

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

En collaboration avec le

Centre de Recherche en Technologies Industrielles (Chéraga)

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

Caractérisation des dépôts projetés thermiquement à froid (Cold Spray) sur composites à matrice polymère

Réalisé par : KARED LITICIA

Et MAHFI CELINA

Sous la direction de Mr. REZZOUG Amine MRB (CRTI)
Et Mr. DJEGHLAL Mohammed Elamine Professeur (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (06/07/2021)

Composition du jury :

Mr. M. CHITROUB	Professeur ENP	Président
Mr. A. REZZOUG	MRB CRTI	Promoteur
Mr. M.E. DJEGHLAL	Professeur ENP	Promoteur
Mr. M. LARIBI	Professeur ENP	Examineur
Mr. K. ABADLI	MAA ENP	Examineur

ENP 2021

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Ecole Nationale Polytechnique



Département de Métallurgie

En collaboration avec le

Centre de Recherche en Technologies Industrielles (Chéraga)

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie des Matériaux

Caractérisation des dépôts projetés thermiquement à froid (Cold Spray) sur composites à matrice polymère

Réalisé par : KARED LITICIA

Et MAHFI CELINA

Sous la direction de Mr. REZZOUG Amine MRB (CRTI)
Et Mr. DJEGHLAL Mohammed Elamine Professeur (ENP)

Présenté et soutenu publiquement le (06/07/2021)

Composition du jury :

Mr. M. CHITROUB	Professeur ENP	Président
Mr. A. REZZOUG	MRB CRTI	Promoteur
Mr. M.E. DJEGHLAL	Professeur ENP	Promoteur
Mr. M. LARIBI	Professeur ENP	Examineur
Mr. K. ABADLI	MAA ENP	Examineur

ENP 2021

Je dédie ce travail à :

Mes chers parents pour leurs efforts et soutien tout au long de mes études, mon père pour ses sacrifices et ma mère pour ses prières qui m'ont toujours accompagné. Quoique je puisse dire, je ne pourrais exprimer ma grande affection et ma profonde reconnaissance et j'espère être à la hauteur de leurs attentes

Mes chers grands parents, à qui je souhaite une longue vie

Mes adorables sœurs, *Chanez, Celia et Asma*

Mon cher frère *Massi*, et ma belle-sœur *Thiziri*

Mon neveu et ma nièce *Anes et Eline*

Mon ami *Nabil* qui n'a pas cessé de m'encourager, me soutenir et me booster tout au long de ce travail

Mes amis, *Celina, Manel, Celia et Mokrane*, ainsi que ma chère *Ahlam*

Toute ma famille, oncles et tantes et toutes les personnes qui m'ont encouragé et soutenu

Liticia

Je dédie ce travail

A ma très chère maman, pour son amour, ses encouragements et ses sacrifices

Au meilleur des pères, pour son soutien, son affection et la confiance qui m'a accordé

*Mes chers frères, **Azeddine et Lotfi***

*Mes aimables sœurs, **Fariza et Sonia** et ma belle-sœur **Rachida***

*Mes adorables neveux, **Nabil, Anes, Amer, Isaac et Youba***

*Mes chers amis, **Liticia, Manel, Lynda, Amel, Chahinez, Sarah, Ziri et Abderrahmane***

Aux personnes qui n'ont pas cessé de me conseiller, encourager et soutenir tout au long de mes études

Celina

Remerciements

Nous remercions en premier lieu dieu qui nous a donné le courage, la patience, et la force pour achever ce travail.

Ce projet est réalisé au niveau du Centre de Recherche en Technologies Industrielles (CRTI) de Chéraga que nous remercions pour nous avoir accueilli et donné l'opportunité d'effectuer ce travail de recherche et de nous permettre de nous incruste dans le domaine industriel.

Nous tenons à exprimer notre profonde reconnaissance à nos promoteurs MRB. Amine REZZOUG et Pr.Mohammed Elamine DJGHELAL pour l'encadrement, l'attention, les orientations judicieuses et leur patience qui nous ont permis d'accomplir ce projet de fin d'études.

Nous adressons aussi nos remerciements à l'équipe de CRTI et à toutes les personnes qui nous ont aidées tout au long de ce travail, particulièrement à Mr.Rafik HALIMI, Mr.Said CHEURFA et Mme.Imene MOSTEFAI.

Nous souhaitons également remercier l'ensemble des membres du jury : Pr. M. CHITROUB, Pr. K.ABADLI et Pr. M. LARIBI, de l'Ecole Nationale Polytechnique, qui ont accepté d'examiner ce projet de fin d'études.

Nos remerciements vont également à nos familles pour leur soutien et leurs encouragements.

ملخص:

الأهدافا لتقنية والاقتصادية للمصنعين في جميع القطاعات في اتجاه تخفيض التكاليف وتحسين الأداء. هذا هو الدافع إلى ضرورة طلاء المواد المركبة من البوليمر لمنح كل منطقة من المادة خاصية السطح اللازمة لتشغيلها. تتمثل دراستنا في توصيف الطلاءات المنتجة بطريقة الرش البارد، عن طريق مختلف الاختبارات المتلفة وغير المتلفة من أجل تحديد تأثير معالم القذف وطبيعة المسحوق المسقط على خصائص الطلاء. أظهرت النتائج التجريبية التي تم الحصول عليها تأثير إضافة اللدائن الحرارية لمسحوق الرش على جودة الطلاء. **الكلمات الدالة:**المواد المركبة من البوليمر،المواد المركبة المعدنية، نايلون، رش حراري بارد، الطبقة المعدنية المكونة عن طريق الرذاذ الحراري.

Abstract:

Nowadays, the technical and economic objectives of manufacturers in all sectors aim of reducing costs and improving performance. This is why the metallization of polymer matrix composites is necessary to give each area of the material the surface property necessary for its operation.

Our study consists in characterizing coatings produced by the Cold Spray method, by the ultrasound method, adhesion test, hardness test, nano-indentation test and tribology test in order to determine the influence of the projection parameters and the nature of the powder projected on the properties of the deposits.

The experimental results obtained showed the impact of adding a thermoplastic to the spray powder on the quality of the coating.

Keywords: Polymer matrix composites, metal matrix composite, Nylon, Cold thermal spraying, Characterization of coatings.

Résumé :

Aujourd'hui les objectifs techniques et économiques des industriels de tous les secteurs vont dans le sens de la réduction des coûts et de l'amélioration des performances. C'est pourquoi la métallisation des composites à matrice polymère est nécessaire pour conférer à chaque zone du matériau la propriété de surface nécessaire à son fonctionnement.

Notre étude consiste à caractériser des revêtements élaborés par Cold Spray à travers la méthode des ultrasons, test d'adhérence, essai de dureté, test de nano-indentation et essai de tribologie afin de déterminer l'influence des paramètres de projection et la nature de la poudre projetée sur les propriétés des dépôts.

Les résultats expérimentaux obtenus ont montré l'impact de l'ajout d'un thermoplastique à la poudre de projection sur la qualité du revêtement.

Mot clés : Composites à matrice polymère, composite à matrice métallique, Nylon, Projection thermique à froid, Caractérisation des revêtements.

Table des matières

Liste des tableaux

Liste des figures

Liste des abréviations

Introduction générale :	14
I. Composites et projection thermique	16
I.1. Introduction :	16
I.2. Matériaux composites :	16
I.2.1. Classification des matériaux composites :	16
I.2.2. Matrices et renforts :	18
I.3. Projection thermique :	20
I.3.1. Principe :	20
I.3.2. Procédés de projection thermique :	21
I.3.3. Préparation de la surface :	28
I.3.4. Avantages du cold spray :	29
I.3.5. Limites du cold spray :	29
I.3.6. Applications du cold spray	30
I.3.7. Influence des paramètres de projection thermique :	30
I.3.8. Types de liaisons générées par cold spray :	34
II. Métallisation des CMP et caractérisation	39
II.1. Introduction :	39
II.2. Métallisation des CMP :	39
II.2.1. Procédés de métallisation des CMP :	39
II.2.2. Revêtement sur CMP par cold spray (CS) :	41
II.3. Caractérisation des dépôts projetés thermiquement CS :	42
II.3.1. Caractérisation par ultrasons :	43
II.3.2. Nano-indentation :	44
II.3.3. Test d'adhérence :	45
II.3.4. Test d'usure :	45
III. Partie expérimentale :	48
III.1. Introduction :	48
III.2. Matériaux utilisés :	48
III.2.1. Substrat :	48
III.2.2. Poudres de projection thermique	51
III.3. Projection thermique par gaz à froid (Cold Spray) :	54

III.3.1.	Système de projection dynamique à froid (cold spray) :.....	54
III.4.	Caractérisation :	55
III.4.1.	Microscope électronique à balayage (MEB).....	55
III.4.2.	Microscope optique :.....	56
III.4.3.	Contrôle par ultrasons :.....	57
III.4.4.	Test d'adhésion	58
III.4.5.	Essai de dureté :.....	59
III.4.6.	Essai de Nano-indentation :	60
III.4.7.	Test d'usure :	61
IV.	Partie résultats et interprétations :.....	64
IV.1.	Introduction :.....	64
IV.2.	Projection thermique par Cold Spray (CS):	64
IV.2.1.	Paramètres de projection:	64
IV.2.2.	Projection avec Al-Al ₂ O ₃ :.....	64
IV.2.3.	Projection avec Al-Al ₂ O ₃ -Nylon :.....	65
IV.2.4.	Effet des paramètres de projection :	69
IV.3.	Caractérisation des dépôts projetés pas CS:.....	72
IV.3.1.	Contrôle par ultrasons:.....	72
IV.3.2.	Test d'adhérence :.....	74
IV.3.3.	Nano-indentation :	76
IV.3.4.	Essai de dureté :.....	80
IV.3.5.	Test d'usure :	81
	Conclusion générale :.....	84
	Références bibliographiques :	85

Liste des tableaux :

Tableau I.1: Quelques propriétés des principaux métaux utilisés pour la fabrication des CMM	17
Tableau I.2: Principales caractéristiques des différents procédés de projection thermique	22
Tableau III.1: Caractéristiques de l'époxy EPOCAST 50-Al et du durcisseur 946.....	50
Tableau III.2: Propriétés de l'alumine	51
Tableau IV.1: Paramètres de projection.....	64
Tableau IV.2: Résultats de la projection de la poudre Al-Al ₂ O ₃ à 50% du nylon sur sub1 et sub2.....	66
Tableau IV.3: Résultats de la projection de la poudre Al-Al ₂ O ₃ à 25% du nylon sur sub1 et sub2.....	67
Tableau IV.4: Résultats de la projection de la poudre Al-Al ₂ O ₃ à 10% du nylon sur sub1 et sub2.....	68
Tableau IV.5: Résultats du test de dureté des échantillons Sub1 et Sub2 à 10%, 25% et 50% de nylon et à 300°C et 400°C.....	75
Tableau IV.6: Dureté des particules d'Al, Al ₂ O ₃ et Nylon avant la projection thermique.	76
Tableau IV.7: Dureté de la particule d'Al à des proportions différentes de nylon après la projection thermique.....	77
Tableau IV.8: Dureté de la particule d'Al après la projection thermique sur un substrat d'aluminium.	78
Tableau IV.9: Dureté moyenne et le module de Young moyen de la particule d'Al à de différentes proportions de nylon après projection.....	79
Tableau IV.10: Résultat de l'essai de dureté sur Sub1 et Sub2	80
Tableau IV.11: Résultats du taux d'usure et du coefficient de frottement des échantillons A1, A7 et B3.....	81

Liste des figures :

Figure I.1: Matériaux composites. (a) composite à matrice métallique, (b) composite à matrice céramique et (c) composite à matrice polymère.	18
Figure I.2: Principe fondamental de projection thermique.....	21
Figure I.3: Carte de température du gaz et de la vitesse d'impact de particules à projeter des principaux procédés de projection thermique	21
Figure I.4: Principe de la projection à flamme, (a) flamme poudre et (b) flamme fil.....	22
Figure I.5: Principe de fonctionnement d'un pistolet hypersonique	23
Figure I.6: Principe de la projection à arc électrique	24
Figure I.7: Torches à plasma d'arc soufflé.....	25
Figure I.8: Microstructure d'un dépôt plasma	25
Figure I.9: Schéma de principe du procédé de projection dynamique par gaz froid, cold spray	26
Figure I.10: Principe de fonctionnement de la projection dynamique à basse pression	27
Figure I.11: Principe de fonctionnement de la projection dynamique à froid à haute pression	27
Figure I.12: Représentation schématique des zones affectées d'une surface.....	28
Figure I.13: Représentation de l'accrochage mécanique: (a) Morphologie de la surface (b) Ancrage des particules sur la surface	29
Figure I.14: Vitesse critique du gaz en fonction de sa température.....	31
Figure I.15: Photographies de cordons de cuivre sur des substrats en aluminium	31
Figure I.16: Efficacité relative de dépôt en fonction des distances de projection	32
Figure I.17: Décomposition de la vitesse d'impact de particules projetées sous un angle (θ) de par rapport à la surface du substrat.....	32
Figure I.18: Représente l'influence de l'angle de projection sur le rendement de dépôt d'aluminium 1050 sur des substrats en 2024-T3	33
Figure I.19: Paramètres géométriques de la buse	34
Figure I.20: Diamètre minimal des particules pour un cisaillement adiabatique en fonction du matériau projeté.....	35
Figure I.21: Images MET:(a) d'une interface Cu/Cu, (b) d'un revêtement Cu (la flèche noire indiquant l'interface particule/particule et les flèches blanches indiquant des grains mouchetés) et (c) grossissement des grains mouchetés.....	36
Figure I.22: Ancrage mécanique d'une particule dans un substrat : (a) différentes configurations suivant la dureté et la rugosité de surface des matériaux, (b) Cu/Al, (c) Cu/Cu, par voie expérimentale et numérique et (d) Ti/Al par voie expérimentale et numérique.....	36
Figure II.1: Métallisation des CMP par: (a) CVD, (b) projection à flamme et par plasma et (c) projection à l'arc.	40
Figure II.2: Images MEB montrant l'érosion des CMP après projection thermique de : (a) poudre d'aluminium ; (b) poudre de cuivre	41
Figure II.3: Schéma montrant l'érosion d'un CMP par les particules de cuivre	41

Figure II.4: Revêtement de zinc sur CMP par cold spray (substrat carbone/époxy couche de particule de cuivre et revêtement de zinc. (a), (b) et (c) représentent différents grossissements du même revêtement.....	42
Figure II.5: Mécanisme d'ancrage des particules de la poudre : (a) formation d'une couche PEEK sur CMP; (b) déformation de la particule Cu	42
Figure II.6: Principe de fonctionnement des ultrason.....	43
Figure II.7: Appareil de la nano-indentation.....	44
Figure II.8: Principe de la nano-indentation.....	44
Figure II.9: Appareil utilisé pour le test d'adhérence.....	45
Figure II.10: Schéma du tribomètre.....	46
Figure III.1: Image du substrat CMP Sub1 avant la projection thermique. (a): la surface du substrat. (b): Image MO de la section transversale montrant les plis du substrat.....	49
Figure III.2: Image du substrat CMP Sub2 avant la projection thermique. (a): une coupe montrant couches des fibres tissées. (b): la surface du substrat montrant le tissu d'aluminium.....	49
Figure III.3: Tissu d'aluminium. (a): grandissement x100 du tissu (surface brut). (b): grandissement x300 du tissu (avec polissage).....	51
Figure III.4: Microstructure des particules de la poudre Al- Al ₂ O ₃ -Nylon observée sous MEB.....	52
Figure III.5: Répartition granulométrique des poudres. (a): aluminium. (b): alumine. (c): nylon	53
Figure III.6: Système de projection dynamique à froid thermique Cold Spray. (a): chambre de projection. (b) : système d'alimentation de la poudre. (c) : Réserve de gaz. (d) : Cabine de contrôle. (e) : Buse de projection.....	55
Figure III.7: Microscope électronique à balayage (MEB).....	56
Figure III.8: Microscope optique. (a): Microscope optique microscope optique Nikon ECLIPSE LV100ND. (b): Microscope optique Nikon modèle SMZ745. (c): Oculaire. (d): Objectif.....	57
Figure III.9: Schéma de CND par ultrasons.....	57
Figure III.10: Système de CND par ultrasons. (a): Visualisation des résultats du test d'US. (b): Palpeur-échantillon.....	58
Figure III.11: Testeur d'adhésion.....	58
Figure III.12: Le plot utilisé pour le test d'adhérence.....	59
Figure III.13: Principe du test de dureté	59
Figure III.14: Test de dureté. (a),(b) : Equipement du test de dureté. (c) : Echantillon après l'essai.....	60
Figure III.15: Essai de nano-indentation.....	61
Figure III.16: Test de tribologie.....	62
Figure IV.1: Micrographie Optique en épaisseur et topographie macro des revêtements projetés thermiquement par CS avec une poudre Al-Al ₂ O ₃ sur différents substrats. (a): Projection de la poudre Al-Al ₂ O ₃ sur l'aluminium. (b), (c): Projection d'une poudre Al-Al ₂ O ₃ sur les substrats S.sub1 et Sub2, respectivement.....	65
Figure IV.2: Les éventuels résultats de la projection Cold Spray d'un CMP avec une poudre Al-Al ₂ O ₃ -Nylon. (a): Pas de revêtement. (b): Revêtement incomplet. (c): Revêtement complet.....	68
Figure IV.3: Influence de la température sur l'épaisseur du revêtement, (a) à 300 °C et (b) à 400 °C.....	69

Figure IV.4: Effet de la proportion du nylon dans le mélange Al-Al ₂ O ₃ -Nylon, (a) à 0% du nylon, (b) à 10% du nylon, (c) à 25% du nylon et (d) à 50% du nylon.....	70
Figure IV.5: Effet du type du substrat sur le revêtement. (a), (b) : Projection sur Sub1 et Sub2 respectivement à 0% de nylon. (c), (d) : Revêtement sur Sub1 et Sub2 respectivement à 25% de nylon. (e): Revêtement sur Sub2 respectivement à 10% de nylon.	71
Figure IV.6: Effet de la vitesse de déplacement de la buse. (a), (b): Vitesse 10 m.s ⁻¹ et 20 m.s ⁻¹ respectivement pour un revêtement de 25% de nylon. (c), (d): Vitesse 10 m.s ⁻¹ et 20 m.s ⁻¹ respectivement pour un revêtement de 50% de nylon.....	72
Figure IV.7: Signal émis par l'oscilloscope d'un échantillon Sub1 avant la projection.	73
Figure IV.8: Signaux visualisés sur l'oscilloscope du côté du revêtement: (a) Sub1 à 50% de nylon, (b) Sub1 à 25% de nylon et (c) Sub2 à 25% de nylon.	73
Figure IV.9: Signaux visualisés sur l'oscilloscope du côté du substrat: (a) Sub1 à 50% de nylon, (b) Sub1 à 25% de nylon et (c) Sub2 à 25% de nylon.	74
Figure IV.10: Force d'adhésion des échantillons Sub1 et Sub2.....	76
Figure IV.11: Courbes force-déplacement des particules de la poudre avant la projection. (a): Particule d'Al. (b): Particule d'Al ₂ O ₃ . (c): Particule nylon.....	76
Figure IV.12: Courbes force-déplacement de la particule d'Al après la projection thermique. (a): A 50% de nylon. (b): A 25% de nylon. (c): A 10% de nylon.....	77
Figure IV.13: Courbe force-déplacement de la particule d'Al à des proportions différentes de nylon.	78
Figure IV.14: Courbe force-déplacement de la particule d'Al projetée sur un substrat d'Al...79	79
Figure IV.15: Evolution de la dureté et du module de Young de la particule d'aluminium après projection en fonction de la proportion du nylon.....	80
Figure IV.16: Dureté des échantillons Sub1 et Sub2.	81
Figure IV.17: Taux d'usure et le coefficient de frottement des échantillons A1, A7 et B3	82
Figure IV.18: Evolution du coefficient de friction (frottement) en fonction du déplacement de la bille	82
Figure IV.19: Etude de la profilométrie. (a): Echantillon A1. (b): Echantillon A7. (c): Echantillon B3.....	83

Liste des abréviations :

Acronyme	Signification
AS	Arc spraying
CMC	Composites à matrice céramique
CMM	Composites à matrice métallique
CMP	Composite à matrice polymère
CS	Cold spray
CVD	Chemical vapour deposition
CND	Contrôle non destructif
HPCS	High pressure cold spray
HVOF	High velocity oxy-fuel
LPCS	Low pressure cold spray
MEB	Microscope électronique à balayage
MET	Microscope électronique à transmission
MO	Microscope optique
PEEK	Polyetheretherketone
PLA	Polylactic acid
PVD	Physical vapour deposition
TD	Thermodurcissable
TP	Thermoplastique
US	Ultrason

Introduction générale

Introduction générale :

En matière de matériaux, la tendance depuis une quinzaine d'années est au remplacement progressif des matériaux classiques par ce qu'on appelle les composites. Historiquement utilisés dans la construction, aujourd'hui, ils sont dans l'aéronautique, l'automobile, l'éolien, les articles de sport, leur légèreté et leur solidité résultantes de l'assemblage de deux matériaux non miscibles qui seuls ne peuvent pas se prévaloir de telles propriétés.

Les composites à matrice polymère CMP renforcés en fibre de carbone constituent, de loin, les volumes les plus importants aujourd'hui à l'échelle industrielle.

L'atout incontestable des composites à matrice organique est leur aptitude à être conçus à la carte, en jouant notamment sur les propriétés de la résine qui peuvent être modifiées grâce à des additifs, la nature des fibres de renfort (carbone, verre) et l'orientation des fibres dans la pièce. Ainsi, on peut concevoir des matériaux quasiment sur mesure en les mettant en forme par une multitude de procédés (moulage, compression et injection) afin de réaliser des pièces complexes de toutes tailles, tout en tenant compte des sollicitations mécaniques qu'elles vont subir en étant en service.

Toutefois, ces composites ont une faible résistance à l'impact, l'abrasion, l'usure et l'érosion en plus de leur faible résistance au délaminage soit entre couches de renfort, soit entre fibre et matrice. Aussi les CMP sont limités à cause de leur faible résistance thermique [1].

Cependant, ces inconvénients peuvent être cernés en procédant à un revêtement, qui est un processus d'amélioration des propriétés surfaciques des CMP afin d'accroître leurs domaines d'application. A cet égard, le procédé de projection thermique est la technique la plus utilisée pour la métallisation superficielle des matériaux polymériques.

Dans le cadre de ce projet, nous allons travailler sur un matériau composite à matrice polymère renforcé par des fibres de carbone revêtu par un composite à matrice métallique par la technique de projection thermique dynamique à froid (Cold Spray). Tout d'abord, nous allons observer le matériau au microscope optique (MO) et le revêtement au microscope électronique à balayage (MEB). Ensuite, Les échantillons vont subir une série de caractérisation. Ils seront sujet à des tests mécaniques destructifs (test d'adhérence, nano indentation, test tribologique) et non destructifs (ultrasons).

Ce travail est partagé en 5 chapitres :

- Le premier chapitre sera une étude bibliographique portée sur les matériaux composites et les différentes techniques de projection thermique, en se focalisant sur la projection dynamique à froid.
- Dans le second chapitre, nous monterons les différents procédés de métallisation des composites à matrice polymère et les techniques de caractérisation des revêtements.
- Le troisième chapitre sera consacré à la partie expérimentale, nous présenterons les échantillons, le matériel ainsi que les différentes méthodes de caractérisation utilisées.
- Dans le dernier chapitre, nous allons analyser et interpréter les résultats obtenus.

Chapitre I : Composites et projection thermique

I. Composites et projection thermique

I.1. Introduction :

Dans ce chapitre, nous présentons d'abord les matériaux composites, leurs propriétés et leur classification. Ensuite, nous évoquons la notion de la projection thermique et les différentes techniques utilisées pour l'élaboration des revêtements. Nous nous focalisons sur la projection thermique dynamique à froid (Cold Spray) sur composites à matrice polymère, et l'influence des paramètres de projection sur les propriétés des dépôts.

I.2. Matériaux composites :

Un composite est une combinaison de deux ou plusieurs matériaux non miscibles mais ayant une forte capacité de pénétration. Ces matériaux sont souvent de nature différente, qui se complètent et qui permettent d'aboutir à un matériau dont l'ensemble des propriétés est supérieur à celui des composants pris séparément [2]. Un matériau composite est constitué d'une ou plusieurs phases continue ou discontinues appelées renfort répartis dans une phase continue notée matrice. Le renfort se trouve sous forme particulière notamment pour l'amélioration des propriétés spécifiques telles que la conductivité électrique, ou encore fibreuse essentiellement pour l'amélioration de la tenue mécanique[3].

I.2.1. Classification des matériaux composites :

Il existe un grand nombre de matériaux composites que l'on classe en trois familles en fonction de la nature de la matrice :

Les composites à matrice organique CMO

Les composites à matrice céramique CMC

Les composites à matrice métallique CMM

I.2.1.1. Composites à matrice métallique (CMM) :

Les matériaux composites à matrice métallique ont été développés à partir des années 1960 afin de bénéficier des propriétés des métaux (ductilité, conductivité, tenue à feu). Comparé aux aciers, les CMM sont plus légers et ont une meilleure résistance mécanique ainsi qu'une excellente résistance à l'usure, érosion, abrasion et tenue au vieillissement et à feu [4].

En revanche, les technologies de fabrication des composites à matrices métalliques sont en général plus complexes parce qu'il est important d'assurer une bonne adhérence à l'interface matrice/renfort, sans dégrader le renfort. Parmi les matrices métalliques utilisées, l'aluminium suscite un intérêt grandissant particulièrement dans le transport et les pièces en mouvement suite à sa propriété de légèreté[5].

Le tableau I.1 montre quelques propriétés principales des métaux utilisés pour la fabrication des CMM.

Tableau I.1: Quelques propriétés des principaux métaux utilisés pour la fabrication des CMM [5].

Matrice	ρ (g/cm ³)	T_{fusion} (°C)	E (GPa)	σ_{Max} (MPa)	CDT (10 ⁻⁶ /K)	λ (W/mK)	κ (10 ⁶ S/m)
Ag	10,5	961	70	150	19,1	420	62,1
Al	2,7	660	72	90	23,5	237	36,9
Be	1,9	1 287	295	450	12	201	31,3
Co	8,9	1 495	160	–	12,5	100	17,2
Cu	8,9	1 083	120	221-455	17	401	58,5
Fe	7,9	1 528	200	180-210	12,1	80	10,1
Mg	1,74	650	46,5	185-232	26	156	22,6
Mo	10,2	2 623	325	485-690	4,8	138	18,7
Ni	8,9	1 455	210	560	13,3	91	14,3
Ti	4,5	1 668	106-114	897-1 205	8,9	21	7,2
TiAl	3,9	1 460	176	600	10	–	–
NiAl	5,9	1 638	297	300	15,1	80	–

E: Module d'Young
 σ_{Max} : Contrainte maximale (UTS)
 CDT: Coefficient de dilatation thermique
 λ : Conductivité thermique
 κ : Conductivité électrique

I.2.1.2. Composites à matrice céramique (CMC):

Les composites à matrice céramique sont principalement développés pour améliorer la dureté, ils résistent à la fois à des sollicitations mécaniques sévères et à des températures très élevées. En effet, les céramiques présentent une réfractarité et une rigidité suffisamment importante pour des applications à très hautes températures et des propriétés mécaniques supérieures aux métaux. Les CMC sont renforcés par des particules et des fibres continues ou discontinues [6].

I.2.1.3. Composite à matrice polymère (CMP):

Les composites à matrice polymère sont les composites les plus utilisés dans l'industrie en raison de leur faible coût, leur haute résistance ainsi que la simplicité de leurs techniques de fabrication. Ces composites sont constitués d'un polymère renforcé par des fibres. Les CMP peuvent être regroupés en trois catégories différentes selon le type ou la nature de renforcement :

Selon leur type on trouve les composites à fibre courts, à fibres longue alignées ou mat, et à fibre tissées

- Composite polymère renforcé par des fibres de verre
- Composite polymère renforcé par des fibres de carbone
- Composite polymère renforcé par des fibres d'aramide
- Composite polymère renforcé par des fibres naturelles (lin, alfa, Diss..)

Les composites polymères renforcés par des fibres de verre sont de loin les plus courants que les autres composites et visiblement moins cher[7]. Toutefois, les composites renforcés par des fibres de carbone sont ceux qui possèdent les propriétés mécaniques les plus importantes.

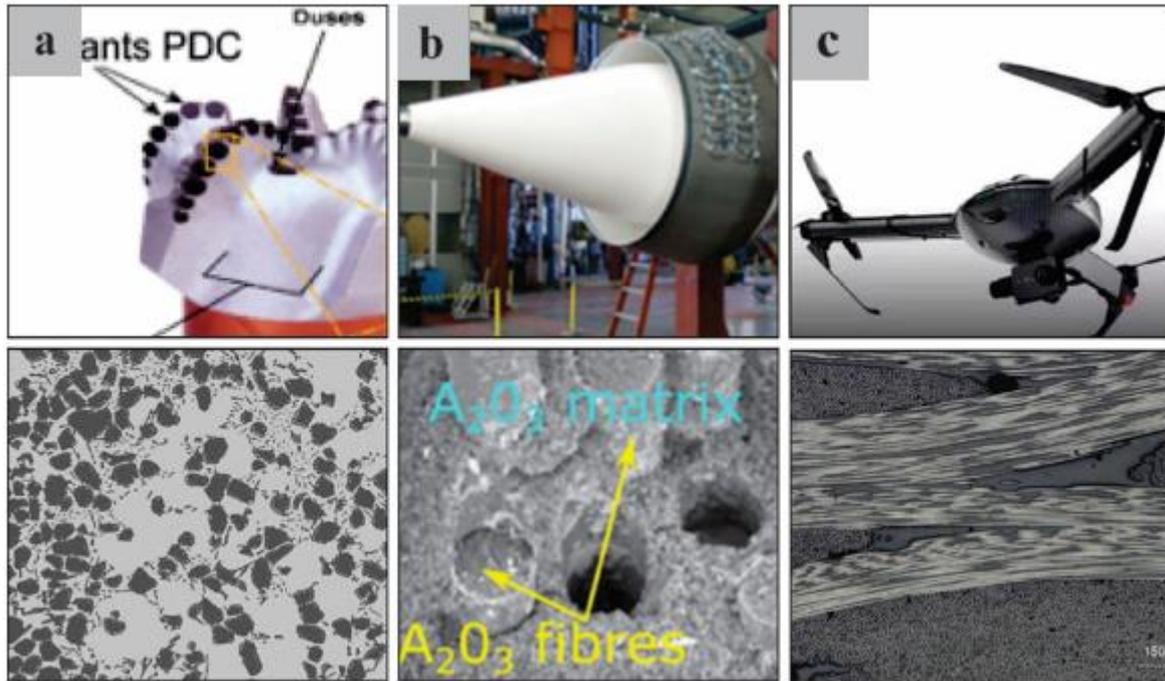


Figure I.1: Matériaux composites. (a) composite à matrice métallique, (b) composite à matrice céramique et (c) composite à matrice polymère.

I.2.2. Matrices et renforts :

I.2.2.1. Matrice :

Elle est utilisée comme une enveloppe autour du renfort, elle protège le renfort du milieu extérieur agressif (corrosion, oxydation, humidité...), et donne sa forme au matériau. Lors des sollicitations, la matrice transmet au renfort les efforts et les répartit d'une manière uniforme.

Il existe trois catégories de matrices pour les composites CMP à savoir : Les matrices organiques qui représentent les polymères thermoplastiques, thermodurcissables et élastomères. Cependant dans l'industrie ce sont les matrices thermodurcissables qui sont de loin les plus utilisées en raison de leur facilité de mise en œuvre[3].

- Les matrices thermodurcissables (TD): elles ont une structure amorphe et sont constituées de chaînes linéaires réticulées entre-elles qui sont liées dans l'espace par des liaisons fortes de type covalent ce qui leur confère une meilleure résistance au fluage, une grande stabilité thermique et résistance chimique. Leur polymérisation est irréversible et peut être engendrée par une montée en température, l'action de radiations, ou de produits chimiques, cependant, elles sont sensibles aux très hautes températures ainsi qu'à l'impact. Les matrices thermodurcissables représentent 90% du marché, cela grâce à leurs propriétés mécaniques ainsi que leur coût faible.
- Les matrices thermoplastiques (TP): elles sont soit amorphes ou semi-cristallines, leur structure se présente sous forme de chaînes linéaires polymériques, elles sont transformées sans réaction chimique et de manière réversible. Elles présentent une bonne tenue à l'impact. Les principaux thermoplastiques sont :

Polyéthylène (PE)
Polyéthylène haute densité (PEHD)
Polychlorure de vinyle (PVC)
Polyéthylène terephtalate (PET)
Polypropylène (PP)
Polystyrène (PS)
Polyamide (PA)

- Les matrices élastomères : elles désignent les substances macromoléculaires, naturelles ou synthétiques, possédant une super-élasticité (caoutchoutique). Présents depuis plusieurs années dans le domaine automobile, les matériaux composites à matrice élastomère ont récemment fait leur apparition dans le domaine aquatique, pour des barrages gonflables et d'autres applications innovantes. Ces matériaux composites sont généralement constitués d'une matrice caoutchouc et d'un renfort en fibres synthétiques[3].

I.2.2.2. Renfort :

Le renfort est le squelette ou l'armateur du matériau composite, il contribue à améliorer la résistance mécanique à la traction, la rigidité des matériaux et se présente sous forme filamentaire. Une classification des renforts peut être faite en fonction de leur géométrie :

- Les renforts particulaires : la matrice est renforcée par une phase dispersée de particules. Il s'agit généralement d'inclusions granulaires, lamellaires ou aciculaires. Les composites à renfort particulaire sont utilisés pour des applications spécifiques ou des produits de grande consommation.
- Les renforts à fibres discontinues : la matrice est renforcée par une phase dispersée de fibres courtes de longueurs inférieures à 100 fois leurs diamètres. Elles sont assemblées en nappes appelées mât et représentent un apport volumique en fibre de l'ordre de 30%. Le composite obtenu est un polymère renforcé.
- Les renforts à fibres continues : la matrice est renforcée par une phase dispersée de fibres longues. Dans ce type de renfort, la matrice n'est présente que pour assurer la cohésion de l'ensemble et apporter une résistance aux efforts appliqués dans des directions différentes de celles des fibres[8].

❖ Fibres :

Les fibres sont produites par un processus de filage/étirage sous forme de filaments continus, elles sont ensuite revêtues d'un produit chimique de collage approprié, qui protège la surface des filaments lors de tout traitement et manipulation ultérieurs, et assure une bonne liaison d'interface avec la matrice. Les filaments sont regroupés en mèches (pour la fibre de verre) ou en câbles (pour la fibre de carbone). On peut distinguer 5 classes de fibres :

- Les fibres de carbone : sont des matériaux anisotropes. Elles se composent de fibres extrêmement fines, d'environ cinq à dix micromètres de diamètre, elles présentent des propriétés mécaniques très élevées (haut module de Young, haute résistance, faible dilatation thermique) et sont utilisées pour les applications industrielles de haute performance. Leur coût de fabrication est très élevé.

- Les fibres de verre : sont des matériaux isotropes, constituées essentiellement de silicate, et présentent des propriétés mécaniques plus faibles mais intéressantes, elles sont produites par extrusion de verre fondu à 1200°C, suivit d'un étirage. Leur coût est généralement inférieur à celui d'autres fibres.
- Les fibres d'aramide (kevlar) : sont produites par filage à l'état fondu à partir d'une solution. Elles présentent une très bonne résistance aux chocs, bonnes propriétés en traction et une excellente résistance à l'abrasion. Le diamètre d'une fibre d'aramide est du même ordre de grandeur que celui d'une fibre de verre.
- Les fibres céramiques : sont des matériaux anisotropes, elles comprennent les fibres d'alumine (Al_2O_3), de carbure de silicium(SiC) et de nitrure (nitrure de bore ou nitrure de silicium). Elles présentent une bonne stabilité des propriétés à haute température(de 500°C à 1600°C) et sont principalement utilisées dans les CMM et CMC. Le diamètre de ces fibres est important (100 μm). Leur coût de fabrication est très élevé.
- Les fibres naturelles : sont d'origine animale (soie, laine), végétale (coton, kéraf, chanvre, lin) ou minérale (amiante, laine de verre, basalte).Ces matériaux sont utilisés dans l'industrie automobile ou le génie civil pour des applications présentant un fort aspect écologique[9].

I.3. Projection thermique :

Le revêtement par projection thermique est apparu pour la première fois en 1909 par l'ingénieur Suisse Max Ulrich Schoop qui a décrit le processus de réalisation des dépôts de cuivre, d'argent, d'étain, de zinc, d'aluminium et d'autres alliages sur pratiquement tous types de substrats, il a été utilisé dans la seconde guerre mondiale en 1914 pour la projection d'étain sur la face arrière des obus ainsi contre la corrosion. Le développement de l'industrie a suscité l'accroissement des domaines d'application de la projection thermique et la recherche d'amélioration des propriétés des surfaces des pièces spécifiques dont les conditions d'emploi sont de plus en plus sévères y compris dans le domaine d'aéronautique. La projection thermique confère au matériau les propriétés de surface nécessaires à son fonctionnement [10].

I.3.1. Principe :

La projection est l'un des procédés de traitement de surface, il permet de déposer de la matière par voie sèche et réaliser un revêtement avec une grande gamme de matériaux. Le principe de cette méthode consiste à utiliser une source d'énergie thermique et cinétique pour fondre un matériau qui est sous forme de fil, poudre ou baguette et le pulvériser grâce à un gaz vecteur vers un substrat. Le rôle de la source d'énergie est l'augmentation de la température des particules à projeter. La surface à revêtir doit être nettoyée préalablement, ensuite elle subit un sablage pour augmenter sa rugosité afin d'assurer une bonne adhésion des particules déposées et leur permettre de s'ancrer dans les irrégularités du substrat. A l'impact, les particules fondues totalement ou partiellement selon le procédé, vont se déformer, s'étaler et se refroidir en quelques microsecondes ou dizaines de microsecondes suivant leur vitesse d'impact, déterminée en grande partie par le procédé utilisé sur le substrat

pour former des lamelles. La construction du revêtement résulte de l'empilement de ces lamelles ainsi formées [10, 11].

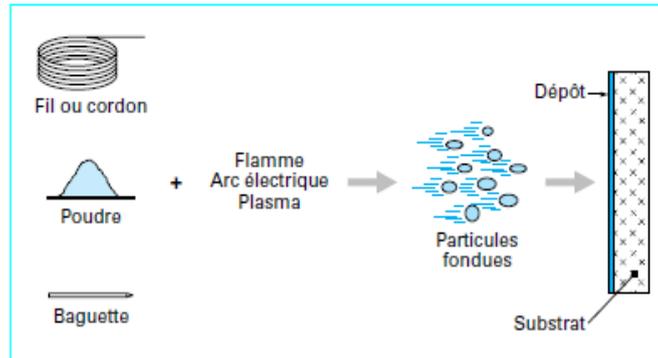


Figure I.2: Principe fondamental de projection thermique [10].

Le revêtement obtenu peut contenir des contraintes résiduelles, des porosités et des inclusions telles que des oxydes ou encore d'autres matériaux provenant des chalumeaux eux-mêmes. Afin d'assurer une bonne adhésion entre le dépôt et le substrat, des sous-couches d'accrochage sont utilisées [10]. La projection thermique peut être utilisée à la fois en atelier ou sur site ce qui lui donne un aspect polyvalent. Ce procédé est très utilisé pour fabriquer des revêtements avec des propriétés de résistance à l'usure, de résistance à l'oxydation, de résistance à la corrosion ainsi qu'à élaborer des barrières thermiques.

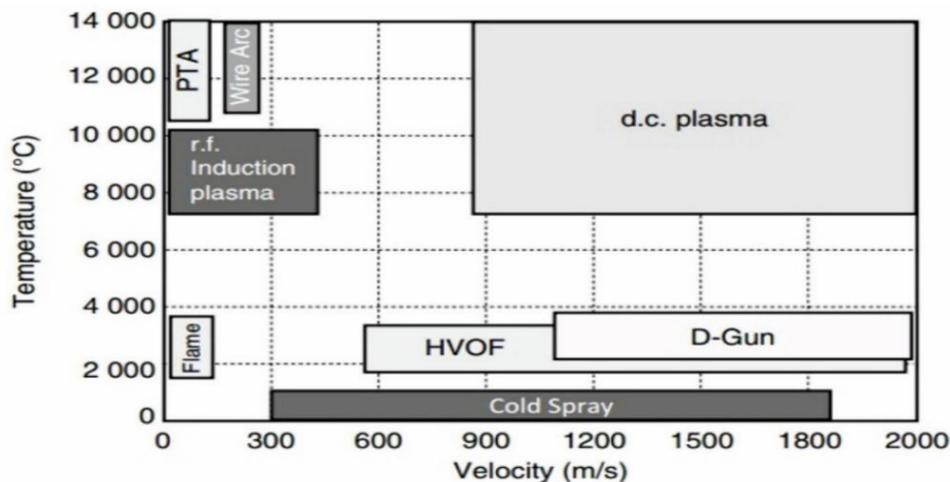


Figure I.3: Carte de température du gaz et de la vitesse d'impact de particules à projeter des principaux procédés de projection thermique [11].

I.3.2. Procédés de projection thermique :

Il existe plusieurs procédés de projection thermique utilisés dans l'industrie, les plus connus sont les projections par chalumeau, le choix du procédé est directement lié aux conditions en service de la pièce traitée (l'environnement de travail et les sollicitations qu'elle subit), la forme de la pièce, la nature du matériau de base (alliage métalliques, composite, polymère ou céramique) ainsi à la nature du matériau d'apport, généralement un matériau métallique [10].

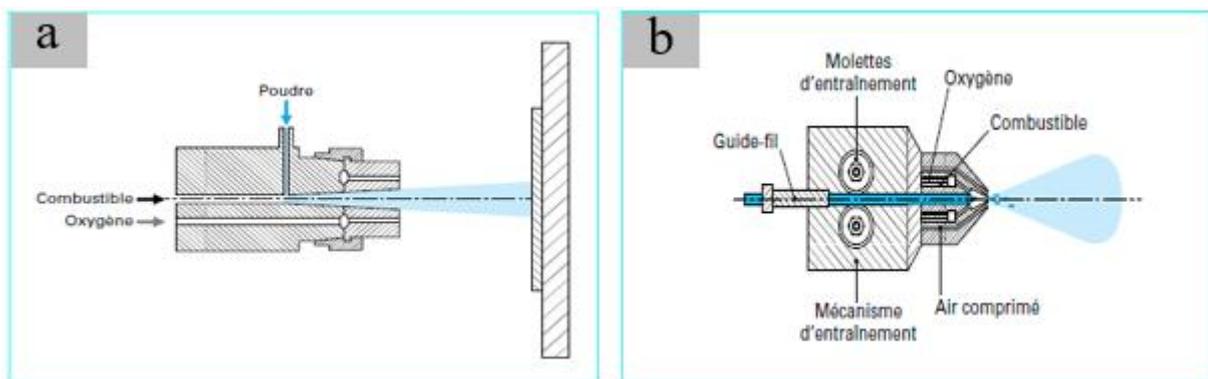
Tableau I.2: Principales caractéristiques des différents procédés de projection thermique [10].

Tableau 2 – Principales caractéristiques des différents procédés de projection thermique						
Caractéristiques	Projection flamme-poudre	Projection flamme-fil	Arc électrique	Plasma	HVOF	Canon à détonation
Source de chaleur	flamme oxyacétylénique	flamme oxyacétylénique	arc électrique	plasma	flamme oxyacétylénique	flamme oxyacétylénique
Température de flamme..... (°C)	3 000	3 000	6 000	12 000	3 000	3 000
Transport des particules	gaz flamme	air comprimé	air comprimé	gaz plasma (Ar/H)	gaz flamme	gaz flamme
Vitesse des particules..... (m/s)	40	150	250	200	700	950
Forme du produit d'apport	poudre	fil-cordon	fil	poudre	poudre	poudre
Taux horaire de dépôt..... (kg/h)	1 à 3	1 à 20	5 à 30	1 à 4	3 à 5	3 à 5
Rendement moyen (1)(%)	50	70	80	70	70	70
Force d'adhérence..... (MPa)	20 à 40	20 à 40	40	30 à 70	50 à 80	50 à 80
Taux de porosité..... (%)	10 à 20	10 à 20	8 à 15	1 à 10	0,5 à 2	0,5 à 2
Épaisseur déposée..... (mm)	0,1 à 1,5	0,1 à 1,5	0,2 à 3	0,05 à 1,5	0,05 à 1	0,05 à 1
Exemples de matériaux d'apport	- métaux - céramiques - carbures dans matrice métallique	- métaux - céramiques - carbures dans matrice métallique	- métaux	- métaux - céramiques - carbures	- métaux - carbures	- carbures - céramiques

(1) Pourcentage de poudre projetée qui adhère au matériau.

I.3.2.1. Projection thermique à flamme

La projection à la flamme est la plus ancienne des procédés de projection thermique, de nombreux matériaux peuvent être déposés en tant que revêtement à l'aide de ce processus. Elle utilise la chaleur produite par la combustion d'un carburant gazeux (généralement de l'acétylène ou du propane avec de l'oxygène) pour fondre le matériau de revêtement, La flamme peut atteindre des températures qui varient de 2400°C à 3200°C[10]. Il est possible de projeter indifféremment le matériau sous forme de poudre ou de fil (figure I.4).

**Figure I.4:** Principe de la projection à flamme, (a) flamme poudre et (b) flamme fil [10].

I.3.2.2. Projection à la flamme supersonique (HVOF) :

Le système de projection par flamme supersonique (*High Velocity Oxy-Fuel*, HVOF) est une amélioration de la projection au chalumeau. HVOF utilise l'hydrogène, le propylène, le propane, l'acétylène et le kérosène comme gaz combustible. Ce dernier pénètre dans la chambre de combustion puis est éjecté du pistolet sous l'effet de la pression élevée (5 à 7 bar). Le matériau à projeter est injecté à l'aide d'un gaz neutre dans la flamme où il est fondu et

accélération dans la tuyère à une vitesse 300 à 600m/s. les particules sont généralement chauffées à l'état pâteux, l'énergie cinétique (vitesse>300m/s) acquise permettant cependant la réalisation de dépôts caractérisés par une faible porosité (<2%), une bonne adhérence (70-100MPa) et une faible rugosité de surface (figure I.5)[10, 11].

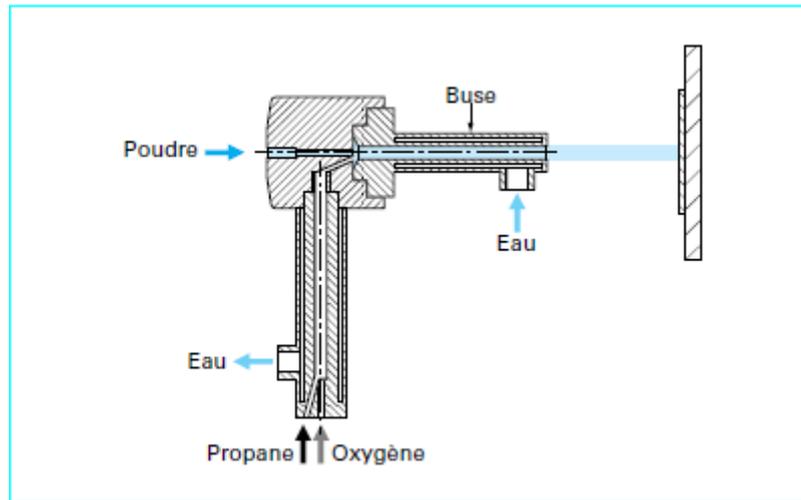


Figure I.5: Principe de fonctionnement d'un pistolet hypersonique [10].

La vitesse d'impact des particules sur le substrat étant bénéfique du point de vue de la cohésion des dépôts, la température des particules est limitée (par comparaison avec le procédé plasma) ce qui permet d'éviter la décarburation des matériaux en cours de projection [11].

Cette technique de projection permet :

- Amélioration des performances ;
- Amélioration des propriétés électriques ;
- Possibilité d'utiliser les composants à des températures plus élevées/basses ;
- Possibilité d'utiliser les composants dans des environnements chimiques exigeants ;
- Efficacité améliorée ;
- Amélioration de la durée de vie des composants de contact.

I.3.2.3. Projection à arc électrique :

Ce procédé également appelé « arc wirespraying, AWS » met en œuvre deux fils du matériau à pulvériser, une source de courant à haute tension (DC) et un jet de gaz comprimé (généralement de l'air). Les pistolets sont alimentés par des générateurs à courant continu avec des tensions d'arc comprises entre 25 et 40 V, pour des intensités de courant allant de 100 à 500 A. Ils sont essentiellement constitués de deux parties :

- la première sert à l'entraînement des fils
- la seconde assure la fusion et la projection du métal fondu

A l'intérieur du pistolet, les fils sont guidés par deux tubes permettant, d'une part, le positionnement du fil avant son entrée dans la zone de fusion et, d'autre part, la transmission de courant électrique aux fils. Les particules fondues générées par la fusion des fils sont projetées sur le substrat pour former le dépôt. Les températures de l'arc atteignent jusqu'à 6000K, faisant fondre n'importe quel matériau, tandis que la surface du composant reste à une température ambiante (figure I.5)[12].

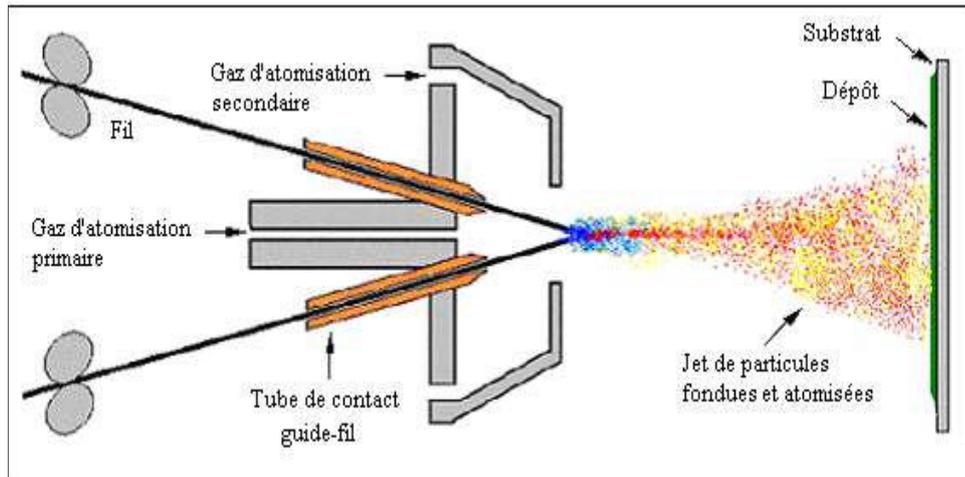


Figure I.6: Principe de la projection à arc électrique [12].

Dans ce procédé, les matériaux les plus couramment utilisés sont des métaux conducteurs (les alliages d'acier chromé, les alliages de nickel, les alliages d'acier inoxydable, le cuivre, le bronze, le laiton, l'aluminium et le zinc). Il est cependant possible de pulvériser des matériaux non-conducteurs mélangés à des métaux.

La température atteinte et l'énergie cinétique élevée acquise par les particules grâce au jet d'air comprimé permettent des projections avec des caractéristiques de dépôts performantes :

- Un taux de dépôt élevé (5 à 30Kg/h),
- Un rendement énergétique important,
- Le matériau projeté est complètement fondu,
- Force d'accrochage : 20 à 40MPa,
- Porosité de 5 à 10%,
- Epaisseur des dépôts de 0,2 à 3mm,
- Surfaces adhérentes et antidérapantes,
- Résistances à de nombreux environnement corrosif,

Le procédé de projection par arc électrique connaît donc un développement récent, en regard de ses performances en progression et de son coût d'investissement faible[10, 12].

I.3.2.4. Procédé plasma

Le plasma est un gaz ionisé constitué de molécules, d'atomes, d'ions et d'électrons, thermique par lequel le matériau d'apport est fondu par une source de chaleur et propulsé à une vitesse de 160 à 2000 m/s sur le substrat à revêtir. La source de chaleur utilisée est un plasma thermique créé par l'ionisation partielle d'un gaz plasmagène qui est généralement de l'argon, et parfois de l'azote, de l'hydrogène ou de l'hélium. Le matériau d'apport est injecté à l'intérieur du jet de plasma sous forme de poudre véhiculée par un gaz porteur. Le jet de plasma est caractérisé par des températures très élevées comprises entre 10000 et 14000 K qui dépendent essentiellement de la composition du gaz et de son enthalpie spécifique et c'est ce qui permet le dépôt de métaux ayant des températures de fusion élevées (figure I.7) [11, 13].

Les matériaux projetables par ce procédé peuvent être répartis en cinq grandes familles :

- Les métaux purs (Mo, Ti, Ta, Al, Zn) ;
- Les alliages (NiCr, NiAl, NiCrAlY...);
- Les céramiques (Al_2O_3 , Cr_2O_3 , TiO_2 , ZrO_2) ;
- Les carbures (WC, Cr_3C_2 ...);
- Les cermets ($Cr_3C_2/NiCr$, WC/Co, $ZrO_2/NiAl$...).

Ils sont utilisés sous forme de poudre de granulométrie comprise entre 22 et 120 μm [10, 14].

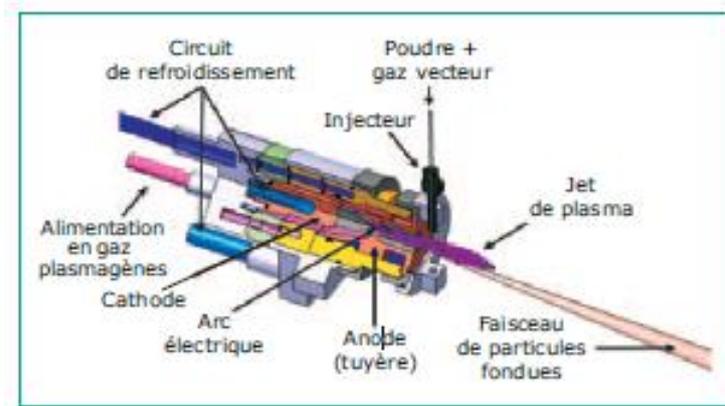


Figure I.7: Torches à plasma d'arc soufflé [13].

La projection thermique par plasma est un traitement polyvalent, ses domaines d'application sont très vastes du fait de la diversité des matériaux d'apport et de la flexibilité de la technologie. La bonne qualité des dépôts a permis l'utilisation de ce procédé dans l'industrie automobile, aéronautique et pour les turbines à gaz, ainsi que de nombreux autres secteurs industriels, tels que le biomédical, la sidérurgie et la production d'énergie pour traiter des problèmes d'usure, de corrosion, d'oxydation, de barrière thermique ou de frottement [10].

La figure I.8 montre la microstructure d'un dépôt plasma.

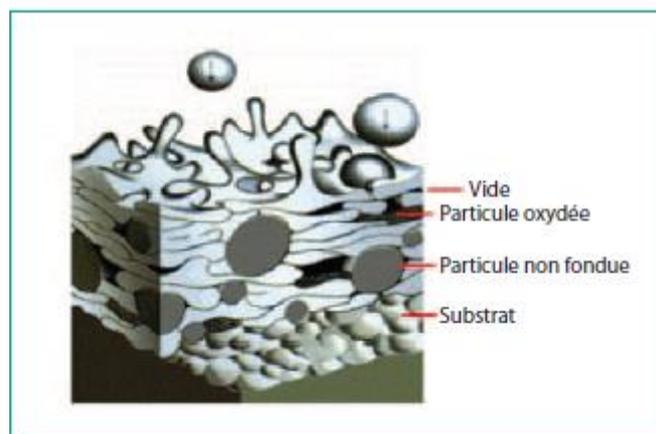


Figure I.8: Microstructure d'un dépôt plasma [12].

I.3.2.5. Projection thermique dynamique à froid :

La projection à froid, ou plus communément appelée cold spray est un procédé récent d'élaboration de revêtements par la projection à haute vitesse (200-1200m/s), développé à

l'Institut de Mécanique Théorique et Appliquée de la branche sibérienne de l'Académie Russe des Sciences par le docteur Anatoli Papyrin et ses collègues, dans les années 1980[15].

A basse température, en effectuant des essais en soufflerie supersoniques, trois phénomènes différents qui peuvent intervenir lorsque des particules entraînées par un gaz impactent sur une surface solide, en fonction de la vitesse de la particule (V_p). Lorsque V_p est faible, les particules rebondissent simplement de la surface; lorsque V_p atteint une valeur modérée, l'érosion de la surface par les particules solides se produit; quand V_p dépasse une valeur critique (qui varie en fonction des particules du matériau et du substrat : typiquement dans la gamme de 500-900 m/s), les particules se déforment plastiquement et adhèrent au substrat et/ou entre elles pour former un dépôt de superposition, analogue aux revêtements projetés thermiquement[16].

Dans ce procédé l'adhésion est liée à l'énergie cinétique et non pas à l'énergie thermique comme les procédés de projection cités précédemment, donc les particules de poudre sont accélérées à une température toujours inférieure au point de fusion du matériau et forment un revêtement en se déformant plastiquement.

Principe :

Un gaz inerte, généralement de l'azote, de l'hélium ou même de l'air est préalablement comprimé, une partie de ce gaz sert à transporter la poudre à partir du distributeur jusqu'à la buse [15], alors que l'autre partie est chauffée par une résistance (réchauffeur de gaz) pouvant atteindre des températures jusqu'à 600°C, la température de chauffage est toujours inférieure à la température de fusion des poudres et du substrat. Le gaz chaud et les particules de poudre à l'état solide passent ensuite à travers une préchambre pour arriver à une tuyère de type convergente-divergente, dite tuyère de Laval. Cette dernière permet d'accélérer fortement le gaz jusqu'à une vitesse supersonique entre 300 et 1200 m.s⁻¹ dans la partie divergente lors de sa détente.

Les particules, propulsées à très fortes vitesses, entrent en collision avec le substrat pour former un revêtement, par empilements de particules se déformant plastiquement formant ce qu'on appelle *splatou* lamelle[17].

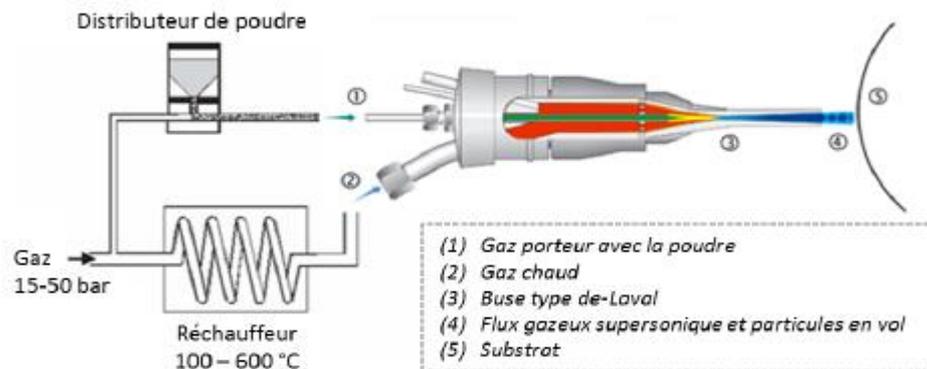


Figure I.9: Schéma de principe du procédé de projection dynamique par gaz froid, cold spray [17].

Projection thermique dynamique à froid à basse pression (LPCS)

La pression du gaz accélérateur (de l'air ou de l'azote) est relativement basse (5-10 bars) et il est préchauffé jusqu'à 550 °C, puis forcé à travers la buse de Laval, le gaz chauffé est accéléré à environ 300 à 600 m/s. Les particules de la poudre solide sont introduites

radialement en aval de la section de col de la buse et accélérées vers le substrat comme indiqué sur la figure I.10. Ce système est plus sécurisé grâce à l'utilisation d'une basse pression, en plus le coût de l'équipement est moins cher que celui de la projection à froid à haute pression, mais l'efficacité du dépôt de LPCS en général ne dépasse pas 50% [18].

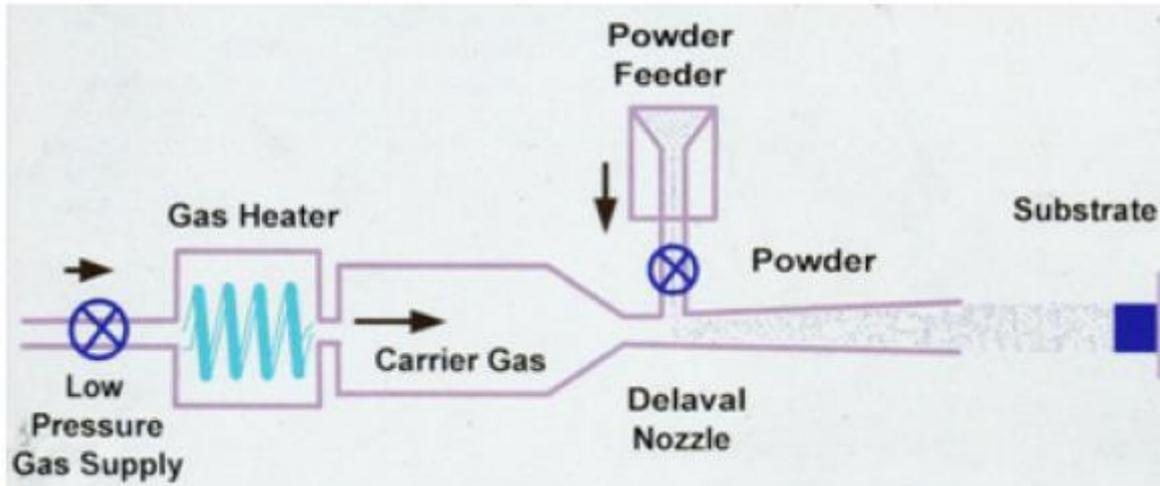


Figure I.10: principe de fonctionnement de la projection dynamique à basse pression [18].

Projection thermique dynamique à froid à haute pression (HPCS)

Dans ce procédé le gaz accélérateur, généralement l'hélium ou l'azote est porté à une haute pression (25-30 bar) et est préchauffé jusqu'à 1000 °C puis forcé à travers la buse de Laval qui est de type convergente-divergente, le gaz est ensuite accéléré en une vitesse supersonique (1200m/s) avec une réduction de sa température. Les particules de la poudre solide se mélangent au gaz propulseur dans la préchambre et sont ensuite acheminées axialement dans le courant gazeux en amont de la section convergente de la buse à une pression plus élevée que le gaz accélérateur comme indiqué sur la figure I.11. Les particules solides accélérées de 600 à 1200 m/s entre en collision avec le substrat avec suffisamment d'énergie cinétique pour induire une liaison mécanique et /ou métallurgique. L'efficacité du dépôt de HPSC est très élevée, elle peut atteindre 90% [18].

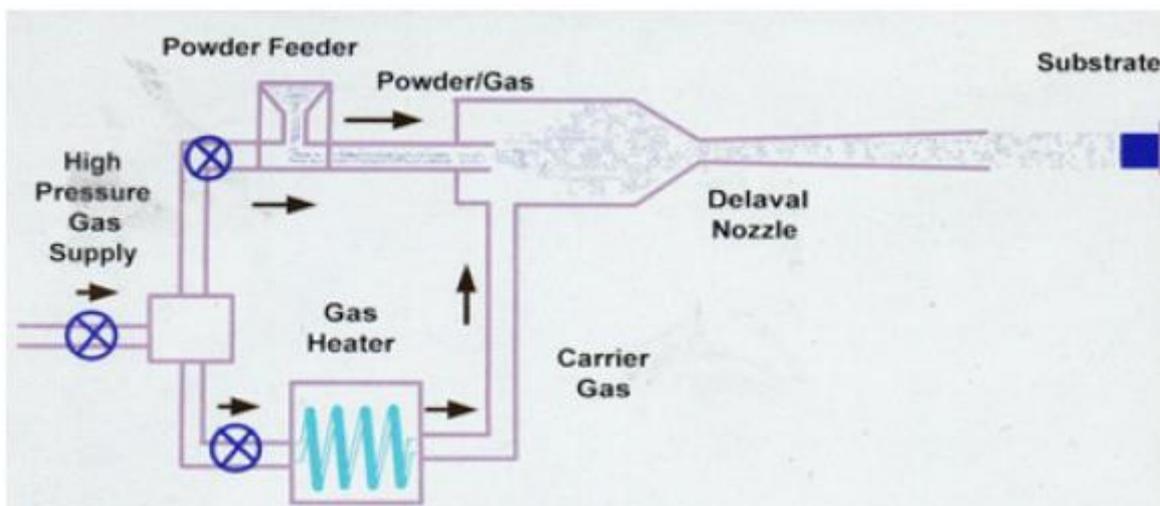


Figure I.11: Principe de fonctionnement de la projection dynamique à froid à haute pression [18]

I.3.3. Préparation de la surface :

Une surface industrielle peut présenter un film superficiel pouvant affecter les propriétés du dépôt et causer plusieurs phénomènes de dégradation à savoir l'usure et la corrosion. Cela impose la réalisation d'une série d'opérations successives indispensables avant la projection thermique à savoir[19] :

- Le nettoyage par dégraissage pour débarrasser la surface de toute contamination
- Le sablage nécessaire pour créer une certaine rugosité pour l'ancrage des particules
- Le nettoyage complémentaire au sablage pour éliminer les particules incluses par cette opération

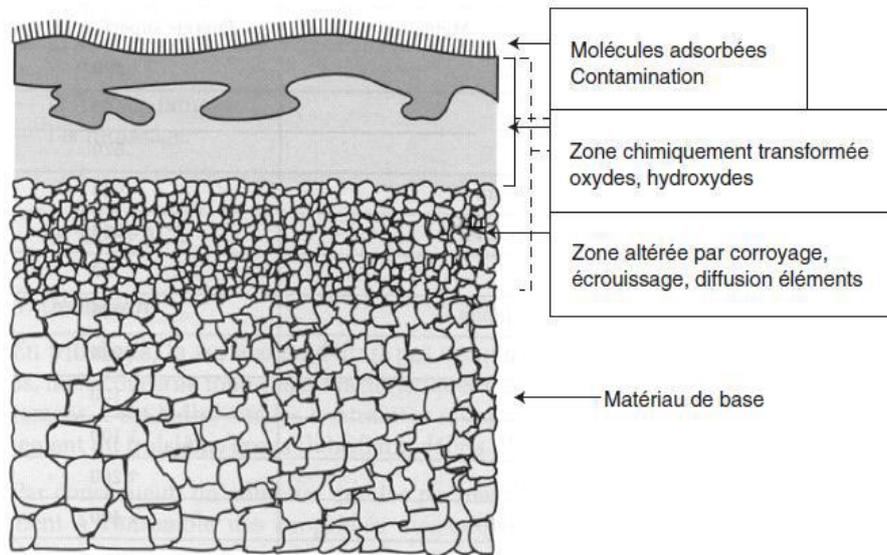


Figure I.12: Représentation schématique des zones affectées d'une surface [19].

Nettoyage de la surface

Il s'agit d'une étape de dégraissage qui implique l'utilisation des dégraissants pouvant être des solvants (élimination des impuretés par dissolution), des produits alcalins (élimination des impuretés par saponification) ou des tensio-actifs (élimination des impuretés par émulsion) réalisés par immersion, par pulvérisation, par ultrasons voire par élévation de la température[20].

Sablage

C'est un traitement mécanique qui permet la création d'un état de surface rugueux. Après le nettoyage de la surface du substrat, il est nécessaire de procéder au sablage. D'une part, il permet de décaper la surface et d'éliminer le reste des contaminants (enlèvement de peintures, d'oxydes...). D'autre part, il crée une certaine rugosité à la surface et permet, par conséquent, aux particules fondues ou pâteuses lors de la projection de venir s'ancrer dans ces irrégularités et réaliser ainsi un meilleur accrochage mécanique [21].

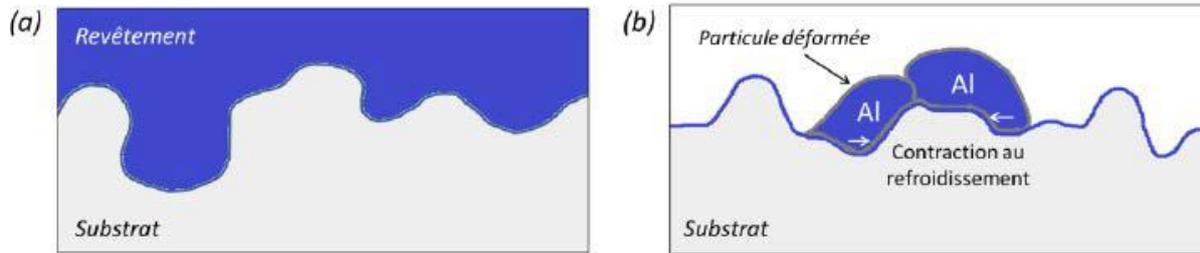


Figure I.13: représentation de l'accrochage mécanique: (a) Morphologie de l'interface (b) Ancrage des particules sur la surface [19].

Le sablage s'effectue généralement en utilisant des particules d'abrasifs (alumine Al_2O_3 ou SiC , SiO_2). Ces dernières sont évacuées par l'air sous une pression définie et elles sont orientées vers le substrat. Sachant que plusieurs paramètres pouvant influencer la rugosité obtenue à savoir le diamètre des particules abrasives, la pression d'air et l'angle d'impact de ces paramètres doivent être optimisés afin de réussir cette opération.

Après le sablage, un nettoyage ultérieur (par ultrasons et solvant par exemple) est indispensable pour éliminer les particules de sablage incrustées dans les creux et toute trace de graisse (introduite par exemple par l'air de sablage)[10, 22].

I.3.4. Avantages du cold spray :

Les principales différences entre le CS et les autres procédés de projection thermique sont la température et la vitesse des particules. La projection à froid est un procédé à basse température, c'est-à-dire, les particules de la poudre sont maintenues à l'état solide, ce qui présente de nombreux avantages[18] :

- Le CS est approprié pour la formation des revêtements des matériaux sensibles à la température et à l'oxygène tels que l'aluminium, le cuivre, le titane et les polymères.
- Le CS est très bien adapté pour la restauration des pièces métalliques endommagées.
- La croissance des grains, les réactions chimiques, les fissures, l'évaporation, les contraintes résiduelles, la transformation de phase, et l'oxydation sont presque éliminés dans CS[23].
- La projection à froid permet de revêtir des pièces minces (une épaisseur $< 1\text{mm}$) sans les endommager.
- Fabrication des revêtements multicouches (épais).
- Une bonne adhérence.
- Les revêtements fabriqués par CS présentent une excellente conductivité thermique et électrique, une haute résistance à la traction, dureté élevée, microstructure homogène, une bonne performance en fatigue et une faible porosité[16].

I.3.5. Limites du cold spray :

Comme toute autre technique de projection thermique, le CS possède certaines limites. Parmi ces inconvénients on cite :

- Le blocage des buses qui affecte les propriétés du revêtement.
- Les particules de la poudre subissent une forte déformation plastique, qui induit à une faible ductilité des revêtements.
- Le CS est limité aux poudres métalliques relativement ductiles ou aux métaux durs mélangés à des métaux ductiles ; c'est-à-dire que cette technique ne peut pas déposer de particules dures. En effet, les particules doivent subir une déformation plastique et la projection à froid sur des substrats durs est difficile, avec faible adhérence entre le revêtement et le substrat[16].

I.3.6. Applications du cold spray

Le CS joue un rôle crucial dans la diminution de l'érosion et la corrosion, il améliore la fonctionnalité et la performance des matériaux. À cet effet cette technique de projection touche tous les secteurs de l'industrie. Historiquement, la première application industrielle du CS portait sur le dépôt du matériau ductile sur une surface plane. A l'heure actuelle, ces applications sont associées à des matériaux et à des formes beaucoup plus complexes[24]

Les principales applications de la projection dynamique à froid sont [23] :

- L'énergie
- Centrale nucléaire
- Fabrication additive
- Application d'usure
- Application biomédicale
- Protection contre la corrosion
- Application électrique

I.3.7. Influence des paramètres de projection thermique :

I.3.7.1. Vitesses des particules :

C'est parmi les paramètres les plus importants qui influent sur la projection thermique. En effet, la vitesse de la particule influe directement sur son adhérence au substrat en déterminant si l'impact génère un dépôt des particules ou une érosion par rebondissement. Selon le substrat, une vitesse critique V_{cr} est déterminée, elle représente la vitesse minimale à atteindre pour que l'érosion du substrat se transforme en un dépôt des particules de la poudre et forme un revêtement. Le passage entre le domaine de rebond et la formation d'un revêtement est donc délimité par cette vitesse critique de la particule dont la détermination a été étudiée par Schmidt à travers l'équation [17]:

$$v_{cr} = 667 - 0.014\rho + 0.08(T_f - T_r) + 10^{-7}R_e - 0.4(T_i - T_r)$$

Où :

ρ est la densité de la particule projetée,

T_f sa température de fusion,

T_r la température de référence (20°C),

T_i la température d'impact,

R_e la limite d'élasticité du matériau de la particule.

I.3.7.2. Température :

La température du gaz au niveau de la tuyère de Laval influe sur la projection dynamique par gaz froid. En effet, il y a une relation entre la vitesse du gaz et sa température, donnée sous la forme $V_t = (\gamma RT_t)^{0.5}$ où γ est le rapport des chaleurs spécifiques du gaz, R est la constante du gaz spécifique, T_t est la température du gaz au niveau de la tuyère[18], donc l'élévation de la température du gaz augmente sa vitesse, ainsi la vitesse des particules puisqu'il est responsable de leur transport, et c'est ce qui permet d'accroître la température des particules en provoquant un adoucissement thermique qui facilite leur adhérence au substrat. D'autre part, la hausse de la température des particules permet de réduire la vitesse critique donc d'améliorer le rendement.

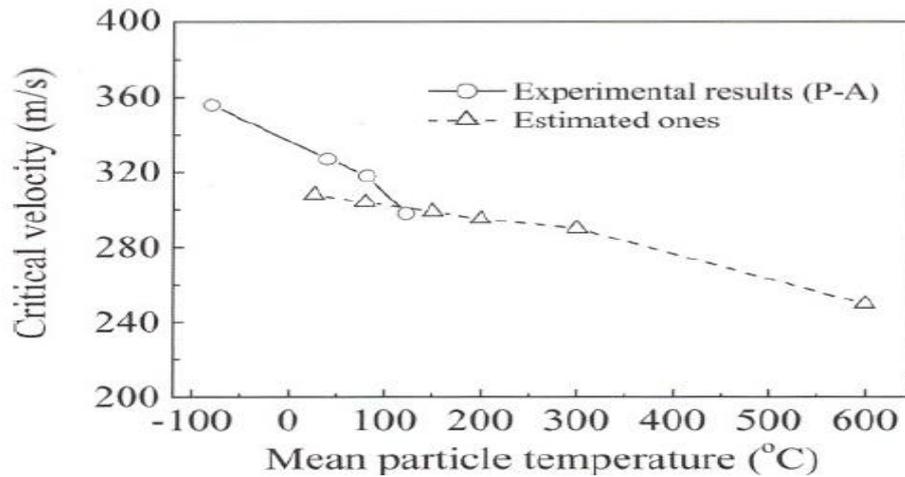


Figure I.14: Vitesse critique du gaz en fonction de sa température [18].

I.3.7.3. Pression :

L'augmentation de la pression du gaz de projection accélère la vitesse des particules de la poudre et permet également d'élargir le diamètre du jet de projection en même temps que le rendement comme le montre la figure I.15[15].

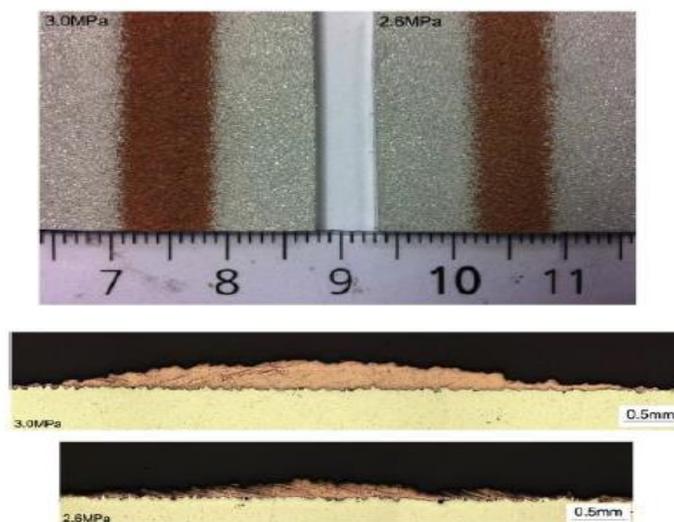


Figure I.15: Photographies de cordons de cuivre sur des substrats en aluminium [15].

I.3.7.4. Distance de projection :

La particule de gaz acquit la vitesse et l'énergie nécessaire dans son parcours avant de parvenir au substrat, si elle n'a pas l'énergie suffisante pour adhérer, la particule rebondit et la formation du revêtement est sensiblement ralentie. La distance entre la sortie de la buse et la surface du substrat est un paramètre qui influe sur la vitesse de l'impact des particules et du substrat et donc sur la projection thermique. Plus cette distance est grand plus le rendement diminue [15, 17].

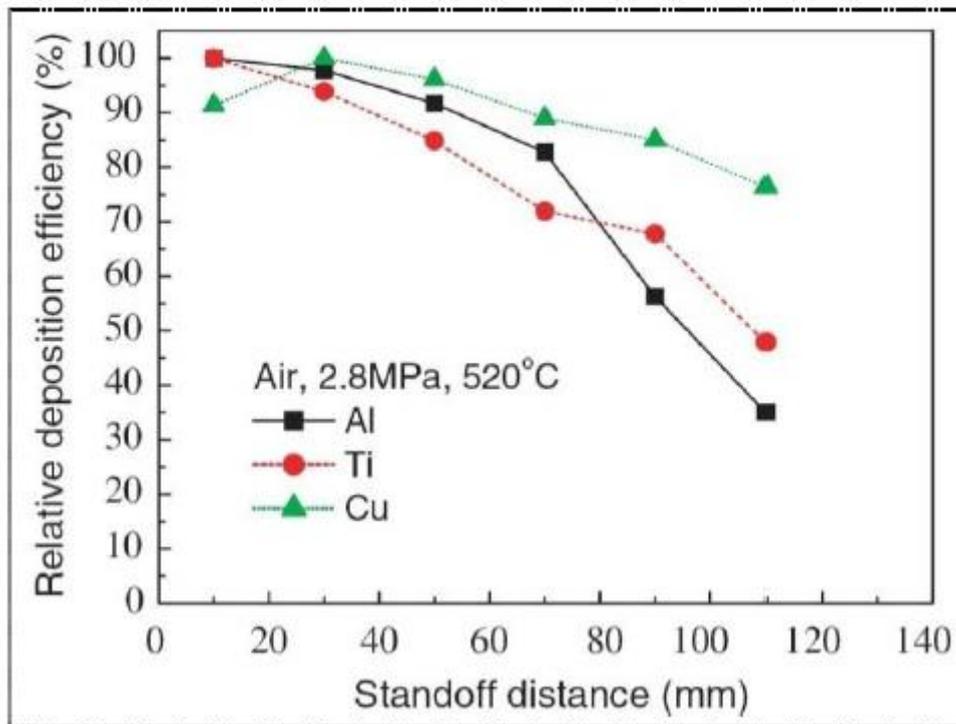


Figure I.16: Efficacité relative de dépôt en fonction des distances de projection [23].

I.3.7.5. Angle de projection

Lors de l'impact, le vecteur de vitesse d'impact des particules se décompose en une composante normale et une composante tangentielle repérée par rapport à la surface du substrat

Impact particule

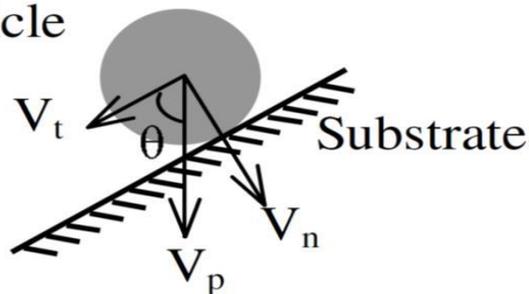


Figure I.17: Décomposition de la vitesse d'impact de particules projetées sous un angle (θ) de par rapport à la surface du substrat.

La composante tangentielle (V_t) et la composante normale (V_n) de la vectrice vitesse peuvent être exprimées comme suit :

$$\vec{V}_p \begin{cases} V_t = V_p \cos \theta \\ V_n = V_p \sin \theta \end{cases}$$

Où : V_p est la vitesse d'impact des particules, θ est l'angle de projection entre l'axe de buse et la surface du substrat. V_n diminue avec la diminution de θ [25].

Lorsque l'angle de projection diminue, la composante normale de la vitesse diminue, alors que celle tangente augmente, et une fois la valeur critique de la composante normale devient inférieure à la vitesse critique (seule la composante normale de la vitesse est importante pour la projection cold spray), la particule ne peut plus se déposer sur le substrat, ce qui nous mène à dire que l'angle de projection a une influence majeure sur le rendement de projection et sur l'adhérence du dépôt. Les projections sont généralement réalisées avec un angle de 90° , mais il peut diminuer selon la complexité de la pièce [25].

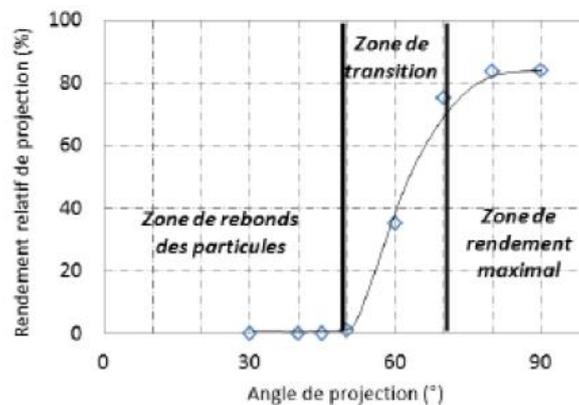


Figure I.18: Représente l'influence de l'angle de projection sur le rendement de dépôt d'aluminium 1050 sur des substrats en 2024-T3 [15].

On peut diviser la courbe en trois plages [15]:

- Entre 90° et 70° , l'angle de projection a peu d'influence et le rendement est maximal
- Entre 70° et 50° , le rendement de projection diminue jusqu'à ce qu'il soit quasiment nul, c'est la zone de transition.
- En dessous de 50° , le rendement est nul. Dans ce cas aucun revêtement n'est possible.

I.3.7.6. Géométries de la buse :

L'amélioration dans la conception des buses conduit à des vitesses de dépôt plus élevées et la capacité à déposer des particules plus grosses, ce qui se traduit par des revêtements plus denses et une efficacité de dépôt plus élevée. Les paramètres géométriques principaux de la buse sont le diamètre de l'entrée (D_i), le diamètre du col (D_t), le diamètre du sorti (D_e), la longueur du convergent (L_c) et la longueur du divergent (L_d). Le ratio de la surface de sortie et la surface du col est défini comme le ratio d'expansion. Pour une buse et un gaz donnés, un ratio d'expansion de la buse correspond à un certain nombre de Mach de sortie [23].

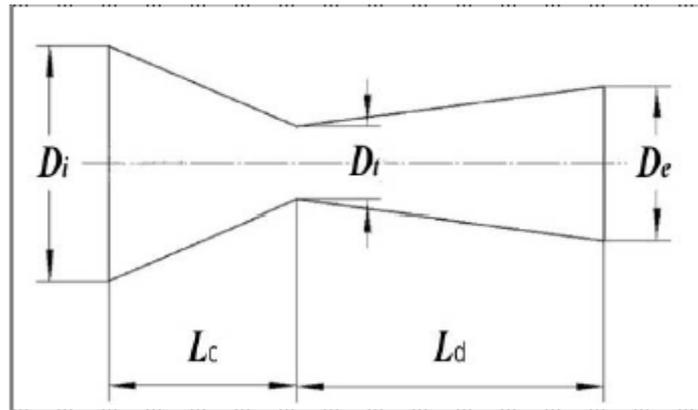


Figure I.19: Paramètres géométriques de la buse [23].

On admet que le diamètre de l'entrée, la longueur de la convergence de la buse et diamètre du col de la buse ont peu d'influence sur la vitesse de particules. Pour une buse donnée, plus le nombre de Mach de sortie est élevé, plus la vitesse du gaz est grande. Pour les particules légères ou de petites tailles, l'effet des interactions entre particules est très fort, même à courte distance et pour un nombre de Mach inférieur à 2. Il a été constaté que l'usage d'un nombre de Mach élevé pour des particules petites et/ou légères peut réduire significativement l'efficacité du procédé. C'est pourquoi, il existe un ratio d'expansion optimisé pour chaque buse [18, 23]. L'augmentation de la longueur de la buse a un effet significatif sur la vitesse des particules, mais la température peut avoir une tendance inverse.

I.3.8. Types de liaisons générées par cold spray :

Lors de l'impact, les particules de la poudre projetées sont déformées et des liaisons se créent entre le revêtement et le substrat engendrées par des différents phénomènes physiques et chimiques produits.

I.3.8.1. Phénoménologie de l'impact :

Pendant l'impact, on identifie deux phénomènes majeurs : le cisaillement adiabatique et la recristallisation dynamique. Deux mécanismes rentrent alors en compétition :

- L'écroutissage du matériau : le nombre de dislocations croît et augmente ainsi la résistance mécanique du matériau.
- L'adoucissement thermique : les déformations intenses provoquent une élévation de température, ce qui favorise le déplacement et l'annihilation des dislocations du matériau [17].

Cisaillement adiabatique

Pour que le cisaillement adiabatique localisé ait lieu, les particules doivent avoir une taille minimale précise. La granulométrie de la poudre influe l'élévation localisée de la température, cela est mis en évidence suite à une étude menée par Schmidt. La taille minimale de la particule dépend de plusieurs facteurs propres aux matériaux considérés, notamment la conductivité thermique de ce dernier. Une formule semi-empirique qui donne la taille minimale de la particule à projeter (d_{crit}) en fonction de la capacité thermique massique C_p et masse volumique (ρ) et de la vitesse d'impact (v_i) afin d'obtenir un cisaillement adiabatique a été mise en avant [17].

$$d_{crit} = 36 \cdot \frac{\lambda}{C_p \cdot \rho \cdot v_i}$$

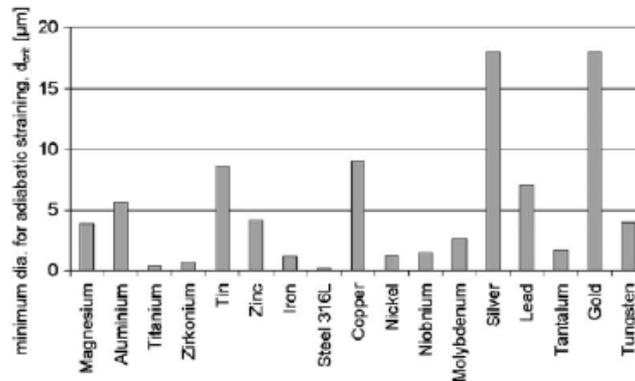


Figure I.20: Diamètre minimal des particules pour un cisaillement adiabatique en fonction du matériau projeté [17].

Pour un matériau donné, plus la conductivité thermique est élevée, plus la taille minimale de la particule est élevée. Pour l'argent et de l'or par exemple, la taille minimale des particules, pour satisfaire au phénomène de cisaillement adiabatique, est de l'ordre de 18 μm .

Recristallisation dynamique

A l'impact la vitesse des particules de poudre est élevée, produisant une déformation d'environ 10^9 s^{-1} et l'augmentation en température aux interfaces de l'ordre de $10^9 \text{ K}\cdot\text{s}^{-1}$, ce qui engendre des transformations microstructurales majeures qui sont engendrées de la vitesse élevée des particules de poudre. Les travaux de Borchers concernant des interfaces Cu/Cu ont permis d'identifier différentes zones sur un cliché MET [17] :

Zone A : Forte densité de dislocations s'arrangeant sous forme d'empilement (taille de grains $> 500 \text{ nm}$).

Zone B : Grains allongés très fortement déformés avec une très haute densité de dislocations au voisinage du joint de grain.

Zone C : Grains fins équiaxes (100 nm), zones très déformées au voisinage des joints de grains mais le centre des grains ne présente pas de dislocations.

Zone D : Grains recristallisés (1 μm) exempts de dislocation mais maclés.

C'est ce qui résume nettement l'ensemble du processus de recristallisation dynamique se produisant au cours de l'impact d'une particule par cold spray [17].

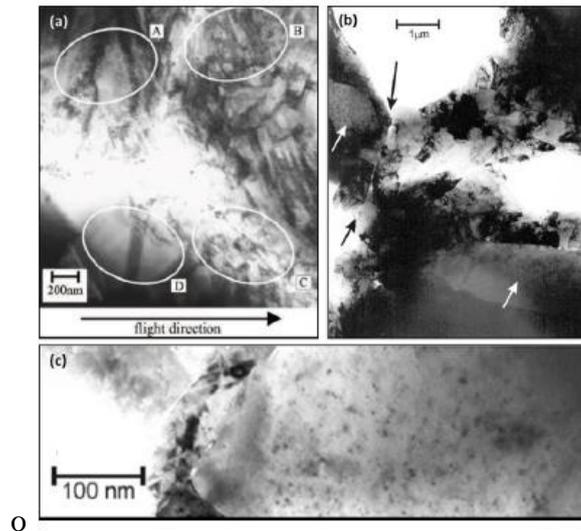


Figure I.21: Images MET:(a) d'une interface Cu/Cu, (b) d'un revêtement Cu (la flèche noire indiquant l'interface particule/particule et les flèches blanches indiquant des grains mouchetés et (c) grossissement des grains mouchetés [17].

I.3.8.2. Ancrage mécanique

Echelle globale

Pendant la projection dynamique par gaz froid, la pénétration des particules projetées à la surface du substrat peut être partielle ou complète, tout dépend de la dureté respective des matériaux et la topographie du substrat. On parle alors d'ancrage mécanique de la particule dans le substrat, ce qui engendre une liaison de type mécanique, ce dernier dépend de la dureté de la particule et de celle du substrat.

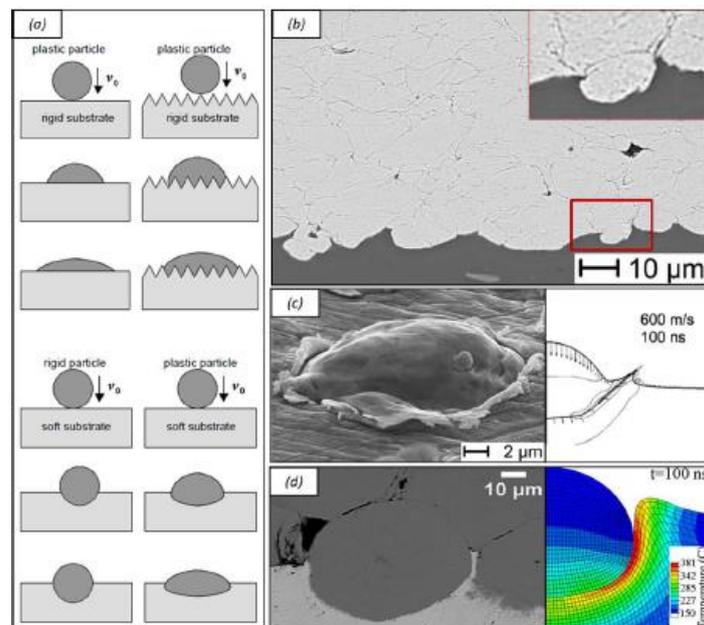


Figure I.22: Ancrage mécanique d'une particule dans un substrat : (a) différentes configurations suivant la dureté et la rugosité de surface des matériaux, (b) Cu/Al, (c) Cu/Cu, par voie expérimentale et numérique et (d) Ti/Al par voie expérimentale et numérique [17].

Echelle locale

La création de l'instabilité de cisaillement adiabatique entraîne le passage de la matière dans le domaine visqueux ce qui crée des liaisons mécaniques. Les fortes vitesses d'impact des particules favorisent la tenue mécanique du revêtement avec le substrat. Lors de l'impact, la déformation de la particule peut modifier de la géométrie de surface du substrat et engendre ainsi de fortes liaisons entre les deux matériaux[17]. D'autres approches de l'adhésion des particules projetées sont envisageables comme la diffusion.

Chapitre II : Métallisation des CMP et caractérisation

II. Métallisation des CMP et caractérisation

II.1.Introduction :

Dans cette partie, nous présentons l'intérêt de la métallisation des CMP et les différents procédés utilisés, ainsi que l'élaboration d'un revêtement par la méthode de Cold Spray sur un CMP. Nous citons par la suite quelques techniques de caractérisation des dépôts projetés qui permettent de contrôler ces revêtements et déterminer leurs propriétés.

II.2.Métallisation des CMP :

L'utilisation des composites à matrice polymère dans le domaine de l'aéronautique et le militaire a largement augmenté ces dernières années grâce à leur légèreté et rigidité, or L'innovation dans ces domaines suscite le développement des propriétés physiques et mécaniques des CMP. Certaines caractéristiques spéciales telles que la conductivité électrique, thermique et la résistance à l'érosion et aux rayonnements doivent être améliorées pour élargir encore plus les champs d'application de ces matériaux, pour cela, les chercheurs ont pensé à la métallisation des CMP et cela par plusieurs procédés, les plus courants sont le PVD (dépôt physique en phase vapeur), dépôt par projection thermique, la galvanoplastie et le dépôt électrolytique. Néanmoins, ces procédés présentent des inconvénients, tels que le coût élevé des équipements, limitations de la taille de la pièce produites par la technique de PVD, faible force d'adhérence, déformation de la surface du substrat résultant des particules fondues à haute température en projection thermique à flamme. Récemment, l'usage du procédé de projection thermique dynamique à froid (Cold Spray) pour la métallisation des CMP a éveillé un intérêt grandissant étant donné que le dépôt se fait par la déformation plastiques des particules de poudre à l'état solide, donc ça ne nécessite pas une température élevée qui pourrait dégrader le substrat.

II.2.1. Procédés de métallisation des CMP :

La métallisation des CMP peut être réalisée par une grande variété de procédés, parmi ces derniers on cite :

- Dépôt physique en phase vapeur (PVD) :

Le PVD est un procédé qui permet de déposer n'importe quel matériau solide, à l'exception de certains polymères, sur un substrat. Le PVD comprend des techniques telles que l'évaporation, le placage ionique et la pulvérisation cathodique. Selon la technique spécifique, le matériau est vaporisé. Les particules évaporées se condensent à la surface du substrat et produisent une liaison mécanique et/ou chimique. Néanmoins, le PVD est limité dans la taille des substrats, car il s'agit d'un procédé de revêtement sous vide. De plus, le PVD est souvent associée à des coûts d'équipement élevés[26, 27].

- Dépôt chimique en phase vapeur (CVD) :

Le CVD est un procédé qui utilise la décomposition thermique des fluorures, chlorures, bromures, iodures, organométalliques, hydrocarbures, trifluorures de phosphore et complexes d'ammoniac pour déposer des revêtements. Cependant, le CVD est un processus qui se repose sur une liaison chimique et/ou par diffusion pour produire des revêtements adhérents. Bien que le CVD est une technique qui produit des revêtements denses, uniformes et bien adhérents avec des microstructures contrôlées, la majorité de ces procédés fonctionnent à des températures élevées, ce qui entraîne la dégradation du CMP[26, 27].

Métallisation des CMP et caractérisation

- Galvanoplastie et le dépôt autocatalytique :

La galvanoplastie et le dépôt autocatalytique permettent de déposer un revêtement métallique sur CMP. Ces procédés à faible coût utilisent des courants pour dissoudre les ions d'une anode et les déposer sur une cathode à travers une solution. L'adhérence des revêtements de dépôt électrolytique et autocatalytique est généralement assurée par une liaison mécanique et/ou chimique[26, 27].

- La projection thermique :

Les procédés de projection thermique comprennent de nombreuses techniques, notamment la projection plasma, la projection à l'arc, la projection à flamme, la projection hypersonique (HVOF) et la projection à froid. Les dépôts formés sont obtenus par empilements successifs des gouttelettes liquides ou des particules semi-fondues ou solides[28].

Pour éviter la dégradation thermique des CMP, des études distinctes suggèrent l'utilisation de la projection dynamique à froid (cold spray). L'adhérence du revêtement est assurée par un ancrage mécanique des particules déformées plastiquement [11].

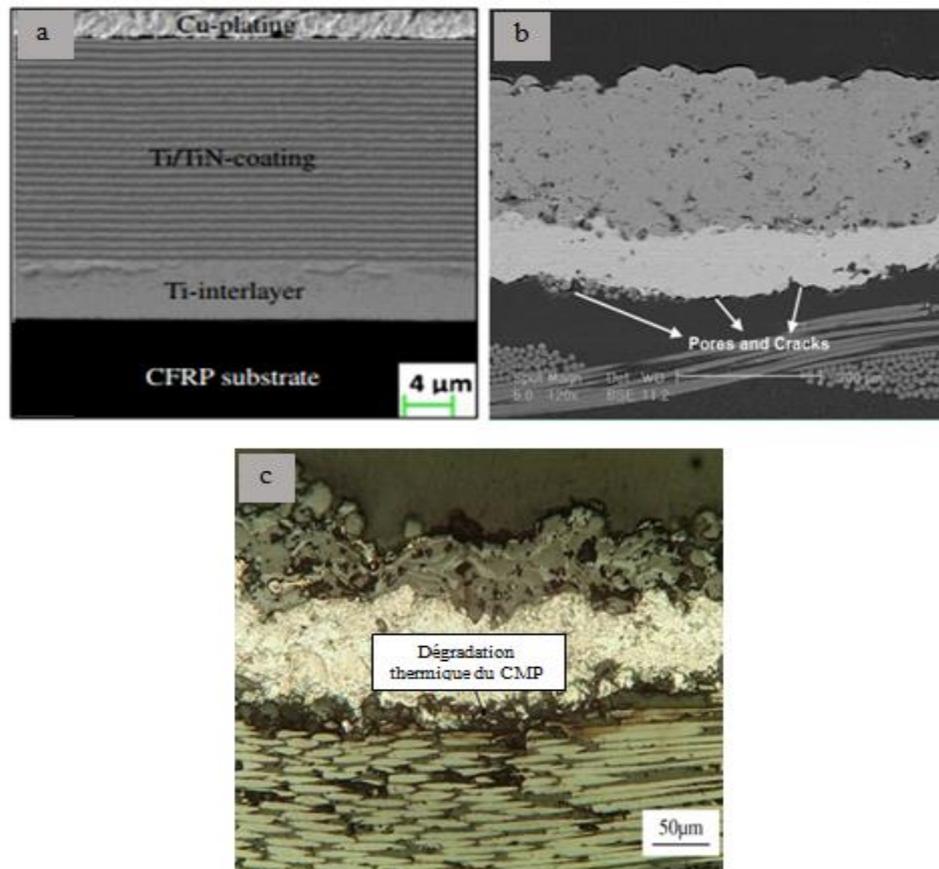


Figure II.1: Métallisation des CMP par : (a) CVD, (b) projection à flamme et par plasma et (c) projection à l'arc.

Métallisation des CMP et caractérisation

II.2.2. Revêtement sur CMP par cold spray (CS) :

Le seul mécanisme de liaison entre un revêtement métallique et un substrat polymère est l'ancrage mécanique.

Des difficultés ont été constatées au cours de l'élaboration du dépôt métallique par cold spray sur CMP. Les particules projetées érodent la matrice époxy, conduisant à l'exposition des fibres de carbone qui se fracturent ensuite sous les impacts répétés des particules. La figure II.2 montre les résultats des surfaces CMP érodées après projection à froid des poudres d'aluminium et de cuivre, respectivement[11, 29].

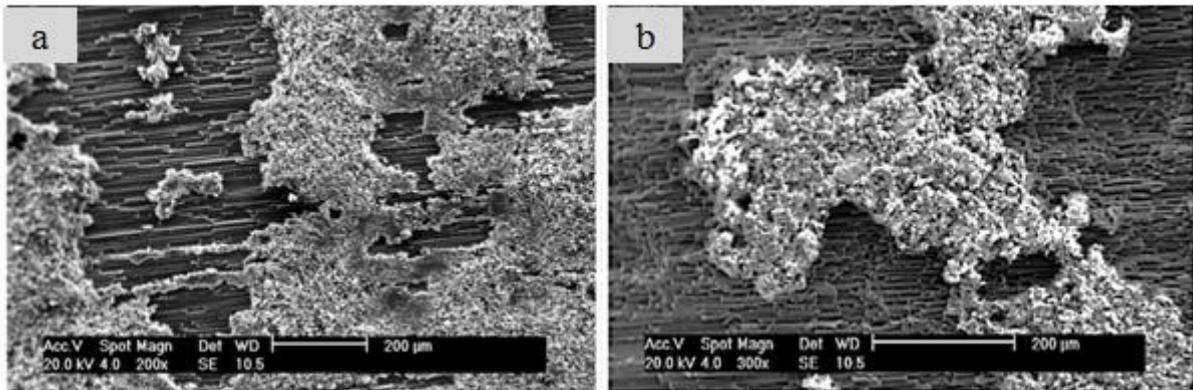


Figure II.2: Images MEB montrant l'érosion des CMP après projection thermique de : a) poudre d'aluminium ; b) poudre de cuivre [30].

Des études sur le dépôt de particules d'aluminium et de cuivre sur CMP ont montré que les particules de la poudre ne se déforment pas lors de l'impact sur les substrats en raison de la faible adhérence entre le CMP et les particules métalliques. L'incapacité à se déformer se traduit finalement par l'érosion du substrat (figure II.3).

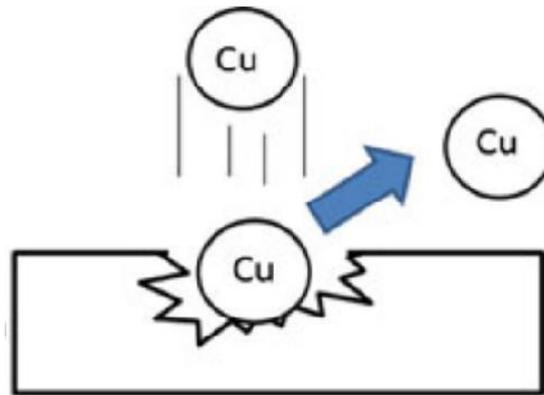


Figure II.3: Schéma montrant l'érosion d'un CMP par les particules de cuivre [31].

Contrairement à l'étain qui est un matériau mou, qui peut se déformer facilement lors d'un impact sur CMP. La fusion de l'étain engendre une déformation plus importante que celle observée à l'état solide[29].

Pour réduire l'érosion, plusieurs chercheurs ont proposé des solutions à ce problème.

Métallisation des CMP et caractérisation

-Une couche d'accrochage composée de particules métalliques noyées dans une matrice d'époxy a été déposée sur la face supérieure du CMP lors de l'élaboration. Cette solution a conduit à des revêtements ayant une meilleure cohésion et adhérence avec le substrat.

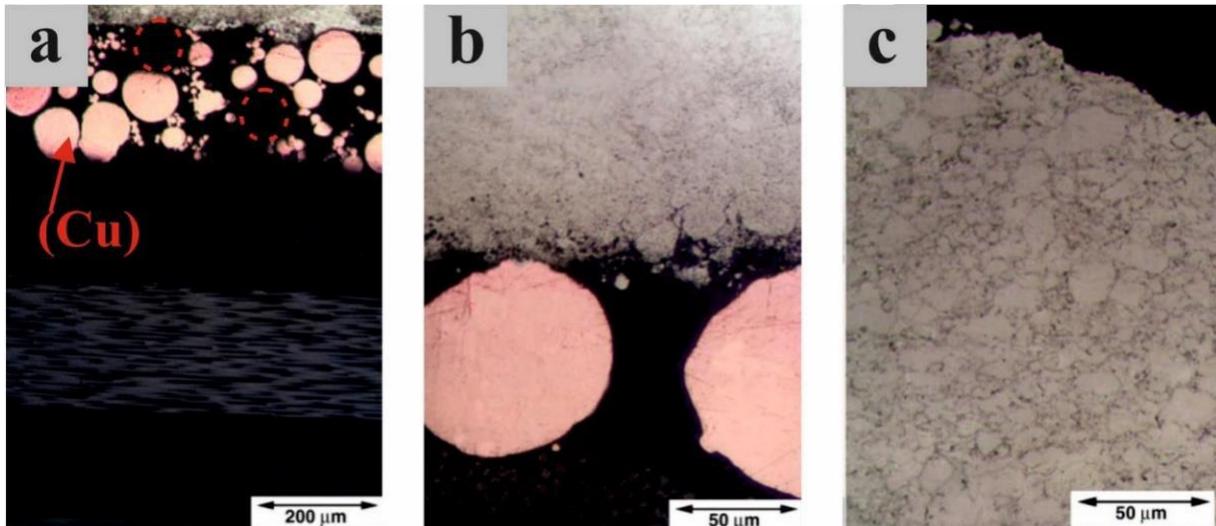


Figure II.4: Revêtement de zinc sur CMP par cold spray (substrat carbone/époxy couche de particule de cuivre et revêtement de zinc. (a), (b) et (c) représentent différents grossissements du même revêtement [11].

-Dépôt d'une couche intermédiaire avant la projection à froid. Cette couche peut être un revêtement d'étain déposé par CS ou bien un revêtement du même matériau que la couche finale, déposé par un procédé de projection thermique à haute température[29].

-Déposition des mélanges cuivre-PEEK sur CMP. Le PEEK construit la première couche sur le substrat, pour que les particules de cuivre adhèrent comme le montre la figure II.5-a, la présence de PEEK permet aux particules de cuivre de s'incruster dans du PEEK déjà déposé, comme le montre la figure II.5-b.

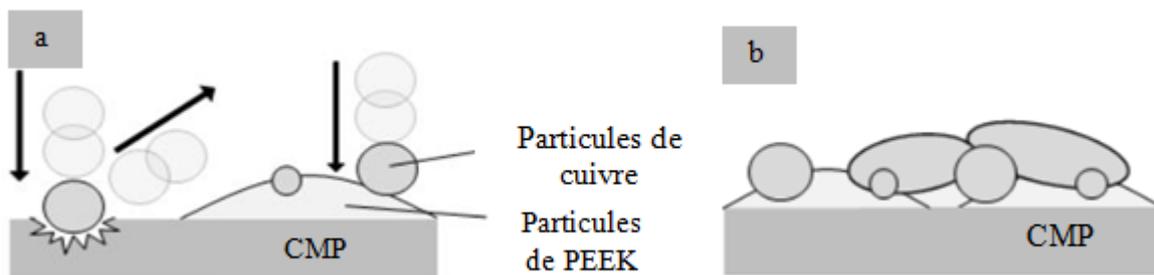


Figure II.5: Mécanisme d'ancrage des particules de la poudre : (a) formation d'une couche PEEK sur CMP, (b) déformation de la particule Cu [24].

II.3. Caractérisation des dépôts projetés thermiquement CS :

Afin de déterminer les propriétés du revêtement projeté thermiquement sur un composite, de nombreuses méthodes de caractérisation peuvent être utilisées.

Métallisation des CMP et caractérisation

II.3.1. Caractérisation par ultrasons :

Le contrôle non destructif par ultrasons est un procédé de recherche du manque de matière dans un matériau. Il permet de localiser et de dimensionner les discontinuités (défauts) à l'aide d'ondes acoustiques. Le contrôle US consiste à observer les échos produits par un manque de matière lors de la propagation d'une vibration de très hautes fréquences et de très courtes durées dans le matériau.

La vibration est transmise et reçue par un même capteur appelé transducteur ou palpeur qui comporte un élément piézoélectrique apte à transformer un signal électrique en vibration mécanique et inversement, le palpeur doit être en contact avec le matériau en ajoutant un gel pour assurer le passage des ondes, il peut aussi être immergé dans l'eau avec le matériau. Les ondes ultrasonores sont émises sous forme d'impulsions de quelques microsecondes et se propagent dans tout le matériau et sont réfléchies par tout obstacle se trouvant sur son parcours. Le parcours de l'onde ultrasonore définit le faisceau acoustique : il est directif et limité dans l'espace. Il peut être utilisé sur pratiquement tout type de matériau. Les fréquences, ou hauteurs de son, utilisées pour les tests par ultrasons sont plusieurs fois supérieures à la limite de l'audition humaine, le plus souvent dans la gamme de 500 KHz à 20 MHz[32].

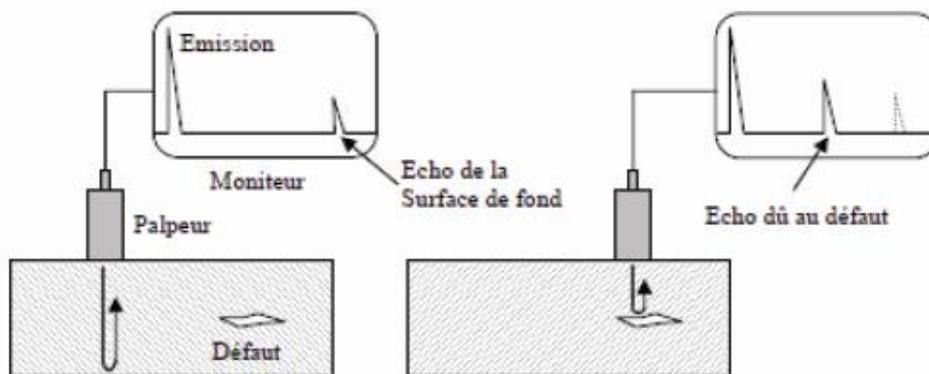


Figure II.6: Principe de fonctionnement des ultrasons[33].

Il existe deux méthodes pour recevoir la forme d'onde ultrasonore, la réflexion et l'atténuation :

En mode réflexion (ou écho d'impulsion), le palpeur effectue à la fois l'envoi et la réception des ondes émises, le signal étant renvoyé à l'appareil. Les ultrasons réfléchis proviennent d'une interface, telle que la paroi arrière de l'objet ou d'une imperfection de l'objet. L'appareil de diagnostic affiche ces résultats sous la forme d'un signal dont l'amplitude représente l'intensité de la réflexion et la distance, représentant le temps d'arrivée de la réflexion.

En mode d'atténuation (ou de transmission), un émetteur envoie des ultrasons à travers une surface, et un récepteur séparé détecte la quantité qui l'a atteint sur une autre surface après avoir traversé le milieu. Les imperfections ou autres conditions dans l'espace entre l'émetteur et le récepteur réduisent la quantité de son transmis, révélant ainsi leur présence. L'utilisation du coupleur augmente l'efficacité du processus en réduisant les pertes d'énergie des ondes ultrasonores dues à la séparation entre les surfaces

Les mesures de vitesse et d'atténuation des ondes ont été utilisées pour évaluer certains paramètres microstructuraux des aciers notamment le module de Young et le coefficient de

Métallisation des CMP et caractérisation

Poisson. Ainsi, il est possible de remonter à la texture et à la taille des grains pour des aciers destinés à l'emboutissage profond[33]

II.3.2. Nano-indentation :

C'est une technique d'indentation instrumentée permettant la détermination des propriétés mécaniques locales des matériaux. Elle peut aussi bien être appliquée aux matériaux massifs qu'aux revêtements aux couches minces[34].



Figure II.7: Appareil de la nano-indentation.

La nano-indentation consiste à mesurer la profondeur d'enfoncement d'un indenteur de géométrie connue dans un matériau dans le but d'obtenir ses propriétés élastoplastiques.

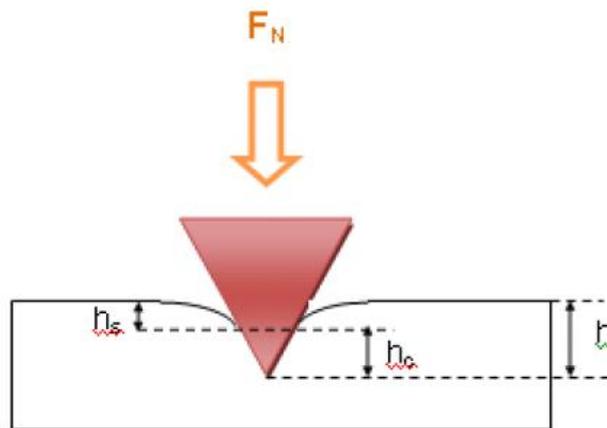


Figure II.8: Principe de la nano-indentation.

Durant un test d'indentation un système d'acquisition enregistre la force appliquée en fonction de la profondeur de pénétration de la pointe. Ces deux paramètres sont continuellement mesurés lors d'une phase de charge et d'une phase de décharge. Le résultat est une courbe charge-déplacement. Les deux principales propriétés mesurées par cette technique sont le module élastique (E) et la dureté (H)

Pour déterminer la dureté :

$$H = \frac{F_{max}}{A_c}$$

Pour déterminer le module d'élasticité :

Métallisation des CMP et caractérisation

$$S = \frac{\partial F}{\partial h} = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_r \sqrt{A_c}$$
$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu^2}{E}$$

Tel que :

E_r = module réduit

E_i = module de l'indenteur

E = module de l'échantillon

ν = coefficient de Poisson

A_c = l'aire de contact entre l'indenteur et l'échantillon

Grace à cette technique il est aussi possible de déterminer le fluage d'un matériau, le travail élastique et travail plastique et la ténacité.

II.3.3. Test d'adhérence :

L'essai d'attachement permet de mesurer la force minimale nécessaire à l'arrachement par traction d'un diamètre connu de revêtement sur métal, bois, béton et autres supports rigides.

L'essai est effectué en fixant les appareils de chargement qui assurent la force de traction perpendiculairement à la surface du revêtement. Ensuite, on applique un chargement. La force appliquée augmente progressivement et est surveillée jusqu'à ce qu'un morceau du revêtement soit détaché ou qu'une valeur spécifiée précédemment soit atteinte[35].



Figure II.9: Appareil utilisé pour le test d'adhérence.

II.3.4. Test d'usure :

Grace à un tribomètre, le taux d'usure peut être déterminé. L'objectif des essais tribologiques est d'évaluer les réponses d'un système (force de frottement, usure, bruits et vibrations, échauffement...) en fonction des sollicitations données (pression de contact, vitesse de glissement, température...) en jouant sur des différents paramètres (température, humidité, vitesse de glissement...). Les résultats des tests tribologiques conduisent à des données de frottement et d'usure qui peuvent être présentées de manières diverses[36].

Métallisation des CMP et caractérisation

Classiquement, ces données tribologiques peuvent être montrées sous forme de frictiogrammes, de diagrammes de transition ou de cartes souvent d'usure.

Parmi les systèmes de mesure du taux d'usure, on cite Le tribomètre pion-plan à mouvement alternatif qui est un modèle de tribomètres très courant, il est montré sur la figure II.10. La mesure de l'usure est réalisée par un capteur de distance afin d'observer l'évolution de l'usure durant l'essai[37].

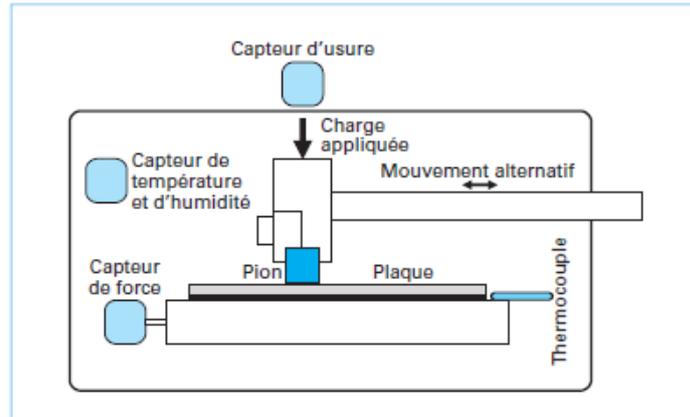


Figure II.10: Schéma du tribomètre.

Chapitre III : Partie expérimentale

Partie expérimentale

III. Partie expérimentale :

III.1. Introduction :

L'objectif de cette étude est la caractérisation d'un revêtement composite à matrice métallique (Al-Al₂O₃) déposé sur deux types de substrat composite à matrice polymère (CMP) par le procédé de projection dynamique à froid (Cold Spray). Afin d'améliorer la déposition, on a ajouté du nylon à de différentes proportions à la poudre initiale. En effet, La projection thermique a été faite par l'équipe du Cold Spray Lab avec la supervision du Dr. Yandouzi au sein de l'université d'Ottawa (CANADA). Les échantillons ont été préparés et caractérisés dans les laboratoires du centre de recherche en technologie industrielles (CRTI).

Dans un premier temps, nous allons présenter les matériaux utilisés dans notre étude, ainsi que la technique de projection thermique par laquelle le revêtement a été élaboré.

Ensuite, nous allons présenter les différentes méthodes de caractérisation utilisées : contrôle par ultrasons, nano indentation, test de dureté, tests tribologiques, ainsi que la micrographie optique et par MEB.

III.2. Matériaux utilisés :

III.2.1. Substrat :

Le substrat utilisé est un composite à matrice polymère. Afin d'identifier l'effet de la surface des CMP sur la déposition des revêtements métalliques, deux types de substrats ont été utilisés, substrat Sub1 qui est un CMP sans modification de la surface supérieure, figure III.1. Ce substrat présente une couche de surplus d'époxy à la surface supérieure. Le deuxième substrat Sub2 est un CMP avec une couche supérieure renforcée par un tissu en aluminium, figure III.2. Le rôle principal de cette couche est de protéger le CMP contre les effets du processus de revêtement par projection thermique et également de favoriser l'adhérence du revêtement.

Substrat 1 (Sub1) :

C'est un CMP commercial délivré par la compagnie aéronautique Boeing nommée BMS (BMS 8-276) et il est largement utilisé pour l'avion 787. Ce matériel est produit sous forme de plaques de (100 mm x 150 mm) et d'une épaisseur d'environ 6,35 mm (mesurée par photo macro). Ce CMP est constitué d'une matrice époxy renforcée par des fibres continues et unidirectionnelles de carbone qui forment des plis orientés à 0° ou à 90°. Le coefficient de dilatation thermique du BMS 8-276 est de 1,4 et la température de dégradation est en dessous de 500°C.

Partie expérimentale

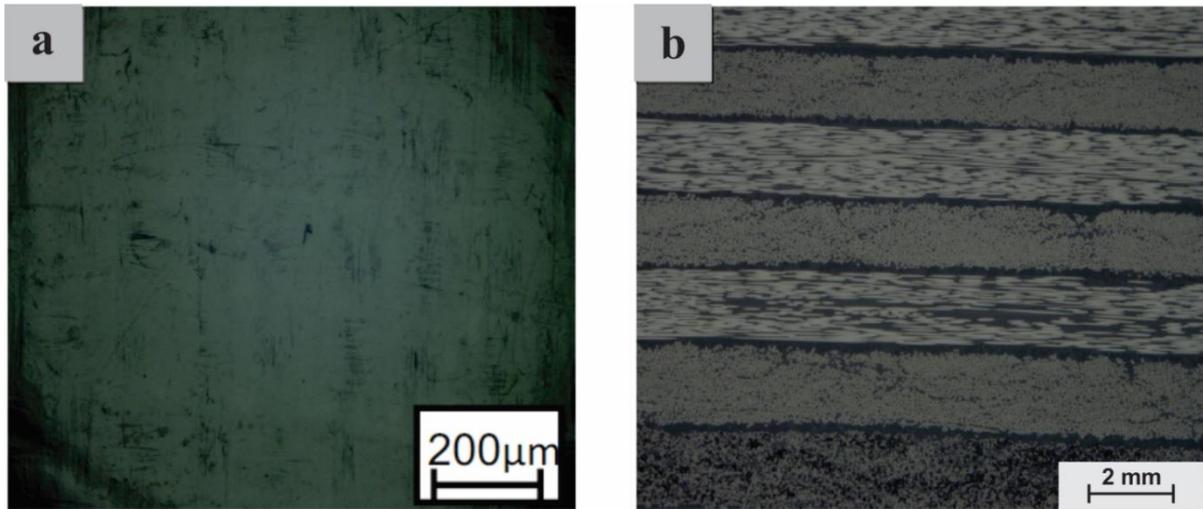


Figure III.1: Image du substrat CMP Sub1 avant la projection thermique. (a) : La surface du substrat. (b): Image MO de la section transversale montrant les plis du substrat.

Substrat 2 (Sub2) :

Ce substrat a été réalisé au sein de la base de maintenance d’Air Algérie par l’équipe d’atelier composite. La technique d’élaboration est le moulage sous-vide qui est généralement utilisé par la compagnie pour réparer les pièces endommagées en composites. Ce composite a été utilisé par Rezzoug et al[38] comme substrat avec succès pour former un revêtement de zinc par projection à l’arc électrique.

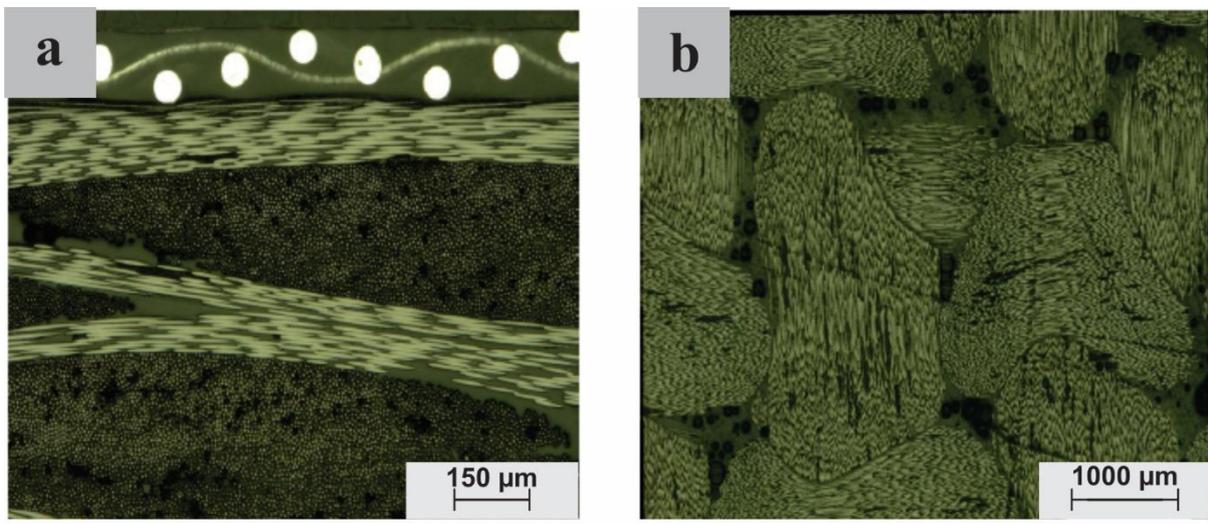


Figure III.2: Image du substrat CMP Sub2 avant la projection thermique. (a) : Une coupe montrant couches des fibres tissées. (b) : La surface du substrat montrant le tissu d’aluminium.

Partie expérimentale

III.2.1.1.1. La matrice

C'est une résine thermodurcissable d'époxy de marque commerciale EPOCAST 50-A1, fabriquée par la compagnie HUNTSMAN (Huntsman Advanced Materials AmericasInc, Los Angeles, CA, États-Unis). Cette résine est destinée à la stratification due à sa bonne mouillabilité des renforts. La polymérisation de la résine (monomères époxydes) nécessite un produit additif de réticulation servant à la faire durcir. Le durcisseur utilisé est de référence HARDENER 946, aussi fabriqué par HUNTSMAN.

Les principales caractéristiques de la résine et le durcisseur sont regroupés dans le Tableau III.1.

Tableau III.1: Caractéristiques de l'époxy EPOCAST 50-A1 et du durcisseur 946 [11].

Propriétés	Résines 50-A1	Durcisseur 946
Densité (g/cm ³)	1,21	1,05
Viscosité à 25 °C (mg.cm ⁻¹ .s ⁻¹)	77,7	4000
Temps de vie à 25 °C et sans ouverture du conteneur (mois)	12	12

III.2.1.2. Le renfort :

Le renfort utilisé est un tissu TAFTAS en fibre de carbone qui répond au standard BMS (Boeing MaterialSpecification) BMS9-8 REV T TYPE 1 CLASSE 2. Ce tissu est fabriqué par la compagnie Hexcel (HexForce™ 282, Hexcel, Seguin, TX, États-Unis) et est préconisé par Boeing pour les travaux de réparation des pièces d'avion.

Le renfort est constitué de fibres de carbone unidirectionnelles d'un diamètre de $\phi \approx 10$ μm . Un faisceau de fibres contenant 3000 fibres de carbone constitue une mèche. Ces mèches sont tissées par un tissage de type TAFTA où chaque mèche de chaîne (verticale) passe au-dessus puis au-dessous de chaque mèche de trame (horizontale) et réciproquement.

III.2.1.3. Tissu d'Aluminium

Le substrat Sub2 est un CMP renforcé par une couche d'aluminium montrée sur la figure III.3. Ce type de tissu est largement utilisé dans les applications structurelles en aérospatiales pour une protection contre les foudres pour les pièces en plastique. L'utilisation de ce type de tissu a pour but d'améliorer l'ancrage mécanique et donc l'adhérence du revêtement.

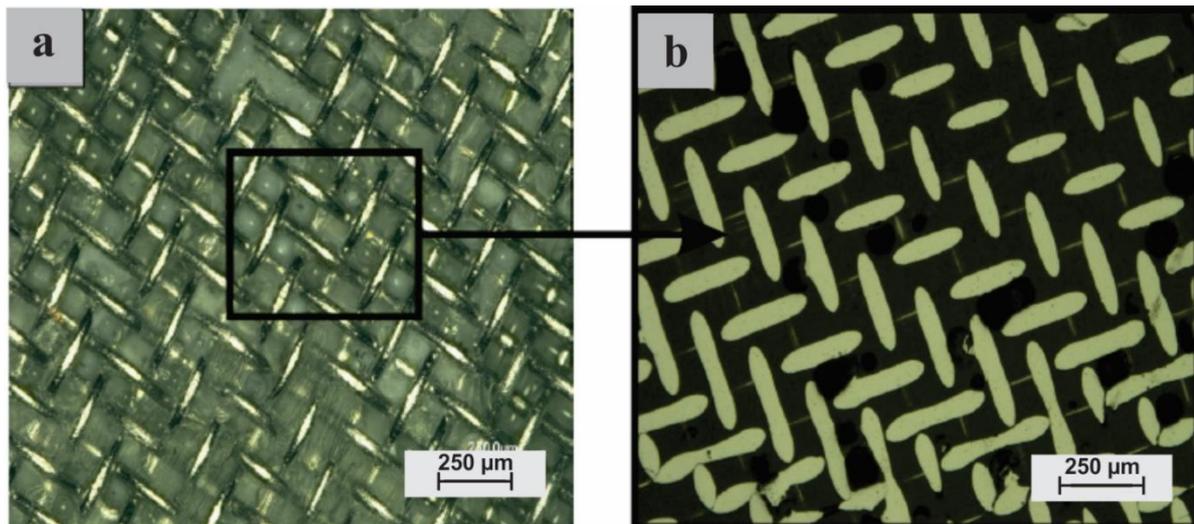


Figure III.3: Tissu d'aluminium. (a): Grandissement x100 du tissu (surface brut). (b): Grandissement x300 du tissu (avec polissage).

III.2.2. Poudres de projection thermique

L'objectif du procédé est de déposer un revêtement CMM. La poudre étudiée est un mélange d'aluminium-alumine, à laquelle on a ajouté une poudre de nylon. Le but de l'ajout du nylon est de favoriser l'adhérence du revêtement au substrat

III.2.2.1. Poudre Al-Al₂O₃

L'alumine est une céramique très utilisée pour les revêtements anti-usure. Sa faible densité est cohérente avec l'objectif d'allègement de structures. C'est ce qui fait de l'alumine un matériau adapté pour un dépôt anti-usure sur un matériau composite [39]. Les caractéristiques principales de l'alumine sont résumées dans le Tableau III.2.

Tableau III.2: Propriétés de l'alumine [39].

Propriétés	Alumine
Masse volumiques (kg/m ³)	3980
Température de fusion (°C)	2054
Résistance à la traction (MPa)	350-588
Module de Young (GPa)	343-390
Dureté Vickers (HV)	1200-2060
Coefficient de dilatation thermique (K ⁻¹)	7-7,9.10 ⁻⁶

Partie expérimentale

III.2.2.2. Poudre de nylon :

Le nylon est un polymère de condensation dont les unités de base sont liées par des liaisons amides.

La poudre de nylon 6-6 commerciale est utilisée pour ses caractéristiques indiquées par le fournisseur (CastolinEutectic, Lausanne, Switzerland). La poudre est de morphologie sphérique avec des particules de taille moyenne de 45 μm , qui varie de 28 μm à 76 μm

Le nylon par ses propriétés liées à l'adhésion est utilisé pour augmenter les propriétés du revêtement Al-Al₂O₃. Des proportions différentes de la poudre de nylon ont été utilisées afin de constater l'influence du nylon sur l'adhérence du revêtement au substrat. La microstructure des particules du mélange de la poudre est montrée sur la figure III.4.

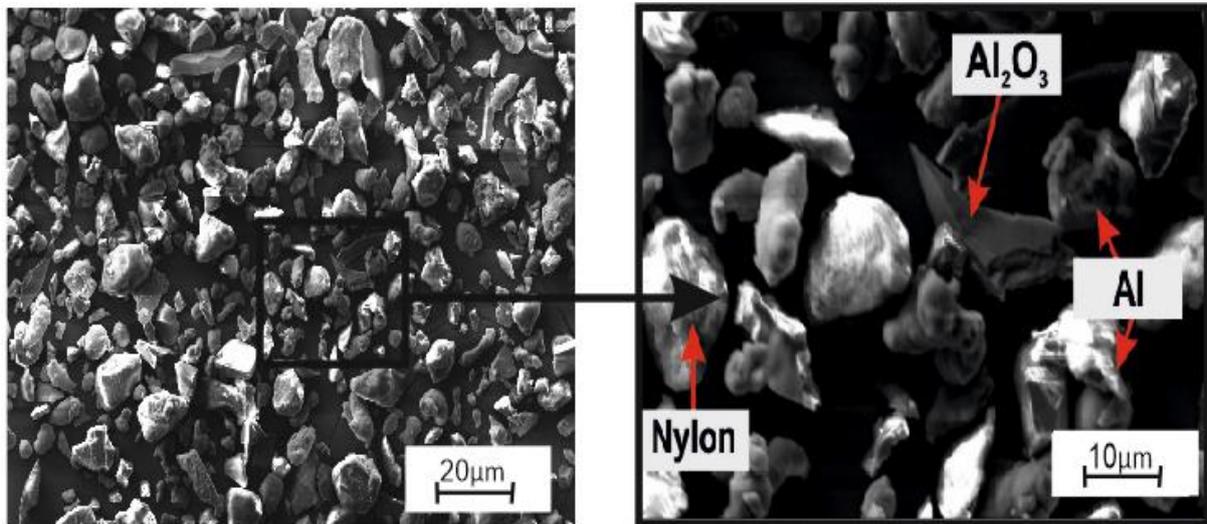


Figure III.4: Microstructure des particules de la poudre Al- Al₂O₃-Nylon observée sous MEB.

Partie expérimentale

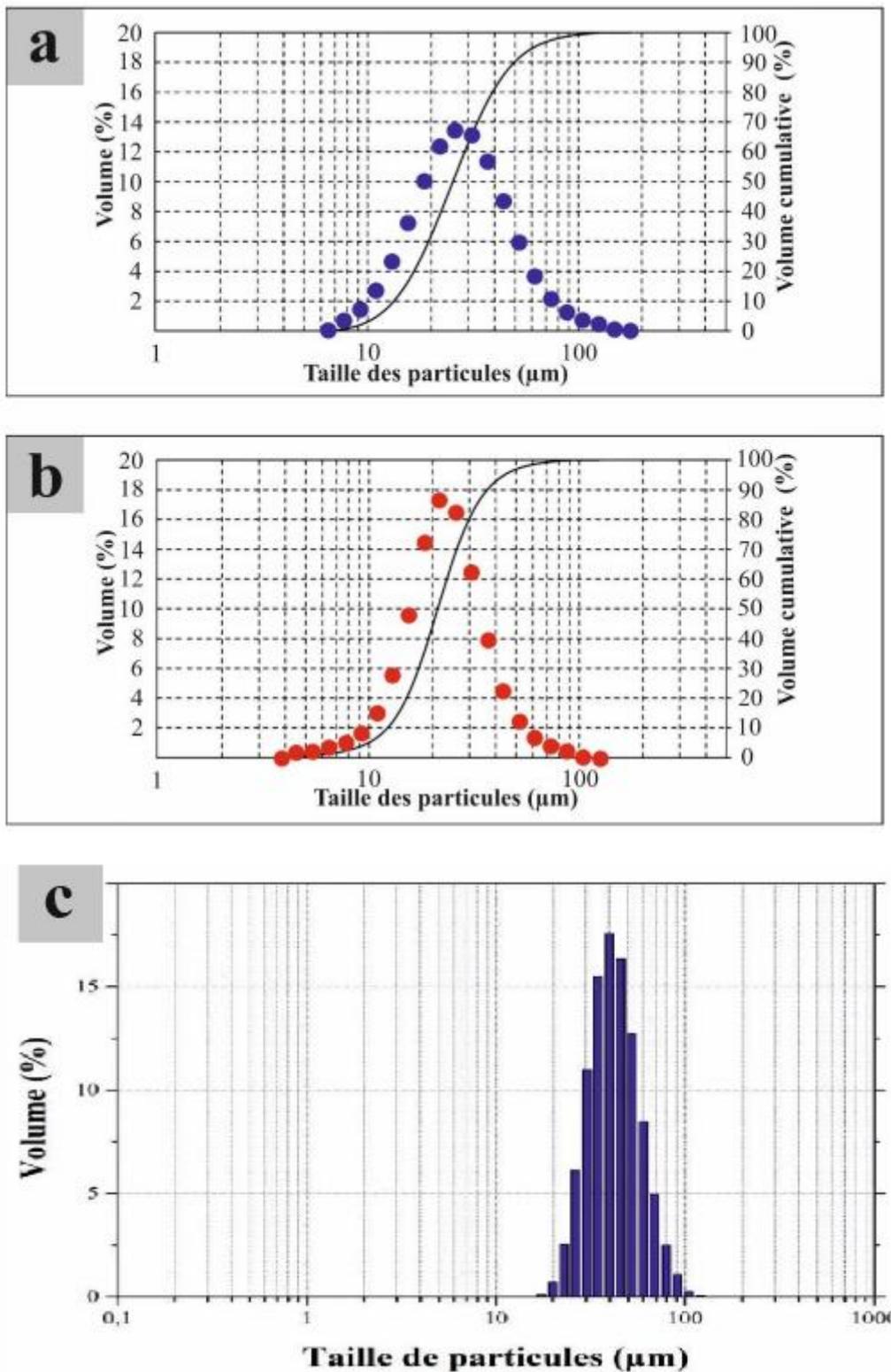


Figure III.5: Répartition granulométrique des poudres. (a): Aluminium. (b) : Alumine. (c) : Nylon[11].

La figure III.5 présente la distribution granulométrique de ces poudres, révélant une taille de particule moyenne de 26 µm pour la poudre d'aluminium, 22 µm pour les particules d'alumine, ainsi qu'une taille moyenne de de 45µm pour les particules de nylon.

Partie expérimentale

III.3. Projection thermique par gaz à froid (Cold Spray) :

Le procédé CS est une technique de revêtement dans laquelle des particules de poudre sont accélérées à des vitesses atteignant 1500 m/s par un jet de gaz supersonique, Ces particules subissent une déformation importante lors de l'impact avec le substrat, formant ainsi un revêtement. La qualité du revêtement dépend de la poudre et du substrat, ainsi que les paramètres de projection (le gaz, la pression, la température, et la vitesse des particules) [16].

III.3.1. Système de projection dynamique à froid (cold spray) :

L'ensemble du système SST-P, fabriqué par Centerline (Windsor) Ltd (Supersonic Spray Technologies, CenterLine Windsor Limited, Canada) se caractérise par sa simplicité, il comprend le réchauffeur à gaz, la buse d'accompagnement, un pistolet, le dispositif d'alimentation en poudre, la chambre de pulvérisation et une cabine de contrôle pour surveiller et contrôler les paramètres de projection

Chambre de projection : Le pistolet et le substrat sont introduits dans une chambre de projection, le pistolet est installé sur la tête d'un robot programmable capable d'atteindre une vitesse de 500 mm/s. Les paramètres de déplacement sont modifiés en utilisant une interface fournie par IAI AmericaInc[11].

Alimentation de la poudre : Un dispositif d'alimentation de poudre commerciale (Rotary Powder Feeder AT-1200, THERMACH Inc, HORTONVILLE, WI, États-Unis) a été utilisé. Un système de commande contenant une roue rotative qui contient des trous a été installé afin d'injecter une quantité spécifique de poudre dans le flux gazeux [23]. La poudre est alors poussée dans une ouverture et elle est traînée vers la buse via l'orifice [11].

La buse : La buse est le composant le plus important. Elle est responsable de l'accélération du gaz d'entraînement à une vitesse supersonique. La poudre est injectée dans l'orifice. Par la suite, elle passe à travers la buse divergente pour enfin se déposer sur le substrat [11].

Des points de contrôle à côté de l'entrée de la buse sont nécessaires pour mesurer la pression et la température des gaz dont les valeurs seront transférées à l'unité de contrôle[23].

Cabine de contrôle : Elle contrôle les paramètres de projection (la température de la poudre, la quantité du gaz injecté et la pression du gaz).

Partie expérimentale

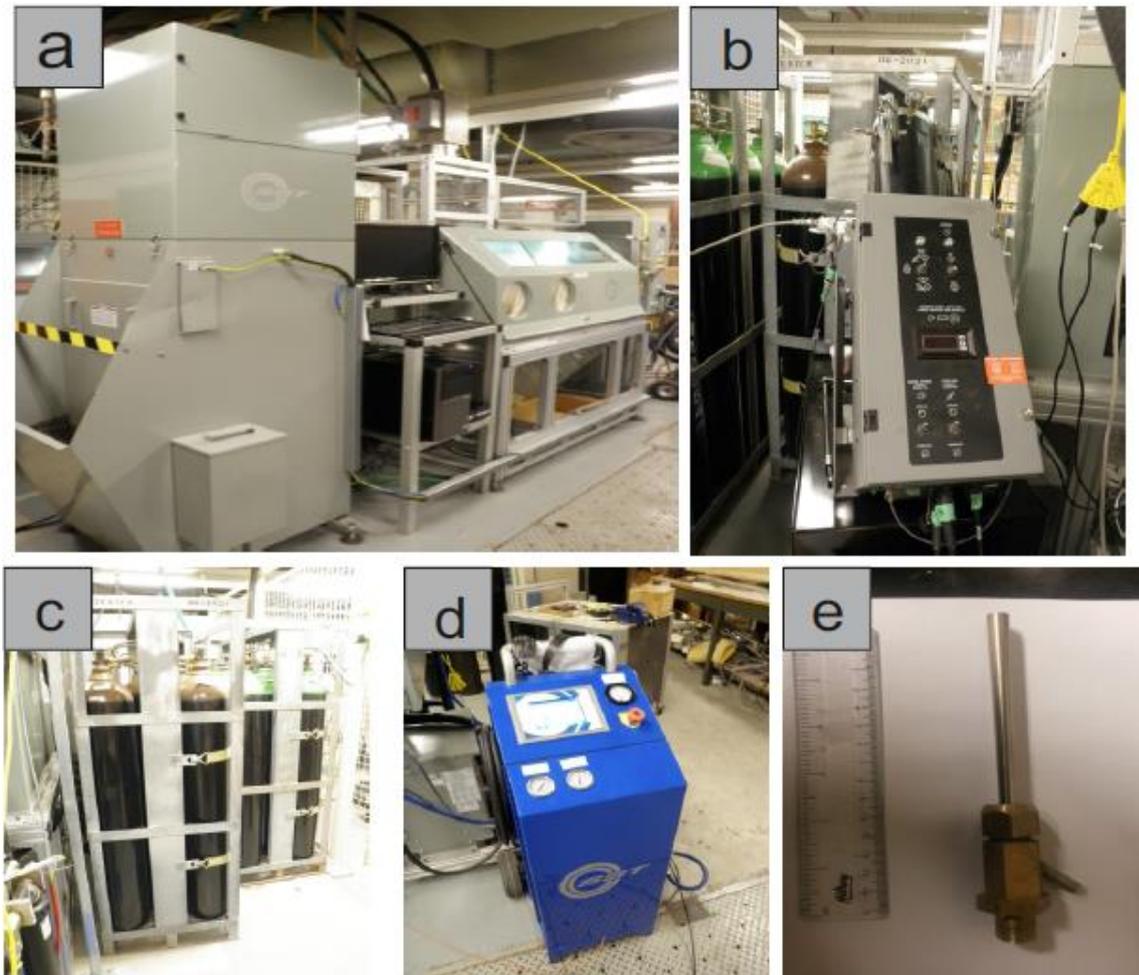


Figure III.6: Système de projection dynamique à froid thermique Cold Spray. (a): Chambre de projection. (b) : Système d'alimentation de la poudre. (c) : Réserve de gaz. (d) : Cabine de contrôle. (e) : Buse de projection.

III.4. Caractérisation :

III.4.1. Microscope électronique à balayage (MEB)

Cet appareillage permet de caractériser la surface et de déterminer la composition chimique d'un matériau. La microscopie électronique à balayage est une technique d'imagerie employée pour connaître la morphologie, la topologie de surface, la composition chimique et fournir des informations cristallographiques (structure atomique). Cette technique permet d'analyser d'une multitude d'échantillons de toutes formes, compositions et tailles[40]. Les matériaux non conducteurs doivent être recouverts d'une mince couche conductrice.

Principe:

Le faisceau d'électrons balaye la surface de l'échantillon, un détecteur récupère de manière synchrone un signal induit par cette sonde pour en former une image, cartographie de l'intensité de ce signal. Sous l'impact du faisceau d'électrons, il y a essentiellement[40]:

- Rétrodiffusion d'électrons du faisceau incident avec plus ou moins de perte d'énergie
- Émission d'électrons secondaires de faible énergie, provenant des couches externes des atomes de l'échantillon
- Émission de rayons X, concurrentiellement avec les électrons Auger

Partie expérimentale

- Émission de photons UV-visible,
- Écoulement d'un courant vers la masse.

Tous ces signaux peuvent servir à former une image. Le détecteur de base du MEB récupère un mélange en proportion variable d'électrons secondaires et d'électrons rétrodiffusés. D'autres détecteurs permettent de discriminer les électrons secondaires des électrons rétrodiffusés.

Pour étudier la microstructure des particules de la poudre et la morphologie des fibres et celle de la surface des échantillons, un microscope électronique à balayage ZEISS Sigma 300 VP (Carl Zeiss, Oberkochen, Allemagne) a été utilisée (la figure III.7).

Vu que nos échantillons ne sont pas conducteurs un traitement de métallisation avec de l'or a été appliqué pour faciliter l'évacuation des charges électriques lors de l'observation avec le MEB.



Figure III.7: Microscope électronique à balayage (MEB).

III.4.2. Microscope optique :

Le microscope optique ou microscope photonique est un instrument d'optique, doté de deux lentilles. La première : l'objectif, sert à grossir l'image et fonctionne comme une lentille convergente. La deuxième: l'oculaire, sert à former une image qui ne nécessite pas d'effort pour l'œil humain[41]. Des instruments supplémentaires permettent de régler la quantité de lumière (le diaphragme) ou la mise au point (molettes liées à un système de crémaillère) pour affiner l'observation de l'échantillon placé sur la platine porte-échantillon.

Dans notre étude, l'analyse microstructurale et l'épaisseur du revêtement sont déterminés à partir des clichés obtenus par deux microscopes optiques : Nikon ECLIPSE LV100ND figure III.8-a qui permet l'observation des échantillons, avec un grandissement qui varie de $x50$ à $x1500$, et un microscope stéréoscopique figure III.8-b Nikon modèle SMZ745 qui permet un grandissement de $x6.7$ à $x50$. Ces deux microscopes sont accompagnés d'un appareil photo et d'un ordinateur permettant l'acquisition et le traitement des images obtenues.

Partie expérimentale

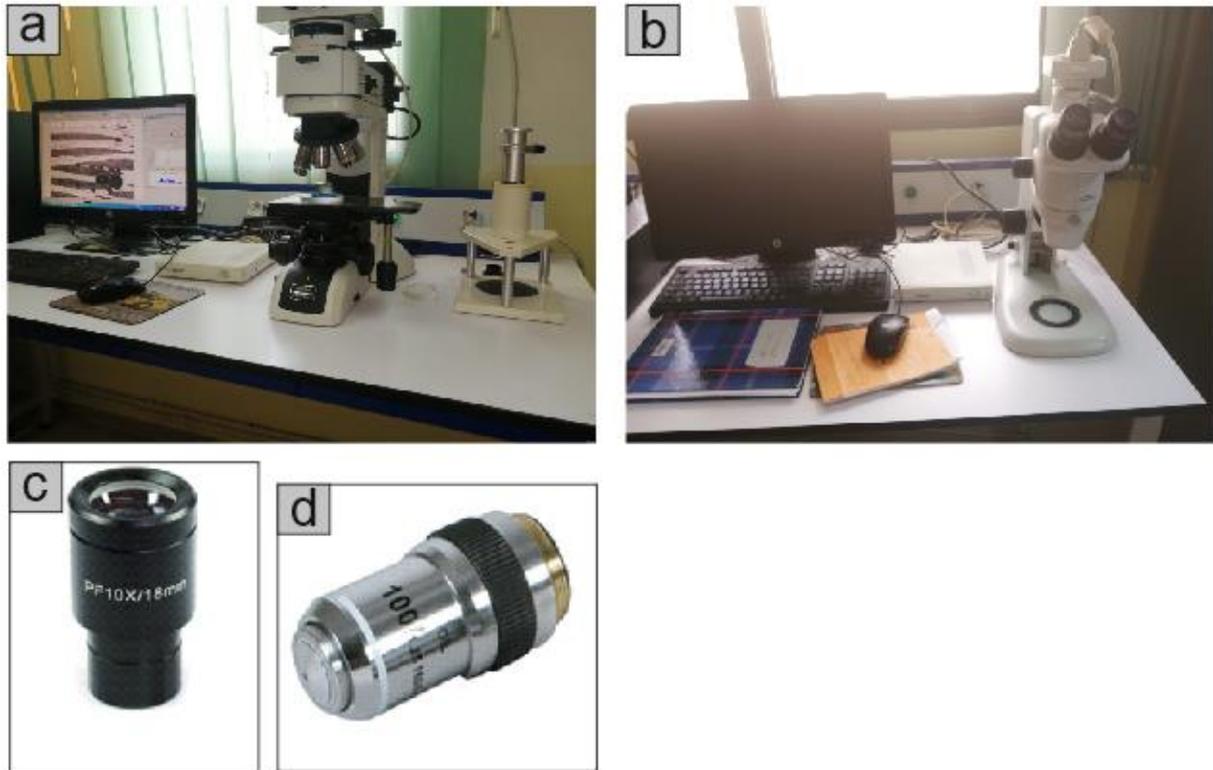


Figure III.8: Microscope optique. (a): microscope optique microscope optique Nikon ECLIPSE LV100ND. (b): microscope optique Nikon modèle SMZ745. (c): oculaire. (d): objectif.

III.4.3. Contrôle par ultrasons :

Dans notre étude les ultrasons sont utilisés comme moyen de contrôle et de détection des éventuels défauts présents dans le revêtement. Dans ce cas, on a utilisé le mode de réflexion, le palpeur effectue à la fois l'envoi et la réception des ondes émises, le "signal" étant renvoyé à l'appareil (figure III.9). Les ultrasons réfléchis proviennent d'une interface, comme la paroi arrière de l'échantillon, l'interface revêtement-substrat ou un défaut présent dans le matériau. L'oscilloscope affiche ces résultats sous la forme d'un signal dont les pics représentent la réflexion de l'onde.

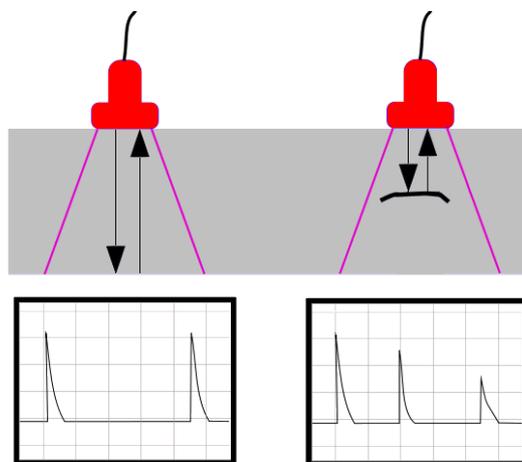


Figure III.9: Schéma du CND par ultrasons[7].

La figure III.10 représente le système de CND par ultrasons.

Partie expérimentale



Figure III.10: Système de CND par ultrasons. (a): visualisation des résultats du test d'US sur oscilloscope. (b): palpeur-échantillon.

III.4.4. Test d'adhésion

Le but de ce test est de déterminer la force nécessaire pour arracher le revêtement, en plaçant le plot sur le revêtement et appliquer une force de traction perpendiculaire. La figure III.12 montre le détachement d'une partie du revêtement après le test d'adhérence.

Le testeur d'adhérence utilisé est de marque PosiTest (figure III.11).



Figure III.11: Testeur d'adhésion portatif.

Partie expérimentale



Figure III.12: Le plot utilisé pour le test d'adhérence.

III.4.5. Essai de dureté :

La dureté peut être définie comme une mesure de la résistance à la déformation. La machine de mesure de la dureté est de type Vickers de marque INNOVATEST(NEMESIS) (figure III.14) dont le poids varie entre 10 et 150 kgf.

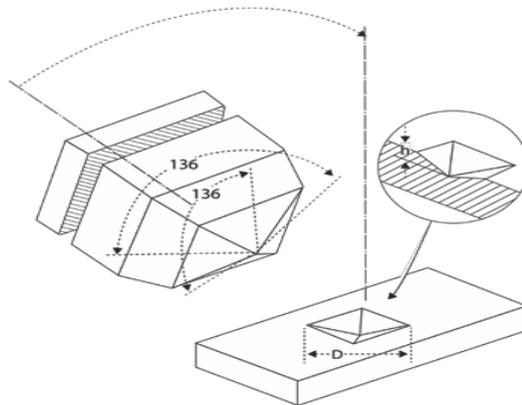


Figure III.13: Principe du test de dureté.

Ce test nous a permis d'évaluer la dureté du revêtement projeté, en appliquant une charge sur des points différents du revêtement, l'indenteur est sous forme de pyramide à base carrée (mode Vickers). L'empreinte laissée par le pénétrateur est utilisée pour calculer la dureté.

$$HV = \frac{1.854 F}{d^2}$$

Tel que :

F : Est la force appliquée

Partie expérimentale

d : Est la diagonale de l'empreinte (mm)

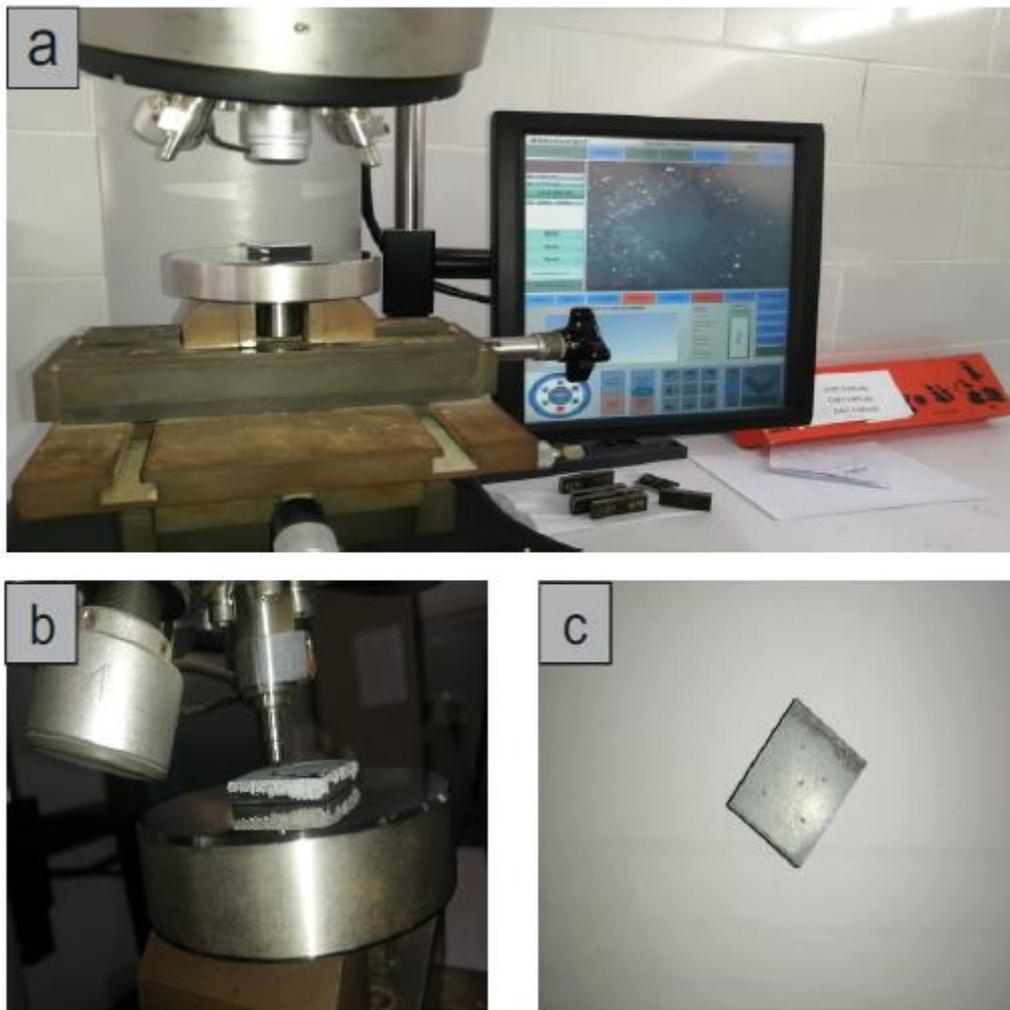


Figure III.14: Test de dureté. (a),(b): Equipement du test de dureté. (c): Echantillon après l'essai.

III.4.6. Essai de Nano-indentation :

Ce test permet de caractériser les propriétés mécaniques individuelles des particules d'alumine, aluminium et nylon avant et après projection et ainsi visualiser la courbe Charge-Profondeur de pénétration.

L'appareil utilisé est le nano-indenteur Anton Paar TTX-NHT3 (figure III.15). C'est un instrument de contrôle de surface. Le microscope à multi objectifs accompagnant l'appareil permet une bonne inspection de la surface, et donne une vue sur l'échantillon en entier ou cible des zones de mesures spécifiques. Le porte-échantillon se déplace dans les deux axes XY avec une précision de positionnement de $1\mu\text{m}$. Au cours du test, il est possible de mesurer la profondeur de la pénétration de l'indenteur sans aucune déviation. La pointe indente l'échantillon avec une force qui peut varier de 1mN à 500mN . L'appareil est relié à un ordinateur qui permet de visualiser l'échantillon sous microscope et d'effectuer l'analyse de la nano-indentation. Plusieurs propriétés de l'échantillon peuvent être déterminées par ce test, notamment la dureté et le module d'élasticité. C'est un instrument polyvalent pour la mesure des propriétés des matériaux.

Partie expérimentale

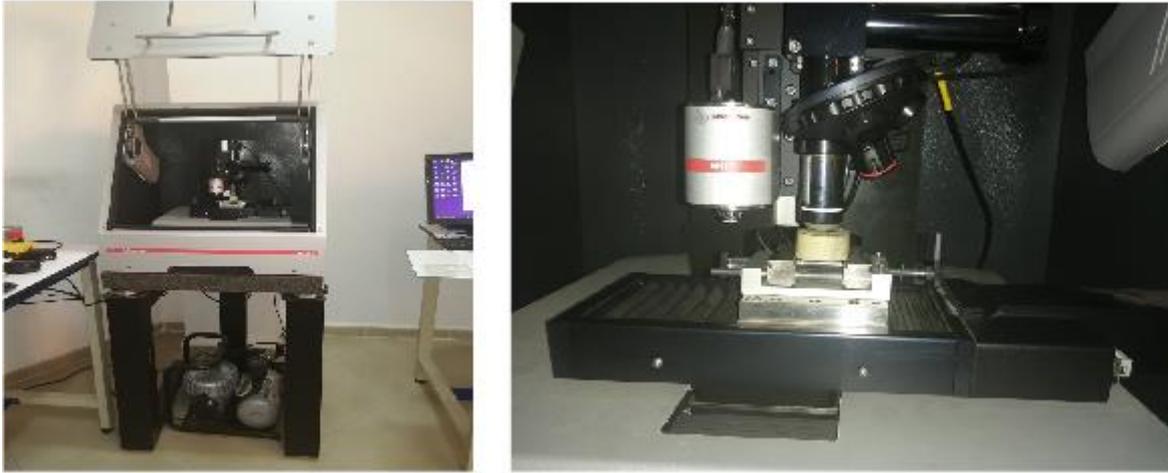


Figure III.15: Essai de nano-indentation.

III.4.7. Test d'usure :

Le test d'usure est réalisé à l'aide d'un tribomètre bille-disque. L'échantillon subit un mouvement alternatif tout en étant mis en contact avec une bille stationnaire sur laquelle une charge de compression axiale est appliquée. Après un certain nombre de cycles, on observe une perte de matière au niveau du revêtement.

Le tribomètre de la marque « TRIBOTECHNIC » a été utilisé pour calculer le taux de frottement entre la bille et les échantillons (figure III.16). Cet appareil est composé de :

- Kit de calibration complet pour l'utilisateur
- Mandarin universel pouvant fixer toutes sortes d'échantillons
- Enceinte fermée pour le contrôle de l'humidité

La vitesse du porte-bille peut varier de 24 à 101.736 mm/min et sa charge de 1 à 200 N.

Partie expérimentale

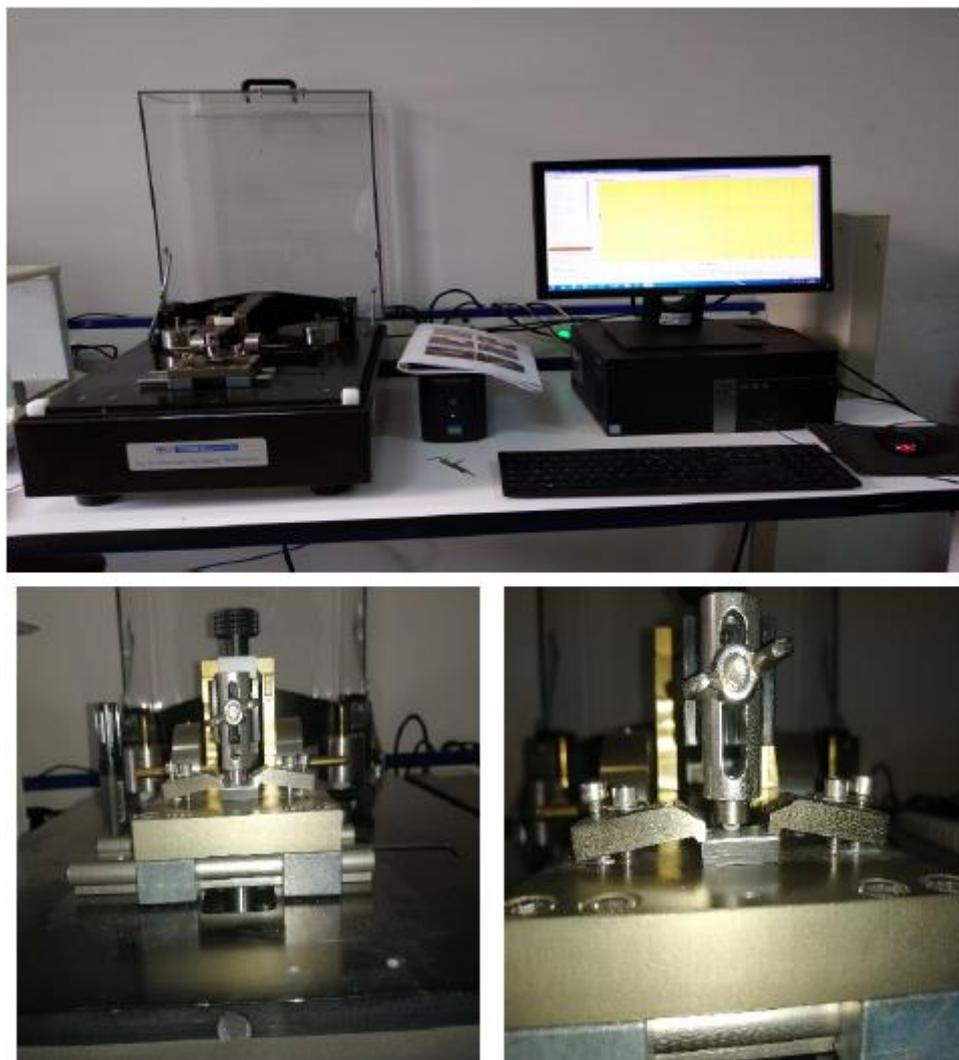


Figure III.16: Test de tribologie.

Chapitre IV : Résultats et interprétation

Résultats et interprétation

IV. Partie résultats et interprétations :

IV.1. Introduction :

Dans ce chapitre, une étude de faisabilité d'élaboration des revêtements CMM sur des CMP est réalisée, nous allons d'abord présenter la microstructure des dépôts projetés thermiquement et l'effet des paramètres de projection et l'ajout du nylon. Par la suite, nous allons analyser les résultats de la caractérisation par ultrasons, test d'adhérence, essai de nano-indentation, de dureté et de tribologie de ces revêtements.

IV.2. Projection thermique par Cold Spray (CS):

IV.2.1. Paramètres de projection:

Il est vrai que le Cold Spray est la technique la plus étudiée en vue de développer des revêtements fonctionnels sur CMP[28]. Toutefois, les revêtements sont limités à des matériaux ductiles tels que le zinc, l'aluminium, l'étain, et le cuivre. Pour déposer des revêtements CMM, les techniques les plus utilisées de nos jours sont la projection à l'arc électrique et la projection à flamme[42]. Étant donné le manque de travaux relatifs à la déposition des CMM sur CMP par CS, nous avons commencé notre étude par l'analyse des paramètres, en se référant aux recommandations du fournisseur de la poudre ainsi qu'aux travaux déjà effectués sur la déposition de cette poudre par cold spray sur un substrat d'aluminium[43]. Les paramètres principaux de la projection thermique sont la pression et la température. La pression varie de 100 psi à 250 psi et la température varie de 200°C et 400°C. On note qu'afin d'interpréter le comportement de notre substrat vis à vis la projection CS par cette poudre, nous avons utilisé un substrat en aluminium comme référence.

IV.2.2. Projection avec Al-Al₂O₃ :

Tableau IV.1: Paramètres de projection.

Substrat	Poudre	Paramètre	
		Pression : P _g (psi)	Température : T _g (°C)
Sub1	Al-Al ₂ O ₃	250	200
		120	
		100	
		250	300
		120	
		100	
		250	400
		120	
		100	
Sub2	Al-Al ₂ O ₃	250	200
		120	
		100	
		250	300
		120	
		100	
		250	400
		120	
		100	

Résultats et interprétation

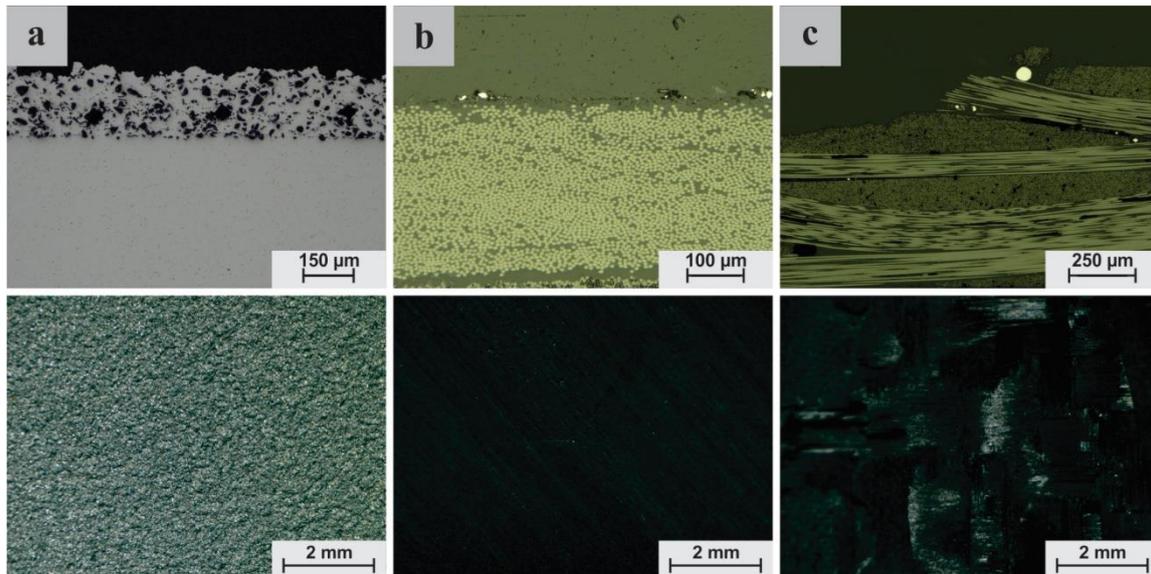


Figure IV.1: Micrographie Optique en épaisseur et topographie macro des revêtements projetés thermiquement par CS avec une poudre Al- Al₂O₃ sur différents substrats. (a) : Projection de la poudre Al-Al₂O₃ sur l'aluminium. (b), (c) : Projection d'une poudre Al-Al₂O₃ sur les substrats S.sub1 et Sub2, respectivement.

La figure IV.1 montre une coupe dans l'épaisseur et l'état de surface après la projection thermique en utilisant les paramètres recommandés par le fournisseur (CenterLine) à savoir : (Pression du gaz : 250 Psi, Température 300°C). Les particules de la poudre adhèrent parfaitement au substrat en aluminium et forment un revêtement d'épaisseur homogène (figure IV.1-a). En revanche, lors de la projection avec la poudre Al-Al₂O₃ sur le Sub1 et Sub2, à une pression élevée, nous avons remarqué une érosion au niveau du substrat (figure IV.1-b) et (figure IV.1-c). En abaissant la pression, les particules de la poudre rebondissent. En effet, la déposition par cold spray nécessite une vitesse critique pour pouvoir déformer plastiquement les particules sur le substrat. Toutefois, cette vitesse ne doit pas dépasser le seuil pour lequel l'énergie cinétique de la particule provoque l'érosion du substrat. L'intervalle entre cette vitesse minimale et maximale de déposition est appelé la fenêtre de déposition. Dans notre cas on a obtenu seulement la déposition de quelques particules, ce qui peut être expliqué par une fenêtre de projection très étroite ou l'incompatibilité de cette poudre avec ce substrat. Il est bien connu que cette fenêtre dépend de la rigidité et la résistance à l'érosion du couple substrat-poudre. Des chercheurs de l'université de McGill (Canada) ont étudié ce phénomène et ont conclu que la fragilité de ce CMP favorise l'érosion et rend la déposition très difficile[30, 44]. De nombreux travaux suggèrent l'utilisation de couches intermédiaires[45], mais dans notre cas, la couche en tissu d'aluminium n'a pas résisté (Figure. c) ce qui peut être expliqué par la présence de l'Alumine. D'autres chercheurs ont démontré que c'est plus facile de déposer un métal sur un CMP par cold spray. Ces résultats nous ont encouragés à chercher à ajouter du nylon (polymère thermoplastique) au mélange de poudre.

IV.2.3. Projection avec Al-Al₂O₃ -Nylon :

Dans cette étape, du nylon est mélangé avec la poudre Al-Al₂O₃ avant la projection afin d'améliorer les propriétés d'adhérence. La proportion du nylon est diminuée dans chaque étape dans le but d'obtenir un revêtement homogène, adhérent et qui contient le minimum de nylon. Les tableaux (IV.2, IV.3 et IV.4) montrent les résultats de la projection CS à 50%, 25% et 10% de nylon.

Résultats et interprétation

Tableau IV.2: Résultats de la projection de la poudre Al-Al₂O₃ à 50% du nylon sur sub1 et sub2.

Substrat	Poudre	Nom de l'échantillon		Paramètre		Revêtement
		Vitesse 10m.s ⁻¹	Vitesse 20m.s ⁻¹	Pression : P _g (psi)	Température : T _g (°C)	
Sub1	50% Al-Al ₂ O ₃			250	200	Pas de revêtement
				120		
				100		
				250	300	Existence du revêtement
		A1	A2	120		
				100		
		A3		250	400	Existence du revêtement
		A4	A5	120		
		A6		100		
Sub2	50% Nylon			250	200	Pas de projection
				120		
				100		
				250	300	
				120		
				100		
				250	400	
				120		
				100		

Remarque 1 : En raison de la bonne adhérence du revêtement à 50% de nylon sur le Sub1, la projection n'a pas été effectuée sur le Sub2 (le but d'utiliser le Sub2 et de voir si la couche en tissu d'aluminium améliore la déposition)

Résultats et interprétation

Tableau IV.3: Résultats de la projection de la poudre Al-Al₂O₃ à 25% du nylon sur Sub1 et Sub2.

Substrat	Poudre	Nom de l'échantillon		Paramètre		Revêtement	
		Vitesse 10m.s ⁻¹	Vitesse 20m.s ⁻¹	Pression : P _g (psi)	Température : T _g (°C)		
Sub1	75% Al-Al ₂ O ₃			250	200	Pas de revêtement	
				120			
				100			
				250	300		
				120			
				100			
				250	400	Existence du revêtement	
A7		A8	120				
Sub2		25% Nylon			100	200	Pas de revêtement
					250		
					120		
					100		
					250		
				120			
				100			
				250	400	Existence du revêtement	
	B1		B2	120			
			100		Pas de revêtement		

Résultats et interprétation

Tableau IV.4: Résultats de la projection de la poudre Al-Al₂O₃ à 10% du nylon sur Sub1 et Sub2.

Substrat	Poudre	Nom de l'échantillon		Paramètre		Revêtement		
		Vitesse 10m.s ⁻¹	Vitesse 20m.s ⁻¹	Pression : P _g (psi)	Température : T _g (°C)			
Sub1	90% Al- Al ₂ O ₃ 10% Nylon			250	200	Pas de revêtement		
				120				
				100				
				250	300			
				120				
				100				
				250	400			
				120				
				100				
Sub2					250	200	Pas de revêtement	
					120			
					100			
					250	300		
					120			
					100			
				B3	B4	120	400	Existence du revêtement
						100		Pas de revêtement

Remarque 2: à 10% du nylon il n'y a pas de revêtement sur Sub1, à cause de la non adhérence qui est due à l'insuffisance du nylon.

La figure IV.2 montre la surface de l'échantillon après projection CS.

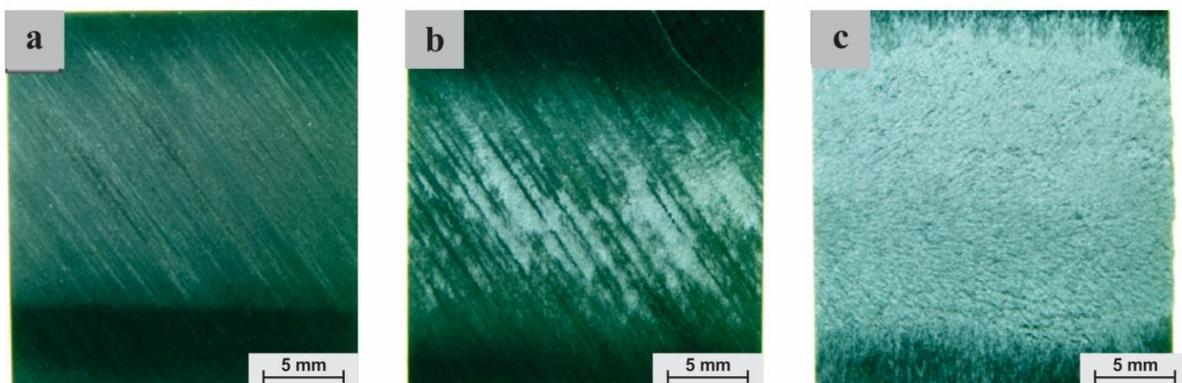


Figure IV.2: Résultats peuvent être obtenu par la projection Cold Spray d'un CMP avec une poudre Al- Al₂O₃-Nylon. (a): Pas de revêtement ou érosion. (b): Revêtement incomplet. (c): Revêtement complet.

Résultats et interprétation

Après la projection, trois éventuels résultats apparaissent :

- L'échantillon subit une érosion, et donc les particules de la poudre rebondissent lors de l'impact. Cela est dû probablement à une grande pression de projection.
- Revêtement incomplet, en raison de la mauvaise adhérence entre le substrat et le revêtement.
- Revêtement complet grâce au bon choix des paramètres de projection.

IV.2.4. Effet des paramètres de projection :

IV.2.4.1. Effet de la température :

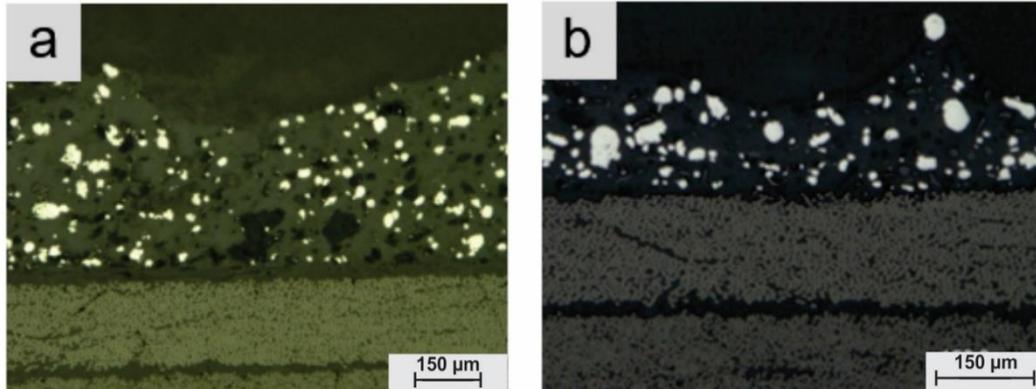


Figure IV.3: Influence de la température sur l'épaisseur du revêtement, (a) à 300 °C et (b) à 400 °C.

D'après les images obtenues par le microscope optique sur des revêtements projetés à 300 °C et 400 °C, on a remarqué que la température n'a pas une influence remarquable sur l'épaisseur des dépôts projetés thermiquement à froid. Toutefois, si la température est au-dessous de 300°C (Ex 200°C), on remarque que le revêtement n'est pas obtenu même si on varie les autres paramètres (Tableau IV.1). Ceci est certainement dû à la diminution de la ductilité de l'aluminium qui est la particule essentielle qui assure la cohésion du revêtement. D'autre part, si on augmente la température au-dessus de 400°C, il ya un fort risque de faire fondre le nylon, et par conséquent boucher la buse du pistolet.

IV.2.4.2. Effet de la poudre :

On a utilisé des proportions différentes du nylon afin de constater son influence sur le revêtement.

Résultats et interprétation

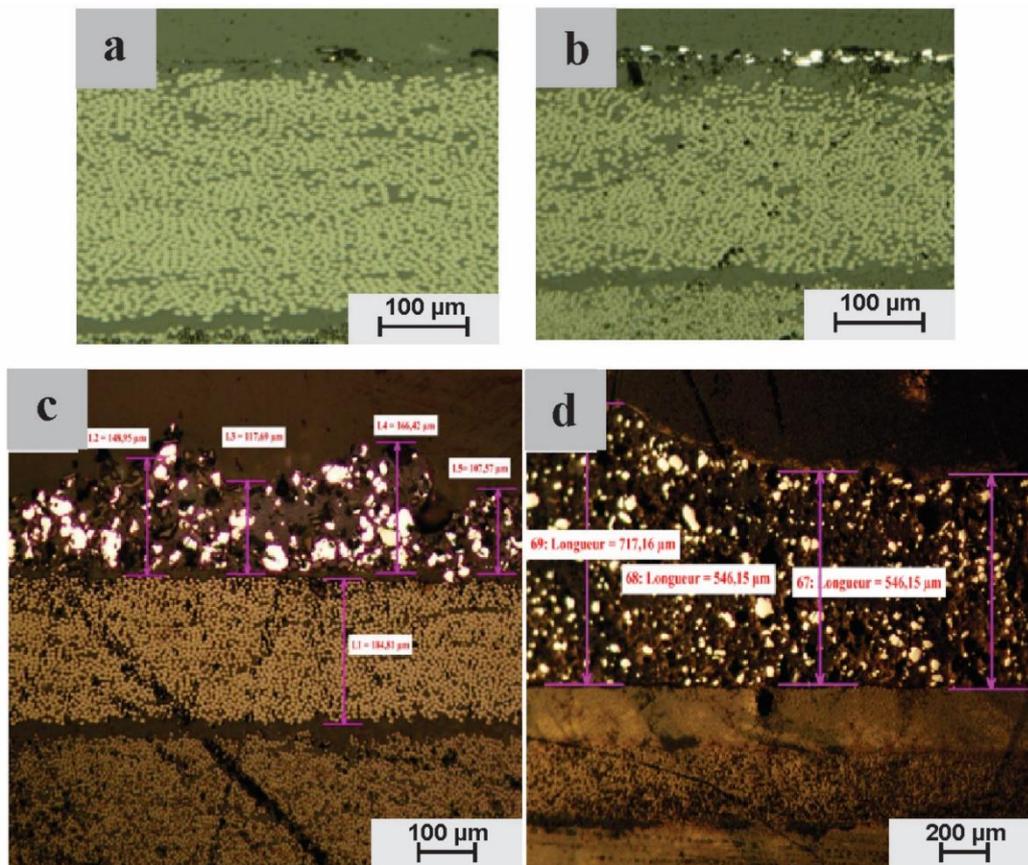


Figure IV.4: Effet de la proportion du nylon dans le mélange Al-Al₂O₃-Nylon, (a) à 0% du nylon, (b) à 10% du nylon, (c) à 25% du nylon et (d) à 50% du nylon.

- A 0% du nylon: aucune adhérence du revêtement avec le substrat, avec des traces d'érosion du substrat par les particules projetées.
- A 10% du nylon : déposition de quelques particules de la poudre.
- A 25 % du nylon : formation d'un revêtement d'épaisseur moyenne de 135,16 μm
- A 50% du nylon : formation d'un revêtement d'épaisseur moyenne de 603,16 μm

D'après ces résultats, on constate que le nylon influe sur l'épaisseur du revêtement. Le nylon favorise non seulement l'adhérence entre la poudre projetée et le substrat, mais également la cohésion entre les particules de la poudre elle-même. Ceci a démontré le rôle du nylon. En effet, de récentes études suggèrent l'utilisation d'une couche thermoplastique (PLA) pour favoriser l'adhérence des revêtements élaborés par cold spray[28]. Un revêtement métallique continu est obtenu, mais en comparaison avec nos résultats la couche en PLA ne permet pas d'avoir un revêtement d'épaisseur importante. Ceci met en évidence l'avantage du mélange des poudres (une seule étape de fabrication). Il est ainsi démontré l'utilité d'introduire une poudre très ductile lors de la projection CS sur les CMP. L'ajout de l'étain (Sn) améliore la déposition des poudres Al, Zn et Cu. De même, selon nos résultats on peut attribuer la déposition du revêtement à la présence du nylon qui adhère facilement au substrat (très ductile). Par la suite, les particules d'Al adhèrent facilement au nylon qu'au substrat, ce qui permet aux particules d'Al projetées de se déformer et adhérer aux particules d'Al déjà déposées, et ainsi former un revêtement homogène (exemple de la déposition de la poudre Cu-PEEK sur CMP figure II.5).

Résultats et interprétation

IV.2.4.3. Effet du substrat :

Dans cette étape, on a présenté les résultats des revêtements effectués sur les deux types de substrats précédemment cités.

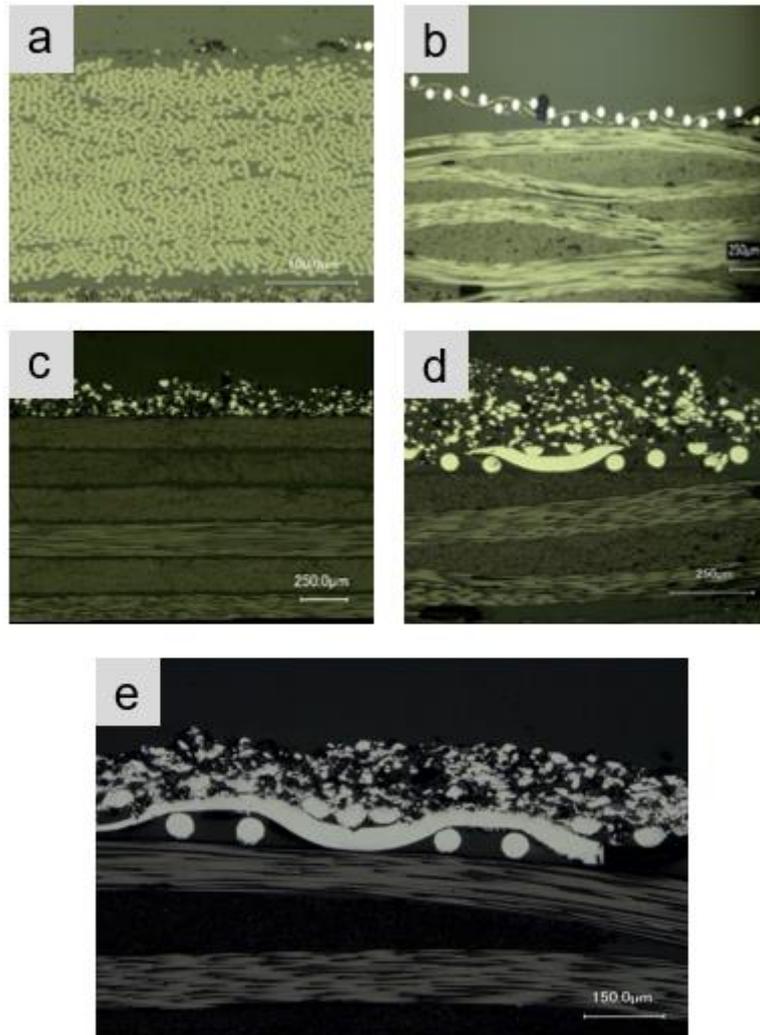


Figure IV.5: Effet du type du substrat sur le revêtement. (a), (b) : Projection sur Sub1 et Sub2 respectivement à 0% de nylon. (c), (d) : Revêtement sur Sub1 et Sub2 respectivement à 25% de nylon. (e): Revêtement sur Sub2 respectivement à 10% de nylon.

A 0 % du nylon : aucun dépôt n'est observé sur le Sub1, tandis que le tissu d'aluminium s'est détaché.

A 25 % du nylon : on a observé le dépôt du revêtement sur les deux substrats, avec une couche plus épaisse sur le Sub2. Cela est dû au tissu d'aluminium qui favorise l'ancrage mécanique des particules de la poudre dans le substrat. La présence du tissu métallique dans le Sub2 apporte plus de ductilité au substrat (contrairement au carbone-époxy qui est fragile). Aussi le tissage (ondulation) forme des creux dans la surface qui favorise l'ancrage mécanique.

Résultats et interprétation

IV.2.4.4. Effet de la vitesse :

On a varié la vitesse de déplacement de la buse pour visualiser son influence sur le revêtement.

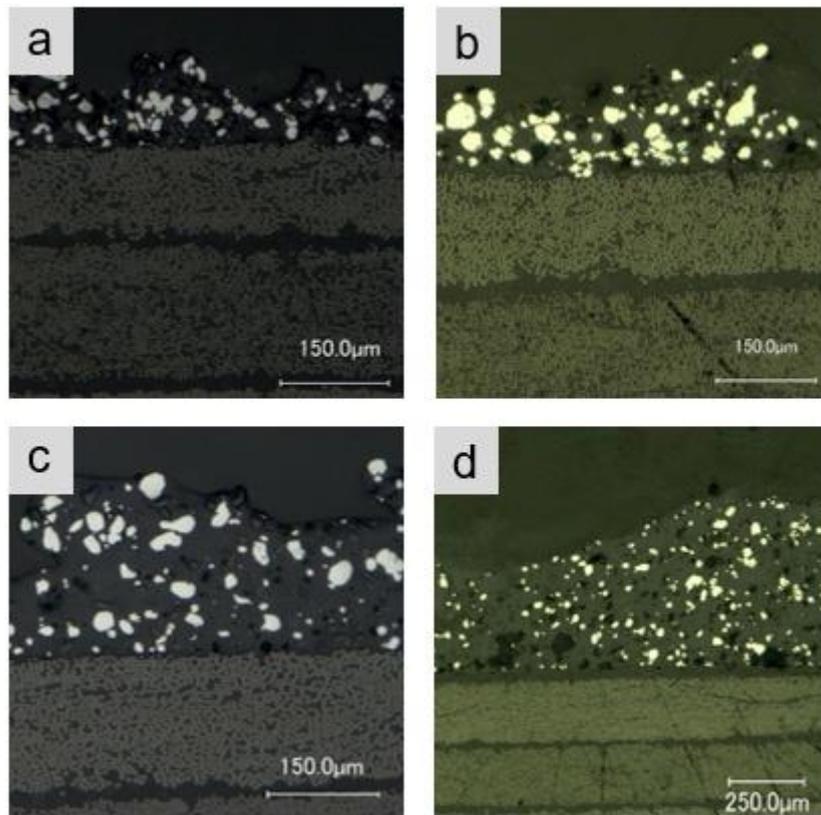


Figure IV.6: Effet de la vitesse de déplacement de la buse de déplacement de la buse. (a), (b): Vitesse 10 m.s^{-1} et 20 m.s^{-1} respectivement pour un revêtement de 25% de nylon. (c), (d): Vitesse 10 m.s^{-1} et 20 m.s^{-1} respectivement pour un revêtement de 50% de nylon.

Pour les deux vitesses appliquées l'épaisseur du revêtement est la même pour Sub1 et Sub2.

La vitesse n'a pas d'influence sur l'épaisseur moyenne du revêtement mais sur l'homogénéité de la surface. En effet, lorsqu'on diminue la vitesse de déplacement de la buse, la morphologie du revêtement est sous forme de vague comme montré sur la figure IV.6-c. Si le déplacement de la buse est faible, le revêtement fraîchement déposé est encore mou (en particulier le nylon) et est soumis au flux d'air pendant un temps plus important ce qui déforme le revêtement et résulte une surface en vagues.

IV.3. Caractérisation des dépôts projetés pas CS:

IV.3.1. Contrôle par ultrasons:

Avant projection:

Ce graphe représente le signal obtenu par ultrasons sur le Sub1 avant la projection thermique.

Résultats et interprétation

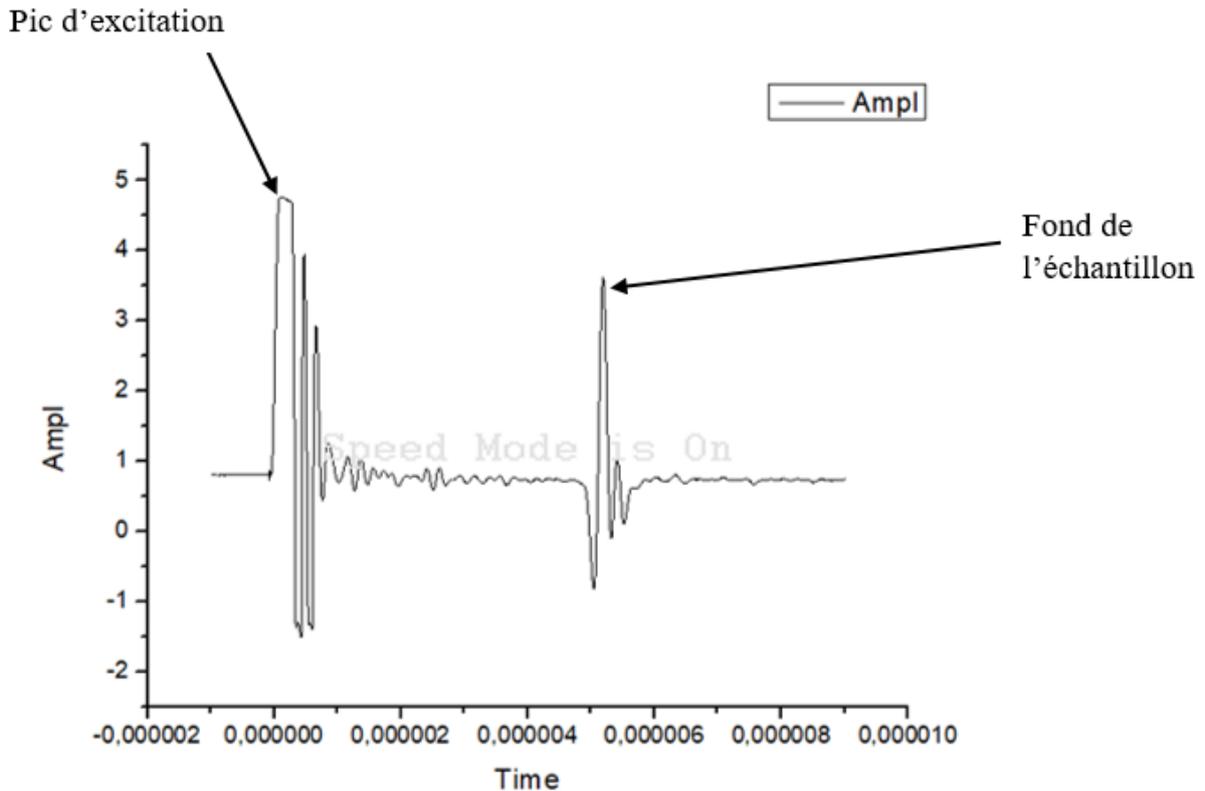


Figure IV.7: Signal émis par l'oscilloscope d'un échantillon Sub1 avant la projection.

Après projection :

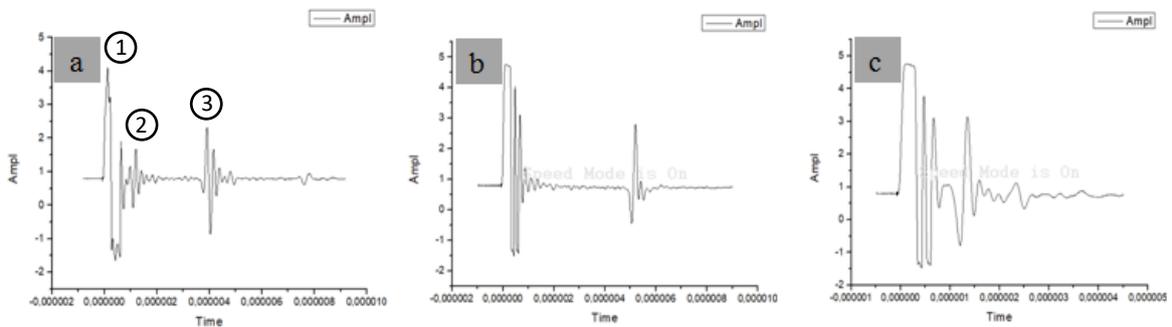


Figure IV.8: Signaux visualisés sur l'oscilloscope du côté du revêtement : (a) Sub1 à 50% de nylon, (b) Sub1 à 25% de nylon et (c) Sub2 à 25% de nylon.

Le graphe de la figure (IV.8-a) représente le signal émis par l'oscilloscope à 50% de nylon du côté du revêtement du Sub1, on observe 3 pics :

- Pic1 : excitation
- Pic2 : intrerface revêtement-substrat
- Pic3 : le fond de l'échantillon du côté du substrat

La distance entre le pic1 et le pic2 représente le temps que prend l'onde pour traverser le revêtement, et la distance entre pic2 et pic3 représente le temps que prend l'onde pour traverser le substrat.

Résultats et interprétation

On a : $d = v * t$ tel que v est la vitesse de l'onde, t est le temps nécessaire pour que l'onde traverse le matériau et d est l'épaisseur. Donc plus la distance entre les pics augmente, plus l'épaisseur du revêtement augmente.

Le graphe de la figure (IV.8-b) représente le signal émis par l'oscilloscope à 25% de nylon du côté du revêtement du Sub1.

Dans ce cas, on observe un chevauchement du pic d'excitation et de l'interface, cela est dû à une faible épaisseur du revêtement.

Le graphe de la figure (IV.8-c) représente le signal émis par l'oscilloscope à 25% de nylon du côté du revêtement du Sub2. A cette étape on n'arrive pas à distinguer les pics en raison de la faible épaisseur de l'échantillon.

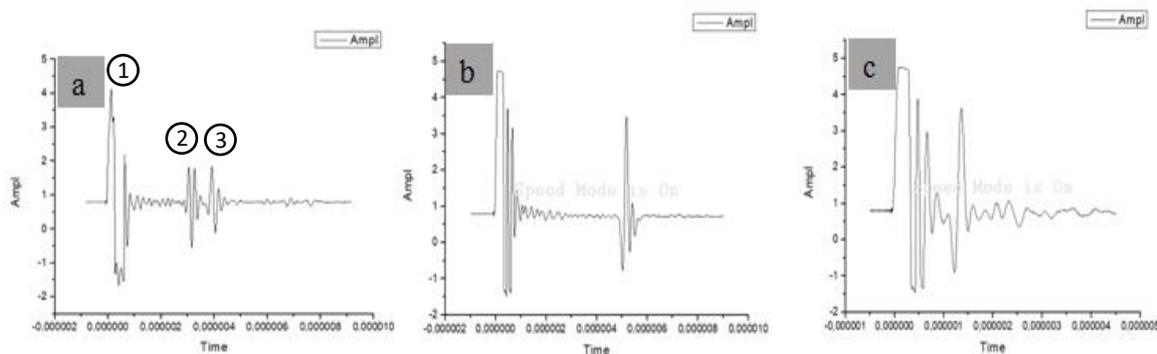


Figure IV.9: Signaux visualisés sur l'oscilloscope du côté du substrat : (a) Sub1 à 50% de nylon, (b) Sub1 à 25% de nylon et (c) Sub2 à 25% de nylon.

Le graphe de la figure (IV.9-a) représente le signal émis par l'oscilloscope à 50% de nylon du côté du substrat du Sub1, on observe 3 pics :

- Pic1 : excitation
- Pic2 : intrerface substrat- revêtement
- Pic3 : le fond de l'échantillon du côté du revêtement

Le graphe de la figure (IV.9-b) représente le signal émis par l'oscilloscope à 25% de nylon du côté du substrat du Sub1.

Le graphe de la figure (IV.9-c) représente le signal émis par l'oscilloscope à 25% de nylon du côté du substrat du Sub2.

IV.3.2. Test d'adhérence :

Les résultats des tests d'adhérence effectués par arrachement du revêtement par un plot de 14 mm à une vitesse de 0.4 MPa/s. On note qu'avant de tester les revêtements on a commencé par mesurer l'adhérence de la colle utilisée car elle détermine le seuil maximal qu'on peut mesurer, sa résistance est de 9.96 MPa. Le tableau IV.5 montre les résultats obtenus pour les différents revêtements sur le Sub1 et le Sub2.

Résultats et interprétation

Tableau IV.5: Résultats du test de dureté des échantillons Sub1 et Sub2 à 10%, 25% et 50% de nylon et à 300°C et 400°C.

Echantillons	Test 1	Test 1	Test 1	Moyenne (MPa)	Ecart type	Type de rupture
A1 Sub1 50% - 300°C	9,7	6,4	6,21	7,43	±1,6	Rupture cohésive
A4 Sub1 50% - 400°C	7,28	6,43	7,81	7,17	±0,57	Rupture cohésive
A7 Sub1 25% - 400°C	9,21	6,7	7,28	7,73	±1,1	Rupture cohésive
B1 Sub2 25% - 400°C	4,84	5,81		5,33	±0,49	Rupture adhésive
B3 Sub2 10% - 400°C	2,26	2,03		2,15	±0,12	Rupture adhésive

L'adhérence du revêtement déposé sur les échantillons A1, A4 et A7 (Sub1) est pratiquement élevée alors que celles des échantillons B1 et B3 (Sub2) sont relativement faibles.

La force d'adhérence du revêtement déposé sur A1 est supérieure à celle de B1. En effet, la déformation des particules d'Al à l'impact avec Sub1 crée des liaisons mécaniques et augmente l'adhésion du revêtement. D'autre part, le tissu d'aluminium favorise la déposition des particules de la poudre grâce à sa forme irrégulière, ce qui nécessite moins de déformation pour l'accrochage et donc une adhérence minime. De plus, la rupture adhésive est due à la faible adhésion entre le tissu d'aluminium et le substrat. On peut supposer que l'impact des particules lors de la projection sur la surface de tissu a fragilisé l'interface entre ce dernier et le CMP.

L'adhérence du revêtement projeté sur l'échantillon A7 est supérieure à celle de A4. Car, le nylon assure une bonne cohésion entre les particules de la poudre, mais diminue le taux de déformation des particules d'Al. La différence de la force d'adhérence entre B1 et B3 est justifiée par le manque de cohésion entre les particules de la poudre projetée sur B3. On peut conclure qu'une bonne adhérence nécessite : une cohésion entre les particules, la déformation de l'Al et une bonne adhésion entre le tissu d'aluminium et le substrat. La figure IV.10 représente la différence de la force d'adhérence entre le revêtement et les échantillons A1, A4, A7, B1 et B3.

Résultats et interprétation

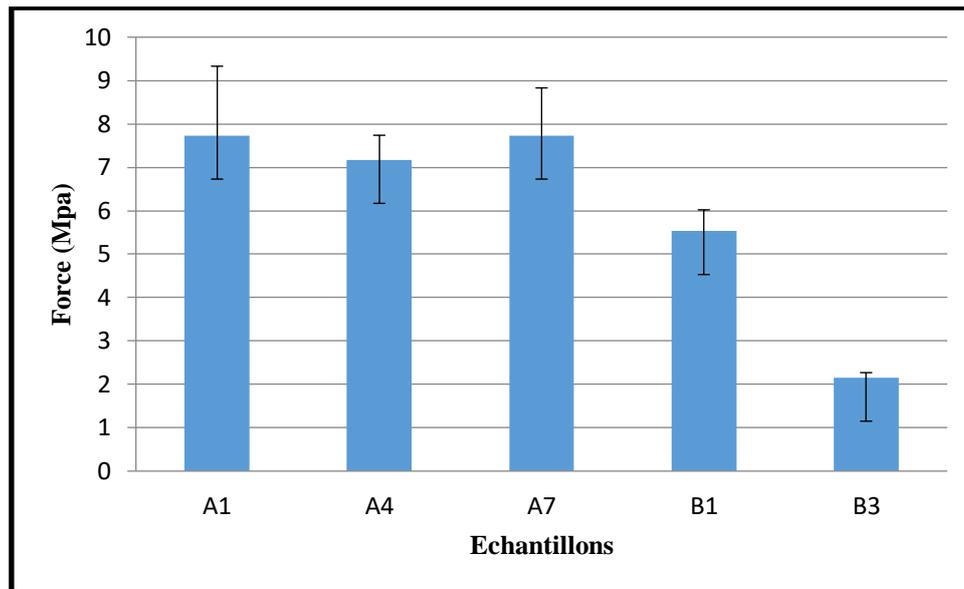


Figure IV.10: Force d'adhérence des échantillons Sub1 et Sub2.

IV.3.3. Nano-indentation :

Pour bien interpréter l'interaction des poudres du mélange lors de la projection, il est important de mesurer la dureté de chaque particule de la poudre avant la projection thermique, en limitant la charge à 5mN avec un taux de charge et de décharge de 300mN/min

Tableau IV.6: Dureté par nano-indentation des particules d'Al, Al₂O₃ et Nylon avant la projection thermique.

Dureté HIT (MPa)	Al	Al ₂ O ₃	Nylon
Test d'indentation 1	554	32443	156
Test d'indentation 2	626	29421	161
Test d'indentation 3	722	33437	185
Moyenne (MPa)	634	31767	167.33
Ecart type	68,82	1707,78	12,66

Avant la projection thermique, On remarque que la dureté moyenne de la particule d'alumine est plus élevée que celle du nylon et de l'Al, cela est dû à leurs propriétés intrinsèques

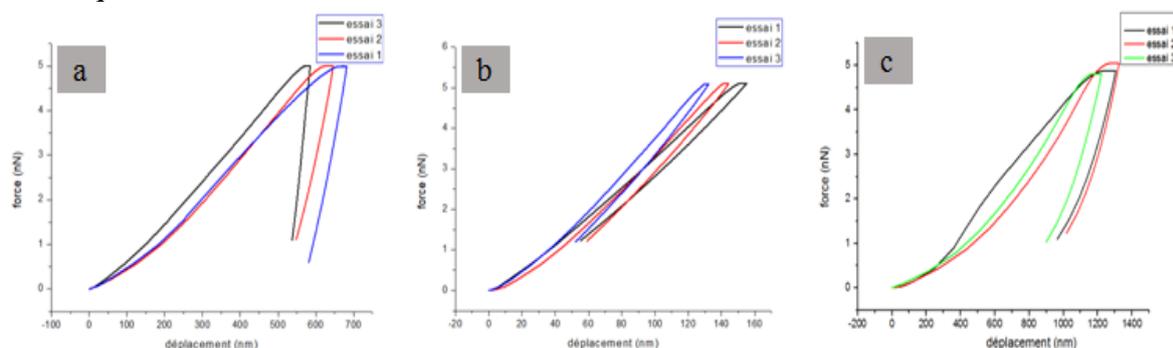


Figure IV.11: Courbes force-déplacement des particules de la poudre avant la projection. (a): Particule d'Al. (b): Particule d'Al₂O₃. (c): Particule nylon.

Résultats et interprétation

Essai effectué sur la particule d'Al après projection :

La dureté de la particule d'aluminium (Al) après la projection thermique sur un CMP :

Tableau IV.7: Dureté de la particule d'Al à des proportions différentes de nylon après la projection thermique.

Dureté HIT (MPa)	50%	25%	10%
Test d'indentation 1	777	743	955
Test d'indentation 2	629	813	1036
Test d'indentation 3	798	Glissement de la particule	1097
Moyenne (MPa)	734,66	778	1029.33
Ecart type	75,20	35,00	58,18

Après la projection, on observe une augmentation de la dureté de la particule d'Al avec la diminution du pourcentage du nylon.

A des proportions élevées de nylon, chaque particule d'Al est entourée de plusieurs particules de nylon qui la protègent contre la déformation.

La déformation plastique d'Al se fait par le mouvement des dislocations créées. L'augmentation de ces dernières entraîne leur immobilité et conduit à une élévation de la limite élastique et donc de la dureté.

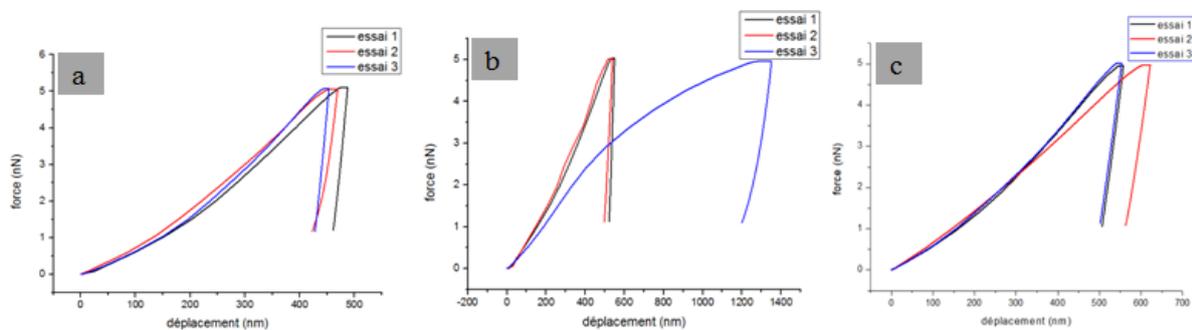


Figure IV.12: Courbes force-déplacement de la particule d'Al après la projection thermique. (a): A 50% de nylon. (b): A 25% de nylon. (c): A 10% de nylon.

Remarque: la figure IV.12-b montre le glissement de la particule d'Al (courbe de l'essai 3), ce qui prouve l'existence des porosités au niveau du revêtement.

Résultats et interprétation

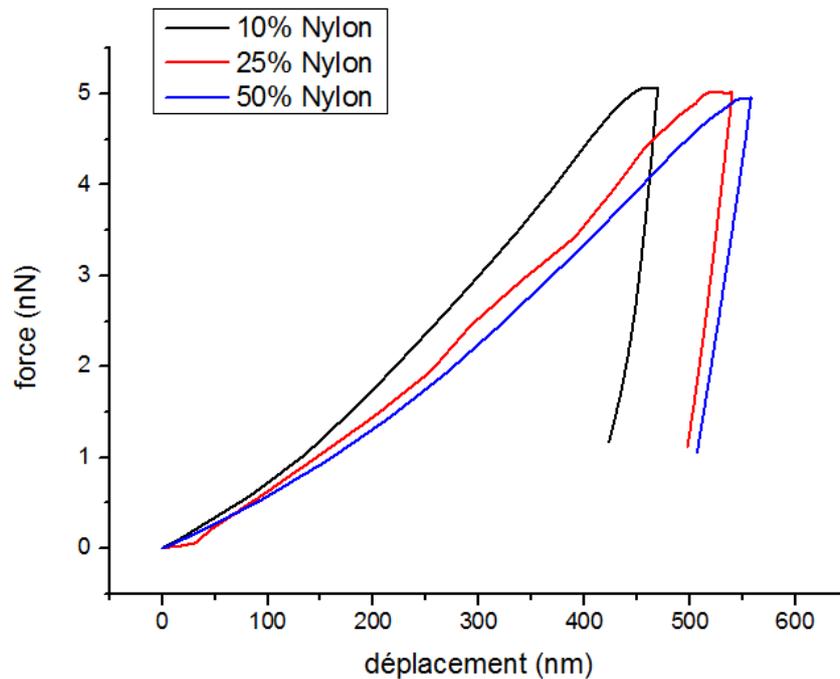


Figure IV.13: Courbe force-déplacement de la particule d'Al à des proportions différentes de nylon.

La figure IV.13 montre que pour une même force, le déplacement de l'indenteur dans la particule d'Al à 50% et 25% de nylon est plus élevé qu'à 10% de nylon. Cela est justifié par la déformation de la particule d'Al. En effet, plus la particule est déformée à l'impact plus le déplacement de l'indenteur est réduit.

Essai effectué sur la particule d'Al projetée sur un substrat d'Al

La dureté de la particule d'aluminium (Al) après la projection thermique sur un substrat d'aluminium

Tableau IV.8: Dureté de la particule d'Al après la projection thermique sur un substrat d'aluminium.

Dureté HIT (MPa)	Particule d'Al
Test d'indentation 1	1263
Test d'indentation 2	1771
Test d'indentation 3	1078
Moyenne (MPa)	1370.66
Dureté HIT (MPa)	292,98

Résultats et interprétation

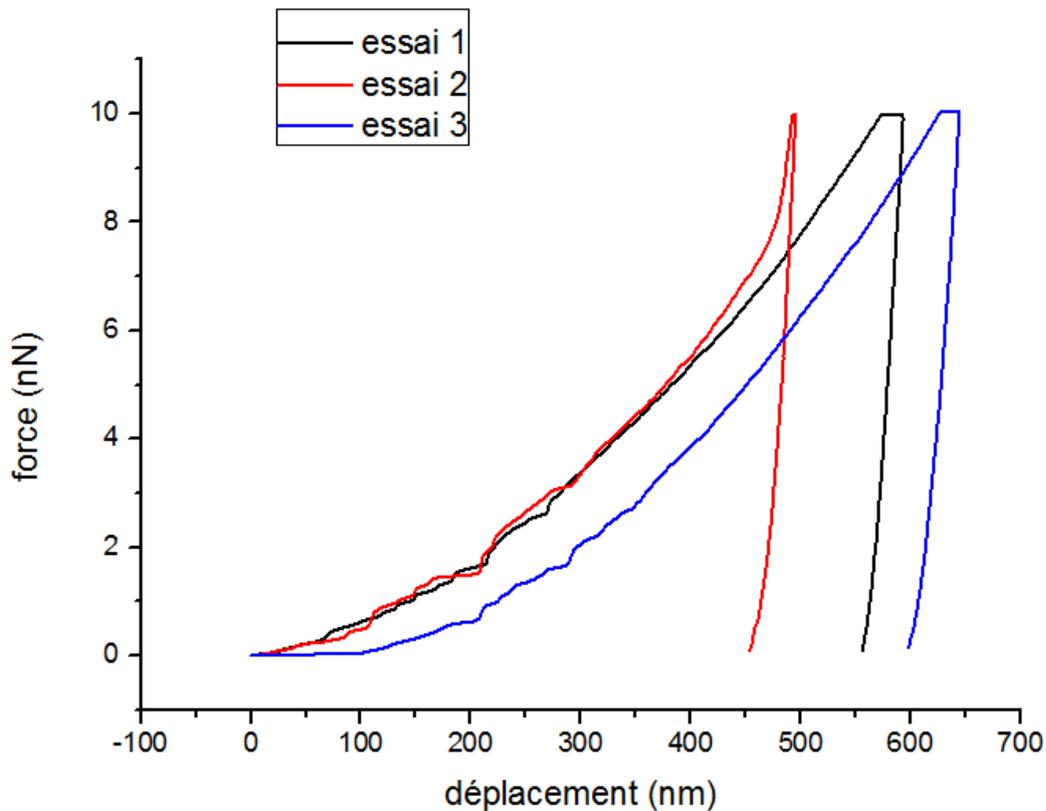


Figure IV.14: Courbe force-déplacement de la particule d'Al projetée sur un substrat d'Al.

La dureté de la particule d'Al dans cet essai est la plus élevée. Cela s'explique par l'écrasement d'aluminium dû à une déformation importante, ce qui conduit à un revêtement de bonne qualité où on ne peut pas distinguer les particules d'aluminium qui forment une matrice renforcée par des particules d'alumine, donc la déformation de l'Al est la clé d'obtention de ce dépôt par cold spray.

Dureté et module de Young en fonction de la proportion du nylon :

Tableau IV.9: Dureté moyenne et le module de Young moyen de la particule d'Al à de différentes proportions de nylon après projection.

	10%	25%	50%
HIT_{moy}	1029.33	778	73.66
E_{moy}	68.09	33.4	27.43

La valeur de la dureté est proportionnelle à celle du module de Young. En effet, la création des dislocations dans les particules d'Al lors de l'impact diminue la ductilité du matériau et donc augmente la limite élastique et la dureté. La figure IV.15 représente l'évolution de la dureté et du module de Young de la particule d'aluminium après projection en fonction de la proportion du nylon.

Résultats et interprétation

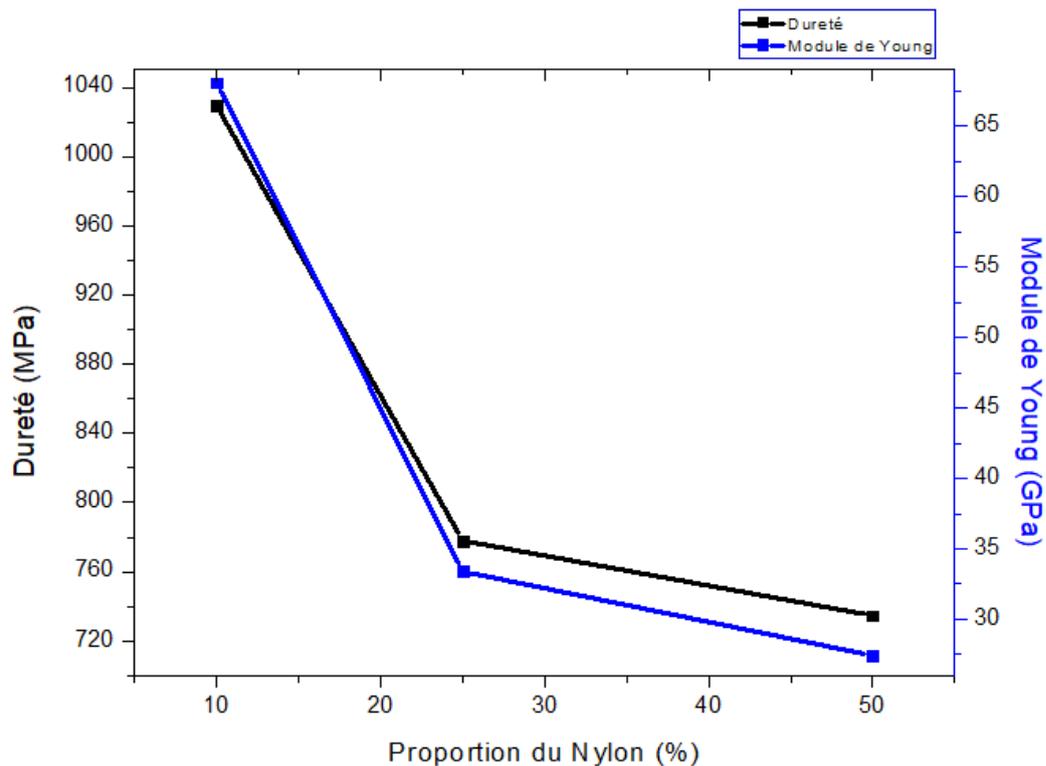


Figure IV.15: Evolution de la dureté et du module de Young de la particule d'aluminium après projection en fonction de la proportion du nylon.

À la lumière de ce qui précède, on constate que l'ajout du nylon améliore la déposition du revêtement par la création de sites d'accrochage. Néanmoins, la présence du nylon à une quantité importante couvre totalement la surface d'Al, et par conséquent, empêche les particules qui viennent par la suite de déformer cette particule déjà déposée. Or, la déformation plastique est primordiale pour la cohésion du revêtement. Avec 10% on atteint des valeurs proches de la projection sur le substrat d'Al et présente une forme lamellaire indiquant une forte déformation (figure IV.5-e). Toutefois le manque de nylon pour former la première couche empêche la déposition sur le carbone-époxy (Sub1).

IV.3.4. Essai de dureté :

Dans cet essai on a appliqué une charge de 10kgf.

Tableau IV.10: Résultats de l'essai de dureté sur Sub1 et Sub2.

	Echantillons	Essai 1	Essai 2	Essai 3	Essai 4	Essai 5	Valeur moyenne	L'écart type
Substrat 1	A1 Sub1 50% -300°C	11	12	11	10,5	10,3	10,96	1,32
	A4 Sub1 50% -400°C	15,5	12,5	20	19,8	19	17,36	6,32
	A7 Sub1 25% -400°C	29	30	25,5	26	27,6	27,62	3,63
Substrat 2.	B2 Sub2 25% -400°C	20	23,2	22	19,8	21	21,2	2,63
	B3 Sub2 10% -400°C	23,2	19,5	22	25	24,3	22,8	4,32

Résultats et interprétation

Plus la température augmente, la dureté du revêtement déposé par CS est élevée, car d'après la relation $V_t = (\gamma RT_t)^{0.5}$ la vitesse est proportionnelle à la température et donc la déformation est plus grande (A1 et A4).

L'augmentation de la proportion du nylon diminue la dureté du revêtement ($HIT(\text{nylon}) \ll HIT(\text{Al})$ et $HIT(\text{nylon}) \ll HIT(\text{Al}_2\text{O}_3)$). De plus, en présence du nylon l'Al se déforme moins (A4 et A7, B2 et B3).

La surface du Sub1 possède une forme régulière ce qui nécessite une grande déformation des particules pour un bon accrochage, contrairement à Sub2 qui est doté d'un tissu d'aluminium qui facilite la déposition des particules.

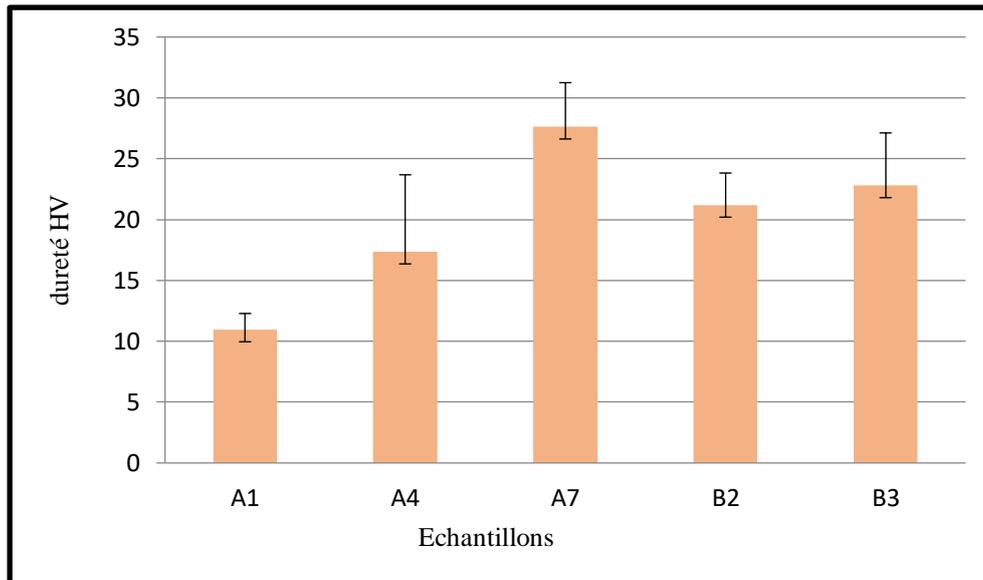


Figure IV.16: Dureté des échantillons Sub1 et Sub2.

IV.3.5. Test d'usure :

Dans ce test on a utilisé une bille en alumine, la distance parcourue par la bille est de 50m, avec une vitesse de glissement de $25\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$, faisant 5000 cycles.

Tableau IV.11: Résultats du taux d'usure et du coefficient de frottement des échantillons A1, A7 et B3.

	Taux d'usure (mm^4/N)	Coefficient de frottement
A1 Sub1 50%	0,47060	0,148
A7 Sub1 25%	0,27432	0,187
B3 Sub2 10%	0,30248	0,325

Le taux d'usure de l'échantillon A1 est supérieur à celui des échantillons A7 et B3, cela est dû à la grande proportion du nylon qui possède une faible résistance à l'usure.

Le taux d'usure de l'échantillon B3 est supérieur à celui de A7, car la faible quantité de nylon induit une faible cohésion entre les particules et donc, lors du déplacement de la bille, quelques particules de Al_2O_3 sont arrachées laissant des vides. Ces particules peuvent être entraînées par la bille (3ème corps abrasif), ce qui augmente le frottement, et engendre un taux d'usure plus élevé.

Résultats et interprétation

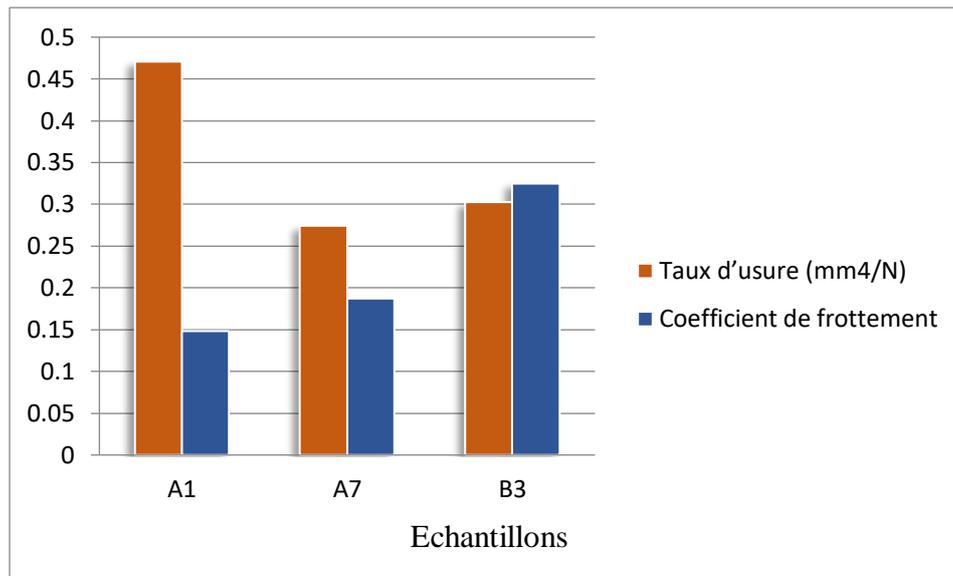


Figure IV.17: Taux d'usure et coefficient de frottement des échantillons A1, A7 et B3.

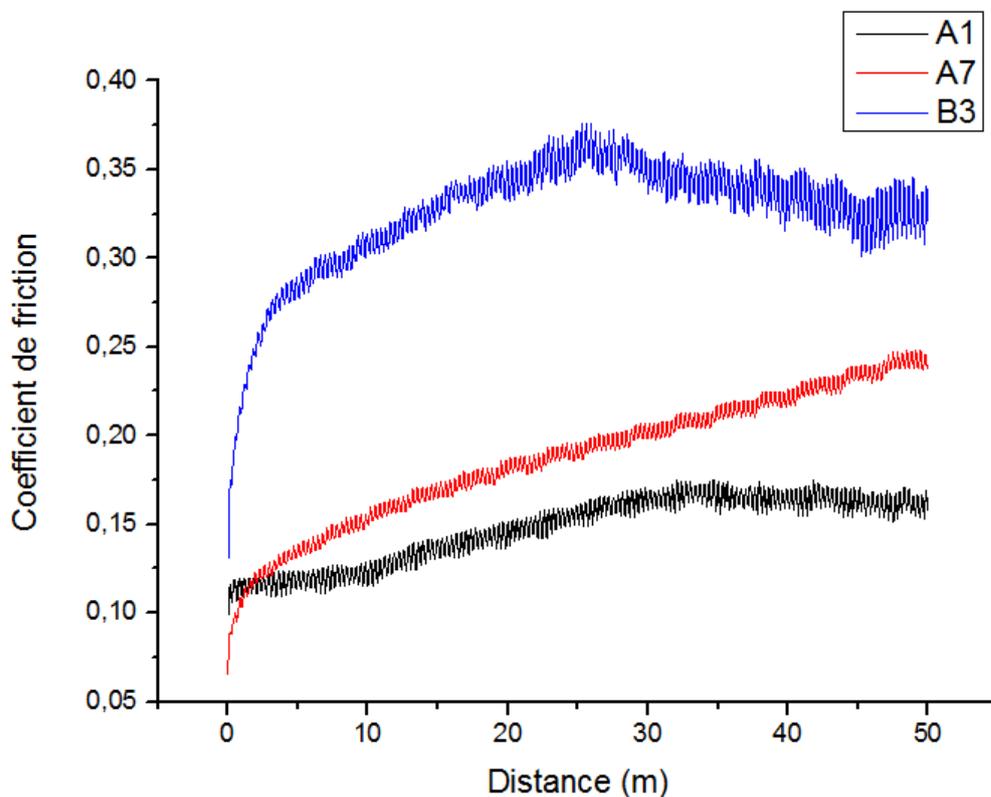


Figure IV.18: Evolution du coefficient de friction (frottement) en fonction du déplacement de la bille.

L'étude de la profilométrie a montré la perte de volume des trois échantillons. Le volume perdu dans l'échantillon A1 est supérieur à celui des échantillons A7 et B3, et cela revient au taux d'usure des différents échantillons.

Résultats et interprétation

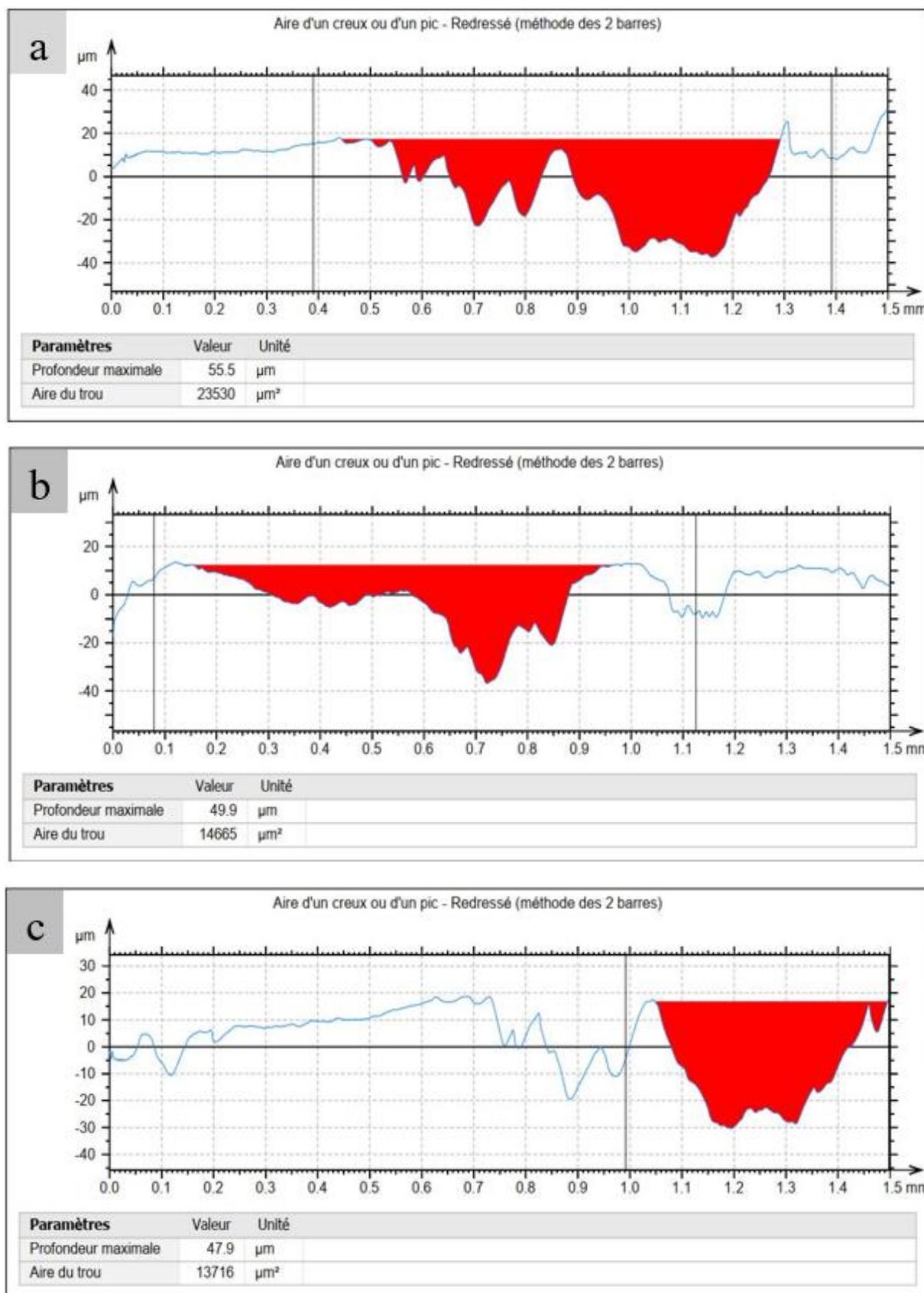


Figure IV.19: Etude de la profilométrie. (a): Echantillon A1. (b): Echantillon B3. (c): Echantillon A7.

Conclusion générale :

Le travail présenté porte sur la caractérisation des dépôts projetés thermiquement à froid (Cold Spray) sur les composites à matrice polymères CMP. Le but de cette technique est de former un revêtement ayant des propriétés tribologiques supérieures à celles du CMP. Pour cela, un composite à matrice métallique CMM auquel on a ajouté du nylon a été utilisé comme poudre de projection. Une série d'échantillons élaborée par des différents paramètres de projection en utilisant plusieurs proportions de poudre sont étudiés en terme de qualité de déposition et de propriétés de revêtement. Ceci a été effectué par le biais des techniques de caractérisation : Analyse micro et macroscopique, contrôle par ultrasons, test d'adhérence, essai de dureté, nano-indentation et test d'usure.

Dans un premier lieu, la partie théorique nous a permis d'exposer les matériaux composites et leur classification ainsi que les différentes techniques de projection thermique. Dans notre étude, on s'est focalisé sur la projection thermique dynamique CS pour élaborer un revêtement sur CMP. En second lieu, nous avons évoqué la notion de la métallisation des CMP. En effet, les limitations de la projection thermique Cold Spray (CS) sur CMP comme le phénomène d'érosion, ont poussé les chercheurs à trouver des solutions alternatives pour améliorer les propriétés des dépôts comme l'insertion de couches intermédiaires ou la déposition des mélanges à matrice ductile. L'étude bibliographique nous a permis d'établir un plan de caractérisation afin d'étudier l'effet de la poudre et des paramètres de projection sur la faisabilité de ce type de dépôts.

Les principales conclusions tirées de cette étude peuvent être résumées comme suit :

- L'observation avec le MEB et le microscope optique ont montré l'influence des paramètres de projection sur les dépôts. Ceci a permis de déterminer les paramètres appropriés pour réaliser ce CMM par CS sur CMP.
- Ces paramètres sont compris dans un intervalle de température et de pression (entre 300°C et 400°C pour la température et entre 120psi et 150psi pour la pression). Une faible pression et une basse température conduiront au rebond des particules sans déposition. D'autre part, une augmentation excessive de ces deux paramètres conduit à la dégradation du substrat par érosion.
- Un revêtement continu a pu être obtenu grâce à l'ajout de nylon et l'utilisation d'une couche intermédiaire (tissu d'aluminium). En effet, une proportion considérable de nylon favorise la cohésion des particules et augmente l'adhérence du revêtement au substrat. Par ailleurs, le tissu d'aluminium, par sa faible adhésion au substrat impacte négativement l'adhérence du revêtement.
- D'autre part, l'augmentation du pourcentage de nylon diminue la dureté globale et empêche la formation du CMM Al-Al₂O₃ en englobant les particules d'Al. Un revêtement Al-Al₂O₃ avec un minimum de nylon peut assurer des propriétés tribologiques au CMP à condition que la cohésion entre les particules soit acceptable.

L'optimisation des revêtements sur CMP par CS n'est pas encore établie, plusieurs recherches se font actuellement pour améliorer les propriétés de ces dépôts. Une étude avancée des paramètres de déposition pourrait éventuellement perfectionner la projection.

Références bibliographiques :

1. Châtain, M., *Matériaux composites: présentation générale*. Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites, 2001(AM5000): p. AM5000. 1-AM11.
2. Berthelot, J.-M., *Comportement mécanique et analyse des structures*. Edition Masson, 2005.
3. Laurin, F. *Introduction générale sur les matériaux composites*. in *Colloque Aussois MECAMAT, Aussois*. 2011.
4. Masounave, J. and N. Villar, *Elaboration des composites à particules*. Techniques de l'ingénieur. Matériaux métalliques, 1996. **3**(M2448): p. M2448. 1-M2448. 3.
5. Silvain, J.-F., J.-M. Heintz, and A. Veillere, *Matériaux composites à matrices métalliques*. 2018.
6. Liégaut, C., *Élaboration de composites à matrice céramique ultra-réfractaire résistants aux très hautes températures sous flux gazeux*, 2018, Bordeaux.
7. Mouhoub, A. and Y. Taïbi, *Caractérisation et modélisation numérique d'un composite époxy/Alfa*, 2020.
8. Mathieu, S., *Modélisation du comportement mécanique lors du procédé de mise en forme et pyrolyse des interlocks CMC*, 2014, Lyon, INSA.
9. Mustafa, A., *An introduction to polymer-matrix composites*, 2015, bookboom. com.
10. Proner, A., *Revêtements par projection thermique* 1999: Ed. Techniques Ingénieur.
11. Amine, R., *Elaboration et caractérisation tribologique des dépôts composites à matrice métallique projetés thermiquement sur composites à matrice polymère*, 2018, Université des sciences et de la technologie Houari Boumediène (USTHB).
12. Nourouzi, S., *Contribution à l'étude du procédé arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive*, 2004, Limoges.
13. Luc, M.S.e.B., *Joint céramique haute température obtenu par projection thermique*. Techniques de l'ingénieur Innovations en matériaux avancés, 2009. **base documentaire : TIB186DUO**.
14. Ravaux, A., *Réalisation et étude de dépôts composites multi-échelle élaborés par projection plasma pour applications tribologiques à hautes températures*, 2014, Limoges.
15. Bunel, M., *Influence du traitement thermique des poudres sur le dépôt sur projection dynamique par gaz froid («cold spray») d'alliage d'aluminium 2024 pour la fabrication additive*, 2020, Université Paris sciences et lettres.
16. Cavaliere, P., L. Cavaliere, and Lekhwani, *Cold-Spray Coatings* 2018: Springer.
17. Blochet, Q., *Influence de la rugosité de surface du substrat sur l'adhérence de revêtements à base d'aluminium élaborés par projection dynamique par gaz froid ("cold spray")*, 2015, Paris, ENMP.
18. Singh, H., T. Sidhu, and S. Kalsi, *Cold spray technology: future of coating deposition processes*. Frattura ed Integrità Strutturale, 2012. **6**(22): p. 69-84.
19. Lévêque, R., *Traitements et revêtements de surface des métaux-NP* 2013: Dunod.
20. Mellali, M., et al., *Alumina grit blasting parameters for surface preparation in the plasma spraying operation*. Journal of Thermal spray technology, 1997. **6**(2): p. 217-227.
21. Apps, R., *The influence of surface preparation on the bond strength of flame-sprayed aluminium coatings on mild steel*. Journal of Vacuum Science and Technology, 1974. **11**(4): p. 741-746.
22. Fang, C.-K. and T. Chuang, *Surface morphologies and erosion rates of metallic building materials after sandblasting*. Wear, 1999. **230**(2): p. 156-164.

23. Guo, X., *Etude des procédés d'élaboration et caractérisation des revêtements de bronze et de ses composites préparés par projection à froid*, 2009, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard.
24. Bortolussi, V., et al., *Cold spray of metal-polymer composite coatings onto carbon fiber-reinforced polymer (CFRP)*. Thermal Spray, 2016: p. 10-12.
25. Xie, Y., *Etude de la déformation particule/substrat au mécanisme de liaison en projection à froid*, 2016, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard.
26. Cormier, D., *Repair of Conductive Layer on Carbon Fibre Reinforced Polymer Composite with Cold Gas Dynamic Spray*, 2015, Université d'Ottawa/University of Ottawa.
27. Davis, J.R., *Handbook of thermal spray technology* 2004: ASM international.
28. Astarita, A., et al., *Cold Spray Deposition on Polymeric and Composite Substrates*, in *Cold Spray in the Realm of Additive Manufacturing* 2020, Springer. p. 87-128.
29. Xu, Y.H., *Metallization of Carbon Fibre Reinforced Composites by Lay-up on Cold Sprayed Coatings and by GRIP Metal™ as Bond Coat for Cold Spray*, 2018, Université d'Ottawa/University of Ottawa.
30. Che, H., P. Vo, and S. Yue, *Metallization of carbon fibre reinforced polymers by cold spray*. Surface and Coatings Technology, 2017. **313**: p. 236-247.
31. Ganesan, A., M. Yamada, and M. Fukumoto, *Cold spray coating deposition mechanism on the thermoplastic and thermosetting polymer substrates*. Journal of Thermal spray technology, 2013. **22**(8): p. 1275-1282.
32. LEVY, R., *Contrôle d'épaisseur*. Techniques de l'ingénieur. Mesures et contrôle, 2002(R1370): p. R1370. 1-R1370. 16.
33. Gabi, Y., *Modélisation FEM du système de contrôle non destructif 3MA en ligne de production des aciers dual phase*, 2012, Grenoble.
34. Gibson, R.F., *A review of recent research on nanoindentation of polymer composites and their constituents*. Composites Science and Technology, 2014. **105**: p. 51-65.
35. BRAHIMI, A., *Contribution à l'étude de l'adhérence des revêtements déposés par projection thermique*, Université Blida1-Saad Dahlab.
36. Loganathan, A., et al., *Effect of nanodiamond reinforcement and heat-treatment on microstructure, mechanical and tribological properties of cold sprayed aluminum coating*. Surface and Coatings Technology, 2021. **412**: p. 127037.
37. Yan-Ming, C. and C. RICHARD, *Tribomètres et essais tribologiques*. 2011.
38. Rezzoug, A., et al., *Thermal spray metallisation of carbon fibre reinforced polymer composites: Effect of top surface modification on coating adhesion and mechanical properties*. Surface and Coatings Technology, 2018. **333**: p. 13-23.
39. Vicario Gomez, I., *Influence des nano-particules d'alumine (Al₂O₃) et de di-borure de titane (TiB₂) sur la microstructure et les propriétés de l'alliage Al-Si₉-Cu₃-Fe₁ pour des applications de fonderie à haute pression*, 2011, Bordeaux 1.
40. Regourd, M. and H. Hornain, *Applications de la microscopie électronique à balayage*. Revue des matériaux de construction, 1975(693).
41. Sauer, H. and J. Surrel, *Microscopie optique-Techniques de contraste en observation microscopique*. 2008.
42. Gonzalez, R., et al., *A review of thermal spray metallization of polymer-based structures*. Journal of Thermal spray technology, 2016. **25**(5): p. 897-919.
43. Fernandez, R. and B. Jodoin, *Cold spray aluminum–alumina cermet coatings: effect of alumina content*. Journal of Thermal spray technology, 2018. **27**(4): p. 603-623.
44. Che, H., et al., *Metallization of various polymers by cold spray*. Journal of Thermal spray technology, 2018. **27**(1): p. 169-178.

45. Robitaille, F., et al., *Metallic coating of aerospace carbon/epoxy composites by the pulsed gas dynamic spraying process*. *Surface and Coatings Technology*, 2009. **203**(19): p. 2954-2960.