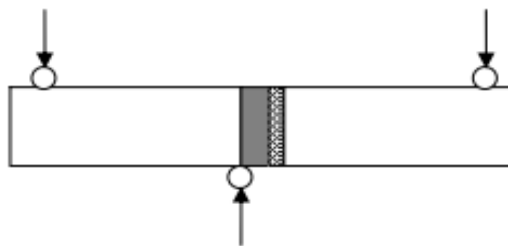


Figure 4.19 : Éprouvette de flexion trois points [105]

Il est aussi possible de pré-fissurer l'éprouvette [106, 107] et de réaliser un essai de flexion quatre points appelé en anglais *single-edge notch-bend (SENB) test*.

Toutefois, cette mesure n'est pas facile à réaliser et la validité de la longueur mesurée n'est pas assurée. De plus, l'utilisation d'une colle peut aussi être un problème comme nous l'avons observé pour l'essai normalisé de traction.

4.5.3/ Essai d'adhérence par choc laser

Cet essai, développé il y a une dizaine d'années, a comme principe de base la propagation d'une onde de choc créée à l'aide d'un laser impulsif de haute énergie. Le choc se propage dans le substrat jusqu'à ce qu'il atteigne l'interface puis le revêtement. La réflexion de l'onde sur la surface libre du substrat génère une onde de traction qui provoque ou non la rupture de l'interface en fonction de l'adhérence du revêtement et de l'énergie introduite (figure 4.20).

Cet essai qui ne nécessite pas de préparation particulière présente toutefois quelques inconvénients ; le choc laser génère des effets dynamiques importants qui sont difficilement modélisables analytiquement et numériquement.

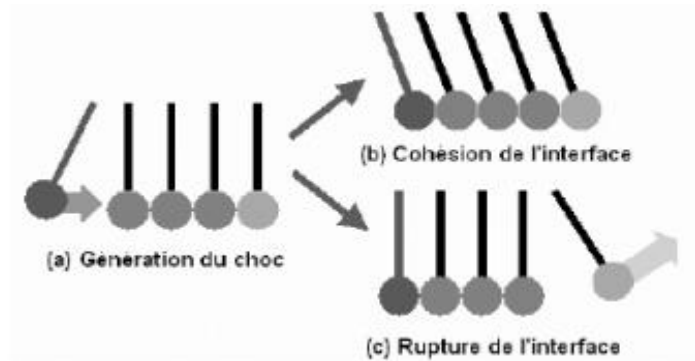


Figure 4.20 : Principe de l'essai d'adhérence par choc [108]

4.5.4/ Essais non-destructifs

Il existe dans la littérature quelques essais non-destructifs, en particulier ultrasonores [109], qui ne sollicitent pas directement l'interface. Toutefois leur utilisation est limitée car ils ne permettent que de détecter les défauts à l'interface mais pas de quantifier l'adhérence du revêtement. Le tableau 5.1 donne un récapitulatif des principales méthodes d'essais.

4.6/CONCLUSION

La grande diversité de méthodes d'essai que nous venons d'évoquer montre la complexité du problème de la détermination de l'adhérence des revêtements. Celui-ci est encore rendu plus difficile à traiter par la présence de contraintes résiduelles qui persistent dans le revêtement et le substrat. Les niveaux élevés qu'elles peuvent atteindre ont un effet très significatif sur l'adhérence.





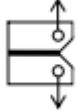
| Essai Normes | Principe | Avantages | Inconvénients | Mesure | Réf. |
|--|---|--|--|--|---------|
| Essai de traction ASTM C 633 EN 582 ISO 14916 |  | - Simple - Standard - couramment reconnu dans l'industrie. | - Réalisation des éprouvettes. - Durée de l'essai. - Tri-axialité des contraintes. - Ruptures mixtes. - Ne représente pas un mode de sollicitation courante pour les revêtements | Force de rupture de l'assemblage collé | [81] |
| Essai de cisaillement EN 15340 |  | - Simple - Rapide. - Représente un mode de sollicitation courante | Ruptures mixtes. Nécessite un équipement spécial | Force de rupture du revêtement | [85,86] |
| Essai de cisaillement par traction |  | Représente un mode de sollicitation | Modélisation inexistante ou peu efficace | Densité de fissure en surface | [87] |
| Essai d'indentation interfaciale |  | - Simple - Universel. Peut être réalisé sur les revêtements multicouches | Durée de l'essai et de la préparation | Ténacité d'interface | [91,93] |
| Essai de ténacité |  | | Durée de l'essai et préparation de l'échantillon. | Ténacité d'interface | [103] |

Tableau 4.1: Principaux essais d'adhérence

CONCLUSION GENERALE

Notre objectif dans cette étude était d'aborder le concept d'adhérence et d'étudier tous les mécanismes qui y sont liés, tels que la projection thermique, la préparation de surface, l'inspection sous couches d'accrochages, et les méthodes d'essais d'adhérence afin de l'optimiser.

L'adhérence est générée essentiellement par deux types de liaisons : l'accrochage mécanique, les liaisons physico-chimiques à différentes. Pour ces matériaux, en l'absence de composé défini, l'inter-diffusion se traduit par la création d'une zone de transition, hétérogène, appelée interphase ou interface épaisse.

La rugosité du substrat est considérée comme un paramètre déterminant pour l'adhérence des revêtements. D'une part, son accentuation permet une pénétration du dépôt dans les aspérités du substrat et un emboîtement des deux matériaux. Ce phénomène, qui est souvent désigné par le terme d'ancrage mécanique.

La projection thermique présente certains avantages, résultant de quatre caractéristiques communes aux différentes techniques de projection, qui sont un facteur important de l'effet sur l'adhérence.

Les méthodes utilisées pour activer une surface d'un substrat avant la projection thermique : grenailage, meulage, jet d'eau, faisceau laser, attaque chimique, le dégraissage, le sablage.

Nous avons discuté les méthodes d'essais d'adhérence. La variété des méthodes d'essais illustre la complexité du problème de la détermination de l'adhérence des revêtements. La gestion de celle-ci est d'autant plus difficile en raison des contraintes résiduelles qui persistent dans le revêtement et le substrat. Les niveaux élevés qu'ils peuvent atteindre ont un très grand impact sur l'adhérence.

BIBLIOGRAPHIE

- [1]. Sylvain Audisio, Marcel Caillet, Alain Galerie, Henri Mazille : « revêtement et traitement de surface », presse polytechnique et universitaire ROMANDS.
- [2]. T.Sahraoui : « Alternative au chrome : caractérisation et étude tribologique des revêtements élaborés par projection thermique à flamme de type HVOF », thèse de doctorat d'état Blida (2003).
- [3]. Guide pratique de la projection CETIM 1989.
- [4]. **Sophie BARADAS** : « Etude a l'aide du choc laser des mécanismes d'adhérence au interface Cuivre/Aluminium et cuivre obtenues par projection thermique », thèse de doctorat d'état. Ecole des mines Paris le 7 décembre 2004.
- [5]. **Maurice Ducos** : « Revêtement par projection thermique », Technique de l'ingénieur M51645.
- [6]. **Sébastien BEAUVAIS** : « Etude de l'influence de la porosité sur les propriétés électriques des dépôts réalisés par projection plasma », thèse de doctorat. Ecole nationale supérieure des mines de Paris, le 8 juillet 2003.
- [7]. **A. Prôner**, Revêtements par projection thermique, technique de l'ingénieur, Vol. (MD3), 1645(1999), 1-20.
- [8]. la source : le site www.wear-management.ch
- [9]. Michel Varadel, Sébastien Bamasard, Pierfauchais, Cerdic Bessoutrot, Frédéric Braillard : « La projection thermique: formation du dépôt et contrôle en ligne du procédé ». Laboratoire des sciences des procédés céramique et de traitement de surface (SPCTS) UMR.CNRS6638.
- [10]. Sylvain Audisio, Marcel Caillet, Alain Galerie, Henri Mazille : « revêtement et traitement de surface », presse polytechnique et universitaire ROMANDS.
- [11]. **T.Sahraoui** : « Alternative au chrome : caractérisation et étude tribologique des revêtements élaborés par projection thermique à flamme de type HVOF », thèse de doctorat d'état Blida (2003).

- [12]. le site <http://lermps.utbm.fr/activite-et-procedes/projection-thermique/>
- [13]. **S. Nourouzi**, thèse doctorat : « Contribution à l'étude du procédé Arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive », Université de Limoges, 2004.
- [14]. **S. Beauvais**, Thèse doctorat : « *Etude de l'influence de la porosité sur les propriétés électriques de dépôts réalisés par projection plasma* », Ecole de Mines de Paris, 2003.
- [15]. **Weston M. Stacey**. (ed.), "*Fusion Plasma Physics*". WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. Georgia, 2005.
- [16]. **J. C. GARMIER**, « *Formation à la projection plasma* », documentation SulzerMetco, Villefontaine, 1995.
- [17]. Source : Journal of American Ceramic Society, 2001 Vol 84 n°4
- [18]. le site <http://www.surfatec.org>
- [19]. le site <http://imi.cnrc-nrc.gc.ca>
- [20]. Araujo P., Etude par indentation interfaciale de l'adhérence du revêtement NiCr projeté thermiquement : Influence de l'hydrogène et effets thermiques. Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2000.
- [21]. H. Weiss, "Adhesion of advanced overlay coatings: mechanisms and quantitative assessment", Surface and Coating Technology, 71 (1995) 201-207.
- [22]. C. Petot, M. Ducos, G. Petot-Ervas, "Thermal spray spinel coatings on steel substrates: influence of the substrate composition and temperature", Journal of the European Ceramic Society, 15 (1995) 637-642.
- [23]. C.S. Richard, G. Beranger, J. Lu et al, "The influences of heat treatments and interdiffusion on the adhesion of plasma-sprayed NiCrAlY coatings", Surface and Coatings Technology, 82 (1996) 99-109.
- [24]. E. Darque-Ceretti, E. Felder, "Adhésion et adhérence", Sciences et Techniques de l'Ingénieur, CNRS Edition, (2003).

- [25]. F. Folio, J. Michler, G. Barbezat, "Influence of laser surface preparation on adhesion of thermally sprayed coatings", *Surface Engineering*, 17 (2001) 490-494.
- [26]. M.F. Morks, Y. Tsunekawa, M. Okumiya et al, "Splat morphology and microstructure of plasma sprayed cast iron with different preheat substrate temperatures", *Journal of Thermal Spray Technology*, 11 (2002) 226-232.
- [27]. F. Bahbou, P. Nysten, G. Barbezat, "A parameter study of the Protal® process to optimise the adhesion of Ni5Al coatings", in: *Thermal Spray Solutions: Advances in Technology and Application*, ITSC 2004, Osaka (Japan), (2004) 5 p.
- [28]. S. Barradas, R. Molins, M. Jeandin, M. Arrigoni, M. Boustie, C. Bolis, L. Berthe, M. Ducos, "Application of laser shock adhesion testing to the study of the interlamellar strength and coating-substrate adhesion in cold sprayed copper coating of aluminium", *Surface and Coatings Technology* 197 (2005) 18-27.
- [29]. S.Y. Shin, M.W. Ko, D.C. Cho et al., "Microstructure and mechanical properties of Al6061 joints diffusion brazed using Cu interlayer", *Journal of Materials Science Letters*, 21 (2002) 903-906.
- [30]. A.A. Volinski, N.R. Moody, W.W. Gerberich, "Problèmes de mesure d'adhérence de revêtement métallique sur substrat métallique", *Acta Materialia*, 50 (2002) 441-466.
- [31]. E. Silveri, E. Chassaing, S.B. Goryachev, "Problèmes de mesure d'adhérence de revêtement métallique sur substrat métallique", *Journal de Physique IV*, 106 (2003) 131-140.
- [32]. Zaat J., A quarter of a century of plasma spraying. *Ann. Rev. Mater. Sci.*, 13 (1983) 9.
- [33]. Amada S., Yamada H., Introduction of fractal dimension to adhesive strength evaluation of plasma sprayed coatings. *Surf. Coat. Tech.*, 78 (1996) 50.
- [34]. Siegmann ST., Dvorak M., Grützner H., Nassenstein K., Walter A., Shear testing for characterizing the adhesive and cohesive coating strength without the need of adhesives. *Proceedings International Thermal Spray Conference & Exposition*, Basel 2005.
- [35]. Pocius A., *Adhesion and adhesives technology. An introduction*. New York: Hanser, 1997.

- [36]. R. Gras, J. Blouet *Adhésion et grippage*. Conception Mécanique et Tribologie, Recueil de Conférences, pp.31-46.
- [37]. L.H. Sharpe, H. Schonhorn Chem. Eng. News, Vol. 15, 67, 1963.
- [38]. Thèse de Guillaume Marot, Lille 1, 2007.
- [39]. S. Buchan, W.D. Rae Trans. Inst. Rubb. Ind., Vol. 20, 205, 1946
- [40]. E.P. Plueddemann J. Adhesion, Vol. 2, 184, 1970.
- [41]. A. Carré, T. Schultz J. Adhesion, Vol. 17, 135, 1984
- [42]. J.C. Bolger. Acid-base interaction between oxyde surfaces and polar organic compounds. Adhesion Aspects of Organic Coatings, Ed. Mittal, New York, 1983.
- [43]. E. Darque-Ceretti. *Rappels sur les liaisons, causes de l'adhésion*. Communication interne, Ecole des Mines de Paris, Sophia Antipolis, Mars 1994.
- [44]. L. Lavielle. *Energies des surfaces* 5ième Journée d'étude sur l'adhérence (Métal Céramique- Polymère- Composites), Vol. 1, Juin 1990.
- [45]. R.N. Wenzel. J. Phys. Colloid Chem., Vol. 53, 1466, 1949.
- [46]. R.J. Good. J. Am. Chem. Soc., Vol. 74, 5041, 1952.
- [47]. J.M. Mac Bain, D.G. Hopkins 2nd Rep. Adh. Research Comitte HMSO, London, 1926.
- [48]. **M.G. Nicholas, K.T. Scott** *Characterization of a grit-blasted surface*. Surfaces Journal, Vol. 12, no 1, 1981, pp. 5-12.
- [49]. **J. Wrigen** *Grit-blasting as surface preparation before plasma spraying*. Proceedings of National Thermal Sprayed Conference: Advances in Coatings Technology, Orlando, U. S. A., Sept. 1987, pp. 99-104.
- [50]. **J.-P. Janssen** *Les techniques de projection de métaux, d'alliages et de céramiques. Nouvelles performances et nouvelles applications*. Séminaire d'informations technologiques S.B.M., European Journal, Vol.34, n° 1, pp. 37-46.

- [51]. **M. Villat** *Revêtements de surface fonctionnels par projection au plasma*. Revue Technique Sulzer, 3/1986, pp. 41-45.
- [52]. **H. Kausch** "*IUPAC Macromolecules*" Ed. H. Benoit et P. Rempp, Pergamon Press, Oxford et New York, 211, 1982.
- [53]. **K. Jud, H. Kausch** Polymer Bull, Vol. 1, 697, 1979.
- [54]. **P.G. De Gennes** *Microscopie Aspects of Adhesion and Lubrication*. J.M. Georges, Elsevier, New York, 355, 1982.
- [55]. J. F. DELORME et D. ROUSSEAU. –Possibilités actuelles d'évolution des aciers du type Z200C12. - Colloque international sur les alliages à hautes teneurs en chrome et en carbone. Saint-étienne, 8-9 novembre 1973 p 437-472.
- [56]. L.H. Sharpe, H. Schonhorn Chem. Eng. News, Vol. 15, 67, 1963.
- [57]. T. Young Phil. Trans. Roy. Soc. (Londres), Vol. 95, 65, 1805.
- [58]. A. Dupré *Théorie Mécanique de la Chaleur*. Ed. Gauthier Villars, 1869.
- [59]. W. Zisman *Contact angle, Wettability and Adhesion*. Advances in Chemistry Series, Ed. Fowkes, 43, 1.
- [60]. JOEL SAVERNA – Relation entre le traitement thermique et la résistance à l'abrasion applicable à l'acier Z30C13-Thèse de Doctorat, Université de Nancy, 1984.
- [61]. A. CONSTANT et G.HENRY - Les principes de base du traitement thermique des Aciers – Transformation au revenu et évolution des propriétés mécaniques au cours du revenu - Revue de traitement thermique N°171 1983 page 52-62.
- [62]. K.ABDELI Mémoire de magistère - Evolution Microstructurale et Mécanique d'un acier au chrome - Molybdène - vanadium en conditions de fatigue thermique Ecole Nationale Polytechnique, juin 2001.
- [63]. C.P. Tabrett, I. Sare, Ghomashchi, - microstructure property relationship in high chromium white iron alloys - , International Materials Reviews 41162C, 1996.
- [64]. F.CONVERT, F.LECRDISEY et A.PAILLEUX –Guide des Aciers à outils pour travail à froid sur presse. Volume 1 1978.

- [65]. R.A. Neiser, M.F. Smith, and R.C. Dykhuizen «Oxidation in Wire HVOFSprayed Steel» *Journal of Thermal Spray Technology* Volume 7(4) December 1998.
- [66]. S. Deshpande, T. S. Sampath, H. Zhang, « Mechanisms of oxidation and its role in microstructural evolution of metallic thermal spray coatings—Case study for Ni–Al», *Surface & Coatings Technology* 200 (2006) pp 5395-5406.
- [67]. J. F. Li, C. X. Ding, «Statistical analysis of porosity variations in plasma sprayed Cr₃C₂-NiCr coatings » *JOURNAL OF MATERIALS SCIENCE LETTERS* 18 (1999) 1591 – 1593.
- [68]. P. Fauchais, M. Vardelle, J.F. Coudert « Le procédé de dépôt par plasma thermique» *Laboratoire Sciences des Procédés Céramiques et Traitements de Surface (SPCTS) UMR-CNRS 6638 Université de Limoges.*
- [69]. Z. Wang, A. Kulkarni, S. Deshpande, T. Nakamura, H. Herman «Effects of pores and interfaces on effective properties of plasma sprayed zirconia coatings» *Acta Materialia* 51 (2003) 5319–5334.
- [70]. T.C. Hanson and G.S. Settles, «Particle Temperature and Velocity Effects on the Porosity and Oxidation of an HVOF Corrosion-Control Coating» *Journal of Thermal Spray Technology* Volume 12(3) September 2003.
- [71]. Z. Wang, A. Kulkarni, S. Deshpande, T. Nakamura, H. Herman. «Effects of pores and interfaces on effective properties of plasma sprayed zirconia coatings» *Acta Materialia* 51 (2003) 5319–5334.
- [72]. **J.-P. Janssen** *Les techniques de projection de métaux, d'alliages et de céramiques. Nouvelles performances et nouvelles applications.* Séminaire d'informations technologiques S.B.M., *European Journal*, Vol. 34, n° 1, pp. 37-46.
- [73]. **J. Schultz** *Les principaux modèles théoriques de l'adhésion.* sième Journées d'Etude sur l'Adhérence (Métal- Céramique- Polymère- Composite), Vol. 1, Juin 1990.
- [74]. **J. Colombon, B. Capelle** *Optimisation des procédés de dépôt plasma, vis à vis de l'adhérence.* Contraintes Résiduelles et Nouvelles Technologies, Recueil de conférences, édition du CETIM, Sept. 1990, pp. 99-108.
- [75]. **Nacer-E. Bacha**, ing., Ph.D.

- [76]. **J.K. Knapp, T. A. Taylor**, « Waterjet roughened surface analysis and bond strength », *Surf Coat Tech*, Vol. 86-87, pp. 22-27, 1996.
- [77]. M. Mellali, « Influence de la rugosité et de la température de surface du substrat sur l'adhérence et les contraintes résiduelles au sein de dépôts d'alumine projetés par plasma », Université de Limoges, Thèse, 1994.
- [78]. C.K. Fang, T.H. Chuang, « Surface morphologies and erosion rates of metallic building materials after sandblasting », Depart Mech Engi, 1999.
- [79]. Y.A. KHARLAMOV, *Methods of measurement of the adhesion strength of coatings (Review)*, traduit en anglais de Zavodskaya Laboratoriya 53 [5] (1987) 63-69.
- [80]. L.L. SHAW, R. REN, D. GOBERMAN, *Measurement of the fracture energy of the coating/substrate interfacial region through radial-notched cylindrical specimens*, *Surface and Coatings Technology* 130 (2000) 74-79.
- [81]. EN 582, Projection thermique - Mesure de l'adhérence par essais de traction.
- [82]. S. YILMAZ, M. IPEK, G.F. CELEBI, C. BINDAL, *The effect of bond coat on mechanical properties of plasma-sprayed Al₂O₃ and Al₂O₃-13 wt% TiO₂ coatings on AISI 316L stainless steel*, *Vacuum* 77 (2005) 315-321.
- [83]. X. SUN, Z. JIANG, S. XIN, Z. YAO, *Composition and mechanical properties of hard ceramic coating containing α - Al₂O₃ produced by microarc oxidation on Ti-6Al-4V alloy*, *Thin Solid Films*, 471 (2005) 194-199.
- [84]. ASTM F 1044, Standard Test Method for Shear Testing of Calcium Phosphate Coatings and Metallic Coatings.
- [85]. EN 15340, Projection thermique - Détermination de la résistance au cisaillement des revêtements obtenus par projection thermique.
- [86]. ST. SIEGMANN, M. DVORAK, H. GRÜTZNER, K. NASSENSTEIN, A. WALTER, *Shear Testing for Characterizing the Adhesive and Cohesive Coating Strength without the Need of Adhesives*, Proceedings of ITSC 2005, Thermal Spray connects: Explore its surfacing potential!, Basel, Switzerland, DVS-Verlag GmbH, (2005).

- [87]. Y.C. ZHOU, T. TONOMORI, A. YOSHIDA, L. LIU, G. BIGNALL, T. HASHIDA, *Fracture characteristics of thermal barrier coatings after tensile and bending tests*, Surface and Coatings Technology 157 (2002) 118-127.
- [88]. le site www.calce.umd.edu
- [89]. Z. MOHAMMADI, A.A. ZIAEI-MOAYYAD, A. SHEIKH-MEDHI MESGAR, *Adhesive and cohesive properties by indentation method of plasma-sprayed hydroxyapatite coatings*, Applied Surface Science 253 (2007) 4960-4965.
- [90]. S.S. KIM, Y.H. CHAE, S.Y. CHOI, *Characteristics evaluation of plasma sprayed ceramic coatings by nano/micro-indentation test*, Tribology Letters 17 (2004) 663- 668.
- [91]. D. CHOULIER, *Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés à la torche à plasma : Modélisation et utilisation d'un test d'indentation à l'interface*, Thèse de doctorat, Université de Technologie de Compiègne, 1989.
- [92]. P. OSTOJIC, R. MC PHERSON, *Indentation Toughness testing of plasma sprayed coatings*, Materials Forum, 10 [4] (1987) 247.
- [93]. D. CHICOT, P. DÉMARÉCAUX, J. LESAGE, *Apparent interface toughness of substrate and coating couples from indentation tests*, Thin Solid Films 283 (1996) 151-157.
- [94]. D. CHOULIER, P. FLUZIN, C. CODDET, G. THAUVIN, *Characterization of the SubstrateCoating Interface Toughness by the Interfacial Indentation Test – Influence of Different Parameters on the Bond Strength*, Proceedings of 1st Plasma-TechnikSymposium, Lucerne, Switzerland, Plasmatechnik AG, Wohlen, Switzerland, vol. 2, (1988) 293-305.
- [95]. C. RICHARD, J. LU, J.F. FLAVENOT, G. BÉRANGER, *Étude des contraintes résiduelles dans des revêtements NiCrAlY projetés par plasma et caractérisation de la ténacité à l'interface*, Mémoires et Études Scientifiques Revue de Métallurgie 5 (1991) 295-306.
- [96]. P. DÉMARÉCAUX, D. CHICOT, J. LESAGE, *Interface indentation test for the determination of adhesive properties of thermal sprayed coatings*, Journal of Materials Science Letters 15 (1996) 1377-1380.

- [97]. B.R. LAWN, A.G. EVANS, D.B. MARSHALL, *Journal of American Ceramic Society*, 64 (9-10) (1980) 574.
- [98]. G. LIU, A. MOUFTIEZ, C. ROBIN, S. PANIER, J. LESAGE, *Evaluation of interfacial adhesive toughness by simulation of crack propagation in interfacial indentation test*, Proceedings of ITSC 2005, Thermal Spray connects: Explore its surfacing potential!, Ed. E. Lugscheider, Basel, Switzerland, DVS-Verlag GmbH, 2005.
- [99]. G. LIU, *Modélisation de l'essai d'indentation interfaciale en vue de caractériser l'adhérence de revêtements projetés thermiquement*, Thèse de doctorat, Université des Sciences et Technologies de Lille, 2005.
- [100]. A. VASINONTA, J.L. BEUTH, *Measurement of interfacial toughness in thermal barrier coating systems by indentation*, *Engineering Fracture Mechanics* 68 (2001) 843-860.
- [101]. W. LI, T. SIEGMUND, *An analysis of the indentation test to determine the interface toughness in a weakly bonded thin film coating – substrate system*, *Acta Materialia* 52 (2004) 2989-2999.
- [102]. H. ZHANG, D.Y. LI, *Application of a novel lateral force-sensing microindentation method for evaluation of the bond strength of thermal sprayed coatings*, *Surface and Coatings Technology* 197 (2005) 137-141.
- [103]. M. MENNINGEN, H. WEISS, *Application of fracture mechanics to the adhesion of metal coatings on CFRP*, *Surface and Coating Technology* 76-77 (1995) 835-840.
- [104]. C.S. RICHARD, G. BÉRANGER, J. LU, J.F. FLAVENOT, T. GRÉGOIRE, *Four-point bending tests of thermally produced WC-Co coatings*, *Surface and Coatings Technology* 78 (1996) 284-294.
- [105]. G. THURN, G.A SCHEIDER, H.A. BAHR, F. ALDINGER, *Toughness anisotropy and damage behaviour of plasma sprayed ZrO₂ thermal barrier coatings*, *Surface and Coatings Technology* 123 (2000) 147-158.
- [106]. M. YE, J.L. DELPLANCKE, G. BERTON, L. SEGERS, R. WINAND, *Characterization and adhesion strength study of Zn coatings electrodeposited on steel substrates*, *Surface and Coatings Technology* 105 (1998) 184-188.

- [107]. Y.C. TSUI, C. DOYLE, T.W. CLYNE, *Plasma sprayed hydroxyapatite coatings on titanium substrates. Part I: Mechanical properties and residual stress levels*, *Biomaterials* 19 (1998) 2015-2029.
- [108]. C. BOLIS, *Étude numérique et expérimentale de la séparation par chocs brefs d'interface de revêtements multi-couches. Application au test d'adhérence par chocs laser*, Thèse de doctorat, Université de Poitiers, 2004.
- [109]. M. DUCOS, B. BOSSUAT, B. CANAL, *Non Destructive testing of the coating substrate interface of thermally sprayed industrial parts*, *Proceedings of ITSC 2005, Thermal Spray connects: Explore its surfacing potential!*, Ed. E. Lugscheider, Basel, Switzerland, DVS-Verlag GmbH, 2005.