UNIVERSITÉ SAAD DAHLEB DE BLIDA

Faculté des Sciences de l'ingénieur Département De Génie Mécanique

MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : Science Des Matériaux

LES REVÊTEMENTS WC-12%Co ÉLABORÉS A LA FLAMME HVOF : ÉTUDE DES PROPRIÉTÉS STRUCTURALES, MÉCANIQUES ET TRIBOLOGIQUES

Par

DJERIDANE Mohammed Ali

Devant Le Jury Composé De :

M. HADJI	Professeur, U. de Blida	Président
H. AOURAG	Professeur, U. de Tlemcen	Examinateur
M. BOUABDALLAH	Professeur, ENP-Alger	Examinateur
A.BRAHIMI	Chargé de cours, U. de Blida	Examinateur
T.SAHRAOUI	Maître de conférence, U. de Blida	Rapporteur

Blida, JUIN 2006

ملخص

في بحثنا هذا قمنا بوضع ملبس كبربورات التانغستن كوبالت (12% من الوزن) عن طريق الشعلة الحرارية ما فوق الصوتية مع تغيير العوامل العملية لغاز الاحتراق (المستعمل الميثان) و ذلك للحصول على تلبيس ذو قسوة عالية و يقاوم البلى و التآكل .

بإستعمال المجهر الضوئي و الإلكتروني و جهاز الأشعة السينية و نظام لمعالجة الصور وكذلك طرق للمراقبة بدون إتلاف (تيار فوكو، الموجات فوق الصوتية) لتقييم الإلتحام و حالة السطح مع تقييم المقاومة للبلى بجهاز آمسلر. الهدف من هذه الدراسة في الأخير الحصول على عوامل عملية مثالية للتلبيس الحراري ما فوق الصوتي.

ABSTRACT

High-velocity oxygen fuel (HVOF) thermal-sprayed WC-12%Co coatings are distinguished by high hardness, low porosity and good wear resistance compared to other thermal spray technologies. However, for many engineering applications the wear and corrosion resistance are the most important material properties.

In the use of HVOF systems, properties of coatings are studied in different correlations between microstructures, mechanical and tribological properties are also discussed.

Tungsten carbide - cobalt hard coatings were deposited on 25CD4steel substrates using a high velocity oxygen fuel (HVOF) CDS flame spraying system. The microstructure of coatings were analyzed by MEB and optical microscope. Porosity of coatings was determined by Scion Image computer program. X-ray diffraction has been performed to analyze the phase transformation of coating after spraying with different gas ratio and identify phase composition of wear products. Wear evaluation by Amsler machine. Non destructive testing (NDT) methods (eddy current, ultrasound) were used to surface quality characterization.

The characteristics of HVOF coatings were evaluated under identical conditions. It was found that wear rate at room temperatures of WC - 12 % Co HVOF coating system are almost the same, and differ in the range of 10 %. At condition "C" showed greater wear resistance compared to the others HVOF sprayed coatings.

RESUME

Des revêtements de carbure de tungstène (WC-12%Co) ont été élaborés par projection thermique à la flamme supersonique (HVOF) sur des substrats en acier 25CD4 dans différents conditions de projection. Les microstructures des dépôts ont été examinées par microscopie électronique à balayage et microscopie optique. Le taux de porosité et l'épaisseur des revêtements ont été déterminé par un logiciel de traitement d'image « Scion Image ». La diffraction de rayon X a été effectuée pour analyser les transformations de phases dans le matériau après la projection, différentes stœchiométries de gaz ont été utilisées pour étudier leurs influences sur les propriétés du dépôt.

Pour évaluer la tenue à l'usure des dépôts on a procédé à des essais de roulement de type Amsler. Des méthodes d'essai non destructives CND (courant de Foucault, ultrasons) ont été employées pour la caractérisation de la qualité de surface des revêtements, afin de procéder à une étude comparative avec d'autres méthodes expérimentales.

Les caractéristiques des dépôts obtenues par la flamme HVOF ont été évaluées dans des conditions identiques. Il a été constaté que les conditions de projection "C" ont montré une meilleure résistance à l'usure comparées aux autres conditions.

REMERCIEMENTS

Je voudrai remercier de nombreuses personnes sans qui ce mémoire n'aurait pas pu aboutir. Leur soutien, quelqu'en soit la nature, m'a beaucoup aidée tout au long de ces deux années.

Il m'est impossible de ne pas commencer par remercier Monsieur Sahraoui Tahar de m'avoir accepté afin d'entamer une collaboration sur ce sujet de recherche, et de m'avoir fait bénéficier de ses connaissances scientifiques. Une passion pour la recherche, des idées, de larges compétences scientifiques, une écoute, une présence discrète, une grande patience et des conseils judicieux, telles sont les qualités que j'ai pu apprécier chez lui.

Ensuite, je voudrais remercier Monsieur Mohamed HADJI, qui m'a fait l'honneur de présider le jury.

Je suis très honoré de la participation au jury de Monsieur le Professeur Hafid AOURAG. Je tiens à le remercier d'avoir eu la gentillesse de juger ce travail.

Je remercie Monsieur Mebrouk BOUABDELLAH pour avoir accepté de faire partie du jury et de faire un rapport sur mon travail

Je tiens à remercier vivement Monsieur Abdelhalim BRAHIMI pour avoir accepté de faire partie du jury et de juger mon travail

Je remercie Le Pr. Bacha N-E, Vice-Recteur Chargé de la Post-Graduation et la Recherche Scientifique, Directeur du LTSM, pour m'avoir accueilli dans son labo.

J'ai découvert les joies du traitement d'image avec le Dr. Sofiane GUESSASMA qui m'a fait partager avec bonne humeur son savoir. Il sait déjà combien j'ai apprécié son soutien dans les moments difficiles de réalisation de mon mémoire, mais je tiens à le remercier encore sincèrement.

Enfin, ma dernière pensée va à mes parents et mon frère qui m'ont soutenu et supporté tout au long de mes études.

TABLE DES MATIERES

RESUME	
REMERCIEMENTS	
TABLE DE MATIERES	
LISTE DES ILLUSTRATIONS, GRAPHIQUES ET TABLEAUX	
INTRODUCTION	11
1. PROJECTION THERMIQUE	13
1.1 Principe général1.2 Techniques de projection thermique	13 14
 1.2.1 Flamme	14 16 18 19 19
1.3 Fabrication et projection des poudres cermets 1.3.1 Les poudres en cermets cermets 1.3.2 Cermets in-situ	20 20 22
1.3.3 Applications des poudres1.3.4 Ecrasement des particules sur le substrat1.3.5 Empilement des lamelles et construction des dépôts	23 24 26
 1.4 Rôle des paramètres opératoires. 1.4.1 Matériaux d'apport. 1.4.2 Paramètres d'injection de la poudre. 1.4.2 Paramètres énergétiques de la torche. 	27 27 28 28
 1.4.5 Paramètres cinématiques de projection 1.4.5 Paramètres relatifs à l'interaction dépôt/substrat 1.4.6 Effet des caractéristiques des particules en vol 	28 29 29
2. TRIBOLOGIE	31
 2.1 Introduction. 2.2 Historique. 2.3 Frottement. 2.3.1 Définition. 2.3.2 Mécanismes. 2.4 Usure. 	31 33 33 34 35
 3. Propriétés des dépôts élaborés par projection thermique. 3.1 Analyse structurale par traitement d'image. 3.1.1 Introduction. 3.1.2 Principe de base 	38 38 38 39

3.1.3 Images numériques	39
3.1.4 Traitement des images numériques	41
3.1.4.1 Biais introduit lors des traitement des images	41
3.1.4.2 Principe de base	42
3.1.4.3 Analyse par modification de contraste	42
3.1.2.4 Analyse morphométrique	42
3.1.5 Détection des objets d'intérêts	45
3.1.6 Etalonnage	44
3.1.7 Indexe métallographique	44
3.1.7.1 Définition	44
3.1.7.2 Epaisseur moyenne d'un revêtement	45
3.2 Contrôles non destructifs	48
3.2.1 Introduction.	48
3.2.2 Le ressuage	48
3.2.3 La magnétoscopie	50
3.2.4 Les courants de Foucault	52
3.2.5 Les ultrasons	54
3.2.6 La radiographie	57
3.2.7 Autres techniques	59
4. PROTOCOLES EXPERIMENTAUX	60
4.1 Choix du substrat	60
4.2 Préparation des substrat	61
4.3 Sablage des échantillons	61
4.4 Poudre utilisée pour la projection	62
4.5 Elaboration des revêtements à la flamme HVOF	62
4.5.1 Le refroidissement	63
4.5.2 Les combustibles	63
4.5.3 Les paramètres opératoires	63
4.6 Indicateurs métallographiques de la microstructure des dépôts	64
4.7 Microscopie électronique à balayage	67
4.8 Contrôle non destructif des revêtements	68
4.8.1 Contrôle par courant de Foucault	68
4.8.2 Contrôle par ultrasons	68
	- 1
5. RESULTATS ET DISCUSSIONS	71
5.1 Micrographies MEB	71
5.2 Diffraction des rayons X	75
5.3 Caractérisation des revêtements élaborés	80
5.4 Essais sur le tribomètre Amsler	81
5.5 Contrôle non destructif par courant de Foucault	84
5.6 Contrôle non destructif par ultrasons	87
CONCLUSION	90
RECOMMANDATIONS	02
	72
KEFEKEINUES	93
APENDICE A	
LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATIONS	

LISTE DES ILLUSTRATION, GRAPHIQUES ET FIGURES

Figure 1.1	Principe général de la projection thermique	14
Figure 1.2	Schéma de principe d'un pistolet-flamme	
Figure 1.3	Schéma de principe d'un pistolet HVOF	
Figure 1.4	Température et vitesse des particules pour le procédé HVOF	
Figure 1.5	Températures de flamme et des particules pour la projection par flamme	17
Figure 1.6	Schéma de principe d'une torche CDS	20
Figure 1.7	Schéma du principe de fonctionnement d'un réacteur de mécanofusion	21
Figure 1.8	Mécanismes d'enrobage des particules et de fabrication de la poudre cermet	21
Figure 1.9	Schéma d'écrasement de la particule (a), introduction de Tt(b).	25
Figure 1.10	Schéma d'un dépôt en croissance	26
Eiguro 2 1	Nécessité d'une force pour le mouvement	33
Figure 2.1	Surface de contract	34
Figure 2.2	Surface de contact	34
Figure 2.3	Contact à l'état statique	51
Figure 2.4	Phénomènes influençant le coefficient de frottement	35
Figure 2.5	Représentation schématique des éléments d'un système tribologique	36
Figure 2.6	Mécanismes d'usure fondamentaux	37
Figure 2.7	Classement des processus d'usure	37
Figure 3.1	Image numérique et représentation topographique de l'intensité lumineuse	40
Figure 3.2	Exemple d'image numérique.	40
Figure 3.3	Etalonnage d'une chaîne d'analyse à partir de l'image numérique d'un	40
C	micromètre étalon (étalonnage suivant l'axe horizontal)	44
Figure 3.4	Ouantification de la microstructure d'un revêtement	45
Figure 3.5	Mesure de l'éraisseur movenned'un revêtement	47
Figure 3.6	Le contrôle par ressuage	50
	· · · · · · · · · · · · · · · · · ·	

Figure 3.7	Schéma de principe du contrôle par magnétoscopie	52
Figure 3.8	Schéma de principe du contrôle par courants de Foucault	54
Figure 3.9	Schéma de principe du contrôle par ultrason	56
Figure 3.10	Spectre des rayons x	57
Figure 3.11	Schéma de principe du contrôle par radiographie	57
Figure 4.1	Installation de projection HVOF utilisée	62
Figure 4.2	Isolation des profils du substrat et du dépôt et calcul de l'épaisseur du dépôt	66
Figure 5.3	Machine d'usure AMSLER	67
Figure 5.4	Chaîne de mesure ultrasonore	69
Figure 5.1	Micrographies MEB de la poudre WC-12%Co	71
Figure 5.2	Micrographie optique du revêtement WC-12%Co	71
Figure 5.3	Micrographies MEB sur le dépôt A	72
Figure 5.4	Micrographies MEB sur le dépôt B	72
Figure 5.5	Micrographies MEB sur le dépôt C	73
Figure 5.6	Micrographies MEB sur le dépôt D	73
Figure 5. 7	Analyse diffractométrique de la poudre WC-12%Co	76
Figure 5. 8	Analyse diffractométrique du revêtements A	77
Figure 5. 9	Analyse diffractométrique du revêtements B	77
Figure 5.10	Analyse diffractométrique du revêtements C	78
Figure 5.11	Analyse diffractométrique du revêtements D	78
Figure.5.12	Evolution du moment de frottement en fonction de la distance	81
Figure 5.13	Perte de poids des contres échantillons en laiton	82
Tableau 4.1	Composition chimique de l'acier 25CD4	60
Tableau 4.2	Propriétés mécaniques de l'acier 25CD4	60
Tableau 4.3	Composition de la poudre utilisée	61
Tableau 4.4	Paramètres opératoires de projection HVOF.	64
Tableau 5.1	Caractéristiques des revêtements élaborés.	79
Tableau.5.2.	Moment de frottement et travail d'usure adimensionnel mesurés	82

INTRODUCTION

Il existe plusieurs techniques permettant de modifier les propriétés d'un matériau afin qu'il rencontre les exigences d'une application spécifique. Dans ce sens, les traitements de surfaces représentent une solution des plus intéressante pour améliorer la résistance a l'usure et à la corrosion.

Depuis plusieurs décennies, divers procédés et matériaux d'apport ont été employés pour modifier les surfaces afin d'accroître leur résistance aux agressions extérieures. Les procédés conventionnels comme les dépôts électrolytiques [1], ou en passe de le devenir, comme le dépôt physique ou chimique en phase vapeur (PVD et CVD) [2,3] mettent en jeu des couches de très faibles épaisseurs (< 10 μ m) (durabilité faible) et nécessitent la production du vide, ou bien le contrôle d'une atmosphère gazeuse requise, et la projection thermique qui est un terme générique qui regroupe un ensemble de procédés utilisés pour déposer des matériaux métalliques et non métalliques sur une pièce à revêtir. Ces revêtements sont utilisés dans de nombreux secteurs industriels : nucléaire (modérateurs), aéronautique (ailettes de turbines fixes, chambre de combustion, pièces d'usure et d'abrasion,...), automobile (têtes de soupape, pales de turbocompresseur, pistons,...), industrie papetière, minière, chimique,... Ils permettent de modifier les propriétés de volume de la pièce et de lui conférer des propriétés spécifiques en surface comme une bonne résistance à la corrosion et à l'usure ou des propriétés fonctionnelles (chimique, électrique, magnétique).

La recherche de propriétés de surface spécifiques sur les pièces en service, dont les conditions d'emploi sont de plus en plus sévères, a permis le développement de nouveaux procédés [plasma, canon à détonation, HVOF High Velocity Oxygèn-Fuel...] et de nouveaux matériaux associés (céramiques, carbures, composites, superalliages...). La démarche adoptée dans ce travail a consisté à étudier les propriétés structurales mécaniques et tribologiques des revêtements WC-12%Co élaborés à la flamme supersonique de type HVOF.

Le premier chapitre présente d'abord une brève étude bibliographique sur les différentes techniques de projection thermique qui permet de situer le procédé HVOF, puis une étude bibliographique plus approfondie sur ce dernier procédé. Cette étude décrit le fonctionnement du pistolet HVOF et l'influence des paramètres de projection et ceux du substrat sur les caractéristiques du dépôt. Elle se termine par une revue des propriétés des dépôts qui seront le sujet de notre étude : acier **25CD4**.

Le deuxième chapitre s'intéresse aux phénomènes d'usure et de l'endommagement des revêtements.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude des nouvelles techniques de caractérisations des dépôts, par contrôles non destructifs et par analyse structurale par traitement d'image

Le quatrième chapitre décrit la stratégie expérimentale suivie pour étudier, réaliser les dépôts et les caractériser.

Enfin, le dernier chapitre concerne les travaux expérimentaux relatifs à la caractérisation des revêtements WC-12%Co élaborés à la flamme HVOF.

Chapitre 1 Projection thermique

1. La projection thermique

<u>1.1. Principe général</u>

La projection thermique regroupe l'ensemble des procédés dans lesquels un matériau d'apport est fondu ou porté à l'état plastique grâce à une source de chaleur, puis projeté à l'aide d'un gaz porteur sur la surface à revêtir sur laquelle il se solidifie. La matière à déposer, sous forme de poudre, de fil ou de baguette est fondue totalement ou partiellement dans la source de chaleur (flamme, arc électrique, plasma). Ces techniques permettent de projeter une grande gamme de matériaux : métaux et alliages, cermets, céramiques et dans certaines conditions, des polymères. Une différence de 300 °K entre la température de fusion et la température de décomposition ou d'évaporation du matériau est nécessaire pour que le matériau puisse être projeté dans de bonnes conditions [4].

La figure 1.1, présente le principe général de la projection thermique : 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 (flamme, arc électrique, plasma). Un gaz vecteur permet une pulvérisation de la matière, et le transport des gouttelettes ainsi formées jusqu'à la surface à revêtir.



Figure 1.1 : Principe général de la projection thermique [4]

1..2. Techniques de projection thermique

On retrouve principalement quatre méthodes de projection thermique qui ont chacune leur spécificité et leur domaine d'applications industrielles : la projection par flamme, le procédé HVOF (High Velocity Oxy-Fuel), le D-gun (ou canon à détonation), et la projection par plasma.

1.2.1. Flamme

La projection par flamme est historiquement la plus ancienne [4], mais industriellement encore assez répandue puisqu'elle représente 25% du marché de la projection thermique. Le procédé est basé sur la combustion d'un carburant sous forme gazeuse avec l'oxygène de l'air. Dans la technologie dite flamme-poudre, le matériau est introduit sous forme de poudre dans la flamme diffusante qui le véhicule jusqu'au substrat. Les températures de la flamme sont de l'ordre de 3000 °C, et donc les températures atteintes par les particules à projeter ne dépassent pas environ 2000 °C.

La vitesse des particules projetées par la flamme est faible (~50m/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 2 à 3kg/h, sans échauffement important du substrat (T< 250°C). Il est possible d'augmenter ces vitesses de particules en augmentant le débit de gaz porteur mais la dispersion du jet de particules projetées augmente corrélativement. Une augmentation de la quantité de poudre injectée favorise aussi la dispersion du jet et diminue la vitesse des particules. Les particules sont souvent à la limite de fusion en frappant le substrat et comme leur vitesse est faible, les dépôts réalisés sont très poreux (jusqu'à 50% de porosité). Les matériaux les plus utilisés restent les alliages auto-fusibles (alliages à base Nickel ou Cobalt contenant des éléments de petite taille tels que le bore et/ ou le silicium et chargés éventuellement en carbures), qui sont réchauffés à 1150 °C après dépôt pour améliorer l'adhérence, éliminer en partie les oxydes et diminuer la porosité du dépôt. Notons que cette température exclut l'usage de substrats à base d'aluminium. La projection d'acier, d'alliages à bas point de fusion ou de polymères est également possible par le procédé flamme-poudre [5].



Figure 1.2 : Schéma de principe d'un pistolet flamme-poudre [5]

Il existe également un procédé appelé « projection flamme-fil » où le matériau d'apport est sous forme de fil, de baguette ou de cordon. Il utilise les mêmes gaz que ceux utilisés en projection flamme-poudre (oxygène+gaz combustible) auxquels s'ajoute de l'air comprimé servant à l'atomisation de l'extrémité fondue des fils. La vitesse des particules est plus élevée (environ 150m/s). La température de l'extrémité du fil ou de la tige peut atteindre 0,95 fois la température de la flamme ce qui permet de projeter des céramiques. Les taux horaires varient de 1 kg/h à plus de 30 kg/h en fonction du matériau, des diamètres de fil ou de baguette utilisés et des propriétés de dépôts recherchées.

<u>1.2.2 Flamme supersonique HVOF</u>

La projection à la flamme supersonique 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 0,5 à 0,7MPa), suivie d'une tuyère convergente-divergente, permet à la flamme d'atteindre des vitesses supersoniques. Le matériau à projeter se présente généralement sous forme de poudre. Il est injecté à l'aide d'un gaz neutre dans la flamme où il est fondu et accéléré dans la tuyère (figure 1.3).



Figure 1.3 : Schéma de principe d'un pistolet HVOF [5]

Le procédé HVOF, qui est une combustion sous pression (<1MPa), fonctionne avec un combustible qui peut être du propane, du propylène, du méthane, de l'hydrogène ou du kérosène. La température de flamme est comprise selon le combustible entre 2500 et 3200°C. Les températures des particules (comprises entre 1500 et 2500K) sont fonction de leur taille : les plus petites sont les plus chaudes. De même, la vitesse des particules est inversement proportionnelle à leur taille (plus elle sont petites, plus elles sont accélérées) dans un gamme généralement comprise entre 400 et 600m.s⁻¹, mais pour les plus petites on peut dépasser 1000 m.s⁻¹ (figure 1.4). Une augmentation de la pression de la chambre provoque une légère augmentation de la température des particules mais surtout une forte élévation de leur vitesse.



Figure 1.4 : Température et vitesse des particules pour le procédé HVOF [5]

Les pressions importantes atteintes dans le pistolet n'autorisent pas l'utilisation de l'acétylène comme gaz combustible (risque d'explosion). 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 acquise permettant cependant la réalisation de dépôts caractérisés par une faible porosité (<2%), une bonne adhérence (70-100MPa) et une faible rugosité de surface.

Les principales applications de ce procédé sont la projection de cermets (WC-Co, Cr₃C₇-Co ou NiCr), de métaux, d'alliages et d'alliages auto fusibles. Des mesures réalisées au DPV2000 [5] montrent que la température des particules ne suit pas celle de la flamme (figure 1.5). L'ordre de grandeur des températures de particules pour ce procédé est de 2000°C ce qui limite leur utilisation à la projection de matériaux à bas point de fusion.



Figure 1.5 : Températures de flamme et des particules pour la projection par flamme [5]

Par entraînement de l'air ambiant, les particules sont soumises à une forte oxydation si elles ont eu le temps de fondre (~10% d'oxyde) et à une faible oxydation (<1%) dans le cas contraire. En effet l'intérieur des particules fondues peut être le siège d'un phénomène convectif qui entraîne les oxydes formés en surface de la particule vers son cœur tout en amenant continûment du matériau non encore oxydé en surface. On retrouve ainsi dans les particules collectées en vol des îlots d'oxydes à l'intérieur. Par contre si elles ne sont pas fondues à coeur, seule un coquille liquide d'oxyde se forme. Ainsi selon la taille de la particule elle sera soit entièrement fondue soit solide en état plastique. Dans ce dernier cas, il faut à cette particule une grande énergie cinétique pour s'écraser. Les matériaux que l'on peut projeter sont des métaux (inox, **Cr**, **Mo**, Inconel, **MCrAIY**, **NiCr**), des alliages autofusibles et des cermets. Pour cette dernière famille, le procédé HVOF est très avantageux.

Par exemple, pour le **WC-Co**. Si la température de fusion est dépassée, il y a convection et oxydation du carbure de tungstène :

$$WC + O_2 \rightarrow W + CO_2 \quad (1.1)$$

Alors qu'avec le procédé HVOF, la vitesse élevée de la particule (en comparaison avec le procédé par flamme) ne permet pas la dilution de l'oxygène et **WC** reste dans la matrice de cobalt. Les dépôts réalisés sont beaucoup plus denses qu'avec la projection par flamme. Les applications sont principalement les protections anti-corrosion et anti-usure..

1.2.3. Les différents procédés de type HVOF

Le premier appareil de type HVOF a été développé en 1982 par BROWNING [4] sous le nom de : *Jet Kote*. Depuis son apparition, plusieurs fabricants ont proposés plusieurs models : *Diamond Jet*, *CDS*, *Top Gun*, *JP*-5000, etc.

Les procédés HVOF diffèrent plus ou moins en fonction du procédé d'injection de la poudre, de la composition du combustible utilisé, de la méthode de refroidissement et des géométries des chambres de combustion et de buse. Une distinction majeure peut être faite au niveau des phénomènes de combustion impliqués, c'est à dire la détonation et la déflagration peuvent être classifiés par la conception de leur chambre de combustion, selon que la flamme est stabilisée dans la chambre de combustion (CSCP : chamber-stabilized combustion processes) ou dans la buse (NSCP : nozzle-stabilized combustion processes).

Tous les procédés de type HVOF développés depuis le début des cannées 1980 se classent dans cette catégorie [1]. Toutefois on peut distinguer entre deux types. <u>1.2.3.1. Les procédés à la flamme stabilisée dans la chambre de combustion (CSCP</u>

Ces procédés présentent une chambre de combustion relativement large par rapport au diamètre de la buse. Le mélange combustible-comburant est brûlé par diffusion et la flamme formée est suffisamment stabilisée dans la chambre de combustion. Une grande chambre de combustion permet d'augmenter la pression de combustion et la vitesse des gaz. Cette possibilité dépend très finement des propriétés physico-chimiques du combustibles, en particulier de son point d'ébullition et de sa stabilité chimique. Un inconvénient principal de ce type de procédé est la perte d'énergie thermique au niveau de parois de la chambre de combustion. Cette perte de chaleur est souvent supérieure à 20% environ de l'énergie thermique obtenue par la combustion. Il est donc nécessaire d'équiper le chalumeau d'une longue buse pour avoir un échange thermique suffisant entre les gaz et les particules. De plus, le système peut être relativement compliqué à fabriquer. Les systèmes typiques appartenant à ce type sont les procédés *Jet Kote et JP-5000*.

1.2.3.2. Les procédés à flamme stabilisée dans la buse (NSCP)

Ces procédés ont généralement une chambre de combustion beaucoup plus petite que celle des procédés à flamme stabilisée dans la chambre de combustion. La chambre est normalement une petite zone de section constante ou convergente qui est directement liée à la buse. La flamme est donc stabilisée dans la buse. Pour ce type de procédé, une certaine limite de pression est imposée par la géométrie interne. Par contre la perte d'énergie thermique est faible par rapport aux autres procédés. Les principaux avantages de ce type de procédés sont la simplicité de la structure et le bon rendement thermique. Les systèmes typiques de ce type sont les procédés :CDS, Diamond Jet et Top Gun. Dans notre présente étude, on a utiliser le procédé CDS.

A. Le procédé CDS

Ce système possède une petite chambre de combustion de section convergente qui est reliée directement à une buse de section constante de diamètre 8mm. Trios types de buses sont disponibles (3, 4 et 5 pouces). Pour chacune d'elles, une partie divergente d'environ 20 mm de long se situe en sortie. L'angle du divergent est très faible ($<1^\circ$). Les

pertes poudres sont injectées dans la chambre de combustion axialement par rapport à la buse de projection [7].



Figure 1.6 : Schéma d'une torche CDS [7]

1.3. Fabrication et projection des poudres cermets

1.3.1. Les poudres en cermets

Les dépôts cermets sont principalement élaborés en projetant des poudres cermets préalablement fabriquées. Il existe un grand nombre de procédés d'obtention des poudres destinées à la projection thermique. Les paragraphes suivants présentent brièvement des méthodes les plus utilisées :

• Mécanofusion : En provoquant une réaction mécanochimique de surface entre différents matériaux, de nouveaux matériaux peuvent être préparés [8]. Le principe de la mécanofusion consiste à appliquer une pression mécanique sur des poudres qui subissent des forces de compression, de cisaillement, de laminage et d'usure par frottement. Pour cela, les poudres sont introduites dans un réacteur constitué d'une chambre cylindrique en rotation et d'un assemblage de deux pièces de compression et de deux racloirs (figure 1.7). Elles sont plaquées contre la paroi du fait de la force centrifuge et elles sont compressées dynamiquement par les pièces de compression. Les racloirs décolmatent les particules de la paroi. Ces phénomènes permettent l'enrobage partiel ou complet d'une poudre par une autre. Normalement les particules les plus grosses forment le coeur de la particule composite et les particules fines s'accumulent à la surface. L'enrobage dépend de la taille, de la nature, et de la morphologie des poudres initiales ainsi que des paramètres du procédé (figure 1.8). L'avantage de cette technique est

l'obtention des poudres constituées de particules sphériques ayant une bonne distribution de phase, un excellent contact entres les différents phases sans liants et avec un contrôle de leur granulométrie.



Figure 1.7 : Schéma du principe de fonctionnement d'un réacteur de mécanofusion [8].



Figure 1.8 : Mécanismes d'enrobage des particules et de fabrication de la poudre cermet [8].

• Agglomération / Agglomération et frittage : Les poudres agglomérées sont fabriquées lors de l'atomisation sous eau ou sous gaz des particules métalliques avec la co-injection des particules céramiques. L'atomisation séchage (spray drying) a été également utilisée pour fabriquer les agglomérats des poudres cermets. Cette technique consiste à projeter une suspension constituée de particules de céramiques et de métaux avec des liants. A l'aide d'une source de chaleur le solvant est vaporisé produisant les agglomérats de particules plus ou moins sphériques. Ces agglomérats présentent un pourcentage de porosités élevé et doivent être ultérieurement calcinés voire frittés. Les poudres agglomérées sont utilisées dans les travaux [2-8] pour élaborer des dépôts cermets.

Cependant du fait de leur mauvaise tenue mécanique et de leur faible résistance aux chocs thermiques une désagglomération à été observé lors de leur pénétration dans le jet plasma ou la flamme. Ceci se traduit par une porosité élevée du dépôt et de faibles propriétés mécaniques. Le frittage de poudres agglomérées permet de renforcer la cohésion mécanique des agglomérats. La température de frittage varie selon le type de matériau. Les agglomérats frittés conservent leur forme sphérique et leur caractère poreux (la porosité est relativement faible par rapport à celle des agglomérats sans frittage).

• **Poudre avec revêtements** : Des poudres cermets peuvent être fabriquées par revêtement d'une poudre par une autre en utilisant une méthode electrochmique (electrochemical clading) ou chimique (chemical clading). Ces techniques permettent de fabriquer des poudres sphériques avec une bon écoulement des particules et de limiter des risques de ségrégation des phases.

• D'autres procédés ont aussi été employés pour fabriquer les poudres cermet pour la projection thermique : Fusion et broyage, Self propagating High temperature Synthesis (SHS) ..etc.

Il faut noter que la morphologie et les propriétés physico-chimiques dépendent du procède de fabrication de poudre qui peut modifier leur comportement lors de la projection thermique et par là même que la qualité des dépôts. Pour une même composition des éléments dans la poudre WC-Co, de VILLIERS LOVELOCK [9] a souligné l'importance des techniques de fabrication sur la morphologie des particules, le taux des différentes phases et leurs cristallinités.

1.3.2 Cermet in-situ

Plusieurs travaux ont été effectués pour élaborer des poudres ou des dépôts cermet in-situ en favorisant les réactions en vol des particules métalliques sous atmosphère réactive. La projection plasma réactive (RPS) est particulièrement exploitée. Un environnement constitué de gaz réactifs, comme l'azote ou le méthane, est introduit autour du jet plasma. Les gaz environnants s'engouffrent dans le jet thermique et réagissent avec les particules métalliques en formant les phases céramiques. Le taux de phase céramique formée in-situ et de phase métallique non réagie dépend de la thermodynamique et de la cinétique des réactions chimiques ; elles-mêmes liées à plusieurs paramètres. Le taux de composé formé en vol peut considérablement augmenter si les mouvements convectifs dans les particules sont favorisés.

1.3.3. Applications des poudres

Les poudres de carbures couramment utilisées dans l'industrie sont principalement les carbures de tungstène et de chrome. Elles sont généralement sous forme de cermets de

carbures incorporant un liant de cobalt et/ou de nickel. Les propriétés des cermets résultent d'un compromis entre les propriétés intrinsèques de la phase carbure et celles de la phase liante.

- Les principales poudres de carbures de tungstène : WC-12%Co, WC-17%Co, WC-12%Ni, WC-10%Co-4%Cr, (WC-12%Co)+NiCrBSi.
- Les poudres de carbures de chrome : Cr₃C₂-25%NiCr.

A. Le carbure de tungstène

Le premier cermet de carbure a été développé en 1923 par Schroter en Allemagne par frittage [3]. Le carbure de tungstène est d'abord fabriqué par chauffage d'un mélange des poudres de tungstène et de carbone Le mélange est chauffé jusqu'à 1550°C environ pour transformer le tungstène en mono carbure de tungstène. Un liant métallique est ensuite ajouté au carbure concassé.

Le frittage est ensuite effectué dans un four sous vide ou sous ambiance. Le frittage est un processus extrêmement important pour les caractéristiques des cermets de carbures.WC-Co Il comporte plusieurs étapes :

- 1. L'élimination des agents liants entre 200 et 400°C
- Le contrôle de la composition en carbone pour empêcher la formation des carbures les plus fragiles comme la phase η(W₃Co₃C).
- La densification; la phase cobalt est liquéfiée entre 1280 et 1350°C en conséquence de la formation d'une phase eutectique ternaire (W-Co-C) et pseudobinaire WC-Co.
- Le développement de microstructure ; la température est maintenue suffisamment longtemps au-dessus du point de fusion du cobalt pour développer une structure de WC plus uniforme avec une bonne dispersion de la phase de cobalt et une faible porosité.

La granulométrie moyenne des particules de WC varie de moins de 1 µm à environ 8 µm. Les cermets WC-Co sont normalement utilisés pour l'usinage et les applications anti-usure.

Les propriétés typiques de la poudre de carbures de tungstène WC-12%Co, cas de cette étude, sont résumées ci-après :

- dépôt dur avec une bonne adhérence ;

- excellente résistance à l'abrasion et à l'érosion ;
- bonne résistance à l'usure de glissement ;
- bonne résistance au fretting.

1.3.4. Ecrasement des particules sur le substrat

Lorsqu'une particule fondue s'écrase sur le substrat, elle prend une forme lamellaire grâce à l'étalement latéral du liquide sous les pressions présentes dans la particule (Figure 1–10 a). L'énergie cinétique de la particule se transforme en déformation visqueuse et en énergie de surface à la fin de l'écrasement. L'écrasement de la particule peut être divisé en trois étapes : impact initial, étalement de la particule et enfin refroidissement et solidification.

A l'impact (une étape de l'ordre de quelques dizaines de nanosecondes) sur une surface lisse, il a été observé pour des particules d'alumine que l'éclaboussement d'impact

(impact splashing) se passe toujours si leur nombre de Sommerfeld K est supérieur à 70 et parfois quand 10 < K < 70. Cet éclaboussement croît en fonction de K et fait éjecter de petites gouttelettes perpendiculairement à la surface du substrat sur une distance voisine de 3 mm, c'est-à-dire hors de la couche limite ce qui fait que la plupart sont entraînées par le jet.

L'étalement des particules (de l'ordre de la microseconde) est un phénomène complexe notamment quand la solidification de lamelles commence avant l'étalement complet. Les phénomènes intervenant dans cette étape sont gouvernés par plusieurs facteur qui peuvent être classés en 2 groupes : les propriétés des particules à l'impact (la diamètre, la morphologie, la vitesse, la température, l'état physico-chimique etc...) et l'état de la surface du substrat où des particules sont déjà étalées (la rugosité, la température, les propriétés thermiques, l'oxydation ..etc.).



Figure 1.9 : Schéma d'écrasement de la particule (a), introduction de Tt (b) [6].

Plusieurs études expérimentales ont été effectuées (98% sur les surfaces lisses) pour comprendre l'influence des propriétés des particules à l'impact sur leur écrasement et la formation des splats. D'autres travaux ont été réalisés pour examiner les effets de la température, de la rugosité et des propriétés thermiques du substrat sur l'étalement et la solidification des particules. L'effet de la mouillabilité de la particule sur le substrat a été aussi évalué. Il faut noter que la mouillabilité dépend de la rugosité et de la porosité de substrat ainsi que de la composition chimiques et de l'état cristallin des particules et du substrat.

La solidification des lamelles (une étape de l'ordre de quelques microsecondes)

dépend du flux de chaleur des particules vers le substrat. Ce dernier est lié au contact ou à la résistance de contact entre la lamelle et le substrat. Il dépend également des propriétés thermiques du substrat et de la particule étalée. Le contact effectif lamelle-substrat varie avec la quantité des condensats et adsorbats à la surface, la porosité et la rugosité de la surface. Le refroidissement rapide de lamelle étalée favorise la nucléation hétérogène . Les travaux ont montré que la température du substrat était le paramètre principal qui déterminait la formation de l'un ou l'autre de ces morphologies. Les lamelles éclaboussées se forment sur substrat froid ; lorsque la température du substrat augmente et passe au delà de la température appelée 'température de transition T_t ' par FUKUMOTO et al. [10] , les lamelles prennent une forme circulaire (figure 1.10. b)

1.3.5. Empilement des lamelles et construction des dépôts

Un dépôt réalisé par projection thermique croit par empilement des particules écrasées d'abord sur le substrat et puis sur les lamelles déjà solidifiées. Les particules écrasées subissent un refroidissement très rapide (entre 10^6 et $10^8 \,^\circ$ K.s⁻¹) [10], suivi par un chauffage induit par l'écrasement de la particule suivante au même endroit. La chaleur est diffusée rapidement dans le substrat ou les couches déjà déposées pour obtenir la température moyenne du dépôt dépendant de la température de préchauffage du substrat, du système de refroidissement et de l'épaisseur du cordon de projection.

L'épaisseur de passe déposée lors de chaque passage dépend de la vitesse relative Torche / substrat ainsi que du débit et du rendement massique de la poudre projetée.

Le refroidissement, souvent par air comprimé ou parfois par CO₂ liquide ou Ar liquide pour des matériaux très sensibles à la décomposition thermique comme les polymères, est nécessaire lors de l'élaboration des dépôts pour garder la température au minimum afin de limiter les contraintes. Ce mode de construction génère des microporosités, des fissurations inter et intralamellaires ainsi que de zones de contacts imparfaits au niveau des empilements lamelle-lamelle et lamelle-substrat dont les conséquences peuvent être préjudiciables aux propriétés d'usure. Cette microstructure lamellaire est représentée schématiquement sur la figure 1.10.



Figure 1.10 : Schéma d'un dépôt en croissance [10]

1.4. Rôle des paramètres opératoires [11] :

Les paramètres opératoires permettent peuvent se diviser en cinq catégories :

les paramètres relatifs aux matériaux d'apport, les paramètres d'injection, les paramètres énergétiques, les paramètres cinématiques et les paramètres relatifs à l'interaction dépôt/substrat.

1.4.1. Matériaux d'apport :

Les caractéristiques du matériau d'apport sont importantes dans l'optimisation du procédé HVOF. Un nombre important est lié au choix du matériau.

- le procédé de fabrication : la technique de fabrication de la poudre du matériau d'apport influence sur la morphologie des grains, la composition des phases ainsi que la cohésion des constituants dans le cas ou plusieurs matériaux sont agrégés.
- la nature de la poudre : la nature de la poudre joue un rôle important dans la détermination des paramètres énergétiques et des paramètres d'injection. Les paramètres physiques associés à une poudre donnée sont principalement sa densité, sa température de fusion, sa chaleur latente de vaporisation et sa conductivité thermique. Ces paramètres influencent sur l'efficacité du transfert thermique et le rendement de projection.
- la distribution granulométrique et la morphologie des des particules de la poudre : la taille des particules est un critère important qu'il convient de prendre en compte pour adapter le plus efficacement possible les paramètres opératoires conduisant à la fusion des particules.

L'efficacité du transfert thermique de la flamme HVOF aux particules, au même titre que les transferts de quantités de mouvement dépend de la taille des particules. Ces transferts conditionnent les caractéristiques des particules en vol qui dépendent à leur tour du temps de séjour au sein de la flamme et de la distance de projection.

Bien que leur inertie plus faible induise un freinage aérodynamique plus important durant leur vol en dehors de la flamme, les particules de petits diamètre sont fortement accélérées durant leur séjour dans la chambre de combustion. Ce dernier leur communique une quantité de mouvement importante se traduisant à la distance de projection, par une vitesse moyenne d'impact plus élevée que celle des particules de plus grande dimension.

Par ailleurs, plus les particules ont une énergie cinétique importante à l'impact sur le substrat, plus l'étalement des gouttelettes sur les irrégularités de la surface est importante, améliorant de ce fait l'adhérence par un fort ancrage mécanique. Cet aspect est plus favorable aux particules de grande taille. Néanmoins, la viscosité et la tension de surface diminuant avec l'augmentation de la température des particules, ces derniers aspects sont plus favorables aux particules de faible taille qui présentent les plus basses viscosité et tension de surface et donc de meilleurs paramètres d'écrasement.

1.4.2. Paramètres d'injection de la poudre

Les paramètres régissant l'injection de la poudre dans la chambre de combustion contrôlent la trajectoire des particules et donc la qualité des transferts. Ces paramètres sont principalement le débit massique, le diamètre de la buse, la distance d'injection à l'axe géométrique de la torche, l'angle de projection et la nature et le débit du gaz porteur

1.4.3. Paramètres énergétiques de la torche de projection

Les paramètres énergétiques de la torche de projection permettent de contrôler indirectement la température et la vitesse des particules en vol *via* l'ajustement des caractéristiques du jet. Ces paramètres englobent le débit du gaz combustible, le débit du gaz porteur, le débit de la poudre et le mode de refroidissement.

Dans le cas des mélanges binaires communément employés, c'est le pourcentage volumique d'hydrogène et le débit total du mélange qui seront considérés comme paramètres opératoires dans cette présente étude.

1.4.4. Paramètres cinématiques de projection

Les paramètres cinématiques de projection sont les paramètres modifiant la trajectoire et la cinématique de la torche de projection dont les contrôles sont assurés principalement par un manipulateur (un robot multi-axes par exemple). Ces paramètres englobent la distance de projection, l'angle de projection, le pas de balayage et la vitesse relative torche/substrat.

La distance de projection est la distance séparant le nez de torche du plan de la pièce à revêtir. C'est le paramètre le plus facilement ajustable pour faire varier l'état des particules à l'impact sur le subjectile.

1.4.5. Paramètres relatifs à l'interaction dépôt/substrat

Les paramètres relatifs à l'interaction dépôt/substrat comprennent la température moyenne du dépôt en formation, le type de substrat et son état de surface.

Le contrôle de la température moyenne du dépôt et de la pièce à revêtir est important pour réduire les contraintes résiduelles et améliorer l'adhérence et la cohésion du dépôt. La cohésion et l'adhérence des dépôts sont nettement supérieures si ces dépôts sont construits à des températures de substrat élevées. Par exemple, un préchauffage adéquat du substrat permet de doubler la valeur de l'adhérence du dépôt (si l'oxydation du substrat est évitée) et de réduire les contraintes de trempe. En contre partie, les contraintes thermiques générées doivent être limitées pour éviter leur relaxation notamment par la fissuration du dépôt. C'est pourquoi il est préférable, pour gérer ces contraintes, de maintenir la température de l'ensemble relativement faible, à savoir quelques dizaines de degrés au dessus de la température ambiante. En plus des effets sur les propriétés mécaniques, le refroidissement de la pièce durant sa projection permet, à adhérence constante, de diminuer la rugosité de la surface du dépôt.

Il est démontré toutefois que la stabilité de la température de surface du dépôt en cours de projection est difficile à maintenir L'état de la surface du substrat joue également un rôle important dans l'ancrage mécanique des dépôts, surtout dans le cas des cermets.

Plusieurs études mettent en évidence l'amélioration de l'adhérence en augmentant la rugosité de surface.

1.4.6. Effets des caractéristiques des particules en vol

Les caractéristiques des particules en vol conditionnent la cinétique et la dynamique de l'écrasement sur le subjectile. Cette phase d'écrasement comprend l'impact, l'écrasement proprement dit et la solidification. Plusieurs auteurs ont discuté ces mécanismes et commenté leurs effets sur la construction du dépôt, soit par des méthodes numériques soit par des approches expérimentales qui nécessitent des moyens de détection sensibles à l'échelle des phénomènes opérants. L'écrasement d'une particule et sa solidification sont en effet très rapides, de l'ordre de 3 à 5 ms pour atteindre un étalement maximal. La vitesse de solidification quant à elle est de l'ordre de 106 °K.s⁻¹. La morphologie finale des lamelles à l'écrasement est donc sensible aux caractéristiques des particules à l'impact et elle influence l'adhérence et la cohésion du dépôt.

Il semble difficile de découpler les effets de la température et de la vitesse des

particules en vol sur les propriétés des dépôts, d'une part parce que les effets des paramètres opératoires sur les caractéristiques des particules ne permettent pas de les découpler, d'autre part à cause de la corrélation qui lie ces deux grandeurs à la taille des particules. Le suivi de ces caractéristiques reste l'alternative la plus utilisée par les opérateurs de systèmes de projection pour contrôler les propriétés des dépôts.

Chapitre 2 Tribologie

2.1. Introduction

La tribologie est définie comme la science et la technologie des surfaces qui interagissent dans un mouvement relatif. Ce terme fut utilisé pour la première fois en 1960 par un comité du gouvernement britannique et concerne en fait l'étude du frottement, de la lubrification et de l'usure. C'est un domaine multidisciplinaire dont l'importance est considérable pour la conservation de l'énergie et de la matière. En 2000, ROBINS E. [13] estimait que 6% du produit mondial brut était perdu en raison d'une mauvaise connaissance ou d'une mauvaise application de la tribologie. Il est alors aisé d'imaginer l'impact économique que peut procurer une amélioration, même minime, dans ce domaine. Mais les problèmes ne sont désormais plus confinés dans l'industrie aéronautique ou de l'automobile. Avec le développement de l'information et des moyens de communication, les scientifiques sont désormais confrontés à des systèmes miniaturisés et la compréhension des questions tribologiques s'avère essentielle.

Après un bref historique, nous étudierons les mécanismes de frottement et d'usure en insistant plus particulièrementsur les différents types d'usure.

2.2 Historique

G. VINGSBO [14] écrivit avec justesse que « *1 'histoire de la tribologie, c 'est en fait l'histoire de l'humanité »*. Tout commença en effet dès la Préhistoire où l'homme découvrit la possibilité de générer du feu en frottant deux morœaux de bois ou encore en percutant des silex. Les outils devinrent ensuite de plus en plus améliorés et des os, des coquillages ou encore des bois de cerf servirent à creuserdes cavités, à percer des trous.

Les civilisations égyptiennes et mésopotamiennes développèrent des traîneaux et des chariots où les jantes étaient protégées d'une usure excessive à l'aide de clous. D'autre part les gravures et les hiéroglyphes retrouvés dans les pyramides ont révélé que le transport d'énormes statues de pierre ou de blocs de construction s'effectuait avec des planches de bois lubrifiées avec de l'eau ce qui réduisait la résistance au glissement de 50%. En Méditerranée, les romains

plaçaient des clous sur les semelles de leurs chaussures afin de leur assurer une plus longue vie. Vers 330 avant J.-C., en Grèœ, Aristote reconnut la forœ de frottement et remarqua qu'elle était plus faible pourdes objets ronds.

Au Moyen-Age, les paysans étaient confrontés à une usure abrasive importante de leurs charrues. Pour résoudre ce problème d'ordre tribologique, ils insérèrent des cailloux dans le bois de la charrue ce qui la protégea efficacement et cette astuce fut utiliséejusqu'au 19^{ème} siècle.

Pendant la Renaissance, Léonard de Vinci contribua à la compréhension des phénomènes tribologiques en établissant que la force de frottement dépendait de la charge normale mais qu'elle était indépendante de la surface apparente de contact. Deux cents ans plus tard, les travaux de Guillaume Amontons confirmèrent cette théorie.

Le 20^{ème} siècle débuta avec la mise au point des roulements à billes sphériques dont l'impact économique fut rapidement ressente¹. En 1933, ABBOT et FIRESTONE [15] introduisirent la profilométrie. La technologie des lubrifiants connut également une progression rapide etsignificative grâce notamment au développement des moteurs de voiture. Après 1950, les scientifiques se tournèrent majoritairement vers une étude approfondie des mécanismes de base en tribologie et vers la réalisation d'application s industrielles. La nature des surfaces et le contact de surfaces furent l'objet de nombreux travaux. L'apparition de nouvelles technologies telles que l'aérospatiale et le nucléaire permit notamment le développement des lubrifiants solides.

En 1973, le terme bio-tribologie fut adopté pour répondre aux nouvelles préoccupations de la médecine qui souhaitait connaître tous les aspects de la tribologie reliés aux systèmes biologiques.

L'aube du second millénaire, les progrès liés à la connaissance et à la maîtrise des phénomènes tribologiques sont immenses et concernent toutes les disciplines. L'efficacité et la fiabilité de la machinerie que ce soit pour un usage domestique ou industriel en sont la preuve. Désormais, l'intérêt se concentre sur la tribologie à l'échelle atomique et grâce à des instruments tels que le microscope à force atomique, la nano-tribologie progresse rapidement.

2.3. Le frottement [16]

2.3.1 Définition

Le frottement correspond à la résistance au mouvement relatif d'un corps sur un

autre. Pour déplacer un solide sur une surface plane (figure 2.1), une force supérieure ou égale à la force de frottement qui agit parallèlement à la surface et dans le sens opposé du mouvement est nécessaire. Le coefficient de frottement. noté μ , est le facteur de proportionnalité entre la force de frottement et la charge normale W d'où :



Figure 2.1 : Nécessité d'une force F pour produire le mouvement

Le coefficient de frottement dépend :

- De facteurs mécaniques : force normale, vitesse de déplacement ;
- De facteurs chimiques : humidité, oxydants ;
- Des propriétés des matériaux : dureté, plasticité, énergie de surface...

Il correspond en fait à la somme de trois contributions soient les phénomènes d'adhésion, les déformations élastique et plastique des aspérités, et le déplacement de matière par labourage. Mais les scientifiques n'ont pas encore réussi à quantifier chacun des mécanismes.

Trois types d'essais sont généralement utilisés pour évaluer le coefficient d'usure :

- L'essai à crayon sur disque;
- L'essai à cylindres croisés ;
- L'essai à mouvement alternatif.

Il est d'usage de distinguer le coefficient de frottement statique qui correspond au frottement des deux surfaces au repos, du coefficient dynamique où les deux surfaces sont en mouvement relatif. En général, il est souhaitable que le coefficient de frottement soit le plus faible possible mais des applications particulières, comme par exemple le contact des semelles de chaussures sur le sol, nécessitent une valeur élevée.



Figure 2.2 : Surface apparente et surface réelle de contact [13].



Figure 2.3 : Contact à l'état statique [13].

Notons que ces deux lois ne sont pas valables pour les matériaux polymères. Parfois une troisième loi que l'on attribue à Coulomb s'ajoute aux deux premières :La force de frottement est indépendante de la vitesse de glissement, mais elle est souvent moins bien vérifiée.

2.3.2. Mécanismes

Nous avons vu précédemment que le coefficient de frottement dépendait de trois phénomènes physiques distincts qui provoquent des pertes d'énergie (figure 2.4) :

- La formation et la rupture des jonctions d'adhésion aux lieux de contact,
- ✤ La déformation élasto-plastique des aspérités,
- ✤ Le déplacement de matière par labourage.

Lorsque les deux surfaces sont en mouvement relatif, les jonctions des aspérités se font et se défont de façon continueet ont une résistance au cisaillement τ telle que :

$$\mathbf{\tau} = \mathbf{F} / \mathbf{A} \mathbf{r} \mathbf{d}' \mathbf{o} \mathbf{u} \qquad \mathbf{\mu} = \mathbf{\tau} / H$$

La valeur de τ correspond alors au moins dur des deux matériaux et H représente sa dureté. Notons que ce rapport τ /H et par conséquent μ varie peu d'un métal à l'autre.



Figure 2.4 : Phénomènes influençant le coefficient de frottement [13]

2.4. Usure

Nous devons faire face à l'usure à tous les jours: au bureau, lorsque nous constatons la perte en volume rapide d'une gomme à effacer; sur la route, lorsque les sillons des pneus deviennent de moins en moins marqués; dans les usines, lorsque le jeu entre les pièces mécaniques augmente; à la maison, lorsque les couteaux de cuisine perdent leurs tranchants; il y une multitude de situations où l'usure intervient. Il nous faut donc apprendre à maîtriser ce phénomène pour pouvoir l'utiliser à notre avantage. Il va de soi que cette tentative d'apprivoisement de l'usure ne date pas d'hier. Les romains ajoutaient des clous à la semelle de leurs sandales pour prolonger leur vie utile.

Dans certains cas, il est souhaitable de favoriser l'usure d'un matériau par rapport à un autre. Par exemple, nous pouvons considérer la mise en forme de métaux ou du bois par l'usinage. Dans d'autres cas, il est nécessaire de protéger une pièce de la détérioration par l'usure. Dans l'exemple de traitement de surfaces, l'outil qui effectue ce travail est un bon exemple de pièce à protéger.

L'usure est un phénomène complexe et il n'y a pas une définition unique en tribologie. L'usure peut néanmoins être définie comme la perte ou le déplacement non désiré de matière à la surface d'un solide en mouvement relatif ou en contact avecune autre substance.

L'usure d'un matériau peut avoir plusieurs origines (diffusion atomique, adhésion...) et être influencée par de nombreux paramètres. Ce phénomène est constitué de trois étapes reliées les unes aux autres et qui se déroulent sur des points de contact individuels soient l'interaction des surfaces, les changements dans la couche de surface et l'endommagement des surfaces. Il faut garder à l'esprit que ce n'est pas une propriété intrinsèque du matériau. L'usure dépend tout autant des conditions mécaniques et thermiques imposées par le contact que des matériaux en contact. Un systèmetribologique est composé de quatre éléments (figure 2.5):

- Le matériau étudié ;
- Le matériau antagoniste c'est-à-dire contre lequel il s'use ; Les éléments à l'interface ;
- L'environnement (température, humidité, lubrifiant).



Figure 2.5 : Représentation schématique des éléments d'un système tribologique

D'autre part, nous devons distinguer l'usure douce de l'usure sévère. L'usure douce survient généralement sous de faibles charges où les interactions métalliques restent limitées. Les débris d'usure sont constitués de fines particules et sont souvent sous la forme d'oxydes. Il n'y a pas de déformation sous la surface du matériau. L'usure sévère apparaît lorsque des pressions plus fortes sont appliquées. Il y a une déformation plastique au-dessous de la surface. Les débris obtenus ont une taille plus importante, de l'ordre de 1 mm-. II est intéressant de remarquer la rapidité de transition d'un mode à l'autre lorsque la charge appliquée est accrue (figure 2.6).

ROBINOVITS [17] a répertorié quatre mécanismes d'usure fondamentaux schématisés à la figure 2.6:

- L'adhésion ;
- L'abrasion;
- La fatigue de surface ;
- La réaction tribochimique.


Figure 2.6 : Mécanismes d'usure fondamentaux [18].

L'usure adhésive se rencontre lorsque des surfaces glissent l'une contre l'autre. Les fortes pressions entre les aspérités en contact résultent d'une déformation plastique. Il y a formation et destruction des jonctions interfaciales mais aussi transfert de matière d'une surface à l'autre.

L'usure abrasive est la conséquence d'un déplacement de matière dû à la présence de particules dures comme par exemple de la silice, de l'alumine ou d'autres minerais. Il y a formation de bourrelets ou de copeaux.

La fatigue de surface est caractérisée par la formation de fissures et par l'écaillage du matériaudus à un chargement cyclique.

La réaction tribochimique correspond à la réaction des surfaces des solides avec l'environnement qui peut être liquide ou gazeux. Elle résulte de l'enlèvement du métal et des produits de réaction chimique provenant des surfaces en contact. L'usure tribochimique est fortement influencée par les cinétiques de formation des couches en surface ainsi que par la ductilité, la force et l'adhésion du substrat. Il est aussi possible de différencier tes types d'usure en fonction du mouvement relatif entre les éléments du système tribologique comme le montre la figure 2.7. On distingue alors l'usure par glissement, par roulement, par impact, par érosion et par petits débattements(mouvementsalternatifs de faible amplitude et de haute fréquence).



Figure 2.7 : Classement des processus d'usure [18].

Chapitre 3

Propriétés des dépôts élaborés par projection thermique

- 3. Propriétés des dépôts élaborés par projection thermique
- 3.1. Analyse structurale par traitement d'image

3.1.1. Introduction

L'analyse micrographique de base conduit à une interprétation qualitative des caractéristique structurales de la microstructure observée (présence des phases, description des singularités, etc.). Ces informations sont générales et ne permettent pas une description rigoureuse. L'analyse structurale par analyse d'image, technique de métallographie quantitative, autorise quant à elle une analyse quantifiée des caractéristiques structurales d'une microstructure. Basée sur l'emploi d'une chaîne d'analyse d'image, cette méthode se décompose en quatre phases successives, l'acquisition de l'image proprement dite (étape de numérisation), le traitement de cette image en vue d'identifier les objets d'intérêt, l'analyse de l'image visant à extraire les informations relatives à ces mêmes objets (taille, forme, localisation spatiale, etc.), et enfin l'analyse statistique de ces informations par une méthode stéréologique [19].

En science des matériaux, l'analyse micrographique est effectuée habituellement sur des coupes métallographiques en raison de l'opacité des milieux étudiés. Elle est basée sur l'emploi d'appareillages d'amplification, tel que les micros copes optiques ou les micros copes électroniques à balayage. L'analyse micrographique de base conduit à une connaissance qualitative des caractéristiques physiques et structurales du matéri au observé, telle la présence d'une phase identifiable par exemple. Dans le cas précis d'un revêtement obtenu par projection thermique, cette analyse qualitative est relative au taux de porosité, à la présence de particules infondues, etc. Ces informations structurales sont très générales et peu d'informations quantitatives sont disponibles pour décrire plus complètement une microstructure. Différentes métho des permettent toutefois l'analyse quantitative d'une structure, telles que la morphométrie, la métallographie quantitative, la métallographie morphométrique, ..etc. L'existence de plusieurs normes ASTM portant sur ces techniques est d'ailleurs à noter [20].

3.1.2. Principe de base

Quatre phases principales permettent d'analyser une structure donnée, ainsi que décrit sur la Figure 2 1. Après définition du protocole de polissage et étalonnage de la chaîne d'analyse, la première phase est l'obtention, à partir de la structure réelle, d'une image numérique comportant différents niveaux de gris ou plusieurs couleurs. Cette opération est menée grâce à l'emploi d'une matrice CCD (acronyme anglo-saxon de Coupled Charge Device) et d'une carte informatique de numérisation. Dans un second temps, l'image est traitée par l'emploi de filtres en vue d'identifier les objets d'intérêt. Dans une troisième étape, l'image est binarisée; les pixels la constituant sont affectés d'une valeur 0 (blanc) ou d'une valeur 1 (noir) arbitrairement. Par exemple, tous les pixels d'un niveau supérieur à 255, en nuances de gris, sont affectés de la valeur 1; tous les autres sont affectés de la valeur 0. Cette binarisation permet l'identification des objets à analyser (grains de joints par exemple) et l'extraction d'informations relatives à ces mêmes objets. Enfin l'analyse statistique de ces informations par une méthode stéréologique conduit la description quantifiée de la microstructure [21].

3.1.3. Images numériques

Une image numérique est une fonction spatiale de l'intensité lumineuse f(x,y), où x et y représentent les coordonnées spatiales d'un point constitutif de l'image et f est la brillance de ce point, ainsi qu'illustré sur la figure 3.1. Si la brillance f est portée suivant un axe vertical, une image peut être représentée par une carte topologique (courbes de niveaux) [22].



Figure 3.1.. Image numérique et représentation topographique de l'intensité lumineuse [22].

L'acquisition et la numérisation d'une image consiste à la convertir en un nombre discret de points, appelés pixels, auxquels sont assignés une localisation géométrique et une intensité.

Le résultat final de ces opérations est une image numérique, ainsi que détaillé sur la figure 32 qui illustre une structure métallographique (revêtement projeté) et la topologique d'une zone sélectionnée[23].



Figure 3.2. Exemple d'image numérique [23].

3.1.4. Traitements des images numériques

L'opération d'analyse des images numériques est de loin la plus délicate à conduire. De la qualité des observations dépendent la représentativité et la précision de 1l'interprétation. Le traitement consiste a éliminer de l'image primaire les parasites et à en . extraire les contours des objets à analyser morphologiquement. Génériquement, œ traitement se réalise en appliquant à l'image deux familles de filtres. La première famille les filtres linéaires - consiste à remplacer l'intensité de chaque pixel par la moyenne des intensités de ses voisins. Ces filtres supprime le bruit parasite, mais présentent

l'inconvénient majeur d'émousser les contours des objets. La deuxième famille -les filtres non-linéaires opèrent directement sur les contours géométriques des objets, quels que soient les intensités absolues des pixels de l'image [24-25].

3.1.4.1. Biais introduits lors de l'analyse d'image

L'emploi de la technique d'analyse d'Images est source d'erreurs et de biais dans les mesures. Une attention toute particulière est donc demandée dans la conduite des ces analyses.

A cet effet, la norme **ASTM E 1382-91** [26] liste dans son paragraphe **6**, les principales interférences pouvant apparaître. Ces sources d'erreurs sont relatives, d'une part aux méthodes de préparation des surfaces (polissage, attaque, etc.), et, d'autre part, à l'emploi des outils de traitement de l'image. Un résumé des principaux biais envisageables est présenté ci-après:

- la sélection d'aires d'observation non représentatives conduit à une analyse ellemême non représentative de la structure. Ainsi, le choix du plan de polissage, lorsque la structure est anisotrope, doit être judicieusement choisi;
- l'emploi d'un protocole de polissage non adapté qui induirait des rayures importantes 1 à la surface d'analyse, ou qui générerait des délaminations, décollements, etc., est à proscrire; il entraînerait des erreurs importantes, surtout dans le cas d'une analyse automatique;
- l'emploi de techniques. d'attaque ou de . réactifs d'attaques (chimiques, électrochimiques, etc.) qui ne révélerait que partiellement les joints des grains ou objets à analyser sont à éviter dans l'ensemble;
- la discrimination des grains ou objets à analyser basée sur une différence de contraste ou de couleur doit être menée avec attention, cette approche pouvant générer des frontières factices au sein d'un même objet (contraste trop important

ou couleurs différentes au sein d'un même objet), ou pouvant ne pas révéler des frontières existantes entre deux grains adjacents (manque de contraste ou couleurs identiques);

- les poussières, pollutions et contaminations déposées sur la surface à analyser peuvent introduire des biais dans les mesures, particulièrement dans le cas d'une analyse automatisée;
- les poussières, pollutions et contaminations déposées à la surface des optiques du 1 système d'acquisition (objectifs, projectifs, etc.) peuvent introduire des biais dans les mesures;
- une illumination non uniforme de la surface à analyser est pénalisante en terme de sensibilité de détection des frontières des objets à mesurer;

3.1.4.2. Principe de base

Le traitement d'un image numérique consiste à altérer les valeurs des différents pixels (intensités) la constituant en vue d'en extraire des informations spécifiques (contours des objets, intersections entre ces objets, surfaces des singularités, etc.).

Quatre groupes principaux de filtres, ou opérateurs, sont communément utilisés pour traiter une image:

- la modification du contraste;
- les opérateurs arithmétiques et logiques;
- les filtres spatiaux;
- les filtres morphologiques.

3.1.4.3. Analyse par modification du contraste

Les modifications du contraste consistent à convertir les valeurs initiales des pixels en des valeurs modifiées en vue d'altérer le contraste ou/et la brillance. Les altérations des intensités des pixels sont décrites par une fonction de transfert linéaire, non-linéaire, continue ou discontinue.

3.1.4.4. Analyses morphologiques

L'opération de traitement morphologique vise à altérer les images numériques dans le but de détecter les objets d'intérêt et d'en extraire des informations relatives à leur taille, à leur forme ou à leur location spatiale. La détection des objets s'opère essentiellement après la binarisation de l'image numérique (les objets sont contrastés en noir, le reste de l'image en blanc) et par son traitement grâce à l'emploi de filtres morphologiques. L'objet essentiel de ce qui suit est de décrire succinctement le protocole de binarisation d'une image, de lister les principaux filtres morphologiques et de détailler quelques notions relatives à la taille, la forme et la distribution surfacique des objets sélectionnés

3.1.5. Détection des objets d'intérêts

La détection des objets d'intérêt est rendue possible par la binarisation de l'image qui permet d'extraire les objets à analyser. La binarisation consiste à segmenter l'image en deux régions distinctes, d'une part la région des objets digitaux affectée de la valeur d'intensité 1, et d'autre part la région de l'arrière-plan affectée de la valeur 0.

Deux approches sont possibles pour binariser l'image, la méthode du seuillage d'une part, et la méthode de la coupe de densité d'autre part. Le choix de l'une ou l'autre de ces méthode est dicté au cas par cas par la configuration de la microstructure étudiée.

Afin d'épurer l'image binaire de ses artefacts, il est nécessaire de lui appliquer plusieurs filtres morphologiques. Quatre filtres principaux sont communément employés à ce niveau de l'analyse :

- le filtre "érosion" qui élimine des pixels sur les contours des objets digitaux (zones noires). Habituellement, un pixel est éliminé (valeur d'intensité portée à 0) lorsque qu'au moins quatre de ses voisins sont blancs. Le filtre "érosion" permet de séparer les objets accolés et élimine l'ensemble des pixels isolés de l'image.
- le filtre "dilatation" qui a un effet inverse sur les objets digitaux au filtre "érosion".
 n ajoute des pixels sur les contours des objets digitaux (zones noires).
 Habituellement, un pixel est ajouté (valeur d'intensité portée à 1) lorsqu'au moins quatre de ses voisins sont noirs. Le filtre "dilatation" connecte les objets entre eux et élimine l'ensemble des "trous" présents au sein des objets digitaux. n est à noter que l'application du filtre "dilatation" sur les objets digitaux est identique à l'application du filtre "érosion" sur la zone en arrière-plan.
- le filtre "ouverture" qui correspond à l'application successive du filtre "érosion" et du filtre "dilatation". Son emploi permet de lisser les contours des objets digitaux et d'éliminer les pixels isolés.
- le filtre "fermeture" qui a un effet inverse au filtre "ouverture". n correspond à l'application successive du filtre "dilatation" et du filtre "érosion". Son emploi

permet de lisser les contours des objets digitaux et d'éliminer les "trous" présents au sein des objets digitaux.

3.1.6. Etalonnage

L'étalonnage du système de mesure (logiciel d'analyse d'image) est la première étape dans l'analyse quantitative. Cet étalonnage permet de corréler l'aire d'un pixel à des dimensions physiques. Pratiquement, la calibration est effectuée en définissant la distance séparant deux pixels non contigus de l'image. Cette opération est réalisée à partir de l'image d'un micromètre étalon numérisée dans des conditions identiques à celles utilisées pour acquérir les images des microstructures à analyser, ainsi qu'illustré sur la figure 3.3.



20 µm <-> 230 pixels

Figure 3.3 : Etalonnage d'une chaîne d'analyse à partir de l'image numérique d'un micromètre étalon (étalonnage suivant l'axe horizontal).

3.1.7. Index métallographique

Les analyses d'images présentées ci-après ont été réalisées sur un *Pentium 4, 3Gh*; à l'aide du logiciel « *SCIONIMAGE* » (logiciel du domaine public développé au Département de la santé américain).

3.1.7.1. Définition de l'index métallographique

La métallographie quantitative est basée sur le faite que, pour la plupart des microstructures, il est possible de déterminer des valeurs moyennes et des distributions de ces valeurs moyennes des constituants majeurs d'un revêtement (par exemple, la taille des grains, etc.). L'index microstructural proposé ici est constitué d'indices macroscopiques (taille et forme) et d'indices structuraux (distributions des tailles et des formes), ainsi que présenté schématiquement sur la figure 28. Les indices macroscopiques se réfèrent à une analyse globale des caractéristiques du revêtement, principalement au moyen de la description de son épaisseur et de l'estimation de sa rugosité de surface au moyen des dimensions fractales. Quant aux indices microstructuraux, ils décrivent la morphologie des constituants du revêtement, principalement au moyen de leur

distribution de taille et de forme par analyse stéréologique, et à leur distribution spatiale au moyen des cartes des distances Euclidiennes. A la suite, et pour chaque indice, sont présentés un bref rappel théorique de la définition de l'indice ainsi qu'un exemple appliqué au cas des revêtements obtenus par projection thermique [27].



Figure .3.4 : Quantification de la microstructure d'un revêtement à l'aide d'un index métallographique.

3.1.7.2. Epaisseur moyenne d'un revêtement (index macroscopique)

La mesure de l'épaisseur est, parmi l'ensemble des caractéristiques d'un revêtement obtenu par projection thermique, celle qui est systématiquement mesurée: elle revêt en effet une importance particulière dans les performances du revêtement en service, c'est pourquoi elle figure toujours dans les spécifications à respecter. De plus, l'épaisseur d'un revêtement dérive directement du rendement de dépôt du procédé retenu. Plusieurs tests normalisés destructifs et non destructifs permettent de mesurer l'épaisseur d'un revêtement.

Le test destructif *ASTM B* 487 - 85 [28] requière l'emploi d'un oculaire étalonné pour mesurer l'épaisseur d'un revêtement, en superposant son image à l'image d'un coupe perpendiculaire d'un revêtement, cela à faible grandissement (x2 ou x3). Une telle approche est basée principalement sur la perception de l'opérateur effectuant la mesure et

ne semble appropriée que dans le cas d'un test d'acceptation (accepté ou refusé). La mesure de l'épaisseur moyenne d'un revêtement au moyen d'un protocole d'analyse d'image permet une détermination plus rigoureuse de cette caractéristique.

La première étape dans le traitement de l'image consiste à extraire de l'image de base (en niveaux de gris) les contours du revêtement (surfaces supérieures et inférieures). Dans ce cas, le grandissement du microscope doit être défini de manière à visualiser dans le même champ l'ensemble de l'épaisseur du revêtement. La seconde étape consiste à superposer à l'image binaire des contours du revêtement un masque formé d'une succession de lignes équidistantes et parallèles entre elles, orientées perpendiculairement à l'interface revêtement / substrat.

Finalement, l'image du masque et combinée à l'image du revêtement par filtrage Booléen ET, ainsi que présenté schématiquement sur la figure 3.5.

L'analyse d'image consiste principalement en un comptage du nombre de lignes d'interception et de leur longueur totale. Les données sont alors ajustées en retranchant les valeurs relatives aux effets d'anses (petites longueurs), ainsi qu'illustré sur la figure 3.5. Ainsi, l'épaisseur moyenne du revêtement est définie en divisant la longueur totale des segments par le nombre de segments. Plusieurs champs d'un même revêtement doivent être ainsi analysés pour déterminer une valeur représentative, un nombre minimal de cinq champs apparaissant nécessaire.



____100 μm



100 μm



Figure 3.5 : Mesure de l'épaisseur moyenned' un revêtement

3.2.1. Introduction

Comme son nom l'indique, le Contrôle Non Destructif (CND) a pour objectif de mettre en évidence les défauts, tout en préservant l'intégrité des produits contrôlés. Cette définition est assez large. Pour être plus précis, disons que le CND concerne exclusive ment la "santé de la matière" et consiste à rechercher les défauts internes des structures, matériaux, pièces et assemblages. Les mesures dimensionnelles et de formes n'entrent donc pas dans le champ d'application du CND, sauf lorsqu'elles constituent un moyen détourné de mettre en évidence un défaut interne [29].

Les techniques de CND sont utilisées en contrôle qualité pour s'assurer de la qualité d'une production, puis de garantir la tenue en service des pièces et des ensembles fabriqués. Elles sont également très appréciées en maintenance. Elles permettent de vérifier la continuité de la matière, et donc de déceler le manque de matière, les fissures, la présence de corps étrangers, etc L'idéal serait d'obtenir un dimensionnement très précis de tous les défauts décelés. L'état actuel de la technologie ne le permet pas, sauf dans certains cas particuliers. Le mot "Contrôle" n'en figure pas moins dans "CND". Autant dire qu'il doit être pris "avec des pincettes" : ce que l'on recherche, c'est avant tout la qualification d'un défaut, sans nécessairement le quantifier.

Les techniques de CND sont nombreuses [30]. Citons:

- le ressuage
- la magnétos copie
- les courants de Foucault
- les ul tras on s
- la radi og raphie

3.2.2. Le ressuage

Le res suage est sans doute une des techniques de CND les plus anciennes puisque cela fait une cinquantaine d'années que l'on fait appel à ses services. Un des intérêts de la technique réside dans la simplicité de sa mise en œuvre. Un autre intérêt tient au fait qu'il s'agit d'une méthode globale, en ce sens qu'elle autorise un examen de la totalité de la surface de la pièce. Elle permet de bien apprécier la longueur des défauts ; leur orientation n'a aucune importance.

L'exploitation de la méthode comporte trois étapes. La phase initiale consiste à nettoyer la surface de la pièce et de lui appliquer un liquide pénétrant, soit par immersion, soit par pulvérisation. La durée d'application est variable d'un type de pénétrant à l'autre, mais il se situe en général entre 15 et 30 minutes. Le choix du liquide dépend essentiellement de la rugosité de la surface à contrôler et de la porosité du matériau. Suivant le cas, on prendra un produit coloré (faible sensibilité), un produit pré-émulsionné (sensibilité moyenne) ou un produit fluorescent à post-émulsion (sensibilité élevée).

Le pénétrant appliqué vient s'infiltrer dans les plus petits interstices débouchant en surface. Après avoir laissé "poser" le pénétrant, on passe à la deuxième étape, qui consiste à rincer la surface de la pièce afin d'enlever l'excès de pénétrant. Cette opération est délicate. Un rinçage excessif enlèverait le pénétrant présent à l'intérieur des défauts. Si au contraire le rinçage est insuffisant, du pénétrant risque de subsister en surface, pou vant laisser croire à l'existence de défauts.

On passe alors à la troisième étape, qui consiste à appliquer un révélateur sur la surface ainsi rincée, puis séchée. Le révélateur peut être liquide ou sous forme de poudre. Il ne reste plus alors à éclairer la pièce d'une façon appropriée (qui dépend du pénétrant utilisé) et d'observer visuellement la surface de la pièce : les défauts "ressortent".

De par son principe même, le CND par ressuage permet seulement de mettre en évidence que les défauts débouchant en surface, et elle ne donne aucune indication sur le volume, et donc l'importance de ces défauts. On l'a vu, un rinçage excessif ou au contraire insuffisant peut conduire à des erreurs d'interprétation.

Une des tendances actuelles porte sur l'automatisation du procédé. Le traitement d'images par informatique constitue une des évolutions les plus prometteuses.



Figure 3.6 :Le contrôle par ressuage [29]

3.2.3. La magnétoscopie

Le CND par magnétoscopie n'est utilisable que sur des pièces ferromagnétiques (autrement dit, que l'on peut aimanter). En conséquence, l'examen d'aciers inoxydables 18-8, d'aciers à 12 % de manganèse, d'alliages légers (aluminium, magnésium, titane,...), d'alliages cuivreux, sera impossible en magnétoscopie. La technique ne convient qu'à la recherche de défauts superficiels, qu'ils débouchent en surface ou qu'ils soient sous-cutanés (jusqu'à 10 mm de profondeur).

Le principe est simple, et lui aussi connu depuis belle lurette : si on saupoudre de la limaille de fer sur une surface ferromagnétique, on constate que chaque grain de limaille s'oriente, tel l'aiguille aimantée d'une boussole, dans la direction du champ magnétique. Lorsqu'un défaut est présent dans la pièce, au voisinage de la surface, l'orientation du champ magnétique est modifiée et son intensité en surface augmente. On note alors, à l'aplomb du défaut, une agglomération de particules magnétiques. Une observation visuelle permet alors de déceler les défauts.

Dans cette méthode, le plus important, c'est l'aimantation de la pièce. Il existe deux techniques. La première consiste à créer le champ magnétique à l'aide d'un aimant ou d'un électro-aimant. Dans la deuxième technique, l'aimantation est produite en faisant circuler un courant électrique de forte intensité à l'intérieur de la pièce. Ces techniques sont tout à fait classiques. Toute la difficulté consiste à bien maîtriser l'intensité du champ magnétique : une valeur trop élevée risque en effet de saturer le matériau, ce qui n'est pas souhaitable. La direction du champ magnétique a également son importance, car la sensibilité est optimale lorsque la direction est perpendiculaire à la direction présumée du défaut ; c'est la raison pour laquelle on réalise généralement un contrôle suivant deux directions de champ orthogonales.

Le spectre de lignes magnétiques obtenu dépend bien sûr des défauts. Mais bien d'autres paramètres peuvent l'influencer : l'aimantation du matériau ainsi qu'on l'a dit, mais aussi la géométrie de la pièce à contrôler, la nature du révélateur (et sa concentration en particules), que celui-ci soit sec ou liquide. Dès lors, l'interprétation des spectres obtenus exige une certaine vigilance de la part des opérateurs ; en particulier, un doute subsiste dans certains cas critiques sur la distinction entre le défaut réellement préjudiciable et l'effet géométrique qui est à l'origine d'un spectre sans caractère de nocivité.

De façon à limiter les erreurs d'interprétation, des développements sont en cours pour permettre une analyse d'images à l'aide de systèmes informatiques.



Figure 3.7 : S ch ém a de principe du contrôle par magn étoscopie [30]

3.2.4. Les courants de Foucault [30]

Le CND par courants de Foucault n'est applicable que sur les pièces réalisées en matériaux conducteurs (d'un point de vue électrique). Il est bien adapté au contrôle de structures cylindriques (barres et tubes) et permet de mettre en évidence des défauts de sur face ou sous-cutanés. Il convient bien également pour déceler les variations de composition d'un alliage.

Le contrôle par courants de Foucault consiste à soumettre la pièce à contrôler à l'action d'un champ magnétique variable dans le temps, à l'aide d'une bobine parcourue par un courant électrique. Ce faisant, on induit des courants dans le matériau à contrôler. La trajectoire des courants induits est perturbée par des variations locales, soit de la géométrie, soit des caractéristiques électromagnétiques du matériau. La perturbation locale des lignes de courant conduit à une modification du champ induit, lequel s'oppose à chaque instant au champ d'excitation (loi de Lenz). Conséquence, le courant traversant la bobine d'excitation varie. Autrement dit, l'impédance Z_0 de la bobine est modifiée.

Pour réaliser le contrôle complet d'une pièce, il faut déplacer (à une vitesse qui peut atteindre quelques m/s) la bobine à la surface de celle-ci et déceler les variations d'impédance, qui traduisent la présence d'une anomalie à l'intérieur de la pièce. La sensibilité de la méthode dépend de la fréquence du courant d'excitation. Celle-ci conditionne en effet la profondeur des courants induits. L'intensité des courants de Foucault décroît très rapidement dans l'épaisseur des pièces, ce qui destine la technique au contrôle de pièces minces (quelques millimètres) ou aux pièces pour lesquelles on craint des défauts situés près de la surface.

La détection des défauts consiste à mesurer les variations d'impédance de la bobine. En général, on utilise une méthode comparative, dont l'objet est de mesurer la différence entre l'impédance Z de la bobine et l'impédance Z_0 de la bobine pour une pièce de référence (ne comportant pas de défaut). Cette procédure nécessite donc un étalonnage préalable.

On l'a dit, les variations d'impédance dépendent de très nombreux paramètres, notamment de la géométrie de la pièce à contrôler et des caractéristiques du matériau. Il importe donc d'être très rigoureux, tant au niveau de la forme de la bobine, du placement de celle-ci, de l'intensité et de la fréquence du courant appliqué, sans oublier – et c'est sans doute le plus important – la procédure d'étalonnage. C'est à ces conditions que l'on pourra mettre en évidence le phénomène utile (le défaut) et réduire l'influence des phénomènes nuisibles (les caractéristiques de la pièce et du matériau).

L'archivage électronique de "signatures" de défauts et le traitement du signal constituent des voies de développements actuels permettant de simplifier l'exploitation de la technique du CND par courants de Foucault et d'en étendre le champ d'application.



Figure 3.8 : Schéma de principe du contrôle par courants de Foucault [32].

3.2.5. Les ultrasons

Contrairement aux techniques précédentes, le contrôle par ultrasons se prête bien au contrôle du cœur de pièces, même très épais (jusqu'à plusieurs mètres). Le principe est simple : un traducteur émet une impulsion ultrasonore qui se propage à l'intérieur du matériau à contrôler, puis se réfléchit sur les obstacles présents (défauts, faces de la pièce,...). Les échos reviennent ensuite à la surface. Connaissant la vitesse de propagation des ultrasons dans le matériau et le temps aller-retour d'une impulsion ultrasonore envoyée par le traducteur, on en déduit la distance parcourue par cette impulsion et, en définitive, la profondeur du défaut.

Les impulsions ultrasonores sont en fait des rafales d'ondes ultrasonores, dont la fréquence est choisie en fonction des caractéristiques du matériau à contrôler (on travaille en général à des fréquences comprises entre 1 et 10 MHz). Les vitesses de propagation des ultrasons sont élevées (par exemple 5 940 m/s pour les ondes longitudinales dans l'acier) et les distances parcourues sont relativement petites (même si la pièce à contrô ler est épaisse) : l'écart entre les échos est donc faible, disons de quelques μ s à quelques dizaines de μ s, et il faut donc disposer d'une électronique assez rapide pour pouvoir réaliser cette discrimination entre échos. D'autre part, pour que la reconnaissance des échos soit possible, il ne faut pas qu'il y ait chevauchement entre l'émission et les différents échos : les rafales d'ondes ultrasonores, qui constituent les impulsions d'émission, doivent donc être de courte durée, disons de l'ordre de quelques microsecondes.

L'objectif du contrôle par ultrasons est d'être certain de recueillir tous les échos dus à des défauts ; comme les impulsions arrivant sur un défaut obéissent aux lois de la réflexion, l'angle de réflexion dépend de l'orientation du défaut. Pour être sûr de ne pas "perdre" des échos, on peut être amené à utiliser plusieurs traducteurs pour la réception (et non plus un seul, qui sert à la fois à l'émission et à la réception). Dans le même ordre d'idée, certaines applications ne se satisferont pas d'un traducteur droit (émission et réception perpendiculairement à la surface) et il faudra utiliser des traducteurs travaillant de façon oblique : ce genre de situation se présente par exemple lorsqu'on rencontre des défauts longitudinaux orientés perpendiculairement à la surface de la pièce, et donc très difficiles à détecter avec les traducteurs droits. Les traducteurs focalisés, qui permettent de focaliser l'énergie ultrasonore en certaines zones de la pièce à contrôler, contribuent également à détecter certains défauts difficiles d'accès pour les traducteurs classiques.



Figure 3.9 : Schéma de principe du contrôle par ultrason [33].

Aux fréquences utilisées, les ultrasons ne se propagent pas dans l'air pour assurer le passage des ultrasons entre le traducteur et la pièce à contrôler, il faut placer entre eux un milieu couplant. Dans les contrôles manuels, l'opérateur applique un liquide (graisse, huile, gels) sur la pièce à contrôler et déplace le traducteur sur le film ainsi constitué, en prenant bien soin de rester en contact. Dans les contrôles automatiques, où le déplacement des traducteurs est assuré par des bras motorisés, la solution consiste à immerger la pièce et le traducteur dans de l'eau ; ici, il n'est pas nécessaire que le traducteur soit en contact avec la pièce. Comme pour le contrôle par ultrasons, les radiographies à rayons X et y permettent de découvrir essentiellement des défauts internes. La quasi-totalité des matériaux peut être examinée en radiographie, et les épaisseurs contrôlées peuvent être importantes.

Le principe est connu depuis pratiquement un siècle : il s'agit de former une image qui traduit l'absorption subie par un rayonnement ionisant qui a traversé l'objet à contrôler.



Figure 3.10 : Spectre des rayons X.



Figure 3.11 : Schéma de principe du contrôle par radiographie [30].

Les rayons X et y utilisés sont des rayonnements électromagnétiques, c'està-dire de même nature que la lumière ou les ondes radio. Ces rayonnements sont dits ionisants du fait de leur capacité à agir sur la matière et à y créer des charges électriques.

Les rayons X, mis en évidence par Rôntgen en 1895, sont créés en envoyant des électrons accélérés sur une cible en tungstène. Les rayons X ont des longueurs d'onde comprises entre 10^{-7} m et 10^{-12} m, ce qui correspond à une gamme d'énergie allant de 10 eV à 1 000 k.e.V. Toutefois, seuls les rayons X de longueur d'onde inférieure à 2,5 10^{-10} m (c'est-à-dire d'énergie supérieure à environ 5 k.eV environ) ont un pouvoir pénétrant suffisant pour être utilisés in dustriellement. Avec les accélérateurs linéaires, on sait aujourd'hui produire des rayonnements X de quelques M.e.V, capables de radiographier des épaisseurs d'acier souvent supérieures à 200 mm. Il va sans dire que ce type d'équipement est très coûteux.

Les rayonnements y (gamma) sont créés par désintégration spontanée d'un élément radioactif tel l'iridium 192 (période de 74 jours) ou le cobalt 60 (période de 5, 3 ans). Les énergies produites (entre 0,3 et 0,6 MeV pour l'iridium, entre 1,1 et 1,3 MeV pour le cobalt) permettent de radiographier des pièces plus épaisses qu'avec les rayons X produits par des moyens classiques : pour fixer les idées,

Les épaisseurs d'acier acceptables vont jusqu'à 20 mm avec les rayons X classiques, et jusqu'à 150 mm avec les rayons gamma. Dans la plupart des applications industrielles, la formation de l'image radiographique s'effectue grâce à un film qui, après développement, est observé par transparence. La procédure est un peu complexe, prend du temps (quelques heures, si on veut une image de qualité) et coûteuse si on a beaucoup de contrôles. Mais c'est celle qui conduit – et de loin – à la meilleure qualité d'image. D'autres techniques existent pour obtenir l'image d'absorption des rayons X ou μ : les écrans fluorescents, la xérographie (l'image est obtenue en moins de deux minutes), les images enregistrées par caméra (assurant un contrô le en temps réel).

Comme pour toutes les techniques de CND, le CND par radiographie exige un savoir-faire important, tant au niveau des conditions opératoires qu'à celui de l'interprétation des résultats.

3.2.6. Autres techniques

Le res suage, la magnétoscopie, les courants de Foucault, les ultrasons et la radiographie constituent les techniques de base du CND. Il en existe bien d'autres, apparues beaucoup plus récemment.

L'émission acoustique, comme son nom l'indique, se traduit par une émission d'ondes élastiques transitoires lorsqu'un matériau est soumis à une contrainte.

Cette émission peut être due à une déformation plastique, une transformation de phase ou une rupture. La technique est intéressante pour sa rapidité et est bien adaptée à un suivi en fonctionnement. Mais l'étalonnage est délicat (les essais ne sont pas toujours reproductibles) et l'interprétation de signaux obtenus n'est pas toujours aisée.

La tomographie est dérivée de la radiographie à rayons X ou rayons gamma. Elle consiste à construire, par calcul numérique, l'image de la section plane d'une pièce, alors que la radiographie classique n'en fournit qu'une projection. Pour y parvenir, il est nécessaire de réaliser une succession d'irradiations en tournant autour de l'objet et de combiner ensuite les profils d'absorption relevés en chaque position.

La neutronographie est, elle aussi, une technique dérivée de la radiographie et, comme la tomographie, elle néces site des moyens "lourds"; on utilise ici un faisceau de neutrons au lieu d'un faisceau de rayons X ou gamma. Des caractéristiques d'absorption sont totalement diférentes de celles des rayons X. Par exemple, l'hydrogène atténue 150 fois plus un faisceau de neutrons qu'un faisceau de RX de 100 eV. Pour le plomb, la situation est inversée. La neutronographie est donc bien adaptée au contrôle de matériau comportant de l'hydrogène.

Chapitre 4

Protocoles expérimentaux

4. Protocoles expérimentaux

4.1. Choix du substrat

Le substrat utilisé est un acier ordinaire faiblement allié de type AFNOR 25CD4, très souvent utilisé dans la construction mécanique, dans la fabrication des pièces mécaniques, dans le domaine des turbines à gaz, les équipements aéronautiques ainsi que matériau de référence dans les travaux expérimentaux.

Les tableaux 4.1 et 4.2 présentent ses principaux caractéristiques.

Tableau 4.1. Composition	chimique de	l'acier	AFNOR	25CD4
--------------------------	-------------	---------	-------	-------

Elément	С	Cr	Mn	Si	Мо	Р	S
Composition	0.22 à	0.90 à	0.60 à	0.15 à	0.15 à	Max	Max
(%en	0.29	1.20	0.90	0.40	0.25	0.035	0.035
masse)							

Propriétés mécaniques	
Dureté HB	230 à 390
Résistance (MPa)	750
R. _{0.2} (MPa)	510
Allongement (%)	14

Des échantillons de formes cylindriques ($\Phi = 25$ mm, hauteur = 20 mm) sont découpés. La hauteur des échantillons a été largement augmentée afin de permettre la dissipation de l'important flux thermique transmis par la torche lors de la projection thermique HVOF.

4.3. Sablage des échantillons

Après un dégraissage alcalin des surfaces à revêtir, nous avons procédé à leur sablage. C'est une étape importante dans la préparation des surfaces pour une éventuelle projection thermique. Cette opération assure le bon apport du matériau à projeter avec le substrat par encrage mécanique. Les conditions de sablage sont :

Type de sableuse	:	sableuse à pression	
Type d'abrasif	:	corindon blanc	
Granulométrie moyenne	:	400 µm	
Pression d'air comprimé	:	1.5 bar	
Distance	:	120mm	
Angle	:	75°	

4.4. Poudre utilisée pour la projection

Pour la construction de dépôts durs, et denses, avec de bonnes propriétés tribologiques, on a utilisé une poudre à base de carbures : WC-12%Co. La composition de la poudre et sa méthode de fabrication sont données dans le tableau 3.

Tableau 5.3. Composition de la poudre utilisée

Poudre	Méthode de	Elément	Co	WC	C(libre)	Fe
	production					
Amdry 1301	Agglomérée &	% Poids	11.4	Bal.	< 0.20	<2,0
	frittée					

4.4.1. Etuvage et mélange des poudres

Afin d'éliminer toute présence d'humidité et d'assurer une bonne homogénéité de la granulométrie, les poudres sont introduites dans une étuve pendant 48 heures (avant leur

projection) à une température allant de 80 à 90 °C , puis elles sont mélangées automatiquement pendant 30 mn.

4.5.. Elaboration des revêtements à la flamme supersonique HVOF

Le système **HVOF** utilisé est de type **CDS** (Sulzer-Metco). L'installation présentée en partie sur la figure .5.1 est constituée de :

-une cabine insonorisée ;

-un système automatisé de commande et contrôle de type PTA-2000

-un ensemble de manipulation de la torche et des pièces, constitué d'un robot ASEA cinq axes et axe qui permet d'assurer la rotation de la pièce ;

-un chalumeau standard de type CDS;

-un système vidéo, qui facilite le contrôle de l'opération depuis l'extérieure de la cabine;

-un système de refroidissement ;



Figure 5.1 : Installation de projection HVOFutilisée (LERMPS¹, France)

¹ LERMPS : Laboratoire d'études et de recherche sur les matériaux les procédés et les surfaces. UTBM, Sevenans 90010, France

Les échantillons à revêtir sont montés sur un mandrin horizontal qui toume à une vitesse de 160 tr/min, et sont balayés horizontalement par le jet du chalumeau du bas vers le haut et vis versa. La vitesse de rotation du mandrin et le nombre de passes effectuées par le chalumeau contrôlent l'épaisseur du revêtement souhaitée.

4.5.1. Le refroidissement

Le refroidissement des échantillons lors de la projection thermique est indispensable en raison de l'augmentation de la température du substrat qui peut engendrer des problèmes de stabilité dimensionnelle. En outre, il influence de façon importante le taux de contraintes résiduelles à l'intérieur du revêtement. Le refroidissement s'effectue par l'utilisation d'un flux d'air comprimé qui contribue aussi à l'évacuation des poussières pendant la projection.

4.5.2. Les combustibles

Le comburant utilisé dans ce travail, étant naturellement l'oxygène et le gaz combustible étant le gaz naturel (méthane) facilement accessible au réseau de distribution sous une pression à environ 06 bars avec un compresseur.

4.5.3. Les paramètres opératoires

Le choix des paramètres opératoires des gaz détermine l'énergie calorifique nécessaire pour fondre et projeter les poudres. Lorsqu'on utilise le gaz naturel comme gaz combustible dans un système CDS au lieu du propane ou du propylène, il faut considérer les caractéristiques de la combustion, du fait que le comportement des produits de combustion est différent. Les caractéristiques les plus importantes sont : L'énergie calorifique, la température adiabatique et le débit massique. Il est difficile de déterminer les paramètres qui donneraient parfaitement les mêmes propriétés pour différents gaz combustibles. Pour notre approche, on a recherché des paramètres standard du propane.

Les paramètres retenus sont dans le tableau 4.4 :

	Α	В	С	D
Paramètres				
Débit d'oxygène (Nl/min)	420	420	420	420
Débit du combustible (Nl/min)	150	190	180	145
Débit du gaz porteur(N ₂) (Nl/min)	20	20	20	20
Distance de projection (mm)	300	300	300	200
Longueur de la buse (pouces)	3	3	3	3
Débit de poudre (g/min)	52	52	52	52

Tableau 4.4. Paramètres opératoires de projection HVOF.

4.6. Indicateurs métallographiques de la microstructure des dépôts

Les échantillons polis sont observés par microscopie optique $Carl Zeiss^1$ à plusieurs grandissements. L'illumination est maintenue constante pour l'ensemble des analyses.

L'acquisition des images est assurée par un appareil photographique numérique *SONY DSC-80* couplé au microscope. Le contraste est ajusté par analyse du niveau de blanc sur le substrat poli.

Le traitement des images est réalisé par plusieurs outils informatiques dont un logiciel du domaine libre « *SCION IMAGE* » couplé à un compilateur C. Les principaux attributs calculés sont :

• L'épaisseur moyenne des dépôts. L'isolation des profils et le calcul de l'épaisseur du dépôts obéissent au protocole suivant (fig.4.2) :

1-binarisation de l'image originale par un seuillage à deux niveaux (fig. 4.2.a) ;

2-application de l'opérateur morphologique ouverture (un cycle «d'érosion» suivi d'un cycle de « dilatation »)pour faire disparaître les pixels moins isolés (fig. 4.2.b). Les opérateurs « érosion »et « dilatation » se définissent comme suit:

pixel activé si k+n+1>8 (4.1)

¹ Carl Zeiss : Light Microscopy, P.O.B. 4041 D-37030 Goettingen, GERMANY

ou k se réfère au niveau de proximité des pixels de fond (valeur par défaut : 4) et n est le nombre de pixels du fond entourant le pixel à activer. L'activation correspond à la valeur binaire que prend le pixel. Elle vaut 1 (noir) pour la dilatation et 0 (blanc) pour l'érosion ; 3- application de l'opérateur morphologique fermeture (un cycle de »dilatation » suivi d'un cycle «d'érosion ») pour éliminer les pixels isolés (fig. 4.2.c) ;

4- application de l'opérateur morphologique « contours » qui permet de générer les profils du substrat et du dépôt d'un pixel de largeur (fig. 4.2.d) ;

5- isolement et sauvegarde des positions (x_1,y_1) et (x_2,y_2) des deux profils dans le but de reconstruire l'image binaire du dépôt (fig. 4.2.d). Les profils sont isolés en appliquant un algorithme de recherche rapide qui permet de mémoriser, pour chaque objet d'intérêt, les pixels qui lui sont attribués. Le profil recherché correspond à l'objet possédant le nombre maximal de pixels.

6-exportation des profils isolés vers une nouvelle image et remplissage du fond avec le niveau noir (fig. 4.2.f).

L'épaisseur moyenne du dépôt est alors décrite par l'équation (4.2) :

e = S/L (4.2)

ou e est l'épaisseur moyenne du dépôt en pixels, S est la « surface » du dépôt (nombre des pixels noirs le constituant) et L est la largeur du cadre (nombre de pixels) qui délimite le dépôt (en traits discontinus sur la figure 4.2.f.

- Les taux de phases. La quantification de la nature et du taux des phases est basée sur l'analyse des contrastes et des géométries des objets d'intérêts des images numériques. Encodées en 2⁸ bits, ces dernières se répartissent donc suivant 256 niveaux de gris, le niveau 0 correspondant au blanc, le niveau 255 au noir.
- Le taux de porosités. L'isolation des porosités est rendue possible grâce au bon contraste existant entre le revêtement et les pores. IL est à noter que polissage peut parfois induire localement de faibles arrachements, ce qui rend plus délicate l'isolation des pores. Souvent, ces arrachements sont induits par les particules infondues, les défauts de planéité des échantillons et la nature et la distribution granulométrique de l'abrasif de polissage. Pour discriminer les porosités des arrachements, il est supposé que la taille d'un arrachement est significativement plus importante que celle d'un pore. Il est supposé de même que les pores présentent une distribution continue.



Figure 4.2 : Isolation des profils du substrat et du dépôt et calcul de l'épaisseur du dépôt :
(a) image d'origine, (b) seuillage à deux niveaux, (c) application des opérateurs morphologiques ouverture/ fermeture, (d) isolation des profils,
(e) exportation des profils, (f) construction d'une nouvelle image avec emplissage du fond.

4.7 Microscopie électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB) de type *JEOL JSM. 5800LV*, a été utilisé pour obtenir des images modulées par électrons secondaires (contraste topographique) ou par électron retrodiffusés (contraste de numéro atomique).

4.7. Microdureté

Une charge de 0,3 kgf a été utilisée pour conduire les essais de microdureté Vickers au niveau de la section transversale de chaque revêtement poli en utilisant un microduromètre de type $LEIZ^{1}$. *MINILOAD2*. Six valeurs de microdureté sont prises sur chaque échantillon, et les valeurs sont par la suite moyennées. 4. 8. Essais sur la machine d'usure AMSLER

Une machine d'usure *Amsler A135* (figure 4.3) a été utilisée pour déterminer l'usure des revêtements par roulement. Des disques en acier AFNOR 25CD4 trempé revêtus par projection HVOF (WC-12%Co) ont été pesés et mesurés au niveau de leurs diamètres avant et après essais.



Figure 4.3 : Machine d'usure AMSLER (LERMPS).

¹ LEIZ Int. Postf. 2020. 6330 Wetzlar, GERMANY.

Afin de réaliser ces essais dans des conditions plus sévèrisées, aucune; lubrification n'a été envisagée.

L'usure des revêtements est déterminée en terme de masse, par la pesée des disques revêtus avant et après chaque essai, et en terme de longueur, en mesurant le diamètre des disques et la longueur des pions aussi avant et après chaque essai

Ces disques frottent contre des disques faits en alliage de cuivre (disques antagonistes). La force avec laquelle les deux disques étaient pressés l'un contre l'autre était: 245N, tandis que la vitesse radiale des disques revêtus était de $0,52 \text{ m.s}^{-1}$ et celle des disques en laiton de $0,47 \text{ m.s}^{-1}$, soit une différence de $0,05 \text{ m.s}^{-1}$ (rapport de glissement de 10%)

4.8. Contrôles non destructifs des revêtements

4.8.1. Contrôle par courants de Foucault

Le contrôle par courant de Foucault a été effectué par un appareil *FORSTER*, le *DEFECTOMAT F2. 825*.. Le *FORSTER 2.825* (CSC¹) est un appareil analogique, qui travail avec une gamme de fréquence allant de 100 HZ à 1MHZ.

Par visualisation des signaux, il permet le contrôle des surfaces fissurées, et permet la mesure des épaisseurs. Il travaille en mode absolu et en différentiel. Sur une seule voie. Il ne convient pas pour les chantiers, vu l'importance de son poids et sa grande taille. Il est destiné pour les travaux de laboratoire.

4.8.2. Contrôle par ultrason

Le contrôle non destructif par ultrason a permis d'évaluer l'adhérence du revêtement au substrat. Une chaîne de contrôle a été utilisée pour la réalisation de cet essai.

La chaîne de contrôle ultrasonore comme la montre la figure 4.4 se compose de :

- Un micro-ordinateur qui est doté d'un programme qui permet la commande des trois moteurs pas à pas de la cuve ultrasonore suivant trois axes, x, y, z, ainsi que le traitement des données et l'affichage des résultats.
- un générateur d'impulsion électrique (émetteur- récepteur) produit une cadence réglable des impulsions d'amplitudes élevées.
- Un oscilloscope à phosphore numérique de type TEKTRONIX série TDS 3054 connecté au micro-ordinateur via une interface IEEE 488 qui permet l'échantillonnage et l'acquisition des signaux obtenus.

¹CSC : Centre de soudage Chéraga, Alger.

- Un pupitre de commande de la cuve de type SIGE AX 416 PP qui est connecté au micro-ordinateur. Il permet la commande automatique et manuelle de chariot porte sonde suivant les trois axes.
- La cuve utilisée spécialement pour le contrôle par immersion de petites pièces plates et cylindriques, est montrée à la figure 4.4. Elle est équipée de trois chariots qui se déplacent suivant trois axes x, y, z. Deux supports de la sonde sont fixées sur le troisième chariot que l'on peut régler à l'aide de deux pignons: l'un pour l'orientation verticale et l'autre pour l'orientation transversale. Cette cuve permet en tout cinq degré de liberté.

Les deux sondes sont utilisées simultanément dans le cas de contrôle par transmission (émetteur, récepteur) séparés dont l'une envoie l'onde et l'autre reçoit. Mais dans notre étude (contrôle par écho) on utilise une seule sonde (même sonde qui envoie et reçoit l'onde). La tige qui maintient la pièce à étudier est fixée sur goniomètre. Ce dernier est fixé sur un bac en plexiglas. Pour faciliter la propagation des ondes ultrasonores on a utilisé un milieu élastique qui est l'eau douce dans lequel la pièce et la sonde sont immergées. Le bac en plexiglas est placé dans la cuve à immersion, et repose sur deux cales de hauteur identique.



Figure 4.4 : Chaîne de mesure ultrasonore [33]

Chapitre 5 Résultats et Interprétations.

5.1. Matériaux utilisés

Les caractéristiques et les performances des revêtements de cermets de WC-Co sont liées aux fonctions complexes des carbures, en particulier, leurs interactions avec la matrice liante (Co), leur forme, leur taille, leur distribution et la solution du carbone dans la matrice [34].

L'examen de la poudre utilisée au microscope électronique à balayage (figure 5.1) a révélé l'existence de deux types de particules sphériques: des particules rugueuses et claires, et des particules lisses foncées présentant toutes une granulométrie de 11 à 45 μ m. Leur analyse par spectroscopie dispersive en énergie, a montré que les particules claires contiennent une grande quantité de la phase métallique liante (Co), et une faible teneur en carbone par rapport aux autres particules.

Afin d'acquérir de bonnes propriétés de résistance à l'usure, les revêtements WC-12%Co devraient préserver une grande fraction volumique finement répartie des carbures de tungstène WC. Cela dépend essentiellement de la minimisation de la décarburation de WC, qui se produit potentiellement dans les domaines de températures élevées associées au procédé de projection thermique. Il est à préciser que les propriétés du WC-12%Co ne dépendent pas de l'association des propriétés des deux phases qui le forment (Carbures + Cobalt) ; mais dépendent essentiellement de l'interaction de ces phases entre elles [35]

La proportion de la phase grisâtre observée en figure 5.2, représente la concentration des carbures **WC** dans les revêtements élaborés.


Figure 5.1.a : Micrographies MEB de la poudre WC-12%Co



Figure 5.1.b : Micrographies MEB d'une particule de la poudre WC-12%Co



Figure 5.2. : Micrographie optique du revêtement WC-12%Co (500X. condition C.)

Les figures 5.3, 5.4, 5.5, et 5.6 représentent respectivement l'aspect des revêtements de WC-12%Co élaborés à la flamme HVOF dans différentes conditions stoechiométriques.

Les observations des dépôts par MEB (Vue de dessus) mettent en évidence les structures lamellaires obtenues par superposition simultanée de chaque particule fondue et écrasée.

L'étalement des lamelles (leur forme et superficie) traduit les vitesses importantes et l'impact des particules avec le substrat. Notons que dans toutes les conditions opératoires les vitesses des particules de WC-12%Co projetées avec la torche CDS étaient dans les environs de 800 m/s et les épaisseurs des dépôts entre 250 et 300µm.



Figure 5.3 : Micrographies MEB du dépôt A



Figure 5.4 : Micrographies MEB du dépôt B



Figure 5.5 : Micrographie MEB du dépôt C



Figure 5.6 : Micrographies MEB du dépôt D (coupe transversale)

A l'exception des revêtements réalisés dans la condition D, tous les revêtements présentent des rugosités relativement similaires, Tableau 5.1.a. Les valeurs de la rugosité ont été calculées directement sur la surface brute du revêtement.

Les valeurs de rugosité obtenues, témoignent la finesse des dépôts, le bon écrasement et étalement des particules, et l'homogénéité de la structure.

Dépôt de WC-	Rugosité Moyenne ¹
12Co	$R_a[\mu m]$
Condition A	4.24±0.84
Condition B	3.80±0.68
Condition C	3.43±0.40
Condition D	7.98±0.36

Tableau 5.1.a. Valeurs de la Rugosité Moyenne des dépôts.

¹Valeur moyenne \pm écart type de 05 points

6.2. Diffraction des rayons X

Les pics de diffraction ont été obtenus à partir de la poudre et par réflexion sur la surface polie du revêtement avec un tube à anticathode de cuivre (K_{α}). Les pics observés ont été utilisés à la caractérisation qualitative des phases.

Les spectres de la poudre révèlent la présence du carbure de tungstène WC dont les raies sont les plus intenses, de faibles quantités de sous carbure WC_2 et Co_3W_3C , mais aussi du cobalt, dont les raies sont de faibles intensités. Le cobalt a ici la structure cubique, inhabituelle à l'ambiante, mais qui est souvent observée dans ces composés et s'explique par la présence de fortes contraintes internes dans les grains de poudre [36].



Figure 5. 7: Analyse diffractométrique de la poudre utilisée WC12%Co

Dans la condition (A), l'analyse diffractométrique des rayons X, a révélé la présence d'une totale quantité de cristaux de carbures de tungstène WC, ce qui est probablement la conséquence de la bonne optimisation des paramètres de projection thermique. Du fait, les revêtements ont préservé une grande fraction volumique finement dispersée des WC, ce qui leurs permettra d'acquérir de bonnes propriétés de résistance à l'usure, cela était essentiellement le résultat de la minimisation de la décarburation de WC, qui se produit potentiellement dans les domaines de températures associées au procédé de projection supersonique [37].



Figure 5. 8: Analyse diffractométrique du revêtements A

De même, les conditions (B) et (C) montrent aussi qu'ils contiennent une grande quantité de WC qui correspond à la poudre initiale. On détecte la présence du souscarbure $W_6C_{2.54}$, qui peut s'expliquer par une décarburation superficielle du WC, qui a provoqué une perte d'une quantité de carbone. De faibles proportions de carbures W_3C et Co_3C , des traces de CoCx ainsi qu'une phase amorphe ou nanocristalline ont fait leur apparition.



Figure 5.9: Analyse diffractométrique du revêtement B



Figure. 5.10: Analyse diffractométrique du revêtement C

Les spectres de diffraction de la condition (D), indiquent toutefois la présence d'une grande quantité de WC et de faibles proportions de carbures W_2C ainsi qu'une quantité de phase amorphe ou nanocristalline dans le domaine 40 à 48 deux thêta (**2** θ).

D'après PROVOT et al. [38], ces phase résultent de l'oxydation du carbures de tungstène et du cobalt (en excès) selon la relation :

$$WC + O_2 \rightarrow W + CO_2 \tag{1}$$

(2)

$$2WC + O_2 \longrightarrow W_2C + CO_2$$

$$3 C + 3W + O_2 \rightarrow Co_3W_3C + CO_2 \qquad (3)$$



Figure. 5.11 : Analyse diffractométrique du revêtement D

Il est claire que la variation de la stœchiométrie des gaz n'a pas montré d'effet sur la quantité des phases durant le procédé de projection thermique. Une grande quantité de carbures de tungstène **WC** survie quand le taux de carburant (méthane) est minimale (condition de plus de réduction) selon HARVEY et al. [39].

La relation apparente entre les carbures de tungstène WC et les différentes conditions stœchiométriques de combustion, n'est pas clairement comprise ni expliquée [40].

Par exemple, dans la condition de combustion stœchiométrique (**B**), on s'attendait à réduire la diffusion de **W** et **C** dans le réseau cristallin du **Co** conséquence de l'augmentation de l'accélération des particules issue de l'augmentation du flux des gaz, de la diminution du temps d'arrêt et la haute température de la flamme [41].

Toutefois, l'augmentation de l'oxydation a créé des composants qui ont diffusé avec la matrice de **Co** [42].

La comparaison de la structure de la poudre de départ (grains de WC dans une matrice de Co) à celle que l'on est en train de caractériser dans le revêtement suggère que la phase liante de ce dernier contient au moins du carbone, du tungstène et du cobalt. Ces atomes proviennent de la dissolution du carbure WC dans la phase liante pendant la projection thermique. Lors du passage des grains de poudre dans la flamme du chalumeau, le cobalt fond entièrement car il n'existe plus sous forme cristalline dans le dépôt.

La cinétique de dissolution des grains de WC dans le cobalt liquide dépend de la température locale de ce dernier. Ceci conduit à une hétérogénéité de tailles des carbures non dissous.

La suite du processus, est l'écrasement des grains à la surface de l'acier ou des premières couches de revêtement, où ils arrivent à grande vitesse et avec une grande énergie cinétique. On peut ainsi expliquer le degré différent de dissolution des carbures d'un îlot à l'autre, la formation de la phase nanocristalline par refroidissement rapide. La précipitation d'une partie du tungstène dissous, près des frontières entre îlots [43].

Les résultats montrent aussi qu'il y a perte de carbone. Elle se traduit par l'apparition du sous-carbure de tungstène W_2C et de précipités de tungstène, ainsi que par un déficit en carbone dans la matrice par rapport aux molécules de carbures de tungstène dissous. Plusieurs auteurs ont proposé diverses réactions d'oxydation du carbone, sans donner beaucoup de précisions. Il semble admis que le carbone réagisse avec l'oxygène injecté dans la flamme du procédé HVOF. Cette réaction se produit à la surface des grains. Le carbone diffusant de l'intérieur vers l'extérieur. Ceci provoque une perte de carbone à la périphérie des carbures WC non dissous, conduisant à l'apparition de sous-carbures W_2C en épitaxie par rapport à WC, la transformation étant plus ou moins complète selon les endroits. Ceci atteste d'une diffusion en phase solide [44].

Dans les zones où les carbures sont dissous, la diffusion du carbone vers l'extérieur du grain a lieu en phase liquide. Il en résulte une concentration atomique en tungstène de la phase liante supérieure à celle du carbone.

5.3. Caractérisation des revêtements élaborés

Le tableau 5.1 montre les propriétés des revêtements WC-Co élaborés par projection thermique avec différents paramètres.

	Taux de	Microdureté ²	Epaisseur
Dépôt	Porosité	[HV _{0.3Kg.f}]	moyenne
	[%]		[µm]
А	0.23	977±57	336±40
В	0.69	846±34	300±16
C	0.50	993±155	286±24
D	0.38	1253±176	248±35

Tableau. 5.1. b. Caractéristiques des revêtements élaborés.

²Valeur moyenne \pm écart type de 06 points

La projection thermique à la flamme supersonique a permis la réalisation de dépôts de cermets peu poreux (<1%) et contenant peu d'oxydes. En effet, si la présence d'oxydes dans le dépôt se traduit généralement par une élévation de sa dureté, elle entraîne aussi sa fragilisation car les lamelles oxydées sont généralement peu ou mal liées avec les autres lamelles.

On note que les valeurs de microduretés des différents échantillons varie de plus de 20%, ainsi que l'épaisseur moyenne jusqu'à 20% entre les échantillon **A** et **D** du fait des proportions des phases contenues (fraction de carbure **WC**).

5.4. Essais de roulement sur le tribomètre Amsler

Les essais de roulement effectués sur le tribomètre Amsler nous ont permis d'évaluer le taux d'usure des revêtements par pesée, de suivre l'évolution du coefficient de frottement à travers le moment de frottement enregistré, et d'étudier par la suite le processus d'usure de chaque revêtement en analysant les surfaces usées et endommagées. Les courbes expérimentales représentées dans la figure 5.12 illustrent l'évolution du moment de frottement en fonction de la distance parcourue (2500m) sous une charge de 245N pour chaque échantillon

. Nous notons que les moments de frottement des différents revêtements, représentent les valeurs moyennes enregistrées dans l'intervalle de 300 et 2500 mètres (zone stable de la courbe).

D'une manière générale, pour chacune des courbes on peut distinguer deux phases: une phase I, où le moment de frottement augmente d'une manière rapide jusqu'à atteindre une valeur maximale qui dépend de la nature de chaque échantillon et de la charge avec laquelle il est sollicité. Cette phase est relativement courte et s'effectue lors d'un parcours d'une distance d'environ 300 mètres.

La phase 1, correspond donc à une période de rodage durant laquelle le frottement considérable des surfaces de contact augmente la surface réelle de contact entre le disque revêtu et le disque en laiton.

A la deuxième phase, on assiste à une stabilisation du moment de frottement et à une valeur moyenne. Le coefficient de frottement évolue de la même manière que le moment de frottement et peut être exprimé aisément par la relation suivante:

$$\mu = M / R . Fn$$
 (4)

avec μ : le coefficient de frottement

M : le moment

Fn : la force normale exercée sur les pièces

R : le rayon du disque



Figure 5.12 : Courbes Expérimentales de l'évolution du moment de frottement en fonction de la distance

Une augmentation du moment signifie que le travail d'usure est important et que le système consomme beaucoup d'énergie pour casser les jonctions entre les deux surfaces en mouvement.

Le tableau ci-dessous résume les valeurs des moments de frottement et des travaux d'usure adimensionnels mesurés pour chaque condition d'essai.

Le travail d'usure représente le produit de la force tangentielle (la force d'usure) entre les deux disques par le parcours d'usure.

	Moment	Travail d'usure
Echantillons	[N.m]	adimensionnel
Α	1.45	71
В	1.8	91
С	2.3	98
D	1.5	46

Tableau 5.2. Moment de frottement et travail d'usure adimensionnel mesurés

On constate d'après nos résultats que les revêtements de WC-12Co résistent mieux et s'usent moins vite. Les résultats expérimentaux montrent que tous les revêtements ont un bon comportement tribologique [45-48], et l'échantillon C a le plus grand travail d'usure enregisté. Par ailleurs, nous avons enregistré une perte de poids significative pour les contre échantillons (disques en laiton) causée par les débris durs arrachés aux revêtements (figure 5.13a).



Figure 5.13a : Perte de poids des contres échantillons en laiton

Les figures 5.13.b et 5.13.c. représentent la surface endommagée (usée) lors de l'essai de roulement du revêtement dans les conditions respectives C et D. l'usure de la surface s'est produite par un arrachement de particules provoquant de nombreuses cratérisations. Les particules dures (carbures) enchâssées dans les surfaces de contact agissent comme autant de grains abrasifs et causent l'usure des échantillons et des contre-échantillons en même temps.

Sur la même figure, on note l'adhésion d'un film de laiton à la surface du revêtement (usure adhésive).

Nous notons aussi, que les revêtements élaborés dans toutes les conditions ont subi les mêmes types d'endommagement à des degrés plus ou moins différents.



Figure 5.13.b : Etat de la surface usée du revêtement WC-12Co après l'essai Amsler (condition C)



Figure 5.13.b : Etat de la surface usée du revêtement WC-12Co après l'essai Amsler (condition D)

5.5 Contrôle non destructif par courant de Foucault

Les caractéristiques géométriques (état de surface) ont été évaluées au moyen de contrôles non destructifs qui sont les courants de Foucault.

Dans ce type de contrôle, on considère que l'échantillon possède les mêmes caractéristiques électrique et magnétiques c'est-à-dire que la conductivité électrique et la perméabilité magnétique sont constantes dans tout l'échantillon (le même matériau). La seule variable est l'aspect géométrique de l'échantillon revêtu. Cela implique uniquement une variation dimensionnelle.

Les courbes obtenues des figures ci-dessous mettent en relief les différents états de la surface des échantillons et nous indiquent l'homogénéité et l'uniformité des revêtement réalisés.

En effet on remarque à travers la variation de l'impédance mesurée à la borne du capteur par courant de Foucault l'état des différents paramètres affectés par la circulation des courants de Foucault. Les courbes obtenues permettent de diagnostiquer cet état de surface car les échantillons présentent une homogénéité, une uniformité, d'où **un bon état de surface du revêtement.**



Figure 5.14 : variation de l'impédance des différents échantillons

5.6 Contrôle non destructif par ultrason :

Le contrôle non destructif par ultrason a été employé dans cette étude, principalement pour estimer l'adhérence entre le substrat et le revêtement, afin d'étudier l'influence des paramètres opératoires de la projection thermique sur la qualité d'adhérence. S'il y a une bonne adhérence entre le revêtement et le substrat, une partie de l'onde ultrasonore passe au niveau de l'interface et se réfléchie sur la face arrière de substrat.

Si l'échantillon possède une mauvaise adhérence c'est-à-dire qu'il y a une couche d'air entre le revêtement et le substrat, les ondes ultrasonores sont totalement ou partiellement réfléchies vers la sonde émettrice selon la qualité d'adhérence.

L'écho correspondant au trajet dans le revêtement ne peut être visualisé sur l'oscillogramme car l'épaisseur du revêtement est trop faible et l'écho du revêtement sera superposé avec l'écho d'entrée dans le substrat.

Dans tous les oscillogrammes, on distingue nettement les trajets (aller-retour) à l'intérieur de l'échantillon (substrat/revêtement). Les amplitudes sont décroissantes en exponentielle à cause de phénomène d'atténuation des ondes longitudinales dans le matériau. On peut conclure donc que pour tous les échantillons l'adhérence est bonne.



Figure 5.18 : Echogrammes de l'échantillon A



Figure 5.19 : Echogramme de l'échantillon B



Figure 5.20 : Echogramme de l'échantillon C



Figure 5.21 : Echogramme de l'échantillon D

CONCLUSION

Les procédés de projection thermique font maintenant partie de la panoplie des techniques de traitements de surface préconisées par les bureaux d'études des systèmes mécaniques. Pour lutter contre le frottement et l'usure.

Dans ce travail, une caractérisation structural, mécanique et tribologique des revêtements de WC-12%Co élaborés par projection thermique à la flamme supersonique (HVOF) avec plusieurs paramètres opératoires ont été entreprises. Elles ont permis d'une part ; d'identifier les propriétés de chacun des revêtements, d'autre part ; d'établir une étude comparative des résultats.

Les résultats du présent travail mènent aux conclusions suivantes :

- Il a été constaté que la microstructure des dépôts dépend des paramètres opératoires optimisés lors de la projection. La projection HVOF du WC-12%Co a permis d'obtenir des dépôts denses, homogène et très durs avec des taux de porosités relativement faibles (<1%), comparés à d'autres procédés de projection. Les grandes vitesses et les températures relativement basses associées au procédé HVOF ont permis de minimiser d'une manière très significative le phénomène de décarburation, phénomène qui influe directement sur le comportement à l'usure des revêtements de WC-12%Co.

- Les propriétés et les performances des revêtements de cermets à base de carbures, seraient donc attribuées au volume de carbone préservé pendant la projection, et aux interactions de ces carbures avec la matrice liante (**Co**).

Lors de l'étude comparative des résultats obtenus avec différentes stœchiométries des gaz, il a été constaté que :

- Les conditions opératoires liées à la stoechiométrie des gaz n'ont pas d'effets significatifs sur la structure des revêtements WC-12%Co.

- Les caractéristiques des dépôts obtenues par la flamme HVOF ont été évaluées dans des conditions identiques, et les revêtements élaborés dans les conditions"C" ont montré une meilleure résistance à l'usure comparés aux autres conditions.

- La caractérisation des revêtements par les contrôles non destructifs (CND), s'accorde bien avec celles effectuées avec des méthodes destructives, telles que l'indentation interfaciale et les tests de rugosité par palpeurs mécaniques.

REFERENCES

1. Sahraoui. T. "Alternative to chromium : characteristics and wear behavior of HVOF coatings for gas turbine shafts repair (heavy-duty)." Journal of Materials Processing Technology, Vol.152(No.1), (2004), 43-55.

- Pawlowski. L. <u>"The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings"</u>, John Wiley & Sons Ltd., England, (1995), 198-199
- 3. Smith .R.W., Novak .R.," Advances and Application in US Thermal Spray Technology and Materials", Powder Metallurgy International, 3 (1991), 147-165
- Prôner .A., "Revêtements par projection thermique", Techniques de l'Ingénieur, Vol. (MD3), M1645ll-12
- 5. Kubel. E.D., "Thermal Spray Technology: from Art to Science", Advance Materials and Processes, Vol. 132(No. 6), (1987), 69-75
- Fauchais P., Vardelle. A., Dussoubs. B.," Quo Vadis Thermal Spraying ? ", Thermal Spray Technology, Vol.10 (No.1),(2001), 44-66.
- Korpiola. K., Vuoristo. P., "Effect of HVOF Gas Velocity and Fuel to Oxygen Ratio on the Wear Properties of Tugsten Carbide Coating": <u>Practical Solutions for</u> <u>Engineering Problems</u>, (Ed.) C.C. Berndt, (Pub.) ASM International, Materials Park, Ohio, USA, (1996), 177-184

8. "Thermal Spraying: Practice, Theory and Application", <u>Committee on Thermal</u> <u>Spraying, American Welding Society, Miami, USA, (1985), 3-12</u>

- Bernard D., Yokota O., Grimaud A., Fauchais P., Usmani S., Chen Z.J., Berndt C.C., Herman H., "Mechanofused metal-carbide-oxide cermet powders for thermal spraying", in <u>Thermal Spray Industrial Applications</u>, (ed.) C.C. Berndt, S. Sampath, (pub.) ASM International, Materials Park, OH, USA, (1994), 171-178.
- Fukumoto M., Hamada K., Shiba M., "Dependence of thermal sprayed particle/substrate interface microstructure on substrate temperature", in <u>Thermal</u> <u>Spray: Advancing the Science & Applying the Technology</u>,(ed.) C. Moreau, B. Marple, (pub.) ASM International, Materials Park, OH, USA,(2003), 1047-1052.
- 11. Boswell P.G., "Solidification models for high cooling rates", Metals Forum, 2 (1),

- Lidong Zhao, Matthias M., Fisher F., Dicks R., Lugscheidu E., "Influence of spray parameters on the particule in-flight properties and the properties of HVOF coating of WC-Co-Cr", J. of Wear, Volume 257, Issues 1-2, (July 2004), 41-46
- 13. Halling J., "Introduction to Tribology", Wykeham Publications, London, (1976).
- Ludema K.C., "Sliding and Adhesive Wear, Friction Lubrification. and Wear Technoloey", <u>ASM Handbook</u>. Volume 18, Prepared under the Direction of ASM International Handbook Cornmittee, ASM international, Materials Park, Ohio, (1992), 1265-1267
- 15. Georges J-M., "Frottement, usure et lubrification", Ed. Eyrolles, (1998), 175-183
- 16. Zambelli G., Vincent L., <u>"Matériaux et contacts"</u>, Presses polytechniques et Universitaire Romandes, Lausanne, Swizerland (1998).
- 17. Rabinowicz E.,"Friction and Wear of Matenals", 2 Edition, Wiley, New-York, (1995).
- Blau P.J., <u>"Friction and Wear Transitions of Materials"</u>, Materials Science and Process Technology Series. Noyes Publications, Park Ridge, New Jersey, (1989).
- Bhadeshia H. K. D. H., "Introduction to Quantitative Metallography", <u>Materials</u> <u>Science & Metallurgy</u>, Ed. by C.C. Berndt, Pub. ASM International, (2002), OH,USA, 229-246.
- "Standard Test Methods for Determining Average Grain Size Using Semiautomatic and Automatic Image Analysis." E 1382,1993. <u>Annual Book of ASTM Standards</u>, Part 3, ASTM, 1993, p 995-1006
- Landolt D., <u>"Traité des Matériaux</u>", Vol. 12, Corrosion et Chimie des Surfaces des Métaux, Pub. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Lausanne, Swizerland, (1993), 552p.
- 22. "Standard Practice for Evaluating Apparent Grain Size and Distribution of Cemented Tungsten Carbides." B 390, 1986 Annual Book of ASTM Standards, Part 2, ASTM, 1986, p 204-208
- "Standard Method for Metallographic Determination of Microstructure in Cemented Carbides," B 657, 1986Annual Book of ASTM Standards, Purr 2, ASTM, 1986, 557-561
- 24. Hollis K.J., "Pore Phase Mapping", <u>Thermal Spray : International Advances in</u> <u>Coatings Technology</u>, Ed. by C.C. Berndt and T.F. Bernecki, Pub. ASM International, (1992), OH,USA,.959-966.

- Cheang P., "Quantitative analysis of thermally sprayed coatings using backscattered electron imaging", in <u>Thermal Spray Industrial Applications</u>, (ed.) C. C. Berndt and S. Sampath, (pub.) ASM International, Materials Park, OH, USA, (1994), 715-720.
- 26. "Standard Test Methods for Measurement of Metal and Oxide Coating Thickness by Microscopical Examination of a Cross Section." B 487,1986Annual Book of ASTM Standards, Part 2, ASTM, 1986, p 3 13-317
- Montavon G., Coddet C., Berndt C.C. and Leigh S.-H., "Microstructural Index to Quantify Thermal Spray Deposit Microstructures Using Image Analysis", J.of Thermal Spray Technology, Volume 7(2), (June 1998), 229-249.
- 28. "Standard Guide for Measurement of Thickness of Metallic and Inorganic Coatings," B 659,1986Annual Book of ASTM Standark, Part2, ASTM. (1986). 562-565.
- Daniel D., <u>"Méthodes avancées de caractérisation des surfaces"</u>, ED. EYROLLES, Paris (1992).
- 30. Vishweswaraiah S., Jayaraj B., Du T., Desai V. H. et Sohn Y. H., "Non-Destructive Microstructural Evaluation of Thermal Barrier Coatings by Electrochemical Impedance Spectroscopy ", Proceedings of the 2003 International Thermal Spray Conference – Thermal Spray 2003 – Advancing the Science and Applying The Technology, 5-8 may, Orlando, Flo. USA ; (Ed.) B. R. Marple et C. Moreau , Pub. ASM Int., Materials Park, Oh. USA, (2003), 1487-1493.
- B. Helifa, "contrôle non destructif par courant de Foucault", Mémoire de magister, Université de Laghouat, (octobre 2001).
- 32. M. Zergoug "réalisation des sondes et caractérisation non destructif par courant de Foucault de couches de rechargement et de revêtement dans les matériaux conducteurs", conférence maghrébine sur le contrôle non destructif (COM CND97), Alger, (juin 1997), 386-393.
- Kefaifi A., "Application des méthode non destructifs pour la caractérisation des revêtements déposés par projection à la flamme", Mémoire de magister, Université de Blida, (Oct.2005).
- SCHWETZE R., KREYE H. "Microstructure and properties of tungsten carbide coatings sprayed with various HVOF spray systems". Proc.15th. Int. Thermal Spraying Conf., (25-29 May 1998), Nice, France, 187-192.

35. Jarosinski W.J., Grininger M.F., Loudny C.H., "Characterisation of Tungsten Carbide Cobalt Powder and HVOF Coatings", Proc. of National Thermal Spray Conference, (june1993), Anaheim, Canada, 153-157.

36. De Villiers Lovelock H.L., Wykp V., "Effect of powder type and composition on the erosion and abrasion of HP/HVOF deposited WC-Co Coatings", Proc. of ITSC'98, Nice, France, 193-198.

37.Babilius A., "Influence of temperature on the phases changes of HVOF sprayed tungsten carbide coatings". Material Science. Vol 9(3), (2003), 183-186.

- Provot X., "Comparaison de deux procédés de projection APS et HVOF", Rapport interne, ENSMP, (juin 1992).
- Harvey M.D.F., Sturgeon A.J., Bluntad F.J, DunkertonS.B., "Investigation into relationship between fuel Gas Selection, Wear, Performance and Microstructure of HVOF Sprayed WC-Co Coatings", ITSC'95, Kobe, Japon (1995),12-17..
- 40. De Villiers Lovelock H.L., "Powder/Processing/Structure Relationships in WC-Co Thermal Spray Coatings : A Review of the published literature ". Journal of Thermal Spray Technology, Vol 7 (3), (september 1998), 357-372.
- A. Ibrahim, Berndt C.C., "The effect of high-velocity oxygen fuel, thermally sprayed WC-Co coatings on the high-cycle fatigue of aluminium alloy and steel", J. of Matérials Science, 33(1998), 3095-3100.
- 42. Tani K., Nakahira A., "Application of HVOF sprayed WC cermet coatings for paper mills", Proc. of ITSC'98, Nice, FR, 1097-1102.
- 43. Khan M.S.A., Clyne T.W., Sturgeon A.J.. "Microstructureand Abrasion Resistance of WC-Co Coatings Produced by HVOF Spraying ".A United Forum for Scientific and Technological Advances, C.C. Berdnt (ED), ASM International, Ohio, USA, 1997, 681-690.
- 44. Verdon C., "Microstructure et résistance à l'érosion de revetements WC-M déposés par projection thermique HVOF", Thèse de Doctorat, EPF-Lausanne,No.1393,(1995).
- 45. Sahraoui T., Guessasma S., Fenineche N.E., Montavon G., Coddet C., "Friction and wear behaviour prediction of HVOF coatings and electroplated hard chromium using neural computation", Materials Letters, 58 (2004) 654– 660.
- 46. Henke H., "Development and testing of HVOF-sprayed tungsten carbide coatings applied to moulds for concrete roof tiles", Journal of wear 256,(24),(2004),.81-87.

47. Koiprasert H., "Thermally sprayed coatings for protection of fretting wear in landbased gas-turbine engine", Journal of Wear 257, (2004), 1-7.

48. Neville A., Hodgkiess T., "Towards novel ceramic base coatings for corrosive wear applications", Journal of British corrosion, Vol. 34, No.4 (26), (1999), 262-266

APENDICE A LISTE DES SYMBOLES ET DES ABREVIATION

HVOF	: High Velocity Oxygen Fuel
C.V.D	: Dépôt chimique en phase vapeur
P.V.D	: Dépôt physique en phase vapeur
WC-Co	: Carbures de tungstène à matrice cobalt
D-Gun	: Detonation Gun
CSCP	: chamber-stabilized combustion processes
NSCP	: nozzle-stabilized combustion processes).
W	: force normale
SHS	: Self propagating High temperature Synthesis
RPS	: Projection plasma réactive
Ar F	: aire réelle de contact entre les deux surfaces : Force de frottement
τ	: résistance au cisaillement
Н	: Dureté
CCD	: Coupled Charge Device
CND	: Contrôle non destructif
μ	: coefficient de frottement
v	: vitesse des particules