

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



Faculté des sciences  
Département de physique

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

Option : Physique Appliquée

Thème :

Etude microstructurale des dépôts métalliques réalisés par  
projection à froid « cold spray »

Présenté par :

M<sup>lle</sup> AMARI Nesrine

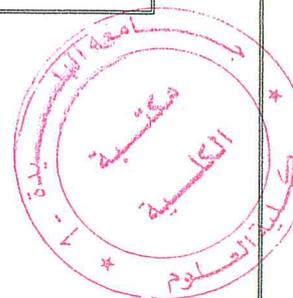
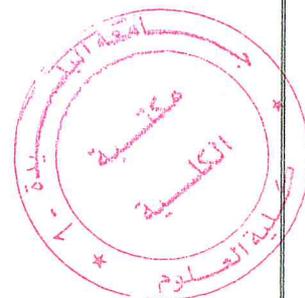
Soutenu le 28/06/ 2018 devant le jury composé de :

BENAMAR Mohamed El Amine Pr Université de Blida 1 Président

MEBDOUA LAHMAR Yamina DR CDTA Encadreur

MAADADI Sara M.A.A Université de Blida 1 Examinatrice

Blida 1-2017/2018-



# Remerciements

Tous d'abord, je tiens remercier notre Dieu le tout puissant de m'avoir donné assez de courage et de persévérance pour réaliser ce travail.

Je tiens tous d'abord à remercier l'université de **Saad Dahleb** pour le financement de ce travail.

Je remercie, Madame **MEBDOUA LAHMAR Y.** pour avoir assuré la direction de ce travail.

Je remercie Monsieur le professeur **BENAMAR MEA.** de m'avoir accueilli dans son laboratoire et mis à notre disposition les équipements nécessaire et de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de ce mémoire.

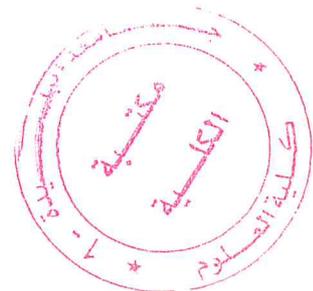
Je suis très reconnaissante à Madame **MAADADI S.** d'avoir accepté d'examiner ce travail, et pour son soutien permanent, et sa participation au bon déroulement de ce travail.

Je tiens à remercier infiniment Monsieur **Haddad A.** pour ces conseils et son aide, ses critiques et sans oublier surtout Monsieur **DILMI N.** et Mlle **BOUHELAL N.** je les remercier cordialement.

Je tiens à exprimer, d'une façon particulière, ma profonde gratitude à mes **enseignants** pour la conception, le suivi et leurs compétences scientifiques m'ont été d'un grand apport pour l'aboutissement de ce travail.

Mes profonds remerciements aux membres du **Laboratoire de la Physique Fondamentale et Appliquée** université Saad Dahleb, Blida, pour la caractérisation des échantillons.

Je remercie les chercheurs du **Centre de Recherche de Développement des Technologies Avancée CDTA** pour la caractérisation des échantillons.



## Dédicaces

*Je dédie ce modeste travail, tout d'abord à mes chers parents*

*Mustapha et Leila*

*Combien vous avez peiné pour que la joie couvre mon visage*

*Nulle dédicace ne pourra exprimer la profonde affection que nous ne cesserons jamais de la porter pour vous.*

*A mon très cher frère **islam** qui compte beaucoup pour moi.*

*A mes chères sœurs **Meriem, Hind, Nassima** et sa belle fille **Rania** que je aime beaucoup.*

*A toute personne chère pour moi et à tous mes amis que je n'ai pas pu les citer.*

*À toute ma famille .*

*Et mes amis « **keltoum, Fatiha, ihsen, Meriem, Ibrahim et zineb, Meriem** ».*

## Résumé

Le procédé de traitement de surface de projection à froid communément désigné « cold spray », consiste à déposer des particules fines de granulométrie inférieure à 50 $\mu$ m, à des vitesses supérieures à 500m/s à l'aide d'un jet gazeux supersonique. Les particules ayant acquis une énergie cinétique élevée se déposent à l'état solide sur la surface à traiter. L'énergie cinétique des particules se transforme en une énergie de déformation plastique assurant ainsi l'étalement des particules et leur accrochage au substrat. L'empilement successif de ces particules déformées constitue le dépôt réalisé par cold spray. Les vitesses d'impact des particules et l'absence de leur fusion lors de ce procédé, confèrent à ce procédé des avantages uniques qui se résument en sa faible teneur en oxydes, sa densité, son faible taux de porosité, ses propriétés similaires à celles du matériau massif, ...

Néanmoins, ce procédé reste limité à une certaine gamme de matériaux ayant un certain degré de ductilité.

Le travail mené dans le cadre de ce master consiste en une caractérisation microstructurale d'un dépôt d'un mélange Cu/Al réalisé par le procédé de projection a froid « cold spray ». Ce dépôt est indiqué dans plusieurs domaines d'applications notamment dans la résistance à la corrosion des matériaux exposés à des environnements agressifs. Le travail entrepris a pris en charge la caractérisation microstructurale de ce type de dépôts : Observation microscopique, identification des phases présentes, évaluation de la porosité du dépôt, composition chimique, propriétés mécaniques et test de mise en service qui concerne la résistance à la corrosion du dépôt.

Mots clés: Cold spray, Coating, Corrosion test, Cu/Al mixture, Microstructure, DRX, MEB, XRF.

## Abstract

The surface treatment method commonly known cold spray consists in depositing fine particles of particle size less than 50  $\mu\text{m}$ , at speeds above 500m / s using a supersonic gas jet. The particles having acquired a high kinetic energy are deposited in the solid state on the surface to be treated. The kinetic energy of the particles is transformed into a plastic deformation energy thus ensuring the spreading of the particles and their attachment to the substrate. The successive stack of these deformed particles is the deposit made by cold spray. The impact velocities of the particles and the absence of their fusion during this process, give this process unique advantages which are summarized in its low oxide content, its density, its low porosity rate, its properties similar to those solid material...

Nevertheless, this process remains limited to a certain range of materials having a certain degree of ductility.

The work carried out within the framework of this master is a microstructural characterization of a deposit of a Cu / Al mixture produced by the cold spray process. This deposit is indicated in several areas of application; particularly in the corrosion resistance of exposed materials in aggressive environments. The work undertaken has supported the microstructural characterization of this type of deposit: microscopic observation, identification of the phases present, evaluation of the porosity of the deposit, chemical composition, mechanical properties and a commissioning test concerning the corrosion resistance of the deposit.

Key words: Cold spray, Coating, Corrosion test, Cu / Al mixture, Microstructure, DRX, MEB, XRF.

## Acronymes

**MO** : Microscope optique.

**MEB** : Microscope électronique à balayage.

**DRX** : Diffraction des rayons X.

**EDS**: Energy Dispersive X- ray Spectroscopy.

**XRF**: La spectrométrie de fluorescence des rayons X.

**R<sub>a</sub>** : La rugosité moyenne arithmétique.

**CS** : Cold spray.

**XC10** : Substrat en acier.

## LISTE DES FIGURES

<b>Figure I.1</b> : principe de cold spray	5
<b>Figure I.2</b> : Schéma simplifié de la buse pour la projection à froid	6
<b>Figure I.3</b> : Etapes d'adhésion d'une particule sur le substrat	7
<b>Figure I.4</b> : Schéma de la formation d'un revêtement par projection dynamique à froid	8
<b>Figure I.5.1</b> : système de haute pression	9
<b>Figure I.5.2</b> : système a basse pression	9
<b>Figure I.6</b> : Schéma de principe de la technologie de projection à froid assistée par laser	10
<b>Figure I.7</b> : Schéma de principe du système de projection à froid par ondes de choc	11
<b>Figure II.1</b> : Schéma représentatif des deux structures cristallines des deux éléments Cu et Al	15
<b>Figure II.2</b> : Classification de la famille des alliages à base cuivre	16
<b>Figure II.3</b> : les défauts	19
<b>Figure II.4</b> : Diagramme binaire du système Cu-Al	20
<b>Figure II.6</b> : Séquences de décomposition des phases du Cu-12,4%Al au chauffage	21
<b>Photo III.1</b> :appareil de mesure des épaisseurs des couches de revêtements	25
<b>PhotoIII.2</b> :Rugosimètre	26
<b>Photo III3</b> : Micro tronçonneuse	26
<b>Photo III.4</b> : Enrobeuse	27
<b>Photo III.5</b> : Polisseuse	28
<b>Photo III.6</b> : solution préparée pour l'attaque chimique	29
<b>Photo III.7</b> : microscope optique	30
<b>Photo III.8</b> : dispositif de la fluorescence des rayons X	31

<b>Photo III.9</b> : Microscope Electronique à Balayage	32
<b>Photo III.10</b> : Phénomène de diffraction sur les atomes	33
<b>Photo III.11</b> : diffractomètre des Rayons X	34
<b>Photo III.12</b> :Micro-duromètre	35
<b>Photo III.13</b> . Potentiostat	36
<b>Figure VI.1</b> : spectre de DRX d'alliage Cu\Al	39
<b>Photo VI.1</b> : Observation métallographique d'une coupe d'un dépôt de Cu-Al réalisés sur acier ordinaire	40
<b>Photo VI.2</b> : Observation métallographique après l'attaque chimique de la surface d'un dépôt de Cu-Al réalisés sur un acier ordinaire	42
<b>Photo VI.3</b> : Image d'une coupe transversale d'un dépôt CuAl observé par MEB	43
<b>Photo VI.4</b> : image d'une surface de revêtement de CuAl traité par logiciel Image J	46
<b>Photo VI.5</b> : Analyses EDS correspondant à toute la surface 1marquées dans cette figure	46
<b>Figure VI.2</b> : Dureté superficielle Rockwell 15N sur le dépôt (Cu/Al) par cold spray	47
<b>Figure VI.3</b> : Spectre de corrosion d'alliage CU\Al	49

## SOMMAIRE

<b>Introduction générale .....</b>	<b>1</b>
------------------------------------	----------

### **Chapitre I : La Projection à froid: principe et applications**

<b>I. Introduction.....</b>	<b>4</b>
<b>I.2 Cold spray.....</b>	<b>4</b>
I.2.1. Définition.....	4
I.2.2. Principe.....	5
I.2.3 Mécanisme d'adhérence.....	6
I.2.4. Processus de construction du revêtement.....	7
<b>I.3. Types de cold spray .....</b>	<b>8</b>
I.3.1.Haute pression.....	9
I.3.2. Basse pression.....	9
I.3.2.1. Projection à froid assistée par laser.....	10
I.3.2.2. La projection à froid par ondes de choc.....	10
<b>I.4. les différents matériaux pouvant être utilisés dans le cold spray.....</b>	<b>11</b>
<b>I.5. Les avantages et les inconvénients.....</b>	<b>11</b>
I.5.1. Principaux avantages de la projection à froid.....	11
I.5.2. Principales limites de la projection à froid.....	11
<b>I.6. Application de la projection thermique à froid .....</b>	<b>12</b>
<b>Chapitre II : Alliage Cu-Al.....</b>	<b>13</b>
II.1 .Introduction .....	14
II.2. Principales caractéristiques du cuivre et d'aluminium.....	14
II.3. Définition d'un alliage métallique.....	15

<b>II.4. Les principales familles d'alliages de cuivre.....</b>	<b>15</b>
II.4.1. Les cupro-aluminiums.....	15
II.4.2. Les cupro-aluminiums de corroyage.....	16
II.4.3. Les cupro-aluminiums de fonderie .....	18
<b>II.5. Diagramme d'équilibre.....</b>	<b>19</b>
II.5.1. Diagramme d'équilibre Cu -al.....	19
II.5.2. Caractéristiques des phases.....	22
<b>II.6. Mise en œuvre des cupro-aluminiums.....</b>	<b>23</b>
II.6.1. le décapage .....	23
II.6.2. les traitements thermiques .....	23
II.6.3. l'usinage .....	23
II.6.4. les méthodes d'assemblage .....	23
<b>II.7. Conclusion.....</b>	<b>23</b>

### Chapitre III : Techniques expérimentales

<b>III.1. Introduction.....</b>	<b>25</b>
<b>Dispositif expérimental.....</b>	<b>25</b>
<b>III.3. Mesure d'épaisseur .....</b>	<b>25</b>
<b>III.4. Mesure de rugosité .....</b>	<b>26</b>
<b>III.5. Découpage par micro tronçonneuse.....</b>	<b>26</b>
III.5.1. Enrobeuse.....	27
III.5.2. Polissage grossier et finition .....	27
III.5.3. Attaque chimique.....	28
<b>III.6. Caractérisation Microstructurale.....</b>	<b>29</b>
III.6.1. Observation microscopique.....	30
III.6.2. La spectrométrie de fluorescence des rayons X (XRF) .....	31
III.6.3. Microscope électronique à balayage .....	32

III.6.4. Caractérisation par Diffraction des Rayons X.....	33
III.6.5. Calcul de porosité.....	34
III.6.6. Mesure de la dureté superficielle .....	35
<b>III.7 Test de corrosion .....</b>	<b>36</b>
<b>III .8 Conclusion.....</b>	<b>36</b>

### **Chapitre IV : Résultats et discussions**

<b>IV.1. Introduction .....</b>	<b>38</b>
<b>IV.2. Conditions expérimentales.....</b>	<b>38</b>
<b>IV.3. Caractérisations des dépôts.....</b>	<b>38</b>
IV.3.1. Caractérisation Microstructurale .....	39
VI.3.2. Diffraction des rayons x (DRX) .....	40
VI.3.3. Observation au microscope électronique à balayage (MEB).....	42
<b>VI.4. Calcul du taux de porosité .....</b>	<b>47</b>
<b>VI. 5. Caractérisation Mécanique .....</b>	<b>47</b>
VI.5.1.Dureté superficielle .....	47
VI.5.2 Test de corrosion .....	48
<b>VI.6. CONCLUSION.....</b>	<b>49</b>
<b>Conclusion générale .....</b>	<b>50</b>
<b>Bibliographie.....</b>	<b>51</b>

## Introduction générale

Les techniques de revêtements font partie du groupe de procédés de traitement des surfaces, parmi ces multiples procédés la technique de projection thermique.

Les procédés de projection thermique ont, depuis longtemps, été privilégiés compte tenu de leur potentialités d'applications dans de nombreux domaines industriels. Les techniques de projection thermique consistent à déposer des matériaux sous forme de poudre, de baguettes ou de fils, le matériau subit un transfert de chaleur de la source énergétique vers le matériau d'apport ce qui permet la fusion des particules introduites dans le jet, elles seront propulsées ou accélérées vers le substrat, où elles s'étalent et se solidifient pour former une lamelle. L'empilement successif des lamelles forme le dépôt qui a une structure lamellaire. Le dépôt ainsi construit aura une microstructure différente du matériau massif suite aux différentes transformations structurales due à la solidification rapide des particules. Le taux de porosité et la présence d'oxydes ont caractéristiques de ces procédés. L'apparition du procédé cold spray a fait une révolution dans ce groupe de procédé et a résolu certaines difficultés rencontrées dans les autres procédés de projection thermique. En effet, ce procédé permet de déposer des matériaux à l'état solide ce qui permet d'obtenir une couche ayant une microstructure similaire à celle du matériau d'apport du fait que les particules ne fondent pas et maintiennent leur structures initiales. De plus, ces dépôts ont une faible porosité et absence d'oxydes.

Le cold spray a été développé au milieu des années 80 à l'Institut theoretical and applied mechanics qui fait partie de l'Académie des sciences russes de Novosibirsk. Breveté en 1994, ce procédé a été présenté pour la première fois aux États-Unis en 1995.

Dans ce procédé, les particules de granulométrie faible (inférieure à 50  $\mu\text{m}$ ) sont propulsées dans un jet de gaz hypersonique permettant le dépôt de ces particules à vitesse élevée, l'énergie cinétique de ces particules se transforme en une énergie de déformation plastique à l'impact des particules sur le substrat, les particules forment ainsi un cratère dans le substrat ce qui leur permet de s'accrocher et former le dépôt. Les caractéristiques de ce dépôt font de ce procédé omniprésent dans de nombreux secteurs socioéconomiques : le biomédical, l'industrie aéronautique, l'industrie automobile, l'industrie électronique, ..et chimique

En effet le procédé de cold spray utilise essentiellement des matériaux ductiles, il est largement utilisé dans la traitement des surfaces pour la protection contre la corrosion.

Dans ce contexte, nous avons utilisé ce procédé pour réaliser des dépôts susceptible de répondre à des application anti corrosion, mais, avant d'explorer ces aspects de corrosion, il est utile de maitriser les ABC de la caractérisation microstructurale de ce type de dépôt et nous avons choisi un matériau constitué d'un mélange d'Al/Cu.

Nous nous intéressons dans ce travail à l'étude microstructurale (MO, XRF, MEB) du dépôtAl/Cu réalisé par le procédé cold Spray. Nous complétons cette étude par un test de micro-dureté et de corrosion.

Le mémoire est ainsi composé de 04 chapitre : Le premier chapitre présente une brève revue sur le procédé cold spray et ces applications. Le deuxième chapitre porte sur les alliages de cuivre aluminium, les caractéristiques du cuivre et de l'aluminium séparés d'aluminium ainsi que leurs propriétés. Nous mettons la lumière sur les cupro-aluminium, et une brève présentation de diagramme d'équilibre CuAl.

Le troisième chapitre consiste en une présentation du dispositif expérimentaux utilisés ainsi que les différentestechniques de caractérisation des matériaux.

Le dernier chapitre présente les resultats de caractérisationsmicrostructurale, mécanique et test de corrosion et des discussions de ces résultats.

# Chapitre I

## La Projection à froid: principe et applications

## I. Introduction

Il existe de nombreuses technologies de dépôt permettant d'apporter un matériau à la surface d'une pièce pour lui conférer une fonctionnalité de surface. Parmi les techniques utilisées nous pouvons citer : le groupe de procédé de projection thermique (Flamme, HVOF, Plasma, Arc fil, Projection à froid...), les dépôts physiques ou chimiques en phase vapeur... [1]

Le procédé de projection à froid (cold spray), communément appelé cold spray, a été découvert accidentellement au cours des années 1980 par Dr. Anatoli Papyrin et ses collègues à l'Institut de Mécanique Théorique et Appliquée de la Branche Sibérienne de l'Académie Russe des Sciences. Son principe repose sur l'accélération des particules fines introduits dans un gaz porté à une vitesse supersonique d'un gaz à des vitesses supersoniques dans une buse.[2].

La projection à froid est de plus en plus utilisée dans les secteurs industriels pour les traitements de surface. De nombreuses études théoriques sur le processus de pulvérisation à froid contribuent au développement des revêtements de haute performance, ce qui fait du procédé de projection à froid un domaine de recherche intense. [3].

Ce premier chapitre présente le principe de fonctionnement du procédé de projection dynamique à froid (Cold Spray) ainsi que ses applications dans le domaine industriel ou sociétale. Dans la première partie, le principe de fonctionnement de cold spray et son domaine d'application à travers un état de l'art. Nous essaierons de mettre en lumière les paramètres mis en jeu dans la construction des dépôts réalisés par cold spray, ainsi que les avantages et les limites du procédé utilisé.

## I.2 Cold spray

### I.2.1. Définition

La projection à froid, communément appelée (cold spray), est un procédé du groupe de procédés de projection thermique. Il s'agit d'une technologie émergente utilisée dans différents domaines industriels aussi large que la mécanique, l'aéronautique, le biomédical, l'automobile, la synthèse de matériaux et ...

la préparation de pièces prends port une grande compte tenu des avantages de cette technique de revêtements ou de matériaux en masse à l'état solide. [3 ,4.5].

### I.2.2. Principe

Cette technique utilise un gaz de projection inerte (air comprimé, azote, hélium.) sous pression élevée (entre 2.3Mpa et 2.8 MPa) à haute température (300-800 °C). Le caractère supersonique du gaz permet aux poudre injectées dans ce jet d'être véhiculés à la surface traitée à des vitesses d'impact très élevés l'empilement successif de ces particules déposés à l'état solide et pâteux permet la construction du dépôt. La Figure 1 montre le schéma du principe de Fonctionnement du système. [3, 4,6].

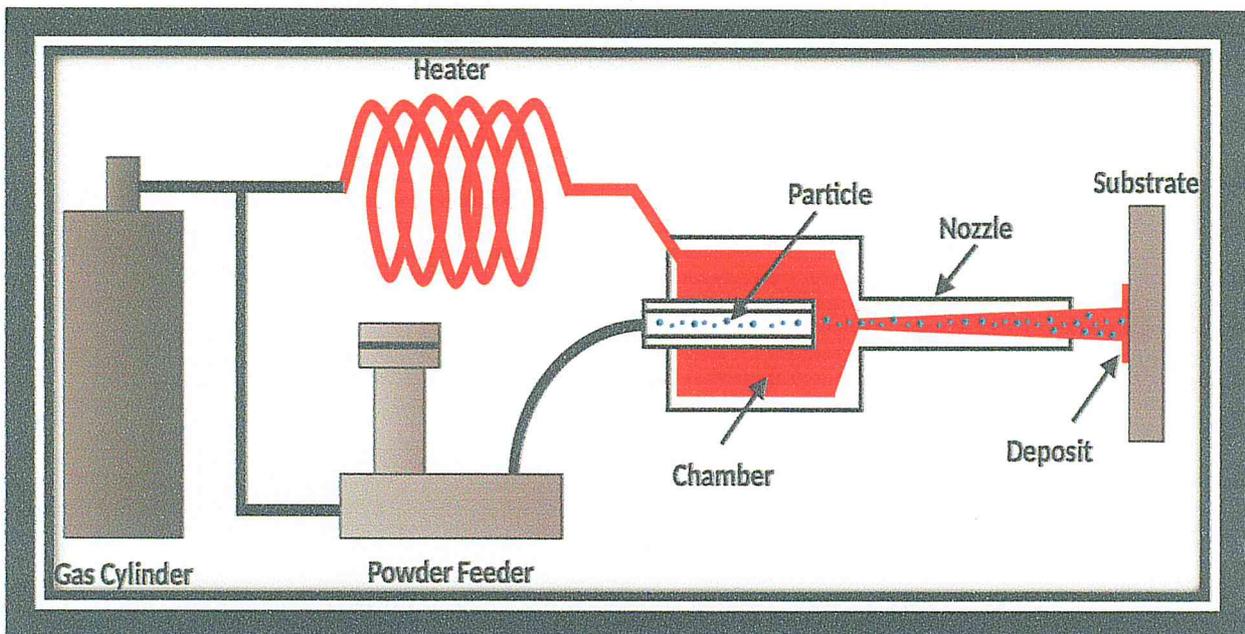


Figure I.1 : principe de cold spray [3].

Le système comprend :

- une source de gaz à haute pression
- un système de contrôle
- un injecteur de poudre
- Une buse De Laval.
- une plate-forme de commande numérique.

Le gaz passe dans une tuyère possédant une section convergente suivie d'une section divergente (type De-Laval) permet de transformer la température et la pression du gaz en énergie cinétique, entraînant son accélération jusqu'à une vitesse supersonique et son refroidissement à une température inférieure à  $100^{\circ}\text{C}$ . (figure2) [7.8.9]

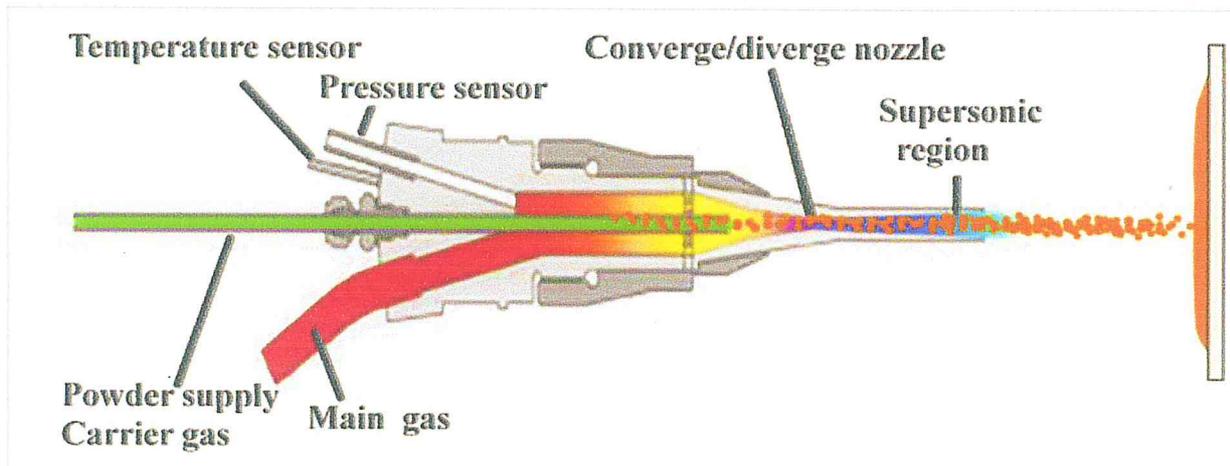


Figure I.2 : Schéma simplifié de la buse pour la projection à froid [2].

Les poudres, injectées dans la zone haute pression de la buse, sont accélérées à des vitesses pouvant atteindre  $1200\text{m/s}$ . La déformation des particules lors de l'impact permet d'obtenir des revêtements de très bonne qualité, avec une forte adhérence, un faible taux de porosité et une faible oxydation. [7]

### I.2.3 Mécanisme d'adhérence

Une description schématique des processus d'adhérence est présentée sur la Figure3. Cette description inclut trois étapes successives: figure3 [2.10]

(a-b) Rupture du film d'oxyde présent sur les surfaces de la particule et du substrat par déformation de ces deux surfaces à l'impact.

(c) Inclusion de la particule dans le substrat grâce à sa haute énergie cinétique.

(d) Collage de la particule sur le substrat grâce au mélange par le jet de gaz des deux matériaux (particule et substrat).

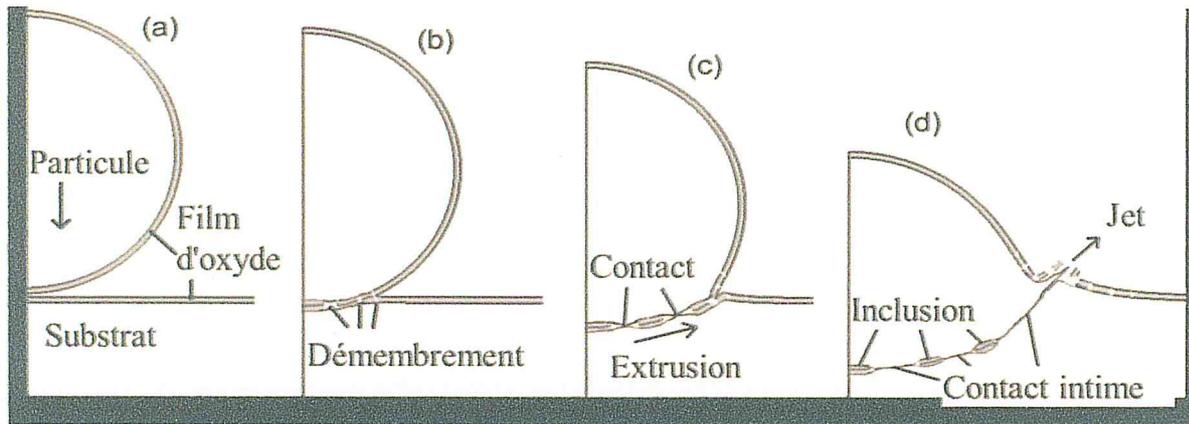


Figure I.3. : Etapes d'adhésion d'une particule sur le substrat [10]

#### I.2.4. Processus de construction du revêtement

Le revêtement se construit de la même manière que selon le mécanisme d'adhésion d'une particule sur le substrat. Quatre étapes de construction peuvent être définies : [10.11.12].

1. Formation de cratères sur la surface du substrat et formation de la première couche.
2. Déformation des particules.
3. Formation de liaisons physiques entre les particules et réduction des espaces vides entre les particules.
4. Densification et écrouissage du revêtement.

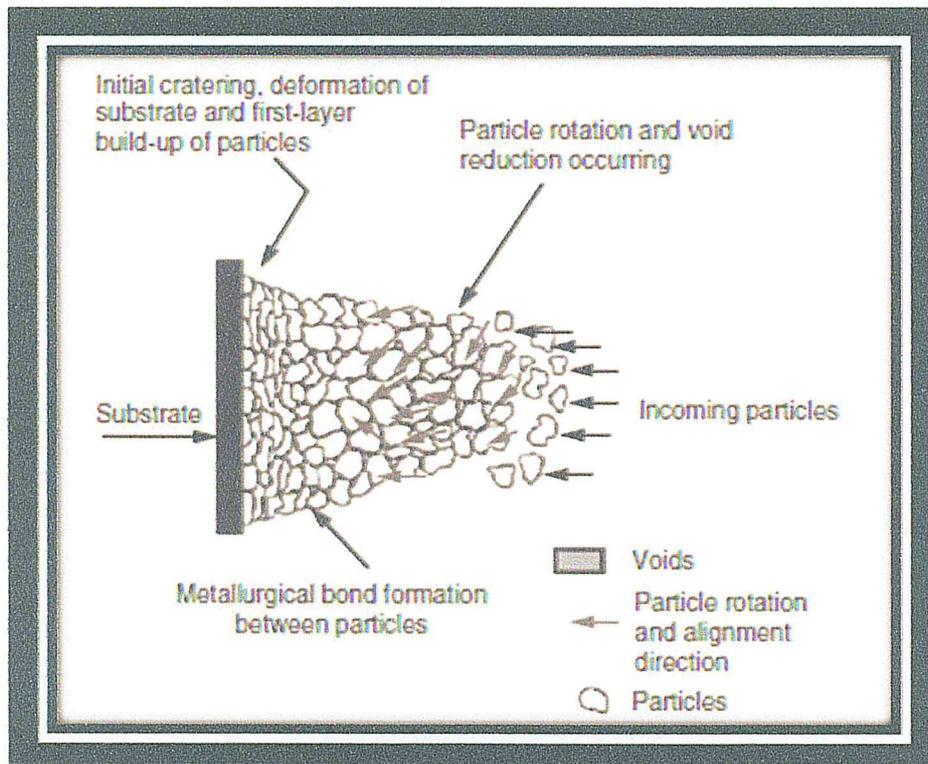


Figure I. 4: Schéma de formation d'un revêtement par projection dynamique à froid [10]

### I.3. Différents types de cold spray

Avec le développement du procédé CS, ses applications potentielles diffèrent dans plusieurs domaines. De plus, certaines modifications ont été apportées à la technologie CS. [6.10.]

#### I.3.1. projection cold spray à haute pression.

La figure 5 montre un système à haute pression dans lequel le courant de gaz principal et le courant de poudre sont tous les deux introduits dans la chambre d'entrée de la buse. Cette configuration nécessite que le distributeur de poudre soit capable d'une pression de gaz élevée et soit le plus souvent utilisé dans des systèmes de pulvérisation à froid fixes. Les systèmes à haute pression utilisent des gaz à pression plus élevée et ont souvent un compresseur de gaz dédié.

Un gaz de bas poids moléculaire, tel que l'hélium, est parfois utilisé comme gaz accélérateur lorsque les particules doivent être amenées à une vitesse très élevée [13]

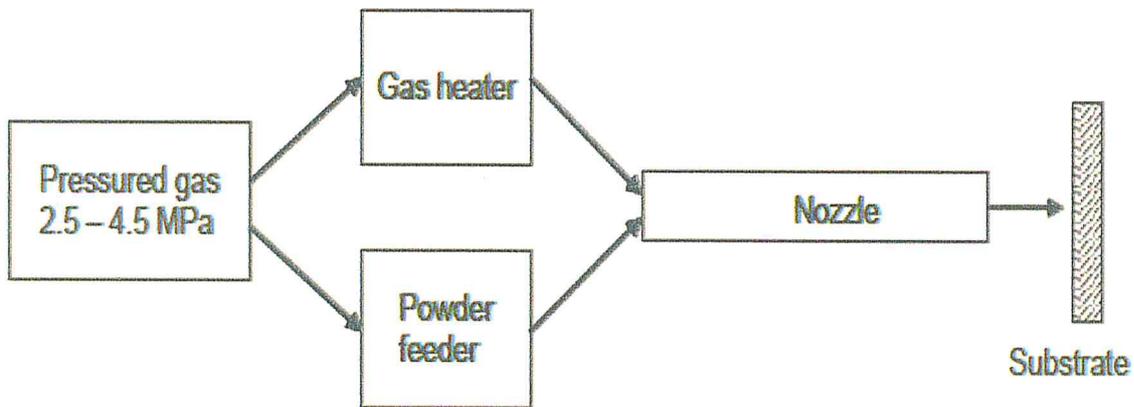


Figure I.5.1 : système de haute pression [13].

**I.3.2. projection cold spray à Basse pression.**

La figure 6 montre un système dans lequel la poudre est injecté dans la buse à un point où le gaz est dilaté à basse pression. L'air sous pression atmosphérique, aspiré par le point d'injection de la buse à pression inférieure, est utilisé pour le transport de la poudre depuis le distributeur. Comme ce système ne nécessite pas de dispositif d'alimentation sous pression, il est souvent utilisé dans les systèmes de pulvérisation à froid portatifs.

Le système à basse pression utilise généralement de l'air comprimé disponible, mais peut également utiliser de l'azote. [13]

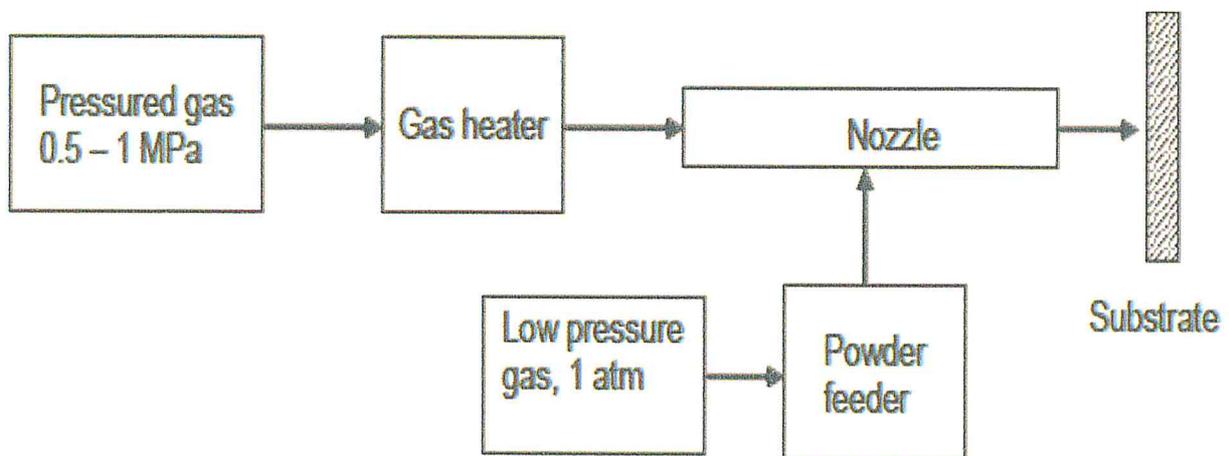


Figure I.5.2. : système a basse pression [13].

### I.3.2.1. Projection à froid assistée par laser

La technologie de projection à froid assistée par laser, son principe de fonctionnement est identique à celui de la projection à froid mais un dispositif laser est ajouté à ce système de projection classique. Le laser est utilisé pour irradier directement la surface du substrat. Ce procédé permet d'obtenir des revêtements avec des taux d'oxydation plus faibles dû à une température de gaz réduite. En revanche, avec l'addition d'un laser, de nouveaux paramètres sont à contrôler comme par exemple la température du point de projection et les paramètres laser. [4]

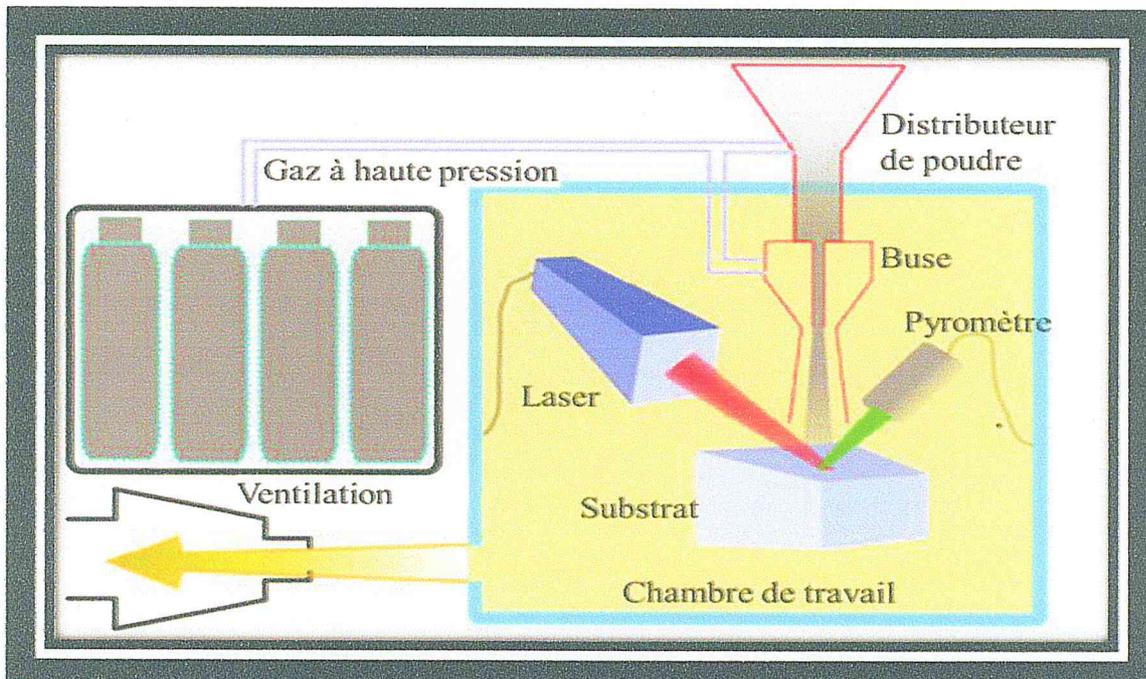


Figure I.6 : Schéma de principe de la technologie de projection à froid assistée par laser [4].

### I.3.2.2 La projection à froid par ondes de choc

La projection à froid par ondes de choc est connue sous le nom de projection par impulsions. Le gaz principal n'est plus accéléré par son passage à travers la buse de Laval comme c'est dans le système de projection à froid classique, son principe est montré sur la Figure 6. Deux parties composent ce système: une zone de haute pression et une zone de basse pression, séparées par une soupape de commande. [4, 6].

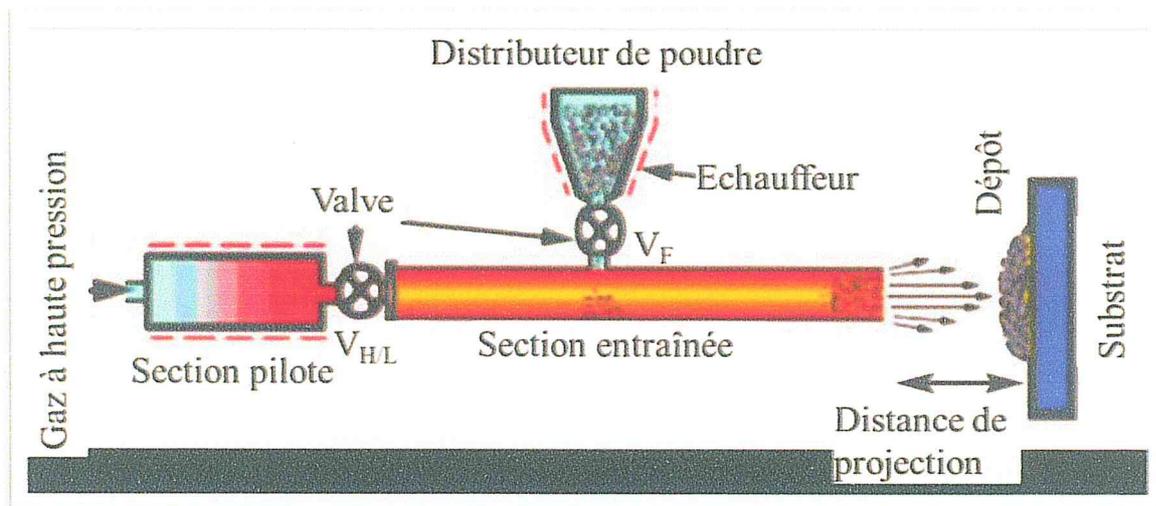


Figure I.7 : Schéma de principe du système de projection à froid par ondes de choc [6].

#### I.4. les différents matériaux pouvant être utilisés dans le cold spray

La poudre utilisée dans ce procédé doit avoir une granulométrie allant de 5 à 50  $\mu\text{m}$  et de matériaux ductiles. la ductilité est un paramètre clé dans le choix des matériaux, néanmoins, les travaux de recherche actuelle progressent et essaient de repousser de plus en plus les limites de type de matériaux.

Ils arrivent à introduire des matériaux composites voir céramiques. Parmi les matériaux qui ont été largement utilisées : les métaux (Al, Cu, Ni, Co, Ti, des alliages, des polymères, des cermets et quelque céramiques... tous types de substrat peut être utilisé. [14,15]

#### I.5. Les avantages et les inconvénients du procédé cold spray.

##### I.5.1. Principaux avantages de la projection à froid

- Epaisseurs élevées (plusieurs mm)
- Revêtements denses ( $\sim$  densité théorique du matériau) - Pas ou peu de porosité
- Conservation de l'intégrité microstructurale du matériau et du substrat
- faible oxydation
- Propriétés mécaniques élevées (adhésion / cohésion)
- Très haut rendement de déposition – recyclage des poudres résiduelles

- Facilité de masquage (faible spot de projection) [7, 10,16].

### I.5.2. Principales limites de la projection à froid

Bien que la technologie de projection à froid présente des avantages incontestables pour certaines applications, il faut reconnaître qu'elle ne pourra pas remplacer toutes les autres techniques de projection thermique conventionnelle.

La projection à froid possède certains inconvénients inhérents au procédé :

- Les céramiques pures et certains alliages ne peuvent pas être traités.
- Des revêtements de haute qualité sont produits avec de l'hélium coûteux en tant que gaz de traitement afin d'atteindre les vitesses nécessaires au dépôt.
- traitement de surfaces complexes et de surfaces interne nécessite un soin particulier par robots. [7, 16,17].

### I.6. Application de la projection thermique à froid

La technologie cold spray appliqué à tout type de surfaces et utilisant de nombreux type de matériaux ; les métaux, les alliages, les composites, au vue de ses avantages, il peut répondre à de nombreuses applications :

- la réparation de pièces.
- la protection des surfaces contre la corrosion et l'usure.
- fonctionnalisation de surfaces.
- la synthèse de nouveaux matériaux [15, 18,19].

Différents secteurs socioéconomique sont concernés par les applications de cette technique on peut citer quelques exemple : aéronautique, automobile, biomédical (prothèses dentaires et de hanches), mécanique au sens large de terme, chimique, électronique, métallurgique... [5]

## Chapitre II : Alliage Cu-Al

### II.1.Introduction :

Dans l'industrie, on utilise peu de métaux purs .La métallisation de matériaux à base de polymère par pulvérisation à froid a été attrayante pour améliorer ses propriétés thermiques et électriques, tandis que le dépôt direct d'un revêtement épais de Cu a été rarement rapporté.

Le cuivre a des propriétés remarquables. La grande majorité des applications du cuivre se réfère à l'une des deux propriétés : conductibilités électrique et thermique, d'une part, et résistance à la corrosion, d'autre part. Mais, lorsqu'une résistance mécanique élevée est requise, on doit alors faire appel aux alliages de cuivre.

Dans ce chapitre, nous présentons les différents alliages de cuivre, dans le cadre de ce mémoire nous nous intéressons à l'alliage Cu-Al nous présentons ci-dessous les caractéristiques du Cu-Al.

### II.2.Principales caractéristiques du cuivre et d'aluminium

- Le cuivre est plus lourd que l'acier (densité  $8,9\text{g/cm}^3$ ), fond à  $1083^\circ\text{C}$ , il a une grande résistance à la corrosion et une plasticité ou une ductilité élevée (très malléable : 0.01% jusqu'à 50%). Sa grande conductivité électrique le rend indispensable dans les industries électriques et électroniques et sa grande conductibilité thermique est un atout pour la transmission de la chaleur. Seul l'argent fait mieux pour ces deux propriétés. Sa structure cristalline est cubique à faces centrées et il présente des propriétés fongicides. [21].
- L'aluminium est un métal d'usage très récent à l'échelle de l'humanité. C'est aussi le métal le plus abondant dans la terre. La densité de l'aluminium est trois fois plus faible que celle de l'acier ou du cuivre. Deuxième métal le plus malléable, l'aluminium est facilement usiné ou moulé. sa structure cristalline est cubique a faces centrées. [22].

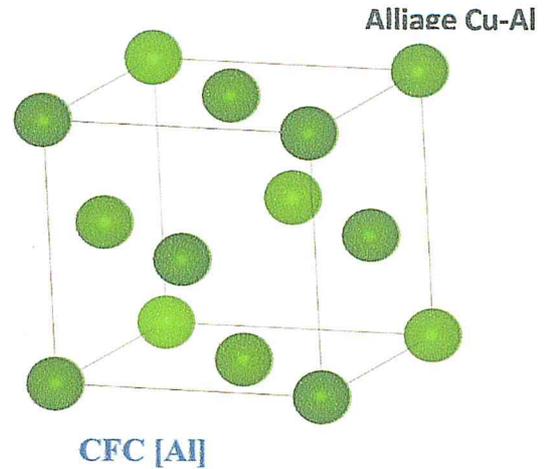
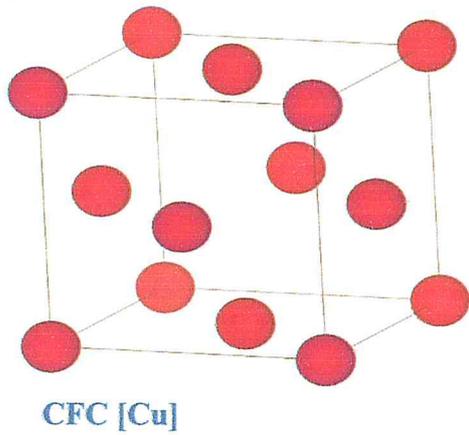


Figure II.1 : Schéma représentatif des deux structures cristallines des deux éléments Cu et Al [22].

### II.3. Définition d'un alliage métallique

Un alliage c'est un produit métallique obtenu par incorporation d'un ou plusieurs éléments à un métal. Les alliages à deux composants sont dits binaires, ceux qui contiennent trois composants sont appelés alliages ternaires. Comme les métaux purs, les alliages ont un éclat métallique et sont des conducteurs de chaleur et d'électricité. Des composés qui contiennent un métal et des produits non métalliques, comme par exemple le carbone, sont également appelés alliages. [23.24].

### II.4. Les principales familles d'alliages de cuivre

Les alliages de cuivre désignent un ensemble d'alliages où le cuivre est majoritaire. Les grandes familles de ces alliages sont : [25.26]

- **les cuivres faiblement alliés** : ces alliages de cuivre contiennent des éléments d'addition en faible quantité (2% maximum)
- **les laitons** : ce sont des alliages à base de Cuivre (Cu) et de Zinc (Zn), contenant entre 5 et 45 % de ce dernier, avec d'autres éléments d'addition dont le plus courant est le Plomb (Pb).
- **les bronzes** : ce sont des alliages à base de Cuivre (Cu) et D'Étain (Sn), contenant entre 3 et 20 % de ce dernier.

- les **cupro-nickels** : le cuivre et le nickel sont mutuellement solubles en toutes Proportions.

- les **maillechorts** : ce sont des alliages de cuivre, de nickel et de zinc.

- les **cupro-aluminiums** : ces alliages de cuivre contiennent de 4 à 16 % environ D'aluminium avec addition simultanée ou non de fer, nickel ou manganèse, à des teneurs maximales pour chacun de ces éléments de l'ordre de 5 %. [25].

Principaux alliages de cuivre
Cuivre (Cu) + Etain (Sn) = bronze
Cuivre (Cu) + Zinc (Zn) = laiton
Cuivre (Cu) + Aluminium (Al) = cupro-aluminium
Cuivre (Cu) + Nickel (Ni) = cupronickel
Cuivre (Cu) + Nickel (Ni) + Zinc (Zn) = maillechort

Les alliages Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni et Cu-Al-Be sont actuellement les principaux alliages Industriels. La figure présente une classification des alliages à base cuivre par Rapport aux systèmes binaires. [27].

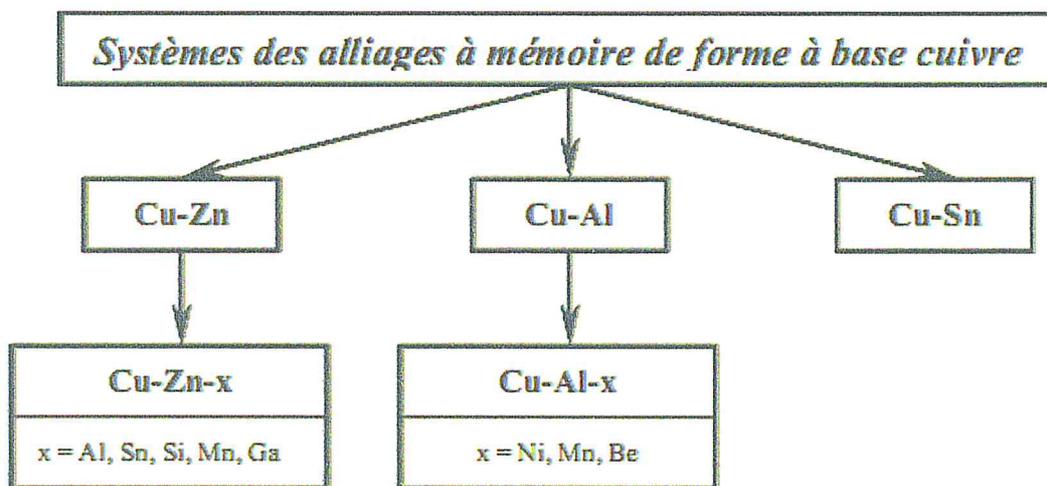


Figure II.2. Classification de la famille des alliages à base cuivre[27].

### II.4.1. Les cupro-aluminiums

Les cupro-aluminiums sont caractérisés par une résistance élevée aux différentes formes de corrosion marine, érosion, cavitation, corrosion sous tension, corrosion fatigue sous tension, allié à des caractéristiques mécaniques certaines compositions, sont du même ordre que celles des aciers de constructions.

Ces alliages ont également une bonne tenue dans de nombreux milieux chimiques, sauf en présence d'acides oxydants.[28]

### II.4.2. Les cupro-aluminiums de corroyage

#### A- les alliages monophasés ( $Al \leq 8\%$ )

Ces alliages contiennent 4 à 8% d'aluminium et sont monophasés  $\alpha$ . Les additions les plus courantes, dans le cas des alliages complexes, sont celles de fer (2%) ou de nickel (2%) destinées essentiellement à augmenter les caractéristiques mécaniques. Particulièrement adaptées au travail à froid ces alliages permettent la réalisation de laminés et des tubes dont les caractéristiques révélées par l'érouissage sont supérieures à celles du laiton. Le travail à chaud et le soudage ne sont pas possibles que si les impuretés (Pb, Si...) sont strictement contrôlées. La tenue à la corrosion atmosphérique de ces alliages est bonne et ils présentent une couleur d'or en doré.

Les nuances principales sont, d'une part les alliages binaires  $CuAl_6$  et  $CuAl_8$  utilisés notamment sous formes de tubes échangeurs dans les industries de la potasse et les salines, et comme alliages monétaires. Ce sont, d'autre part, les alliages complexes  $CuAl_6Ni_2$  et  $CuAl_7Fe_2$ , le premier étant utilisé comme alliage monétaire, le second sous forme de plaque tubulaires pour échangeurs ou dans la chaudronnière.[29].

#### B- Les alliages biphasés ou polyphasés ( $Al \geq 8\%$ )

Ces alliages contiennent 8 à 9,5% et parfois jusqu'à 10% d'aluminium. A chaud la structure est  $\alpha + \beta$  ou  $\beta$  seul pour les teneurs en aluminium les plus élevées et les plus hautes températures. Compte tenu de la présence de cette phase  $\beta$ , ces alliages sont particulièrement aptes pour un travail à chaud et ils présentent une bonne soudabilité.

Ces alliages ont des structures analogues à celles des aciers. Les principales nuances sont les suivantes :

-le  $CuAl_9Ni_3Fe_2$  adapté à la réalisation de plaques tubulaires et de tôles pour chaudronnière.

- $\text{CuAl}_9\text{Ni}_5\text{Fe}_3$  pour la réalisation de plaques tubulaires de hautes caractéristiques mécaniques, même pour des tubes en titane. [29]

### C- Les alliages à mémoire de forme

Parmi les alliages de cuivre de 4 à 10% d'aluminium et susceptibles de transformation martensitique, il existe des alliages de type  $\text{CuZnAl}$ ,  $\text{CuZnAlNi}$  et  $\text{CuAlNi}$  qui ont la propriété de retrouver, après application d'une contrainte impliquant une déformation à une certaine température, leur forme initiale avant contrainte, par réchauffage à une température caractéristique de chaque alliage.

Ces alliages, dont le développement est encore récent, ont trouvé un certain nombre d'applications notamment dans le domaine de la connectique. [29.30].

#### II.4.3. Les cupro-aluminiums de fonderie

Il s'agit de cupro-aluminiums titrant 8 à 14% d'aluminium et généralement de 9 à 12% en pratique, ils sont toujours biphasés ou multi phases et sont de même nature que les alliages de corroyage polyphasés. En particulier les phases en présence sont les mêmes. La teneur en Al, généralement plus élevées, conduit à un pourcentage plus important de phase  $\beta$  et de ses dérivés. [31].

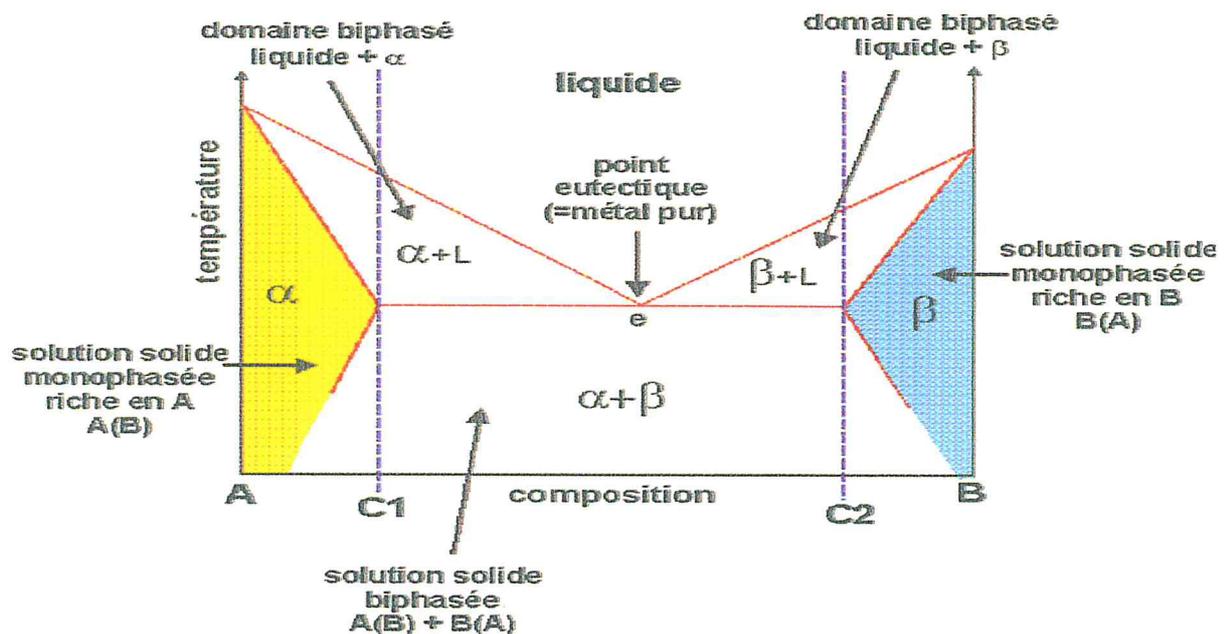


Figure II.3 : diagramme d'équilibre binaire[30].

## II.5. Diagramme d'équilibre

Un diagramme d'équilibre, appelé aussi diagramme de constitution, offre une information concise sur le contrôle de la microstructure ou de la structure de phases d'un système d'alliage donné. De nombreuses microstructures se développent lors de la transformation de phases faisant suite à un changement de température (refroidissement, en général). Il peut s'agir de la transition d'une phase à une autre, de l'apparition ou de la disparition d'une phase le diagramme d'équilibre rend possible la prévision des transformations de phase et des microstructures qui résultent, les quelles peuvent avoir un caractère d'équilibre ou hors équilibre. [32]

La microstructure c'est la quantité et la qualité des phases et des défauts donc elle est composée de deux éléments très importants :

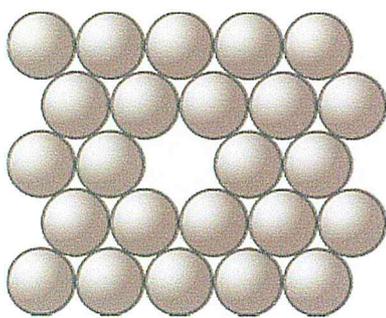
**1-Les phases :**

La maîtrise du concept de phase est également essentielle à la compréhension des diagrammes d'équilibre. [33]

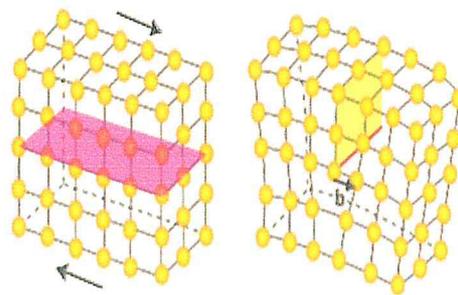
Par définition une phase est une région homogène d'un système dont les caractéristiques physiques et chimiques sont uniformes. Elles sont caractérisées par :

- la composition chimique, le type de réseau cristallin et les propriétés résultantes
- la présence d'une surface de séparation avec les autres du système appelée (interface)
- un changement brusque de composition et de propriétés lors du passage à travers cette interface.

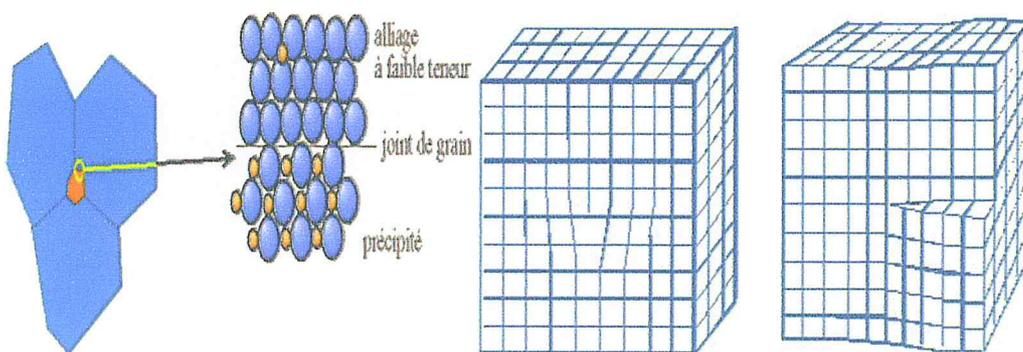
**2- les défauts :**



**Défaut ponctuels : lacune**



**Défaut linéaire : dislocation**



**Défaut surfacique : joints de grains**

**Défaut volumique**

**Figure II.4 : les défauts [33].**

## II.5.1. Diagramme d'équilibre Cu -al

Le diagramme de phase d'équilibre binaire est montré sur la figure dans un certain domaine de composition, ce système présente trois phases : [34.35].

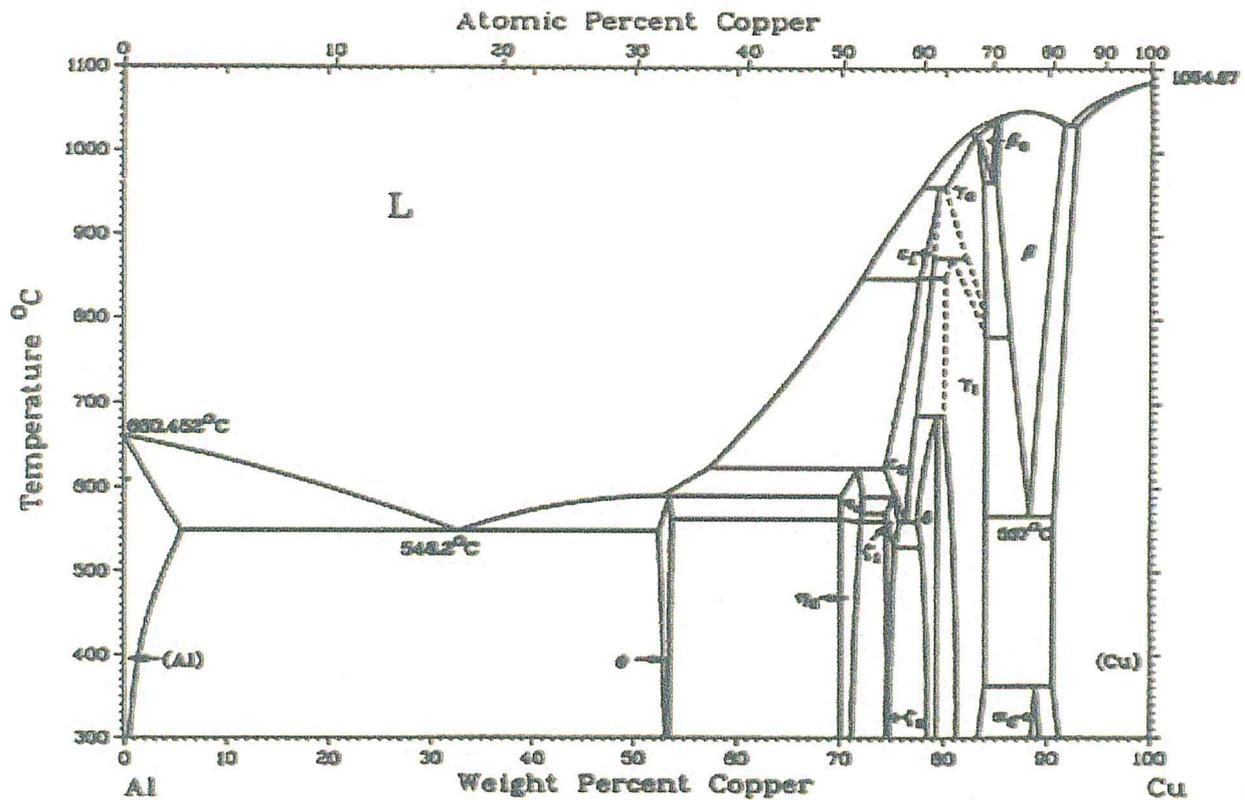


Figure II.5 : Diagramme binaire du système Cu-Al [34].

- La phase  $\alpha$  a une structure cubique à faces centrées. Elle se forme soit à partir de la phase liquide, soit par décomposition de la phase  $\beta$ . La morphologie de la phase  $\alpha$  est aciculaire lorsqu'elle se forme à haute température, sous forme de lamelles à basse température. Cette phase est très malléable et sa résistance mécanique augmente avec la concentration en aluminium.
- La phase  $\gamma$  a une structure ordonnée complexe à cube centré, avec une composition stœchiométrique  $\text{Cu}_5\text{Zn}_8$  ou  $\text{Cu}_9\text{Al}_4$ . Elle présente une morphologie nodulaire qui peut

Progresser sous forme de rosettes par précipitation à partir de la phase  $\beta$ , ou former lamelles en présence de la phase  $\alpha$ . Du point de vue mécanique, cette phase est dure et très fragile.

- La phase  $\beta$  à haute température a une structure cubique centrée désordonnée, avec une composition stœchiométrique CuZn ou Cu<sub>3</sub>Al. Cette phase peut se décomposer en d'autres phases pendant un refroidissement lent. L'augmentation de la vitesse de refroidissement inhibe la décomposition résultant en des phases métastables (austénitique ou martensitique).

### II.5.2. Caractéristiques des phases

Les phases d'équilibre des diagrammes des alliages à base de cuivre sont structurellement et Morphologiquement analogues. Ces phases peuvent être décomposées par traitements thermiques (par exemple : traitements isothermes) ou pendant le chauffage à vitesses variables. La figure présente les décompositions des phases du système binaire Cu-Al par mesures de calorimétrie à une vitesse de chauffage de 2°C.mn<sup>-1</sup>. [36.37].

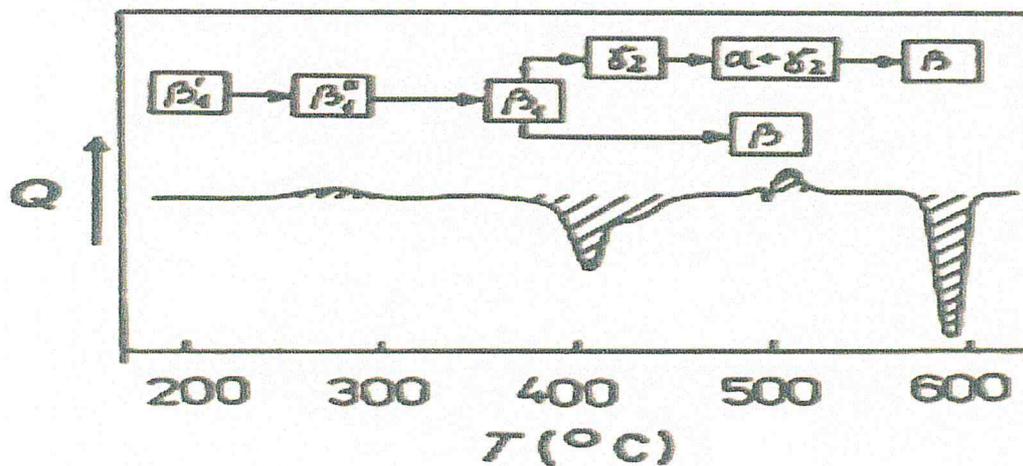


Figure II.6. : Séquences de décomposition des phases du Cu-12,4%Al au chauffage [37].

## II.6. Mise en œuvre des cupro-aluminiums

### II.6.1. Le décapage

Le décapage chimique des cupro-aluminiums est une opération difficile en raison de l'insolubilité de l'alumine dans les bains acides classiques, même additionnés d'un agent oxydant. Aussi on préfère le décapage chimique, l'une des solutions suivantes :

- L'utilisation d'atmosphères protectrices,  $N_2$  ou  $N_2+H_2$
- L'enlèvement mécanique, à la meule, sur produits épais
- Le décapage mécanique par projection d'abrasifs en milieu sec ou humide [38]

### II.6.2. Les traitements thermiques

Les recuits sont effectués entre 500 et 750°C pour l'alliage monophasé, entre 800 et 850°C pour les alliages polyphasés. Les températures de travail à chaud, comme le laminage ou le filage, sont comprises entre 800 et 970°C. [39].

### II.6.3. L'usinage

Les cupro-aluminiums polyphasés, dont les conditions d'usinage équivalent à celles d'un acier semi dur, se travaillent plus aisément que les alliages monophasés.

Ebauches, usinage final, soudure, contrôle qualité. [40].

### II.6.4. Les méthodes d'assemblage

L'assemblage des cupro-aluminiums se fait généralement par brasage tendre ou brasage fort sans difficulté. Tous les cupro-aluminiums y compris les alliages monophasés sont soudables par les procédés classiques à l'exception de soudage au chalumeau. Cependant les alliages biphasés ou polyphasés permettent d'exécuter les opérations de soudage avec plus de confort. [41].

## II.7. Conclusion

Dans cette seconde partie bibliographique, nous avons rappelé les caractéristiques de cuivre et leur structure cristallographique. Nous avons également rappelé les différents types de comportement dans ces alliages particulièrement l'alliage cuivre-aluminium.

**Chapitre III : Techniques de caractérisation des matériaux**

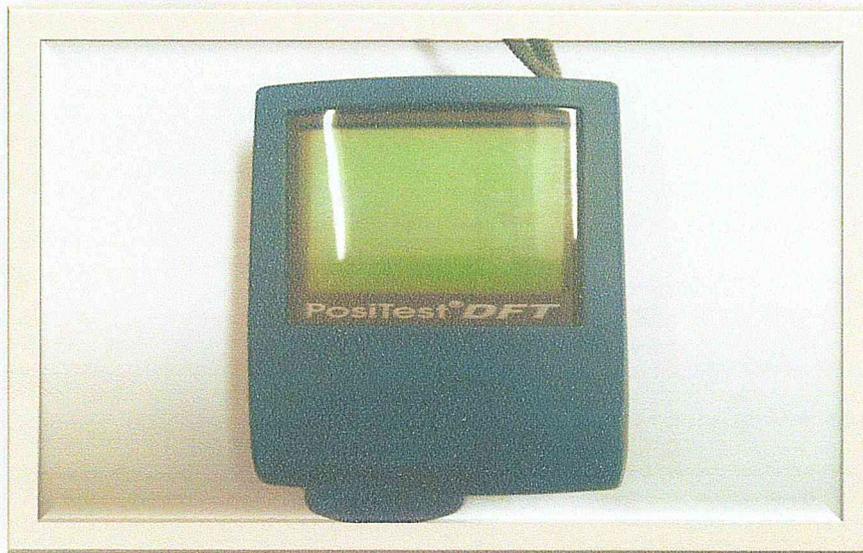
### III.1. Introduction

Dans cette partie, nous présentons les différentes techniques de caractérisation appliqués au dépôt étudié afin d'identifier les différentes phases présentes dans ce dépôt réalisé par cold spray. Nous avons utilisé plusieurs techniques de caractérisation : Une observation microscopique nous permet, de façon qualitative, la microstructure du dépôt : présence de pores, l'épaisseur du dépôt, les fissures, présence d'oxydes... Une analyse par fluorescence X (XRF) et diffraction des rayons X "DRX", ont été réalisés pour identifier les phases ainsi que la composition chimique de ce dépôt. Une observation au microscope électronique (MEB) équipé d'un détecteur EDS a été effectuée permettant une quantification ponctuelle des éléments chimiques présents dans ce dépôt.

### III.2. Dispositif expérimental utilisé et condition expérimental.

#### III.3. Mesure de l'épaisseur

Après la réalisation du dépôt par cold spray la mesure de l'épaisseur du dépôt a été faite à l'aide d'un appareil à ultrasons le **Positest DFT** (photo III.1).



**Photo III.1:** Appareil de mesure des épaisseurs des couches de revêtements

### III.4. Mesure de la rugosité du dépôt :

La rugosité est une caractéristique de l'état de surface d'un matériau solide. Le Rugosimètre Mitutoyo SJ.201M, a été utilisé pour mesurer la rugosité Ra. (Photo III.2).

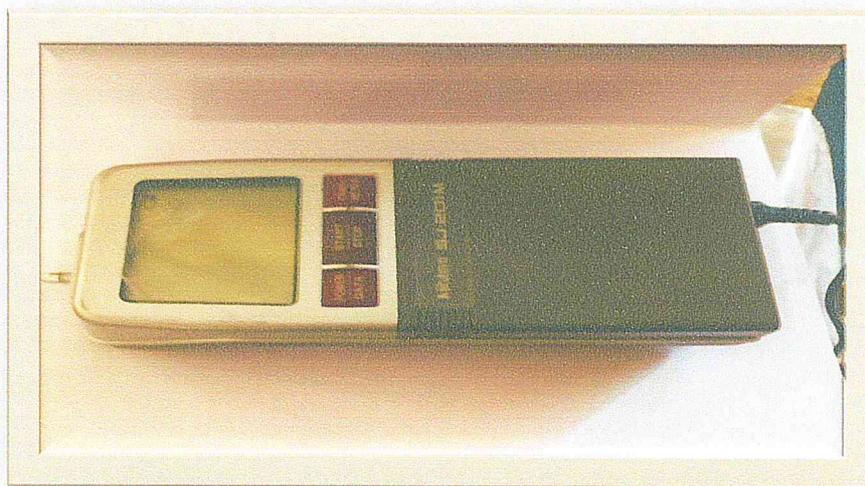


Photo III.2 : Rugosimètre

### III.5. Préparation des échantillons

#### III.5.1. le découpage

Le découpage a été réalisé à l'aide d'une micro tronçonneuse de type Isomet 1000 on utilisant un disque diamanté d'une épaisseur de 0.5mm (voir photo III.3).



Photo III.3 : Micro tronçonneuse.

### III.5.2. L'enrobage

Après découpage, les échantillons sont été enrobés par une résine thermodurcissable, cette dernière a été faite à l'aide d'une enrobeuse **Simplimet 3000** (Photo III.4).Le but d'enrober les échantillons est de faciliter leur maintien lors du polissage.



Photo III.4 : Enrobeuse

### III.5.3. Polissage des échantillons

Dans la chaîne des opérations de préparation de surface, le polissage est une opération très importante et primordiale pour pouvoir faire une bonne caractérisation microstructurale .ce opération se fait en deux parties

- Polissage grossier (120,220, 400, 600, 800,1000 et 1200)
- Polissage de finition en utilisant une solution d'alumine ou solution diamantée.

Le polissage a pour but de :

- ❖ diminuer la rugosité,
- ❖ diminuer la topologie de surface en éliminant les défauts superficiels mis en évidence par l'opération de décapage tels :
  - les microfissures
  - les porosités
  - les inclusions

Après l'opération du polissage, les échantillons ont été nettoyés par Ultrason dans un bain d'acétone puis l'éthanol 10 min pour chacun.

Pour obtenir une surface effective polis avant toute observation métallographique, nous avons utilisé une polisseuse de marque **MECAPOL P 230**, au sein du centre de Développement de Technologie Avancée (CDTA) (voir photo III.5).

Pour notre polissage grossier, nous avons utilisé un disque en papier abrasif de carbure de silicium(SiC), commençant par la granulométrie la plus grosse vers la plus fine. (120,220, 400,600, 800, 1000 et 1200), puis un polissage de finition par une solution d'alumine d'une granulométrie de 1 $\mu$ m a été réalisé.



**Photo III.5 : Polisseuse**

#### **III.5.4. Attaque chimique**

Les échantillons sont attaqués chimiquement par un réactif afin de révéler la structure micrographique et de mettre en évidence les détails recherchés : les grains, les joints de grains, les phases.

Il existe de nombreux réactifs d'attaque pour le cuivre et ses alliages qui sont relativement faciles à appliquer. Pour nos échantillons, nous avons utilisé une attaque chimique composé de :

- 100 ml d'éthanol
- 20 ml d'acide hydrochlorique
- 5g de chlorure de fer 3(voir Photo 6)



**Photo III.6 :** Solution préparée pour l'attaque chimique

La métallographie est la technique consistant à déterminer la structure d'un métal en l'observant avec un microscope optique. On peut déterminer ainsi, selon les cas :

- la taille et la forme des cristallites (ou grains)
- la répartition des phases
- la direction des lignes de glissement (intersection des plans de glissement avec la surface), dans le cas d'un échantillon déformé (voir les articles sur la déformation plastique et la dislocation).

### III.6. Caractérisation Microstructurale

Les propriétés physiques, le comportement mécanique d'un matériau dépendent souvent de sa microstructure. Une étude microstructurale passe toujours par une observation microscopique et une analyse par DRX.

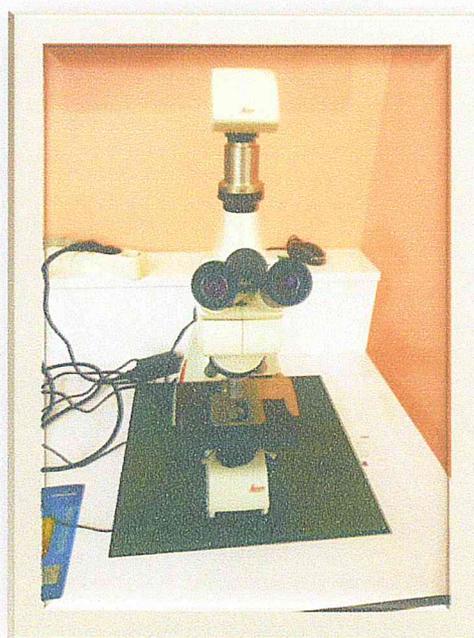
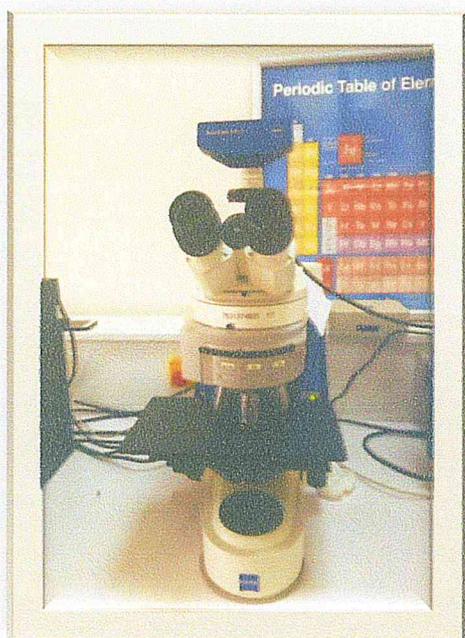
### III.6.1. Observation microscopique

Nous avons procédé à l'analyse micrographique par un microscope optique.

Un microscope optique est un instrument qui permet d'obtenir une image agrandie d'objet invisible à l'œil nu. Le microscope optique le plus répandu utilise la lumière visible. D'autres microscopes utilisent l'infrarouge ou l'ultraviolet. Nous avons utilisé deux microscopes optiques :

- ❖ Le microscope qui se trouve au niveau du centre de développement des technologies avancées est équipé de quatre objectifs d'agrandissement 5X jusqu'à 100X, un oculaire 10X la figure 7 montre un microscope optique de marque **Axio CamMRC5**.
- ❖ Le microscope qui se trouve au niveau de laboratoires Physique Fondamental et Appliquée à Blida est équipé de quatre objectifs de 5X jusqu'à 50X, un oculaire 10X la figure 7 montre un microscope optique de marque **Lieca**

Permet l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface observée.



**Photo III.7 : Microscope optique**

Ces microscopes sont accompagnés d'une caméra, reliée à l'écran d'un ordinateur permettant la capture de photos de la microstructure observée après avoir choisi la surface à photographier.

### III.6.2. La spectrométrie de fluorescence des rayons X (XRF) :

La fluorescence des rayons X (XRF) est une technique non destructive qui sert à quantifier la composition élémentaire des échantillons solides et liquides. On utilise les rayons X pour exciter les atomes du matériau analysé, ce qui leur fait émettre des rayons X à énergie caractéristique de chaque élément présent. L'intensité et l'énergie de ces rayons X sont ensuite mesurées.



**Photo III.8 :** Dispositif de la fluorescence des rayons X(PANalytical ) au niveau de laboratoire FUNDALP.

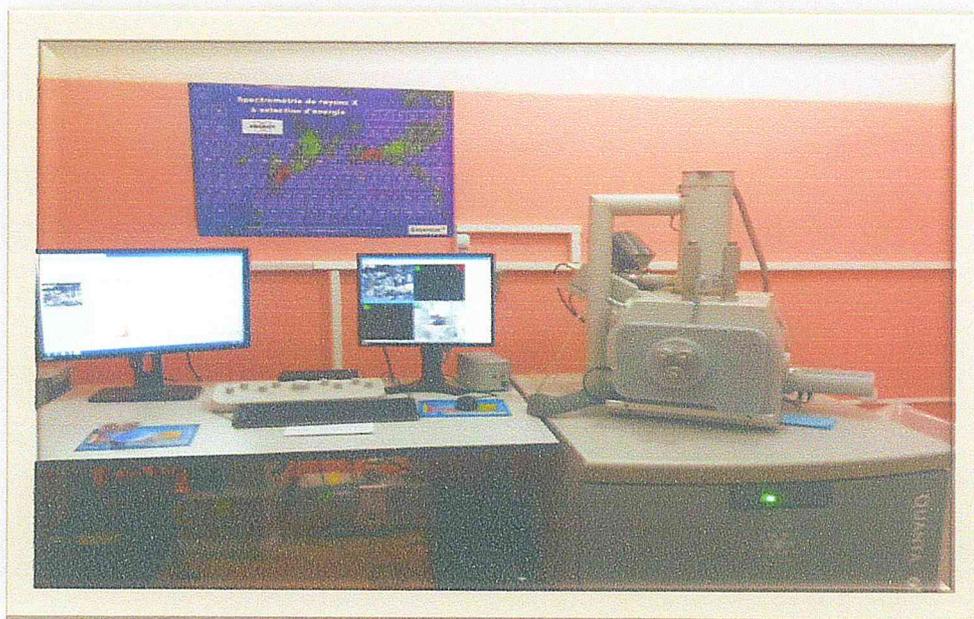
### III.6.3. Microscope électronique à balayage

Le microscope électronique à balayage (MEB) est un appareil qui sert à l'observation de surfaces, il peut présenter une bonne résolution spatiale, jusqu'aux nanomètres et une très grande profondeur de champ. Outre l'observation, il permet d'obtenir d'autres informations complémentaires, telles que la composition chimique ponctuelle ou locale, le contrast des phases et la texture, etc....

Cette observation microstructurale a été réalisée à l'aide d'un microscope électronique à balayage de type (FEI QUANTA 650).au niveau de laboratoire FUNDALP.

Le fonctionnement du microscope électronique à balayage est basé sur l'émission d'électrons produits par une cathode et la détection de signaux provenant de l'interaction de ces électrons avec l'échantillon. Ces électrons qui irradient la surface de l'échantillon pénètrent profondément dans le matériau et affectent un volume appelé "poire d'interaction". Le volume de cette poire dépend du numéro atomique moyen, de l'échantillon et de l'énergie des électrons incidents.

L'ensemble des radiations pouvant être émises lors de l'interaction entre le faisceau d'électrons et l'échantillon. Toutes ces radiations sont produites simultanément et rendent possibles à la fois l'observation et l'analyse d'un objet choisi.

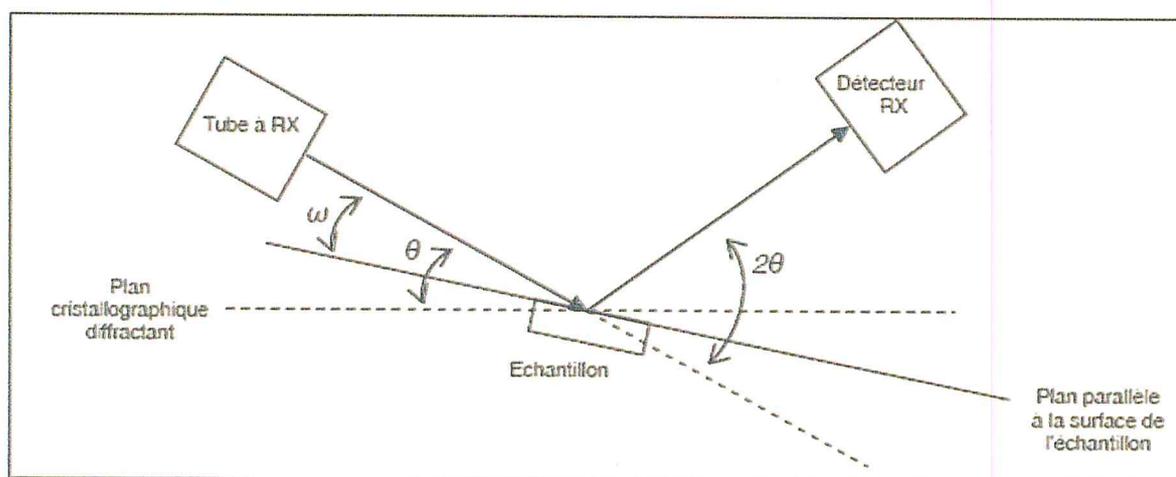


**Photo III.9 :** Microscope Electronique à Balayage (FEI QUANTA 650).au niveau de laboratoire FUNDALP.

### III.6.4. Caractérisation par Diffraction des Rayons X

La diffraction des rayons X est un outil efficace pour étudier de façon non destructive la structure cristallographique des matériaux, de poudres, de monocristaux, voire de couches minces.

En envoyant des rayons X sur une cible, ces derniers sont diffusés par chacun des atomes de la cible (Photo III.10). La DRX permettent d'identifier les phases cristallines.



**Photo III.10 :** Phénomène de diffraction sur les atomes

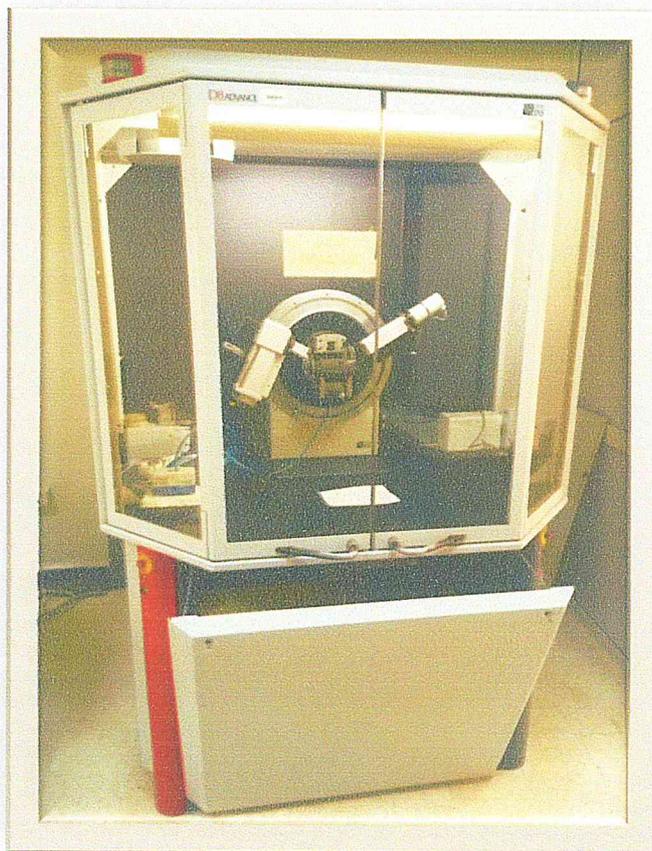


Photo III.11: Diffractomètre des Rayons X

### III.6.5. Calcul de porosité

La porosité est l'ensemble des vides (pores) dans un matériau solide, ces vides sont remplis par des fluides (liquide ou gaz). C'est une grandeur physique entre 0 et 1 ou en pourcentage entre 0 et 100%.

Pour mesurer le taux de porosité, il ya plusieurs méthodes -directes (tomographie, radiographie, micrographie sur coupe de pièces) ou indirectes (mesure de densité, pesée, par poussée d'Archimède, ...)

Dans cette étude nous avons utilisé la mesure par analyse d'images en utilisant le logiciel **Image j**

Logiciel image j : est un logiciel gratuit, il est téléchargeable sur internet. Ce logiciel permet de traiter, d'analyser des images et de mesurer la porosité.

### III.6.6. Micro-dureté

La micro-dureté d'un matériau définit la résistance qu'oppose celui-ci à la pénétration d'un corps plus dur. Elle est évaluée par un indenteur de type **Rockwell**. Nous avons utilisé un micro-duromètre de marque **BUEHLER** (12).

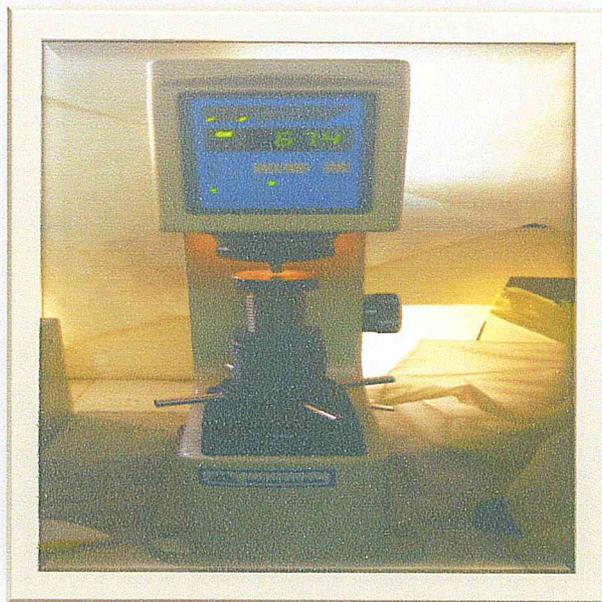


Photo III.12 Micro-duromètre

### III.7. Test de corrosion

Le test de corrosion a été réalisé à l'aide d'un appareil **Potentiostat** de type **Galvanostat** model **283** on utilisant trois électrodes plus un détecteur de fréquence (voir photo III.13).

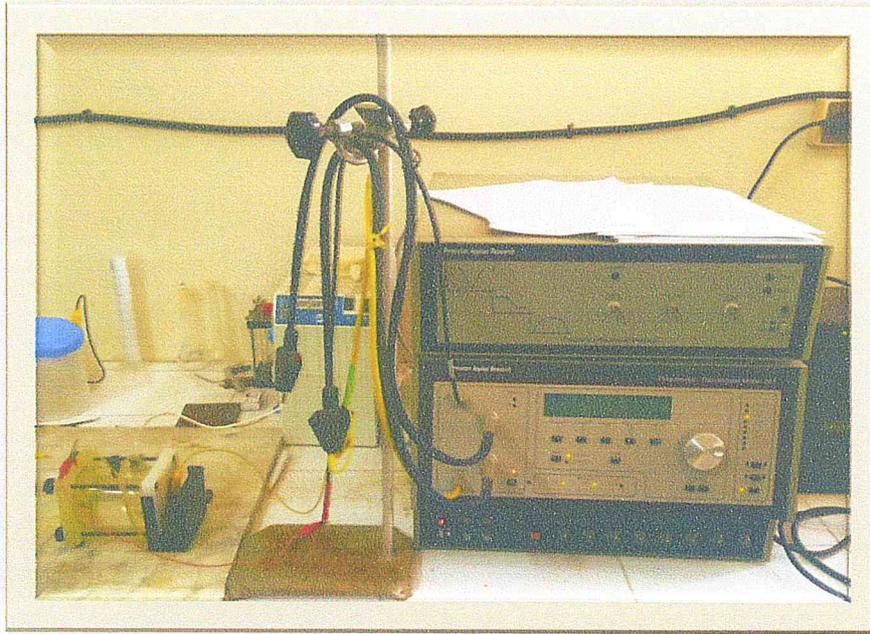


Photo III.13 : Potentiostat

### III .8. Conclusion

Nous avons utilisé dans ce travail des caractérisations microstructurales de dépôt réalisé par le procédé cold spray d'un mélange Al/Cu sur un acier ordinaire.

## Chapitre IV : Résultats et discussions

### IV.1. Introduction

Ce chapitre est consacré aux discussions des résultats obtenus dans le cadre de ce mémoire de master. Les résultats discutés concernent la caractérisation des dépôts réalisés par le procédé de projection à froid désigné « cold spray ». Nous nous intéressons à l'étude microstructurale et des tests de corrosion de ces dépôts. Ce chapitre traite principalement, des observations par microscopie optique et électronique, des analyses par fluorescence des rayons X (XRF) et diffraction des rayons X (DRX). Une évaluation du taux de porosité dans les dépôts ainsi que la mesure de la micro-dureté et un test de corrosion des dépôts étudiés.

### IV.2. Conditions expérimentales

Les dépôts réalisés par projection à froid « cold spray » d'un mélange Cu-Al ont été effectués selon les conditions expérimentales présentées dans le tableau IV.1 :

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

substrat	Type de CS	pression (bar)	T(C°)	Distance de projection (mm)	Vitesse de projection (mm/s)	Nombre de passe	Gaz de projection
Acier ordinaire	HP	30	400	40	500	7	N2

### IV.3. Caractérisations des dépôts

Après découpage enrobage et polissage des échantillons revêtus, une étude microstructurale a été faite sur ces échantillons.

#### IV.3.1. Caractérisation Microstructurale

Avant de procéder à l'étude microstructurale, nous avons mesuré la rugosité de dépôt de l'alliage Al-Cu dans différents zone, les résultats obtenus sont représentés dans le tableau IV.2.

Tableau IV.2. des valeurs de rugosité dans différent zone de notre échantillon.

Zone	1	2	3	4
Rugosité Ra ( $\mu\text{m}$ )	8.44	8.54	9.33	10.37

Les valeurs de rugosité obtenues des valeurs proches qui résultent d'un dépôt uniforme ayant une rugosité de  $9.17\mu\text{m}$ , les résultats des valeurs traduisent une rugosité assez élevée due à la nature du procédé et l'étalement des particules.

### IV.3.2. Diffraction des rayons X (DRX)

Après analyse par diffraction des rayons X (DRX) des échantillons étudiés, le diagramme de DRX est présenté dans la figure IV.1. Le dépouillement des phases obtenues a été réalisé par Xpert High score plus à l'aide d'une base de données PDF 2.

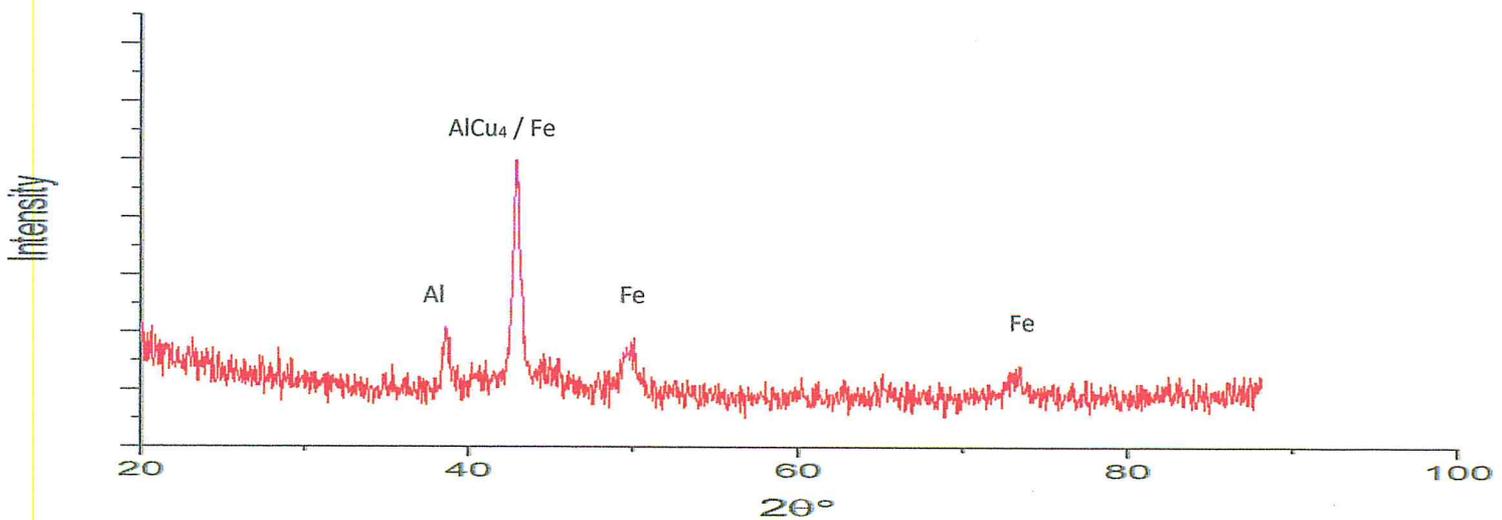
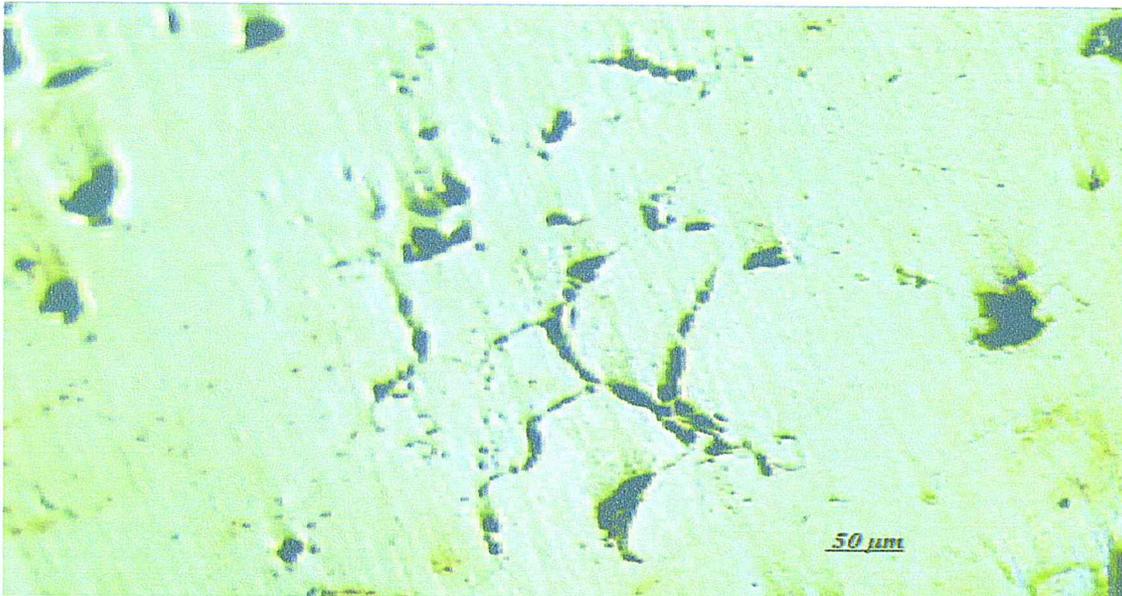


Figure IV.1 : Spectre de DRX d'alliage Cu\Al

L'analyse indique la formation de plusieurs phases dû a la transformation des phases lors du cold spray, ces phases sont AlCu<sub>4</sub>, aussi on note la présence de la phase Fe transférée probablement du substrat et la phase Al probablement a la non transformation partielle de l'aluminium.

Les revêtements réalisés sur des substrats d'acier ordinaire ont été observés par microscopie optique, un exemple de la surface du dépôt est présenté sur la figure 4.4



**Photo IV.1:** Observation métallographique d'une coupe d'un dépôt de Cu-Al réalisés sur acier ordinaire

L'observation au microscope optique (figure VI.2) du dépôt permet de mettre en exergue la structure de dépôt liée à la nature du procédé d'élaboration, nous observons également la présence des pores et les interfaces entre les différentes particules écrasés les unes sur les autres lors de leur impact sur la surface traitée.

Nous avons pris des informations sur notre échantillon a fin de connaître ces propriétés physique a l'aide d'analyse XRF montré dans le tableau suivant.

**Tableau IV.3 :** résultats d'analyse XRF sur les propriétés physique de dépôt CU/Al

Poids(g)	Epaisseur (mm)	Densité (g/cm <sup>3</sup> )	Diamètre (mm)
1.91	1.2	6.29	18

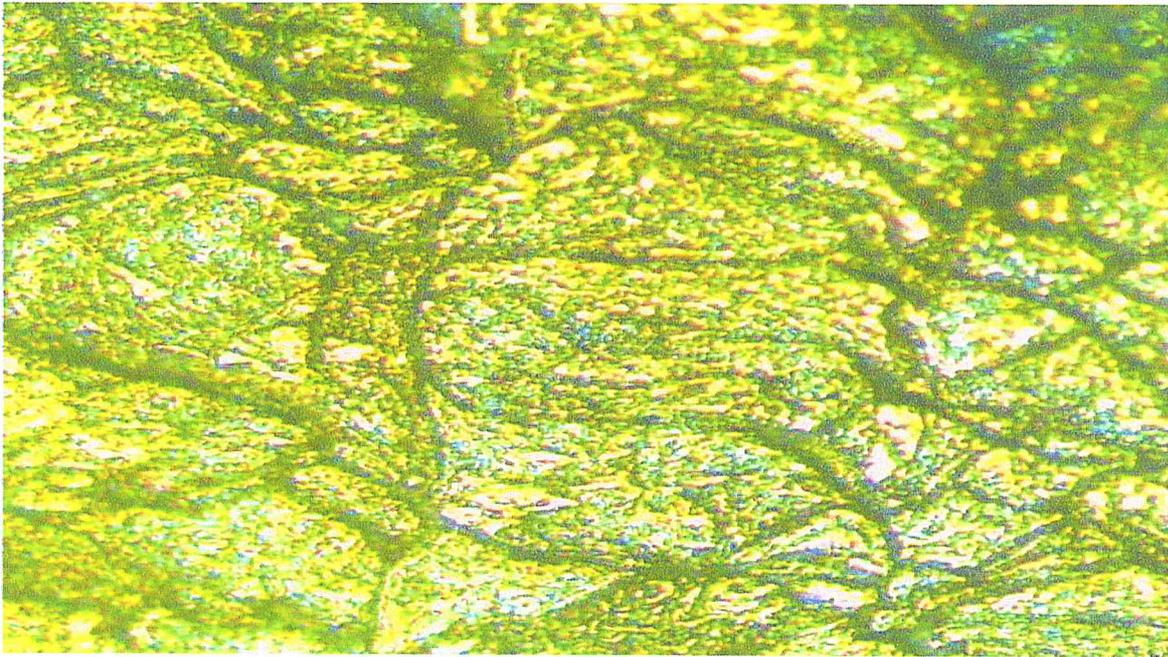
Dans le but de connaître la composition élémentaire de notre dépôt .nous avons utilise l'analyse XRF ce qui nous a donné les résultats suivants :

**Tableau IV.4** : les compositions chimiques de dépôt Cu/Al par l'analyse XRF.

canal	Concentration	Unité
Al5	5.252	%
Si5	1679.2	ppm
S4	1058	ppm
Cl4	723.9	ppm
Ca3	440.6	ppm
Fe2	8765.6	ppm
Ni	830.8	ppm
Cu	83.455	%
Ge	217.2	ppm
In	90.8	ppm
Sn	115.1	ppm
Ag	155.996	cps

les résultats obtenue dans le tableau IV.5 indique que notre dépôt contient un grand pourcentage de cuivre 80% et avec quelques éléments (S4,Cl4,Ni...ect) avec des très peu de pourcentages formés à partir de collage de dépôt sur le substrat .

La photo.2 représente une observation générale de la morphologie de la surface du revêtement de l'alliage Cu-AL après l'attaque chimique. Nous observons clairement les limites entre les différentes particules étalées. Des contours de grains sont également observés.



**Photo IV.2:** Observation métallographique après l'attaque chimique de la surface d'un dépôt de Cu-Al réalisés sur un acier ordinaire.

### IV.3.3.Observation au microscope électronique à balayage (MEB)

La photo.3 représente une image par microscope électronique a balayage (MEB) d'une coupe transversale du dépôt, où on peut observer un empilement du dépôt qui traduit une microstructure lamellaire due à l'empilement successif des lamelles impactant à vitesse élevée sur la surface traitée, et qui ont subi des déformations plastiques après l'impact lors de l'impact. Ce dépôt est dense, avec un faible taux de porosité. Pour avoir une idée plus claire sur la composition de cette zone analysée, nous avons effectué une analyse EDS ponctuelle dans les ces zones noires) ces dernières ont un pourcentage réduit apparu lors de dépôt.



**Photo IV.3 :** Image d'une coupe transversale d'un dépôt Cu\Al observé par MEB

#### IV.4. Calcul du taux de porosité :

La porosité des dépôts n'est pas visible en observant uniquement la surface. Elle devient visible lorsqu'elle est observée au MEB en mode "contrast chimique" par détection des électrons rétrodiffusés ou bien avec microscope optique. La porosité ou vide apparaît noir.

Ces photos se prêtent bien à l'analyse d'image. Quatre images de dimension (30 X 27,74) cm<sup>2</sup> prises avec un grossissement 100X. Elles ont subi une succession d'opérations de traitement réalisées avec le logiciel " Imagej 1,52" afin de différencier et quantifier le taux de porosité présente sur la surface. Voir figure IV.5 qui représente deux images parmi les six images de revêtement de CuAl traité par logiciel Image J.

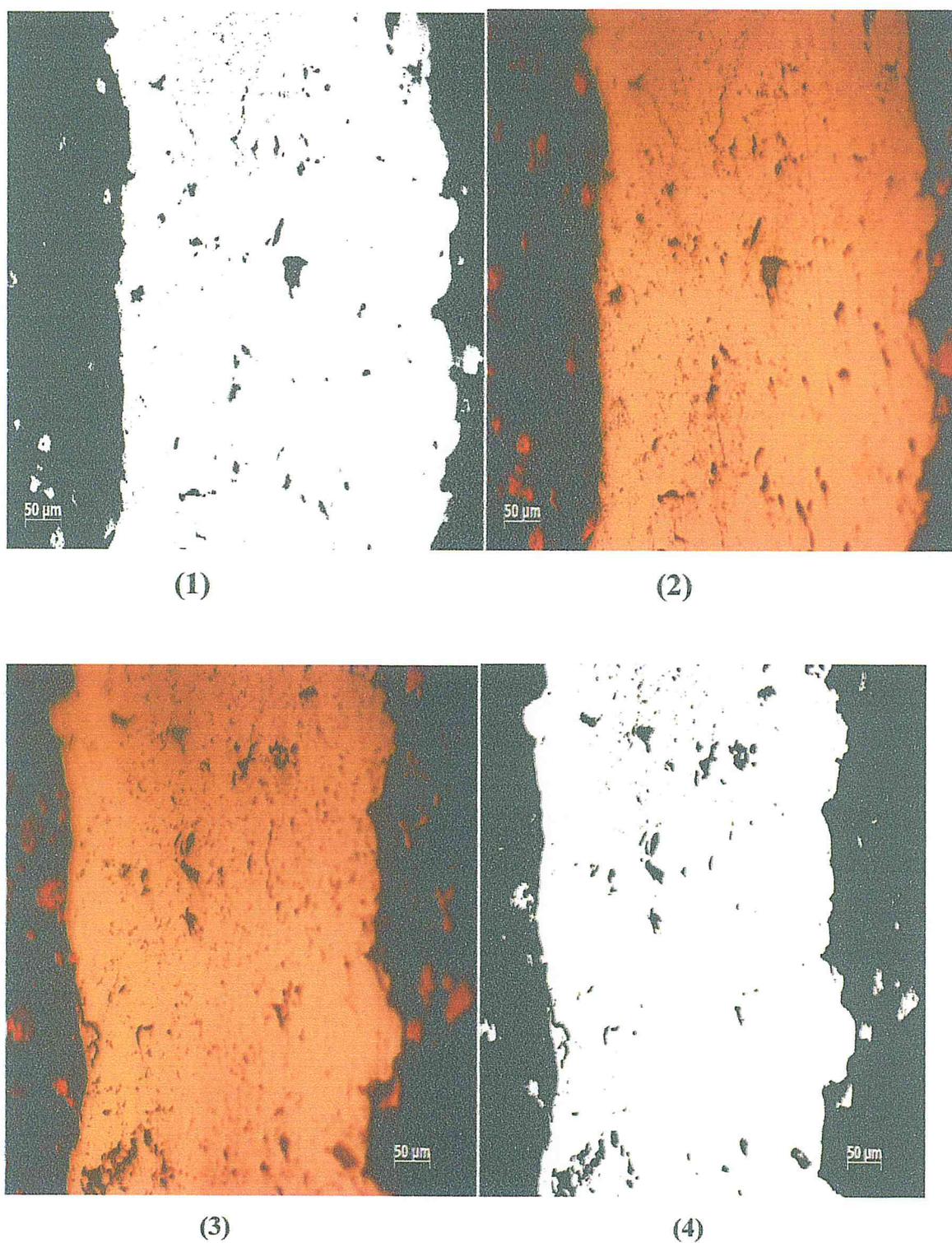


Photo IV.4: image d'une surface de revêtement de CuAl traité par logiciel Image J

Les images ont été souillées en ne retenant que les zones les plus sombres représentent les porosités alors que les zones claires sont supposées être le dépôt. Nous considérons que les objets de moins de  $2\mu\text{m}$  correspondent aux bruits, ils ont été négligés. Les images obtenues correspondent alors à des images binaires avec des pores en noir et le dépôt en blanc (Photo.5).

Le nombre des zones noirs divisés par le nombre total des zones dans l'image donne le taux de porosité global.

**Tableau VI.5 : Valeurs des taux de porosité de dépôt Cu/Al calculé avec le logiciel Image J**

Taux de porosité(%) $\pm 0.0125$	1,61	1,53	1,56	1,64	1,82	2,11
-------------------------------------	------	------	------	------	------	------

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

- Les valeurs des taux de porosité ne dépassent pas les 2% quel que soit la région de dépôt ce qui est une valeur très faible comparée aux valeurs obtenues par les autres procédés de projection thermique et caractéristique des dépôts réalisés par cold spray.

Sur la deuxième figure, nous observons clairement les pores, le contraste de phases, les particules déformées, les fissures et surtout la structure de ce dépôt qui est laminaire. La Photo.6 présente une microanalyse par EDS du dépôt Al/Cu où nous retrouvons les différents éléments du mélange en un point de dépôt tel que mentionné sur l'image.

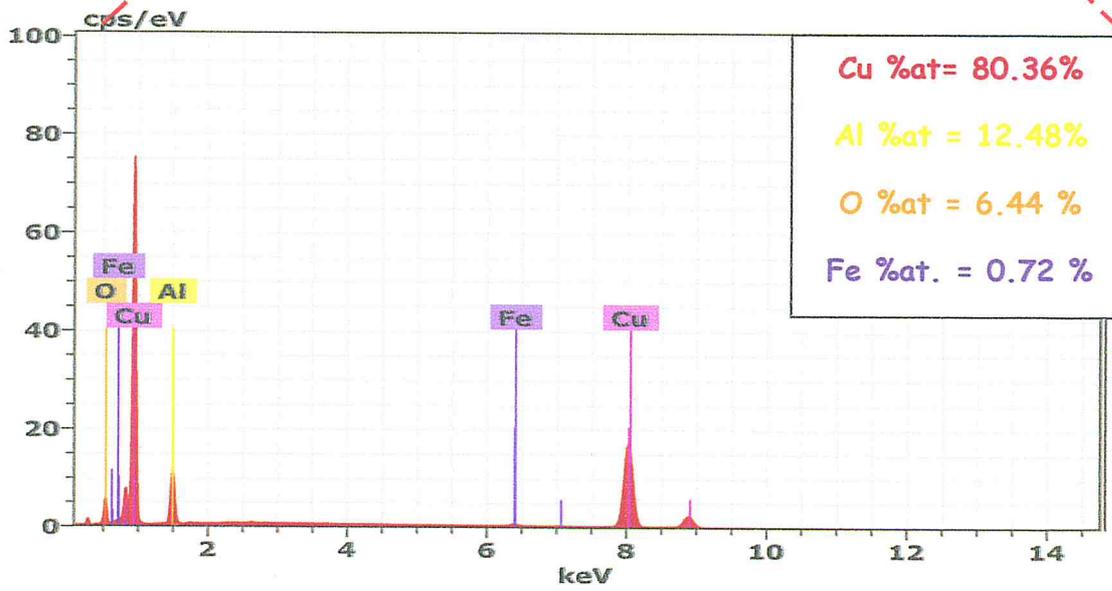
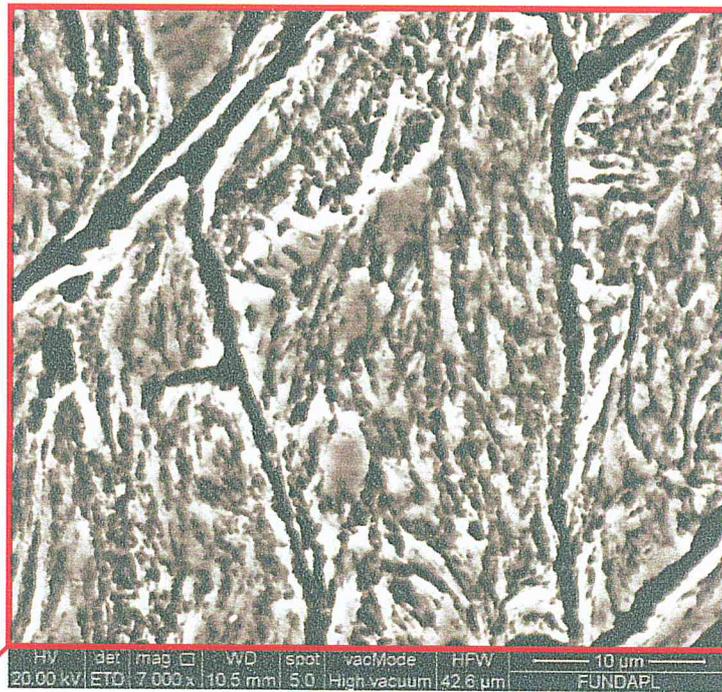


Photo IV.5 : Analyses EDS correspondant à toute la surface 1marquées dans cette figure

#### IV.5. Caractérisations Mécanique

##### IV.5.1. Dureté superficielle

Les essais de dureté ont été fait en utilisant un indenteur de forme en conne en diamant en utilisant une dureté superficielle de type Rockwell avec un pré charge de 15N et un temps de pré charge de 3 second, les résultats obtenus ont indiqués que la dureté superficielle moyenne est de l'ordre de (HR 15N = 63.35) l'histogramme suivant représente la variation de la dureté superficielle Rockwell sur le dépôt.

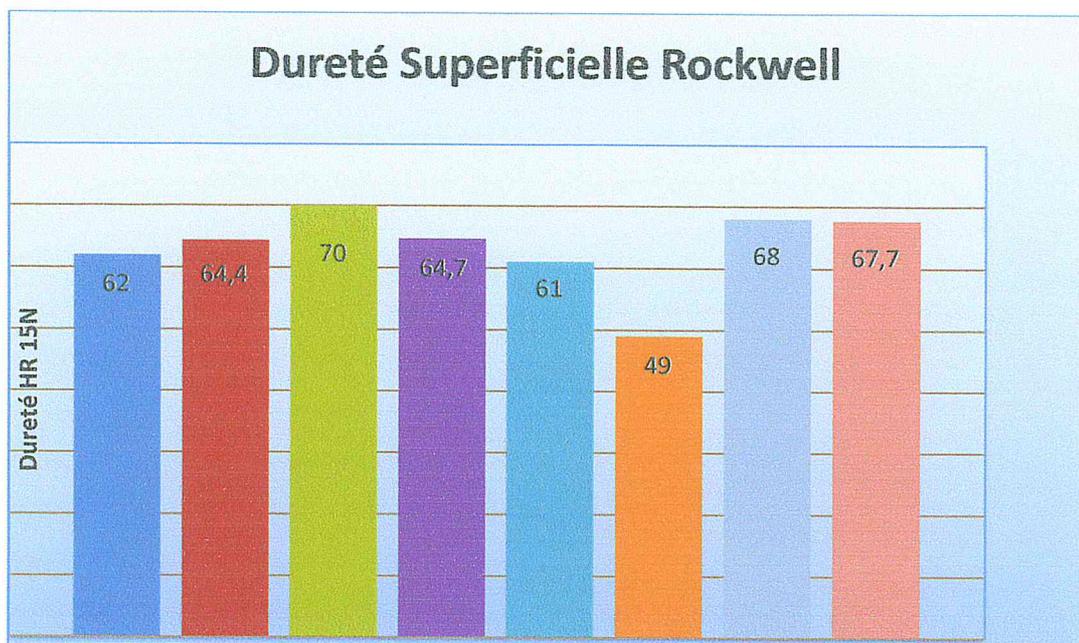


Figure IV.2 : Dureté superficielle Rockwell 15N sur le dépôt (Al/Cu) par cold spray.

## IV.5.2 Test de corrosion

On a utilisé le **Potentiostat/galvanostat** pour tracer la courbe de polarisation.

Les courbes de polarisation sont déterminées en appliquant un potentiel entre une électrode de travail et une électrode de référence .Un courant stationnaire s'établit après certain temps et il est mesuré entre l'électrode de travail et une contre électrode (électrode auxiliaire).

La figure IV.8 représente la courbe de polarisation de dépôt CuAl dans une solution saline, on remarque que le comportement de notre dépôt dans le milieu défini est déterminé par la courbe de polarisation ci-dessous. En effet en premier lieu le palier de cette dernière se situe en des valeurs positives ce qui implique une protection anodique de notre substrat en acier ( $E_{\text{corr acier}} = -0.44 \text{ V}$ ). Le dépôt présente une faible dissolution dans notre solution d'eau de mer marqué par l'absence d'une zone immunité.

La résistance de polarisation a été calculée en utilisant la relation de **Stern geary** donnée par la relation :

$$R_p = 1/2.303.i_{\text{corr}}(\alpha.\beta/\alpha+\beta)$$

**Tableau IV.6:** les conditions de test de corrosion.

Ecorr	I $\mu\text{A}$	alfa mV	beta Mv	Rp	Vitesse de corr mm/an
134,026	3,432	61,604	48,872	3447,94132	4,051 e-2

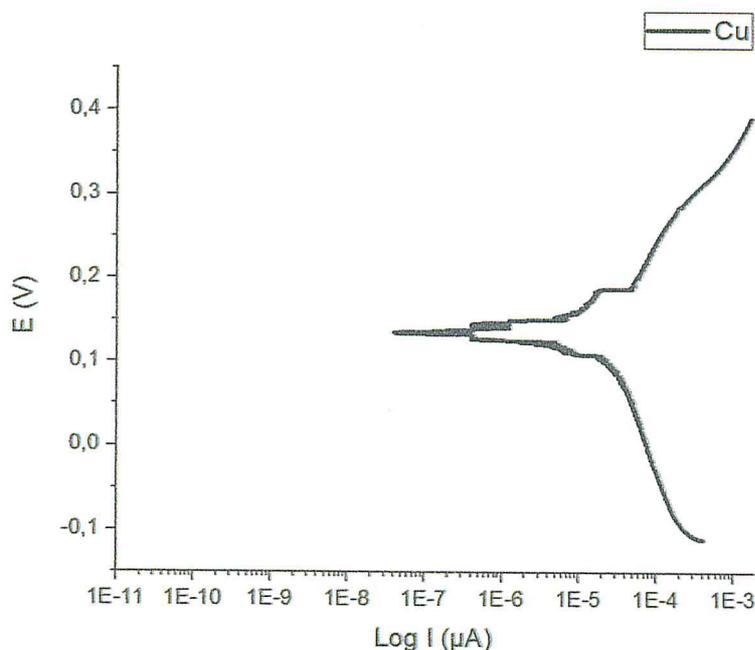


Figure IV.3. Courbe de corrosion d'alliage CUAAl

#### IV.6. Conclusion

Ce chapitre présente les résultats obtenus par les caractérisations microscopique et mécanique, ou les résultats microscopique présente dans des images MEB et microscope optique et les résultats mécaniques présents dans des graphes.

Nous concluons d'après les Caractérisations microstructurales des dépôts que notre dépôt a une rugosité élevée. L'analyse DRX indique la présence de plusieurs phases dues à la transformation des phases lors du cold spray ( $\text{AlCu}_4$ , Al, Fe). L'observation au microscope optique à nous donne l'information sur la présence des pores et les interfaces de notre dépôt. Les valeurs des taux de porosité ne dépassent pas les 2%.

L'observation au microscope optique à balayage nous apparaitre clairement les pores, le contraste de phases, les particules déformées, les fissures et surtout la structure de ce dépôt qui est laminaire.

D'après les Caractérisations Mécanique les résultats obtenus ont indiqués que la dureté superficielle moyenne est de l'ordre de ( $\text{HR } 15\text{N} = 63.35$ ).

## Conclusion générale

Le travail entrepris dans ce mémoire consiste à étudier principalement la caractérisation microstructurale des revêtements métalliques de type CuAl réalisés par projection à froid « cold spray ».

Nous avons déposés une couche d'alliage CuAl sur un substrat en acier XC10.

Les dépôts réalisés par cold spray sont uniforme et bien repartis sur la surface du substrat.

L'observation microscopique du dépôt avant et après l'attaque chimique permet de mettre en exergue la structure de dépôt liée à la nature du procédé d'élaboration. La présence des pores, les interfaces entre les différentes particules écrasés les unes sur les autres lors de leur impact sur la surface traitée et les contours de grains sont caractéristiques du dépôt étudié. Il faut souligner toutefois, que le dépôt étudié présente un faible taux de porosité ce qui inhérents à ce procédé.

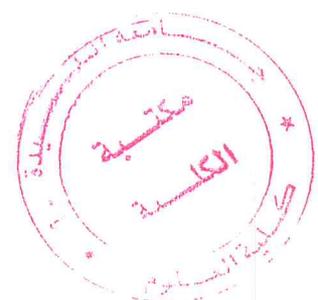
L'observation au microscope électronique à balayage nous montre les pores, le contraste de phases, les particules déformées, les fissures et surtout la structure de ce dépôt qui est laminaire.

Les valeurs des taux de porosité ne dépassent pas les 2% quel que soit la région de dépôt qui implique que la projection à froid « cold spray » permette d'obtenir un dépôt moins poreux.

La micro dureté moyenne du dépôt est de l'ordre de (HR 15N = 63.35) une valeur qui n'est pas assez élevée mais elle correspond valeurs de ce type de matériaux

L'analyse DRX montre la présence de la phase AlCu<sub>4</sub> formé lors de l'impact ou dans le mélange des poudres.

Ceci est une caractérisation microstructurale préliminaires, nous souhaitons explorer ce travail dans l'avenir pour étudier l'évolution des phases après un traitement thermique ainsi que l'effet de cette microstructure sur les propriétés des dépôts.



## References

- [1] Y.M. Xiong, K. Kang, G. Bae, S.H. Yoon, and C.H. Lee, « Dynamic amorphization and Recrystallization of metals in kinetic spray process », *Appl Phys Lett*, 2008, 92(19), p. 194101-194103.
- [2] F. Delloro thèse de doctorat « Méthodes morphologique et par éléments finis combinées pour une nouvelle approche de la modélisation 3D du dépôt par projection dynamique par gaz froid (“ cold spray ”) » Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2015.
- [3] W XiangKun, Z JiShan, Z XiangLin, C Hua2 & L JingChun Advanced cold spray technology: Deposition characteristics and potential applications.
- [4] X. SUO, Thèse de Doctorat : « Réalisation et caractérisation des revêtements à base Magnésium élaborés par projection à froid » Université de Technologie de Belfort-Montbéliard ,2012 .
- [5] JM. YU, Thèse de Doctorat : « Elaboration de composites à matrice métallique d'alliages d'aluminium par projection à froid » Université de Technologie de Belfort-Montbéliard ,2013 .
- [6] A. Moridi, Thèse de Doctorat: « Cold Spray Coating: Process Evaluation and Wealth of Applications; from Structural Repair to Bioengineering » Politecnico di Milano, 2014.
- [7] S.GOJO, Thèse de Doctorat : « Etude sur l'élaboration et la caractérisation de revêtement en alliages d'aluminium et de magnésium par projection dynamique a froid pour la réparation de pièces aéronautiques. » Université de Technologie de Belfort-Montbéliard ,2015 .
- [8] R. C. Dykhuizen et M. F. Smith, «Gas dynamic principles of cold spray » *J. Therm. Spray Technol.* 205–212, 1998.
- [9] T. Stoltenhoff, H. Kreye, et H. J. Richter, «An analysis of the cold spray process and its coatings » *J. Therm. Spray Technol*, 2002.

- [10] **Y. DANLOS**, Thèse de Doctorat : « laser-projection thermique pour l'optimisation de revêtements » Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2009 .
- [11] **H. Assadi, F. Gärtner, T. Stoltenhoff, H. Kreye**. « Bonding mechanism in cold gas spraying ». *Acta Materialia*, **51**, pp. 4379–4394, 2003.
- [12] **A.L. Mikhailov**. « Shear instability of a boundary in metals ». *Combustion Explosive Shock Waves*, **12**, pp. 250–253, 1979.
- [13] *Arbegast Materials Processing and Joining Lab* South Dakota School of Mines and Technology 501 « cold spray a guide to best practice » **2012**.
- [14] **CSAT 2018, 2018 Worcester Polytechnic Institute** June 19-201.
- [15] **MALLARD** mécanique industriel « cold spray –projection a froid».
- [16] **J. XIE**, Thèse de Doctorat : « simulation of cold spray particul dépositions process » l'Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2014.
- [17] **CPT Fernando Jorge Monteiro** « cold spray deposition of wc-co » university of Porto 2011.
- [18] **J Villafuerte** « current and future applications of cold spray techenology » Metal Finishing 2010.
- [19] **J Villafuerte** « Modern Cold Spray »Materials, process and applications .livre.2015.
- [21] **INERIS**, Données technico-économiques sur les substances chimiques en France : cuivre, composés et alliages, DRC-14-136881-02236A 2014.
- [22] **Jonathan IDRAC** Comportement électrochimique d'alliage modèles binaires aluminium-cuivre Ecole Doctorale : Matériaux Structure Mécanique 2015.
- [23] **Futura Sciences** Nathalie Mayer –Expert scientifique « définition d'un alliage métallique ».

[24] EU.Encyclopedia universales, Jean Claude Gachon universite Nancy - 1-.

[25]Z SUN thèse de doctorat « contribution à l'étude des propriétés mécaniques des alliages de cuivre à durcissement structural Cu-Ni-Si et Cu-Cr-Zr : influence de la microstructure et des conditions d'utilisation » université Lyon 2008

[26] **Centre d'Information du Cuivre**. Laitons et Alliages. « Propriétés des alliages de Cuivre ». Paris : Edition 1992.

[27] **Mr. BENSaid NABIL** « Contribution à l'Etude du Comportement Thermomécanique des Alliages à Mémoire de Forme Ternaires Cuivreux de types Cu-Zn-Al, Cu-Al-Ni élaborés par Fusion » 2009.

[28] **D.Arnaud, J.Barbery, R.Biais, B.Fargette, P., P.Naudo** « propriétés de cuivre et de ses alliages ».1985.

[29] **Philippe Chomel** « comportement thermomécanique des alliages métalliques ». 2000.

[30] **Gerad Guenin** « alliage a mémoire de forme », 1996.

[31] Dominique Arnaud « fonderie et moulage des alliages de cuivre ».1989.

[32] **P. MILLET** Société Francophone de Biomatériaux Dentaires 2009-2010

[33] **Philippe, F. baillon, Mines Albi-Carmaux** « Au cœur des matériaux cristallins 2015.

[34] **C. H. GONZALEZ**. «Études des Comportement Électro-Thermomécanique et de la Stabilisation d'Alliage Monocristallins à Mémoire de Forme base de cuivre». Thèse de Doctorat, INSA Lyon. 2002.

[35] **B. KAOUACHE**. Thèse de Doctorat «Analyse Multi échelles de la Transformation Martensitique induite par Contrainte dans les Alliages à Mémoire de Forme : Corrélation Contraintes - Microstructure», ENSAM, Metz 2006.

[36] K. ISMAHANE thèse de doctorat « CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE ET CRISTALLOGRAPHIQUE DES ALLIAGES A BASE DE CUIVRE ELABORES PAR PROCEDE HF ». UNIVERSITÉ BADJI MOKHTAR-ANNABA 2010.

[37] J. Kwarciak, Z. Bojarski, H. Morawiec, « phase transformation in martensite of Cu-12,4%Al», Journal of material Sciences, Vol. 21, pp. 788-792, (1986).

[38] TI Technique de l'ingénieur .Martine Wery « traitement des métaux. ».

[39] Jean Barbery « traitements thermiques du cuivre et ces alliages »1991.

[40] Guy Trapied « mise en forme de cuivre et des alliages de cuivre ».1981.

[41] SRI Saint-Rémy INSUSTRIE une fonderie sable d'alliage cuivreux « fusion/élaboration des alliages ».

