

# UNIVERSITÉ DE LIMOGES

École Doctorale Science, Technologie et Santé (ED 258)

## Faculté de Sciences et Techniques

Sciences des Procédés Céramiques et Traitements de Surface (UMR 6638)

Année : 2005

Thèse N° 45 - 2005

## THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE LIMOGES

Discipline : Matériaux Céramiques et Traitements de Surfaces

Présentée et soutenue publiquement par

François RALETZ

Le 17 octobre 2005

Contribution au développement d'un procédé de  
projection dynamique à froid (P.D.F.) pour la  
réalisation de dépôts de nickel

Thèse dirigée par Michel VARDELLE

### Président :

Pierre FAUCHAIS : Professeur, Université de Limoges, France

### Rapporteurs :

Lech PAWLOWSKI : Professeur, E.N.S.C.L., Lille, France

Jean STEINMETZ : Professeur, Université Henri Poincaré, Nancy, France

### Examineurs :

Bertrand JODOIN : Professeur, Université d'Ottawa, Canada

Michel VARDELLE : Professeur, Université de Limoges, France

### Invités :

Maurice DUCOS : Ingénieur, DUCOS consultant, Mornas, France

Guillaume EZO'O : Ingénieur, CRITT METALL 2T, Nancy, France

Thierry LAGUIONIE : Ingénieur, C.E.A. Le Ripault, Monts, France



*À mes parents*  
*À mes grands-parents*

*La seule certitude que j'ai,  
c'est d'être dans le doute.*

*Pierre Desproges*



## Remerciements

Ce travail a été effectué au sein de la société CRITT METALL 2T de Nancy en collaboration étroite avec le Laboratoire Sciences des Procédés Céramiques et Traitements de Surfaces de Limoges.

Tout d'abord, je tiens à remercier mon directeur de thèse, le Professeur Michel Vardelle, pour les efforts qu'il a consentis tout au long de ces trois années. Dans un contexte parfois particulier, le recul dont il a su faire preuve m'a toujours été précieux.

Que le Professeur Pierre Fauchais trouve dans ces quelques mots l'expression de ma sincère reconnaissance pour m'avoir accueilli dans son équipe et avoir accepté de présider mon jury.

Je souhaite également exprimer ma profonde reconnaissance aux professeurs Lech Pawlowski et Jean Steinmetz qui ont accepté d'examiner mon travail en tant que rapporteurs.

Au Professeur Bertrand Jodoin, je présente mes remerciements pour l'intérêt qu'il a témoigné, une fois de plus, à mes recherches, en me faisant l'honneur de participer au jury. Ses connaissances concernant la mécanique des fluides et le fonctionnement du procédé ont permis d'atteindre des objectifs qui me seraient restés inaccessibles sans son aide.

Mes remerciements vont aussi à Messieurs Maurice Ducos et Thierry Laguionie pour avoir accepté de juger la qualité de mes travaux en participant au jury.

Je voudrais à présent exprimer toute ma gratitude à Monsieur Jean-Paul Chobaut pour m'avoir accueilli au sein de son entreprise. Je souhaite témoigner du réel plaisir que j'ai eu à travailler avec Guillaume Ezo'o, qui a assuré l'encadrement effectif et le financement de mes travaux. Je remercie ceux avec qui j'ai eu l'occasion de travailler au sein de l'équipe LORIUS (Virginie Donot, Pascal Brenot, Charles Puech et Philippe Moulin) pour la gentillesse dont ils ont fait preuve avec moi. Je salue également tout le personnel du CRITT METALL 2T pour son accueil et tout particulièrement Cédric Friand pour la qualité de son travail.

Je remercie bien sûr les doctorantes (Julie, Élise, Béatrice), les doctorants (Aurélien, Nicolas(s), Ramuntxo, Sébastien(s)) et les docteurs (Cédric, Christophe, Jérôme, Sébastien) qui ont rendu par leur joie de vivre la réalisation de ce travail plus agréable. Ces remerciements ne seraient pas complets sans citer celui dont j'ai partagé le bureau, Marc Gauvent. Qu'il soit assuré de ma sincère amitié.

Je voudrais également témoigner ma reconnaissance à tous ceux dont j'ai croisé le chemin et qui m'ont apporté leur aide. Merci donc, en particulier, à Alain Bedouet, Alain Denoirjean, Alain Grimaud, Jean Jarrige et Gilles Rochette.

Enfin, je souhaite remercier mes parents et mes grands-parents pour leur soutien sans faille tout au long des années qui me sépare des bancs de l'école maternelle.

## Résumé

Ce travail de recherche présente une étude de la formation de dépôts de nickel réalisés par projection dynamique à froid (P.D.F. ou Cold Spray). Il s'agit d'un procédé où les particules métalliques à projeter sont introduites dans un écoulement gazeux supersonique. Au-delà d'une vitesse spécifique à chaque matériau, appelée vitesse critique, les particules peuvent adhérer sur le substrat. Les résultats de cette étude montrent que le rendement pondéral de dépôt est uniquement conditionné par la proportion de particules capables de dépasser la vitesse critique. L'augmentation de la vitesse moyenne des particules (par accroissement de la température du gaz propulseur, de sa température ou l'utilisation d'hélium en remplacement de l'azote) accroît donc le rendement. Les vitesses de particules ont été calculées par deux méthodes (application de la théorie isentropique unidimensionnelle et modélisation 2D). Le comparatif avec les vitesses mesurées montre que la précision de ces modèles est très satisfaisante. Deux techniques de détermination de la vitesse critiques, dont les résultats sont cohérents par rapport aux valeurs trouvées dans la littérature, ont été développées. Contrairement au rendement de dépôt, la compacité et la dureté des revêtements ne sont pas liées à la vitesse des particules. La modification du système de projection, par adjonction d'un système de chauffage des particules, permet d'améliorer légèrement le rendement de dépôt. L'utilisation d'une tuyère possédant une géométrie appropriée peut également améliorer significativement ce dernier.

### **Mots clés :**

Projection dynamique à froid, Cold Spray, Projection de nickel, Vitesse critique, Propriétés mécaniques, Tuyère de De Laval.

# Abstract

*Contribution to the development of a Cold Gas Dynamic Spray System (C.G.D.S.) for the realization of nickel coatings*

This Ph.D. work deals with the study of the formation of cold sprayed nickel coatings. In this process, powder grains are introduced in a supersonic gas stream. For each material, beyond a specific velocity called the critical velocity, particles start to bind onto the substrate. The results of this study show that, for a powder batch, the deposition efficiency is only linked to the rate of particles that can exceed the critical velocity. An increase of the particles mean velocity (obtained by an increase of the propellant gas temperature, pressure or by the use of helium) raises the deposition efficiency. The particle velocity has been calculated with two methods (the one-dimensional isentropic theory and a 2D model). Comparison of the results with measured velocity shows that the mathematical models are consistent and accurate. Two techniques for the critical velocity determination have been developed. Values obtain with them appear to be consistent with those found in the literature. Contrary to deposition efficiency, the porosity level and hardness of the coatings are not linked to the impact velocity. The addition of a particle heater to the spraying system allows to increase slightly the deposition efficiency. Using a well adapted nozzle design can also improve it significantly.

**Keywords:**

Cold gas-dynamic-spray method, Cold spray, Nickel spraying, Critical velocity, Mechanical properties, De Laval nozzle.

# Table des matières

Remerciements .....	i
Résumé .....	iii
Abstract .....	iv
Table des matières .....	v
Liste des tableaux .....	xi
Liste des figures .....	xiii
Introduction.....	1
I Étude bibliographique.....	5
I.1 La projection thermique : situation du sujet.....	7
I.1.1 Les techniques subsoniques .....	9
I.1.1.1 Flamme .....	9
I.1.1.2 Arc fil.....	10
I.1.1.3 Plasma thermique.....	12
I.1.2 Les techniques supersoniques .....	14
I.1.2.1 Plasma haute vitesse.....	14
I.1.2.1.a Plasma thermique sous pression partielle .....	14
I.1.2.1.b Plasma accéléré électromagnétiquement.....	15
I.1.2.2 HVOF-HVAF .....	17
I.1.2.3 Canon à détonation.....	23
I.1.2.4 La projection dynamique à froid (P.D.F. ou Cold Spray) .....	24
I.1.3 Conclusion : Récapitulatif des caractéristiques des différentes techniques .....	26
I.2 Étude de la Projection Dynamique à Froid .....	28
I.2.1 Modélisation de l'écoulement dans une tuyère de De Laval .....	28
I.2.1.1 Généralités, phénomènes liés à l'accélération du gaz.....	28
I.2.1.1.a Équations de base .....	28
I.2.1.1.b Écoulement d'un fluide non visqueux (généralités) .....	29
I.2.1.2 Étude de l'écoulement d'un gaz dans la tuyère .....	30
I.2.1.2.a Partie convergente de la tuyère.....	30
I.2.1.2.b Partie divergente de la tuyère.....	31
I.2.1.2.c Étude de la globalité de la tuyère de De Laval .....	31
I.2.1.2.d Calcul du nombre de Mach de la tuyère, de la pression, de la température et de la densité du gaz .....	33

I.2.1.2.e	Calcul de la vitesse de l'écoulement dans la tuyère .....	34
I.2.2	Modélisations des transferts de quantité de mouvement et de chaleur entre le fluide et les particules .....	35
I.2.2.1	Transfert de quantité de mouvement .....	35
I.2.2.1.a	Calcul de la vitesse d'écoulement des particules .....	35
I.2.2.1.b	Accélération optimale de la particule .....	38
I.2.2.1.c	Variation des propriétés de l'écoulement le long de la tuyère .....	39
I.2.2.2	Transfert de chaleur .....	40
I.2.2.2.a	Transfert de chaleur aux particules .....	40
I.2.2.2.b	Transfert de chaleur au substrat .....	41
I.2.3	Paramètres influençant le procédé .....	42
I.2.3.1	Nature du gaz propulseur .....	42
I.2.3.2	Influence de la température de la pression du gaz propulseur .....	43
I.2.3.3	Influence de la géométrie de la tuyère .....	45
I.2.3.3.a	Influence de la géométrie sur les propriétés de l'écoulement .....	45
I.2.3.3.b	Influence de la géométrie de la tuyère sur le rendement .....	47
I.2.3.4	Influence de la distance de tir .....	49
I.2.3.5	Influence de la poudre .....	50
I.2.3.5.a	Influence de la granulométrie des poudres .....	50
I.2.3.5.b	Influence de l'état d'oxydation des poudres .....	51
I.2.3.6	Influence du débit massique de gaz porteur .....	52
I.2.3.7	Influence de l'angle de tir .....	54
I.2.4	La création du dépôt .....	55
I.2.4.1	La formation du dépôt .....	55
I.2.4.1.a	Approche microscopique .....	55
I.2.4.1.b	Approche macroscopique .....	59
I.2.4.1.c	Les étapes de création d'un dépôt .....	63
I.2.4.2	La déformation des particules .....	66
I.2.4.2.a	Allongement des particules .....	66
I.2.4.2.b	Microstructure au niveau des interfaces entre les grains .....	67
I.2.4.2.c	Distribution de la température dans la zone de contact .....	72
I.2.4.3	Vitesses critiques .....	76
I.2.5	Phénomènes parasites .....	78
I.2.5.1	Création d'une zone d'adhérence le long des parois .....	78

I.2.5.2	Influence de la rugosité interne de la tuyère .....	81
I.2.5.3	Effets des contraintes résiduelles .....	83
I.2.5.4	Perturbations liées à l'impact du jet, zone de haute pression.....	84
I.2.5.5	Création d'une onde de choc .....	86
I.2.5.6	Instabilité géométrique du jet .....	90
I.2.6	État de l'art en terme de dépôts réalisés .....	91
I.2.6.1	Matériaux projetables.....	91
I.2.6.2	Exemples de caractéristiques des dépôts obtenus par P.D.F. ....	92
I.2.7	Conclusion .....	92
II	Montages expérimentaux et diagnostics utilisés .....	95
II.1	Matériel de projection .....	97
II.1.1	Description du système P.D.F. « Kinetic 3000 M » .....	97
II.1.2	Description du fonctionnement de l'automate.....	101
II.1.3	Dimensions caractéristiques de la tuyère utilisée.....	102
II.2	Dispositif de chauffage de poudre .....	103
II.3	Caméra rapide SprayWatch .....	105
II.4	Nano duromètre.....	107
II.5	Poudres utilisées .....	109
II.6	Conclusion .....	110
III	Modélisation de l'écoulement du flux gazeux et des particules injectées.....	111
III.1	Modèles mathématiques permettant de modéliser les écoulements.....	113
III.1.1	Théorie isentropique unidimensionnelle .....	113
III.1.1.1	Nombre de Mach .....	113
III.1.1.2	Température de l'écoulement .....	113
III.1.1.3	Densité de l'écoulement.....	114
III.1.1.4	Pression de l'écoulement.....	114
III.1.1.5	Vitesse de l'écoulement .....	114
III.1.1.6	Vitesse des particules .....	114
III.1.2	Modèle mathématique 2D.....	115
III.1.2.1	Hypothèses .....	115
III.1.2.2	Modèle aérodynamique de l'écoulement .....	117
III.1.2.2.a	Modèle concernant la particule.....	118
III.1.2.2.b	Conditions limites.....	118
III.1.2.3	Aspects numériques .....	119

III.1.2.3.a	Maillage du système .....	119
III.1.2.3.b	Méthode numérique et procédure.....	119
III.2	Application des modèles mathématiques à la tuyère utilisée .....	121
III.2.1	Calcul du nombre de Mach.....	121
III.2.2	Modélisation de l'écoulement .....	124
III.2.2.1	Température de l'écoulement .....	124
III.2.2.2	Densité et pression de l'écoulement.....	126
III.2.2.3	Vitesse de l'écoulement .....	128
III.2.3	Modélisation du comportement des particules dans le jet.....	131
III.2.3.1	Vitesse des particules .....	131
III.2.3.2	Influence de la granulométrie des particules .....	134
III.2.3.3	Influence de la pression initiale du gaz.....	136
III.2.4	Conclusion .....	138
IV	Mesures de vitesses : Résultats expérimentaux .....	139
IV.1	Mesure de vitesses de particules pour un écoulement d'azote.....	141
IV.2	Mesure de vitesses de particules pour un écoulement d'hélium .....	143
IV.3	Comparatif azote/hélium.....	145
IV.4	Calculs de la vitesse moyenne des particules dans un écoulement : comparaison aux mesures.....	146
IV.4.1	Écoulement d'azote .....	146
IV.4.2	Écoulement d'hélium .....	148
IV.4.3	Conclusion .....	149
IV.5	Évolution radiale des vitesses de particules dans le jet .....	151
IV.6	Influence de la présence d'un substrat sur la vitesse des particules.....	155
IV.6.1	Comparaison avec les vitesses dans le jet libre .....	155
IV.6.2	Influence de la distance de tir.....	156
IV.7	Détermination de la vitesse critique.....	158
IV.7.1	Méthode classique de mesure.....	158
IV.7.2	Mise au point d'une méthode de mesure in situ .....	159
IV.7.2.1	Principe de la méthode .....	159
IV.7.2.2	Essai préliminaire : projection de cuivre sur substrat cuivre .....	161
IV.7.2.3	Application de la méthode au cas du nickel.....	169
IV.7.2.3.a	Nickel sur substrat de cuivre .....	169
IV.7.2.3.b	Nickel sur substrat en acier inoxydable.....	171

IV.7.2.4	Application de la méthode au cas du CoNiCrAlY.....	172
IV.7.2.5	Intérêt de la méthode et perspectives d'évolutions.....	173
IV.7.3	Utilisation de la théorie isentropique unidimensionnelle pour calculer la vitesse critique des particules.....	174
IV.8	Conclusion.....	177
V	Propriétés des dépôts.....	179
V.1	Influence de la vitesse des particules de nickel sur leur morphologie après impact sur le substrat.....	181
V.1.1	Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne varie de 540 à 560 m/s.....	181
V.1.2	Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne est de l'ordre de 580 m/s.....	184
V.1.3	Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne est de l'ordre de 600 m/s.....	185
V.1.4	Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne est de l'ordre de 700 m/s.....	187
V.1.5	Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne varie de 720 à 740 m/s.....	190
V.1.6	Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne varie de 760 à 780 m/s.....	192
V.2	Caractéristiques des dépôts obtenus .....	194
V.2.1	Rendement de dépôt .....	194
V.2.1.1	Influence de la vitesse des particules sur le rendement .....	194
V.2.1.2	Influence de la dureté du substrat sur le rendement.....	198
V.2.2	Compacité des dépôts.....	204
V.2.2.1	Influence de la vitesse des particules sur la compacité du dépôt.....	204
V.2.2.2	Influence de la dureté du substrat.....	206
V.3	Propriétés mécaniques.....	209
V.3.1	Dureté des dépôts .....	209
V.3.1.1	Évolution de la dureté dans la globalité des dépôts.....	210
V.3.1.2	Évolution de la dureté dans les premières couches des dépôts.....	212
V.3.1.3	Comparaison duretés des poudres et duretés des dépôts .....	215
V.3.1.4	Influence de la vitesse des particules sur la dureté des dépôts de nickel	217
V.3.1.5	Influence de la dureté du substrat sur celle du dépôt .....	219

V.3.2	Module d'Young.....	222
V.4	Conclusion.....	225
VI	Modification du système de projection .....	227
VI.1	Modification de la température d'introduction des particules dans l'écoulement.....	229
VI.1.1	Transferts de quantité de mouvement et de chaleur aux particules dans le solénoïde.....	229
VI.1.1.1	Vitesse des particules dans le tube .....	229
VI.1.1.2	Température des particules dans le tube.....	230
VI.1.1.3	Calcul de la température des particules à la sortie du solénoïde .....	232
VI.1.2	Influence de la température des particules sur le rendement de dépôt.....	234
VI.1.3	Influence de la température des particules sur la compacité des dépôts .....	242
VI.1.4	Influence de la température des particules sur la dureté des dépôts .....	243
VI.1.5	Conclusion .....	245
VI.2	Modification de la géométrie de la tuyère.....	247
VI.2.1	Description des tuyères utilisées .....	247
VI.2.2	Vitesses de particules obtenues en utilisant ces tuyères .....	248
VI.2.2.1	Mesures de vitesses .....	248
VI.2.2.1.a	Tuyère standard .....	248
VI.2.2.1.b	Tuyère MOC.....	249
VI.2.2.1.c	Tuyère CRITT.....	251
VI.2.2.2	Comparaison avec les valeurs théoriques.....	253
VI.2.2.2.a	Tuyère MOC.....	253
VI.2.2.2.b	Tuyère CRITT.....	254
VI.2.3	Influence sur les dépôts.....	255
VI.2.3.1	Rendement de dépôt .....	255
VI.2.3.2	Taux de porosité .....	258
VI.2.4	Conclusion .....	259
	Conclusion générale.....	261
	Bibliographie.....	265

## Liste des tableaux

Tableau I-1 : Caractéristiques des différentes techniques de projection [DAV 04] .....	26
Tableau I-2 : Description des différentes tuyères [STOL 02].....	48
Tableau I-3 : Exemples de vitesses critiques en P.D.F. ....	76
Tableau I-4 : Exemples de vitesses d'érosion en procédé P.D.F. [SCHM 05]. ....	77
Tableau I-5 : Caractéristiques des dépôts réalisés en P.D.F. [STOL 02, VOY 03] .....	92
Tableau II-1 : Température du gaz porteur (°C) en fonction de l'intensité du courant.....	104
Tableau II-2 : Propriétés des poudres utilisées .....	109
Tableau III-1 : Liste des symboles utilisés par le modèle mathématique .....	115
Tableau III-2 : Conditions limites du modèle mathématique.....	119
Tableau III-3 : Propriétés du flux gazeux avant et après le premier choc oblique quand le gaz est introduit à 2,4 MPa et 500°C dans la tuyère (modélisation 2D B. Jodoin).....	131
Tableau III-4 : Comparaison des résultats de calculs de vitesses de particules avec les deux méthodes de modélisation (pression 2,4 MPa, particules de nickel, diamètre 19 µm). ....	133
Tableau III-5 : Comparaison des résultats théorie isentropique-modèle 2D (gaz : 2,4 MPa, 500°C, particules : nickel 19,3 µm).....	138
Tableau IV-1 : Écart vitesse théorique/vitesse mesurée en azote .....	147
Tableau IV-2 : Écart vitesse théorique/vitesse mesurée en hélium.....	148
Tableau IV-3 : Diamètres moyens des particules détectées par le système de mesure .....	166
Tableau IV-4 : Comparaison des vitesses critiques mesurées, calculées ou données dans la littérature.....	168
Tableau IV-5 : Calcul de la vitesse critique à partir du rendement de projection .....	176
Tableau V-1 : Composition chimique du substrat et des éjections en périphérie de particule .....	188
Tableau V-2 : Évolution du taux de porosité du dépôt de nickel en fonction de la vitesse des particules .....	205
Tableau V-3 : Caractéristiques des dépôts réalisés sur les substrats de différentes duretés .....	208
Tableau V-4 : Caractéristiques des dépôts réalisés .....	209
Tableau V-5 : Valeurs moyennes des duretés des dépôts.....	212
Tableau V-6 : Valeurs moyennes de la dureté des dépôts (zones 0-80 µm) .....	214
Tableau V-7 : Valeurs moyennes de duretés des poudres et dépôts.....	216

Tableau V-8 : Dureté de dépôts de nickel en fonction de la vitesse moyenne d'impact des particules .....	218
Tableau V-9 : Valeurs moyennes du module d'Young des poudres et dépôts.....	222
Tableau VI-1 : Différence entre la température du gaz et celle des particules en sortie du réchauffeur .....	233
Tableau VI-2 : Rendement de dépôt en fonction de la température du gaz porteur .....	235
Tableau VI-3 : Résistance à la rupture en tension du nickel en fonction de sa température [DAV 00] .....	238
Tableau VI-4 : Comparaison entre les températures des particules en sortie de réchauffeur (mesurées) et à l'impact (théorique).....	239
Tableau VI-5 : Températures de particules en sortie de tuyère et à l'impact .....	241
Tableau VI-6 : Influence de la température du gaz porteur sur le taux de porosité du dépôt .....	243
Tableau VI-7 : Influence de la température des particules sur la dureté du dépôt .....	244
Tableau VI-8 : Caractéristiques des tuyères utilisées .....	248
Tableau VI-9 : Différences entre les valeurs de vitesses obtenues avec une tuyère standard et une tuyère MOC .....	250
Tableau VI-10 : Différences entre les valeurs de vitesses obtenues avec une tuyère standard et une tuyère CRITT .....	252
Tableau VI-11 : Pourcentage d'erreur entre les valeurs de vitesses calculées et mesurées (tuyère MOC, poudre nickel, gaz azote).....	254
Tableau VI-12 : Pourcentage d'erreur entre les valeurs de vitesses calculées et mesurées (tuyère CRITT, poudre nickel, gaz azote).....	255
Tableau VI-13 : Taux de porosité de dépôt de nickel réalisés avec la tuyère MOC .....	258

## Liste des figures

Figure I-1 : Organigramme de la projection thermique.....	7
Figure I-2 : Températures et vitesses de particules en projection thermique [SMI 02, PAPY(2) 02].....	8
Figure I-3 : Schéma du procédé de projection par flamme (Source : www.advanced-coating.com).....	9
Figure I-4 : Schéma du procédé arc fil (Source: www.advanced-coating.com).....	10
Figure I-5 : Illustration de la déviation des flux anodique et cathodique (pression 0,45 MPa, courant 200A, tension 30V). L'axe horizontal représente le rayon d'une section de jet [ZHU 03].....	10
Figure I-6 : Schéma du procédé plasma soufflé (Source: www.advanced-coating.com).....	12
Figure I-7 : Schéma du procédé de dépôt électromagnétique [ZOW(2) 03].....	16
Figure I-8 : Schéma du procédé HVOF (Source: www.advanced-coating.com).....	17
Figure I-9 : Vitesse et trajectoire des particules sortant du système HVOF [BAR 03].....	18
Figure I-10 : Température de la flamme et vitesse des particules en HVOF [BAR 03].....	19
Figure I-11 : Schéma du procédé de canon à détonation (Source: www.advanced-coating.com).....	23
Figure I-12 : Schéma du procédé de projection dynamique à froid (source CSIRO).....	24
Figure I-13 : La tuyère de De Laval vue en coupe.....	28
Figure I-14 : Variations de vitesses et pressions dans une tuyère de De Laval.....	32
Figure I-15 : Comparaison des vitesses et températures de particules de deux granulométries différentes [STOL 01].....	39
Figure I-16 : Influence de la pression et la température sur la vitesse des particules.....	44
Figure I-17 : Variations de vitesse en fonction des températures et pressions de gaz [NEI 02].....	44
Figure I-18 : Différentes formes de tuyère étudiées [SAK 02].....	46
Figure I-19 : Influence de la géométrie des tuyères sur les propriétés du jet P.D.F. [SAK 02].....	46
Figure I-20 : Influence de la distance de tir sur la température et la vitesse des particules [STOL 01].....	49
Figure I-21 : Temps de séjour des particules en fonction du débit de gaz porteur [HAN 04].....	53
Figure I-22 : Températures des particules en fonction du débit de gaz porteur [HAN 04].....	53
Figure I-23 : Vitesse des particules en fonction du débit de gaz porteur [HAN 04].....	53

Figure I–24 : Composantes normale et tangentielle de la vitesse d’impact d’une particule...	54
Figure I–25 : (a) Courbes déformations-contraintes dans un solide en déformation normale (“Isotherme”), un solide ramollit adiabatiquement (“Adiabatique”) et un matériau subissant un cisaillement adiabatique localisé (“Localisée”); (b) et (c) schémas de cisaillements uniformes et localisés [GRU(1)04] .....	57
Figure I–26 : Déformation et température d’une particule au moment de l’impact en fonction du temps [ASS 03, ASS(1) 03].....	58
Figure I–27 : Déformation plastique progressive des particules impactantes [VST 02] .....	60
Figure I–28 : Interaction particule substrat à t = 5, 20, 35, 50 ns [GRU 03] .....	61
Figure I–29 : Création ou non d’un dépôt en fonction de la vitesse des particules [PAPY(2) 02] .....	63
Figure I–30 : Les étapes de la création d’un dépôt (aluminium sur aluminium) [VST 02] .....	64
Figure I–31 : Interfaces Cu-Cu visualisées en microscopie électronique en transmission [BOR 03].....	68
Figure I–32 : Évolution de la microstructure durant la recristallisation dynamique [BOR 03].	69
Figure I–33 : Interfaces Al-Al (image de gauche) et Ni-Ni (image de droite) visualisées en microscopie électronique en transmission [BOR 04].....	70
Figure I–34 : Influence de la nature du substrat et de la granulométrie de la poudre (aluminium) sur la température de la zone de contact [PAPY(1) 02] .....	72
Figure I–35 : Influence de la vitesse sur la température dans la zone d’impact [KAR 02] .....	73
Figure I–36 : État physique des particules en fonction de leur taille et vitesse [PAPY 03] ....	74
Figure I–37 : Comportement de la particule en fonction de sa vitesse et de sa température [SCHM 05].....	77
Figure I–38 : Profil des vitesses de gaz dans la tuyère [ALK 01] .....	79
Figure I–39 : Effets de la rugosité de la tuyère sur la vitesse des particules [HAN 04].....	82
Figure I–40 : Contraintes résiduelles dans un dépôt P.D.F. de Cuivre [MCU 96] .....	84
Figure I–41 : Visualisation de la zone de hautes pressions suivant la distance de tir [PAPY(2) 02] .....	85
Figure I–42 : Effet de l’onde de choc sur la vitesse d’un jet supersonique obtenu avec une tuyère rectangulaire (Source : Rutgers, Université d’état du New Jersey).....	87
Figure I–43 : Schéma du découpage de la zone de haute pression à l’impact [GRU 04].....	88
Figure I–44 : Oscillation du jet supersonique (Source : Rutgers, Université d’état du New Jersey).....	91
Figure II–1 : Système de projection Kinetic 3000 M.....	97

Figure II-2 : Écran de contrôle du Kinetic 3000M (source CGT GmbH) .....	98
Figure II-3 : Photographie du solénoïde du <i>LINDSPRAY</i> <sup>®</sup> HT 800/30 en fonctionnement (source CGT GmbH) .....	99
Figure II-4 : Dimensions caractéristiques de la tuyère utilisée .....	102
Figure II-5 : Schéma du dispositif de chauffage des particules .....	103
Figure II-6 : Photographie du montage de chauffage des particules .....	104
Figure II-7 : Schéma du montage permettant la mesure de vitesse de particules (source OSEIR) .....	105
Figure II-8 : Schéma du dispositif de mesure d'un nano duromètre (source CSM Instruments) .....	107
Figure II-9 : Images MEB des poudres utilisées .....	110
Figure III-1 : Valeur du nombre de Mach en fonction du rapport des aires de sections de tuyère .....	122
Figure III-2 : Évolution du nombre de Mach en sortie de tuyère (Gaz azote) .....	123
Figure III-3 : Évolution du nombre de Mach en sortie de tuyère (Gaz hélium) .....	123
Figure III-4 : Évolution de la température dans la tuyère (gaz azote, modélisation B. Jodoin) .....	125
Figure III-5 : Évolution de la température dans la tuyère (gaz hélium, modélisation B. Jodoin) .....	125
Figure III-6 : Évolution de la pression dans la tuyère (gaz azote, modélisation B. Jodoin) .	127
Figure III-7 : Évolution de la pression dans la tuyère (gaz hélium, modélisation B. Jodoin)	127
Figure III-8 : Isocontours de la vitesse du gaz azote dans la tuyère .....	128
Figure III-9 : Isocontours de la vitesse du gaz azote en sortie et hors de la tuyère .....	129
Figure III-10 : Isocontours de la vitesse du gaz hélium dans la tuyère .....	129
Figure III-11 : Isocontours de la vitesse du gaz hélium en sortie et hors de la tuyère .....	130
Figure III-12 : Évolution des vitesses de gaz et particules en sortie de tuyère en fonction de la température du gaz (hélium et azote, pression 2,4 MPa, particules de nickel diamètre 19,4 $\mu\text{m}$ ) .....	132
Figure III-13 : Influence de la granulométrie de la poudre de nickel sur la vitesse des particules (Gaz hélium, pression 2,4 MPa) .....	134
Figure III-14 : Influence de la granulométrie de la poudre de nickel sur la vitesse des particules (Gaz azote, pression 2,4 MPa) .....	135
Figure III-15 : Influence de la pression d'introduction du gaz sur la vitesse des particules de nickel (19,4 $\mu\text{m}$ , gaz hélium) .....	136

Figure III-16 : Influence de la pression d'introduction du gaz sur la vitesse des particules de nickel (19,4 $\mu\text{m}$ , gaz azote) .....	137
Figure IV-1: Évolution des vitesses moyennes des particules dans la zone 0-16 mm après la sortie de tuyère en fonction de la température et de la pression (gaz azote, particules de nickel) .....	141
Figure IV-2 : Dispersion de la population de vitesse des particules de nickel (gaz azote, zone 0-16 mm après la sortie de la tuyère).....	142
Figure IV-3 : Évolution des vitesses moyennes des particules dans la zone 0-16 mm après la sortie de tuyère en fonction de la température et de la pression (gaz hélium, particules de nickel).....	143
Figure IV-4 : Dispersion de la population de vitesse des particules de nickel (gaz hélium, zone 0-16 mm après la sortie de la tuyère).....	144
Figure IV-5 : Évolution des vitesses de particules de nickel en fonction des températures, pressions type de gaz et distances de mesure .....	145
Figure IV-6 : Comparatif vitesses mesurées/vitesses théoriques (poudre de nickel, gaz azote) .....	146
Figure IV-7 : Comparatif vitesses mesurées/vitesses théoriques (poudre de nickel, gaz hélium).....	148
Figure IV-8 : Schéma expliquant la division du jet de particules en cinq zones de mesure	151
Figure IV-9 : Évolution de la concentration en particules dans une section du jet (gaz azote) .....	152
Figure IV-10 : Évolution de la concentration en particules dans une section du jet (gaz hélium).....	152
Figure IV-11 : Évolution des vitesses relatives dans une section radiale du jet (azote).....	153
Figure IV-12 : Évolution radiale des vitesses relatives dans une section radiale du jet (hélium).....	154
Figure IV-13 : Influence de la présence d'un substrat sur la vitesse des particules de nickel à l'impact (gaz azote, distance de tir 30 mm) .....	155
Figure IV-14 : Évolution des vitesses de particules de nickel en fonction de la distance tuyère-substrat (gaz azote).....	156
Figure IV-15 : Montage expérimental permettant la détermination de vitesses critiques ....	160
Figure IV-16 : Évolution de la distribution du flux de particules sur le substrat en fonction de leur vitesse (cuivre sur substrat cuivre, cartographies issues d'images SprayWatch) .	160
Figure IV-17 : Distribution des particules sur le substrat (cuivre sur substrat cuivre).....	162

Figure IV–18 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (cuivre sur substrat cuivre, D.E. : rendement de dépôt) .....	163
Figure IV–19 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (Cuivre sur substrat aluminium, D.E. : rendement de dépôt).....	164
Figure IV–20 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (Cuivre sur substrat acier inoxydable 304L, D.E. : rendement de dépôt) .....	165
Figure IV–21 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (Carbure de tungstène sur substrat carbure de tungstène, D.E. : rendement de dépôt) .....	165
Figure IV–22 : Granulométrie des particules de cuivre composant le dépôt et des particules initialement contenues dans le lot de poudre utilisé .....	167
Figure IV–23 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (Nickel sur substrat cuivre, D.E. : rendement de dépôt).....	170
Figure IV–24 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (Nickel sur substrat acier inoxydable 304L).....	171
Figure IV–25 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (CoNiCrAlY sur substrat cuivre).....	172
Figure IV–26 : Correspondance du rendement de dépôt avec la taille maximale des particules projetables.....	175
Figure V–1 : Images MEB de particules de nickel sur la surface d'un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 540-560 m/s).....	182
Figure V–2 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 540-560 m/s).....	183
Figure V–3 : Image en microscopie interférométrique de l'impact de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 540-560 m/s) .....	183
Figure V–4 : Images MEB de la surface et de coupes polies de particules de nickel sur un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 580 m/s).....	184
Figure V–5 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 580 m/s) .....	185
Figure V–6 : Images MEB de la surface de particules de nickel sur un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 600 m/s) .....	186
Figure V–7 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 600 m/s) .....	186

Figure V–8 : Image en microscopie interférométrique de l'impact de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 600 m/s).....	187
Figure V–9 : Images MEB de particules de nickel sur la surface d'un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 700 m/s) .....	188
Figure V–10 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 700 m/s) .....	189
Figure V–11 : Image en microscopie interférométrique de l'impact de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 700 m/s).....	190
Figure V–12 : Images MEB de particules de nickel sur la surface d'un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 720-740 m/s).....	191
Figure V–13 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 720-740 m/s).....	191
Figure V–14 : Images MEB de particules de nickel sur la surface d'un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 760-780 m/s).....	192
Figure V–15 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 760-780 m/s).....	193
Figure V–16 : Image en microscopie interférométrique de l'impact de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 760-780 m/s) .....	193
Figure V–17 : Rendement de dépôt du Nickel en fonction de la vitesse d'impact des particules (substrat acier inoxydable 304L).....	194
Figure V–18 : Granulométrie (cumulée) de la poudre de nickel utilisée.....	195
Figure V–19 : Calcul du rendement de dépôt pour des paramètres de projection connus ..	197
Figure V–20 : Comparaison rendement de dépôt mesuré, rendement calculé.....	198
Figure V–21 : Évolution de la dureté de l'acier 42CrMo4 en fonction de la température de revenu .....	199
Figure V–22 : Évolution du rendement en fonction de la dureté du substrat .....	200
Figure V–23 : Influence de la dureté du substrat sur la vitesse critique des particules de nickel .....	202
Figure V–24 : Influence de la dureté du substrat sur la vitesse critique des particules de NiCrAlY.....	203
Figure V–25 : Aspect des dépôts de nickel en fonction de la vitesse des particules .....	204
Figure V–26 : Micrographies optiques de coupes de dépôts de nickel sur acier 42CrMo4 dont la dureté varie de 580 HV <sub>300N</sub> à 200 HV <sub>300N</sub> (Hélium, 2,4 MPa, 500°C).....	206

Figure V–27 : Micrographies optiques de coupes de dépôts de NiCrAlY sur acier 42CrMo4 dont la dureté varie de 580 HV <sub>300N</sub> à 200 HV <sub>300N</sub> (Hélium, 2,4 MPa, 500°C).....	207
Figure V–28 : Observation en microscopie optique de coupes des dépôts réalisés A : nickel, B : CoNiCrAlY, C : Hastelloy C, D : NiCrAlY1, E : NiCrAlY2 .....	210
Figure V–29 : Évolution de la dureté dans des dépôts P.D.F. ....	211
Figure V–30 : Nano indentations dans des dépôts P.D.F. attaqués à l'eau régale (A : nickel, B : CoNiCrAlY, C : Hastelloy C, D : NiCrAlY) .....	213
Figure V–31 : Évolution de la dureté dans les 60 premiers micromètres des dépôts .....	214
Figure V–32 : Exemples d'indentations dans des grains de poudre enrobée (A : nickel, B : CoNiCrAlY, C : Hastelloy C).....	215
Figure V–33 : Évolution de la dureté dans le dépôt (NiCrAlY) et le substrat en fonction de la dureté de ce dernier .....	219
Figure V–34 : Évolution de la dureté dans le dépôt (nickel) et le substrat en fonction de la dureté de ce dernier .....	220
Figure V–35 : Dureté moyenne des dépôts de nickel et NiCrAlY en fonction de celle du substrat.....	221
Figure V–36 : Température de transition ductile-fragile pour des dépôts de NiCrAlY [DAV 00] .....	223
Figure V–37 : Formes moyennes des courbes d'indentation des poudres de NiCrAlY (1 & 2) .....	224
Figure VI–1 : Évolution de la température d'une particule de nickel dans le réchauffeur (Gaz azote, débit 4 m3/h).....	233
Figure VI–2: Influence de la température du gaz porteur sur le rendement de dépôt.....	234
Figure VI–3 : Influence de la température des particules sur la vitesse critique des particules .....	235
Figure VI–4 : Influence de la température des particules sur la vitesse critique des particules (Exemple : vitesse moyenne des particules 650 m/s) .....	237
Figure VI–5 : Comparaison entre l'évolution théorique de la vitesse critique des particules de nickel et son évolution mesurée .....	238
Figure VI–6 : Évolution de la température d'une particule de nickel (19 µm) dans le divergent de la tuyère, gaz propulseur hélium (1,4 MPa, 500°C).....	240
Figure VI–7 : Observation en microscopie optique de coupes des dépôts réalisés (Hélium, 1,4 MPa, 500°C) en fonction de la température d'introduction des particules dans la tuyère .....	242

Figure VI-8 : Dureté d'un dépôt de nickel après plusieurs revenus (1 heure) .....	244
Figure VI-9 : Évolution des vitesses moyennes de particules de nickel (tuyère standard) en fonction de la température et de la pression du gaz propulseur (azote, zone 0-16 mm après la sortie).....	249
Figure VI-10 : Évolution des vitesses moyennes de particules de nickel (tuyère MOC) en fonction de la température et de la pression du gaz propulseur (azote, zone 0-16 mm après la sortie).....	249
Figure VI-11 : Évolution des vitesses moyennes de particules de nickel (tuyère CRITT) en fonction de la température et de la pression du gaz propulseur (azote, zone 0-16 mm après la sortie).....	251
Figure VI-12 : Accrochage des particules de nickel dans le divergent de la tuyère .....	253
Figure VI-13 : Évolution du rendement de dépôt en fonction des paramètres de projection et de la tuyère utilisée (gaz azote, poudre nickel) .....	256
Figure VI-14 : Évolution du rendement de dépôt en fonction de la vitesse moyenne des particules .....	257

# Introduction

L'idée d'utiliser l'énergie cinétique et thermique pour former des dépôts denses a germé dès la fin des années cinquante dans l'esprit de Smith, Kenmore, Eschenbach et Pelton. Au milieu des années soixante, Rocheville pensa, lui, que l'énergie cinétique seule pouvait permettre de réaliser ces dépôts [VST 03]. C'est seulement au milieu des années quatre-vingt que la méthode de projection dynamique à froid (P.D.F., également appelée Cold Spray) fut découverte et développée à «l'institut de Mécanique Théorique et Appliquée » de l'académie Russe des Sciences de Novossibirsk par les Professeurs Papyrin, Alkhimov et leurs collègues. Alors qu'ils mettaient au point des souffleries supersoniques, ils s'aperçurent qu'au delà d'une certaine vitesse (vitesse critique) les traceurs métalliques employés pour mesurer la vitesse du flux gazeux n'érodaient pas la cible leur faisant face mais formaient un dépôt dont l'épaisseur augmentait rapidement (cette vitesse critique, permettant le dépôt, dépend du matériau employé comme traceur) [PAPY 01, DYK 98].

Ils réalisèrent des essais avec une large gamme de métaux, alliages métalliques et matériaux composites sur divers substrats démontrant ainsi la pertinence de la technique pour différentes applications. Des brevets furent déposés aux États Unis en 1994 (US Patent 5, 302, 414 : « Gas Dynamic Spraying Method for Applying a Coating » [ALK 94]) et en Europe en 1995 (European Patent 0, 484, 533 : « Method and device for coating » [ALK 95]). Le procédé a été présenté pour la première fois aux USA en 1995 au cours d'une conférence majeure sur le traitement thermique. Ce travail avait été effectué par un groupe de chercheurs du National Center for Manufacturing Sciences qui regroupait diverses entités impliquées dans le développement de cette technique [MCU 95].

Aujourd'hui la période de maturation du procédé est terminée et une nouvelle phase de son développement est entamée en regard de l'intérêt croissant que lui portent nombre d'organismes de recherche et d'industriels. La situation est donc propice à une étude des connaissances actuelles et au lancement d'investigations sur ce sujet encore peu étudié en France.

C'est dans ce contexte que la société CRITT METALL 2T a fait le choix d'investir dans cette technologie en équipant son centre de recherche sur l'usure (LORIUS) d'une installation

robotisée de projection à froid. Cette dernière doit permettre de proposer aux clients du centre des solutions innovantes permettant la réalisation de revêtements possédant des caractéristiques particulières. En effet, les premiers essais, réalisés à travers le monde, ont montré que les dépôts réalisés possèdent une compacité et un taux d'oxyde qui favorisent leur utilisation dans les domaines du management thermique, de la conduction électrique ou encore de la résistance à la corrosion. Les matériaux habituellement utilisés dans les domaines précités présentent donc un intérêt non négligeable à être mis en œuvre par Projection Dynamique à Froid (P.D.F.). De ce fait, les matériaux tels que le cuivre et l'aluminium ont été les premiers à être étudiés et la littérature leur consacre un nombre abondant d'articles. L'intérêt d'une étude pratique sur un de ces matériaux apparaissait donc assez limité.

Dans le domaine de la lutte contre la corrosion (notamment à chaud), l'utilisation du nickel et de ses alliages est largement répandue. Les demandes concernant la projection de ce type de matériau ont rapidement représenté une part importante des études de faisabilité désirées par les clients de la société. Il est donc devenu évident que la compréhension des phénomènes mis en jeu dans ce type de projection était primordiale et que leurs études approfondies permettraient de faire progresser le savoir faire de l'entreprise. Sur ce sujet, il existe une réelle adéquation entre les besoins de l'entreprise et les objectifs de recherche. Ce travail de thèse est ainsi centré sur l'étude de la projection de nickel (et de ses alliages).

Dans le premier chapitre, l'étude bibliographique situe tout d'abord le procédé P.D.F. (Projection Dynamique à Froid) dans la palette des procédés de projection thermique. Les autres techniques de projection (subsoniques et supersoniques) sont rapidement décrites afin d'en présenter les caractéristiques. Le procédé P.D.F. est ensuite étudié plus longuement. Dans un premier temps, l'écoulement du gaz dans une tuyère de De Laval est décrit ainsi que le transfert des quantités de mouvement et de chaleur aux particules. Les paramètres influençant le procédé (nature, température, pression du gaz propulseur...) et les différentes étapes de la création du dépôt sont également présentés. Cet « état des lieux » bibliographique s'achève en soulignant les phénomènes principaux qui perturbent le fonctionnement du procédé.

Les montages expérimentaux et les systèmes de diagnostic utilisés font l'objet d'une description dans le chapitre deux. Le système de projection utilisé, le dispositif de mesure

des particules, le système de chauffage des particules ainsi que les poudres utilisées y sont présentés. Le système de mesure de dureté par nano indentations est également décrit.

Dans le troisième chapitre, les équations isentropiques issues de l'étude bibliographique sont appliquées dans le cas d'une tuyère standard. Les bases mathématiques d'une modélisation 2D, réalisée en collaboration avec Bertrand Jodoin de l'université d'Ottawa, sont également posées. Les résultats issus de ces deux modélisations sont comparés. Ils mettent en évidence la forte influence théorique de la taille des particules et de la pression d'introduction des gaz sur la vitesse des particules.

La vitesse des particules étant un paramètre clef, le quatrième chapitre est centré sur des mesures simples de vitesse en fonction de la nature du gaz propulseur, de sa température et de sa pression d'introduction. La recherche de la vitesse critique (au-delà de laquelle les particules commencent à adhérer au substrat) est également étudiée. Deux méthodes pour estimer cette vitesse critique (une par la mesure et une par le calcul) sont présentées. Ces résultats sont comparés avec ceux obtenus par modélisation dans le chapitre précédent. Des répartitions radiales et axiales des vitesses sont mesurées et l'influence de la présence d'un substrat sur la vitesse des particules est étudiée.

Le cinquième chapitre est consacré à la description des dépôts obtenus. L'influence de la vitesse d'impact des particules sur leur déformation, la compacité du dépôt et sa dureté y sont présentées. Une étude du même type est effectuée en faisant varier la dureté du substrat sur lequel la projection est réalisée. L'évolution de la dureté au sein du revêtement, ainsi que la différence entre la dureté de la particule et celle du dépôt correspondant, font l'objet d'une étude particulière. Finalement, le module d'Young du dépôt est évalué et comparé à celui des poudres utilisées.

La connaissance de l'ensemble des phénomènes et leur influence sur la qualité des dépôts a naturellement conduit à des idées d'évolutions technologiques du procédé. Cela fait l'objet du sixième chapitre. Tout d'abord un système de chauffage des particules est introduit entre le distributeur et l'injecteur de poudre. Cela doit permettre de faire diminuer la vitesse critique des particules. Ensuite, la tuyère utilisée pour accélérer le mélange gaz-particules est modifiée afin d'atteindre des vitesses de particules plus élevées. Ces deux modifications permettent d'augmenter le rendement de dépôt du système P.D.F. utilisé.



# I Étude bibliographique

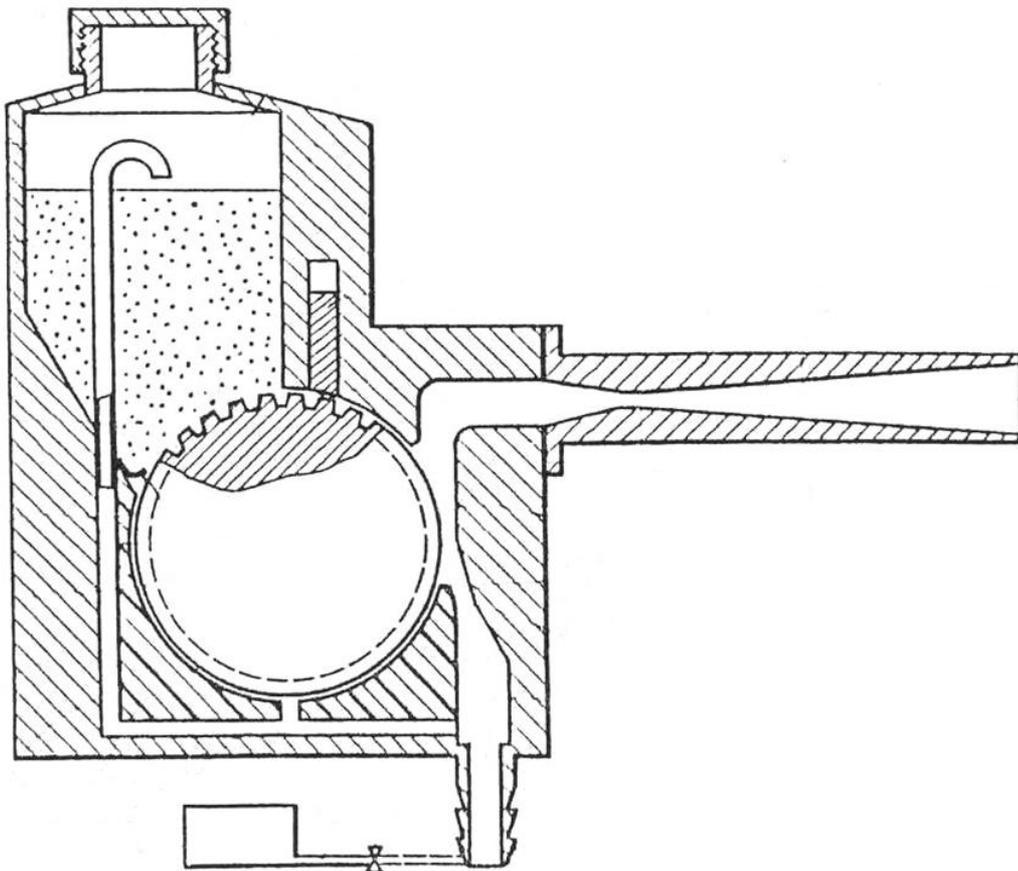


Schéma décrivant le procédé P.D.F.

Brevet US 5 302 414 (1994)



Dans ce chapitre, le procédé P.D.F. sera tout d'abord situé par rapport aux autres techniques de projection. La technique elle-même sera ensuite décrite plus en détail. Tout d'abord les équations permettant de modéliser l'écoulement d'un fluide dans une tuyère de De Laval ainsi que les équations du transfert de quantité de mouvement aux particules seront énoncées. Les paramètres influençant le procédé seront décrits avant d'expliquer les mécanismes permettant l'adhésion des particules. Finalement quelques phénomènes perturbant le procédé seront présentés.

## I.1 La projection thermique : situation du sujet

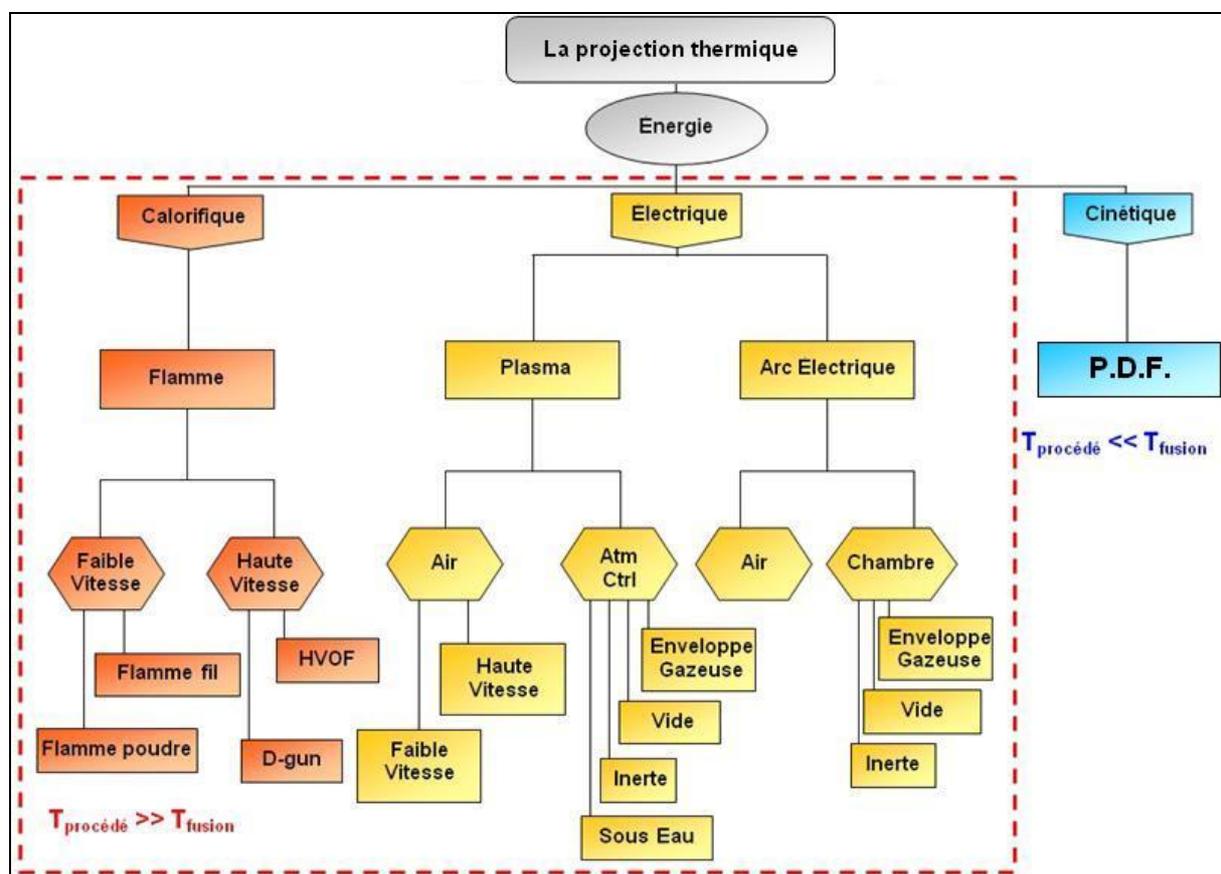


Figure I-1 : Organigramme de la projection thermique

Les procédés de projections thermiques peuvent être divisés en trois grandes catégories selon le type d'énergie qu'ils utilisent (Figure I-1) :

- Énergie calorifique : techniques où les matériaux à projeter sont fondus en les introduisant, sous forme de poudre ou de fil, dans une flamme (HVOF, flamme, canon à détonation).

- Énergie électrique : un arc électrique sert soit à exciter ou à ioniser un gaz pour créer un plasma thermique (haute densité énergétique), soit directement à fondre le matériau à projeter (arc fil).
- Énergie cinétique : elle permet la déformation plastique des particules lors de l'impact et la création de liaisons entre elles (procédé « P.D.F. ») [DEC 01].

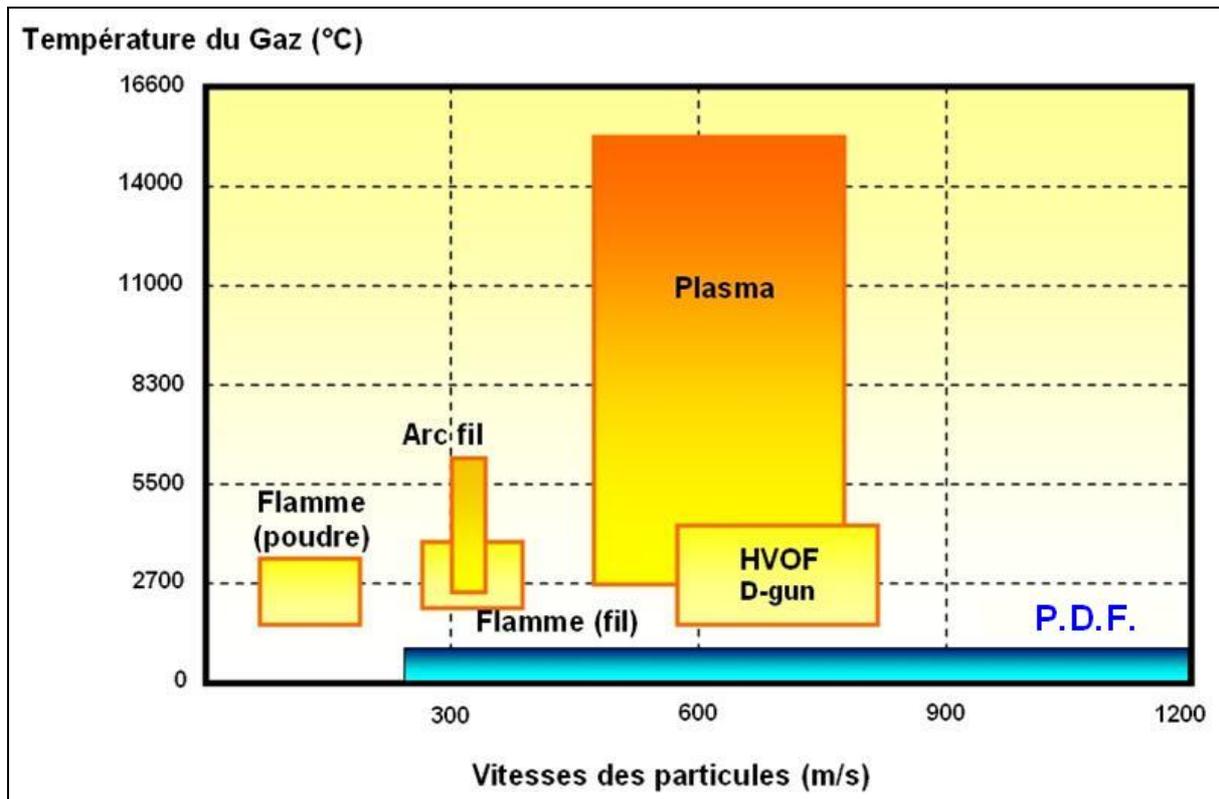


Figure I-2 : Températures et vitesses de particules en projection thermique [SMI 02, PAPY(2) 02]

La technique P.D.F. se différencie surtout des autres techniques par l'absence de changement d'état physique du matériau projeté (températures très basses). En projection thermique « classique » le matériau est toujours fondu (ou semi fondu) avant de venir s'écraser sur le substrat. En « Projection Dynamique à Froid », les particules restent dans l'état solide tout au long de leur trajet dans le jet gazeux. L'énergie cinétique, qui est dissipée lors de l'impact, reste insuffisante pour fournir l'énergie nécessaire à la fusion totale du matériau. Certains auteurs classent d'ailleurs ce procédé dans une nouvelle famille de technique de projection : la projection « athermique ».

## I.1.1 Les techniques subsoniques

### I.1.1.1 Flamme

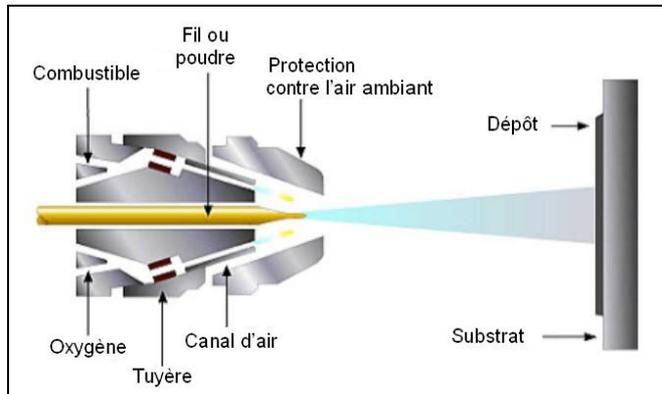


Figure I-3 : Schéma du procédé de projection par flamme  
(Source : [www.advanced-coating.com](http://www.advanced-coating.com))

Avec cette technique, la fusion du matériau d'apport (sous forme de poudre ou de fil) est assurée par l'énergie calorifique fournie par une flamme dont la température varie de 2640°C (oxypropane) à 3150°C (oxyacétylène, rapport  $O_2/C_2H_2 = 1,6$ ). Les matériaux projetables ont donc un point de fusion inférieur à 2600°C (à l'exception du molybdène) et un point de sublimation supérieur à cette valeur. Le pistolet, alimenté par un oxygaz, possède un réservoir de poudre embarqué ou est relié à un distributeur déporté. Dans le premier cas, la poudre tombe par gravité et est entraînée par un des gaz de combustion jusque dans la flamme. Si la réserve est séparée du chalumeau, un gaz porteur neutre est alors utilisé. La vitesse des particules est faible (environ 30 m/s). Dans le cas de l'utilisation de fil comme matériau d'apport, la flamme sert alors simplement à fondre la matière qui est dispersée et propulsée par un courant d'air comprimé. La vitesse est alors supérieure et atteint 150 m/s. Une grande distance buse-substrat (100-200 mm) permet une bonne fusion du matériau. Une refusion du revêtement après projection permet d'améliorer l'adhérence et de réduire le taux de porosité. Les taux de dépôt horaires varient de 2 à 3 kg pour la technique par apport de poudre et jusqu'à 30 kg pour la technique par fil. L'adhérence est souvent supérieure à 80 MPa [PRO 99, PAR 03].

### I.1.1.2 Arc fil

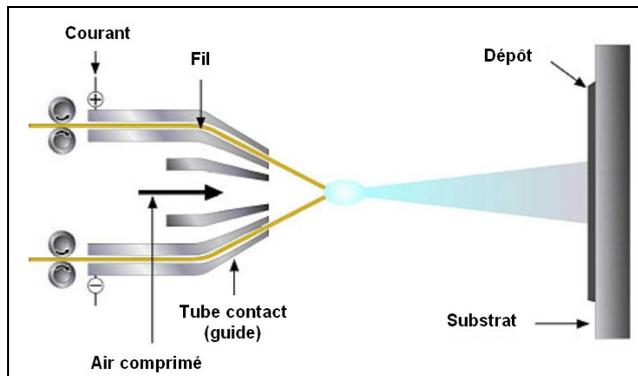


Figure I-4 : Schéma du procédé arc fil  
(Source: www.advanced-coating.com)

La création d'un arc électrique (tension 18-40 V, intensité 35-500A) entre deux fils consommables permet d'en fondre les extrémités. Les gouttelettes ainsi formées sont pulvérisées et propulsées vers le substrat par un jet d'air comprimé. Les fils forment un angle de trente degrés entre eux ce qui provoque une intersection des flux de matière provenant de l'anode et de la cathode. Une bonne atomisation et une vitesse élevée de particules favorisent un bon mélange de ces deux flux. Au niveau de la cible, les deux zones où les particules issues de la cathode et de l'anode vont impacter préférentiellement peuvent être séparés de plusieurs millimètres (les flux maximaux de matière sont déviés par rapport à l'axe passant par le centre de la buse de pulvérisation, Figure I-5).

Dans le cas d'un dépôt avec deux fils de nature différente, il a été constaté une inhomogénéité chimique du dépôt [JAN 02, ZHU 03, PRO 99].

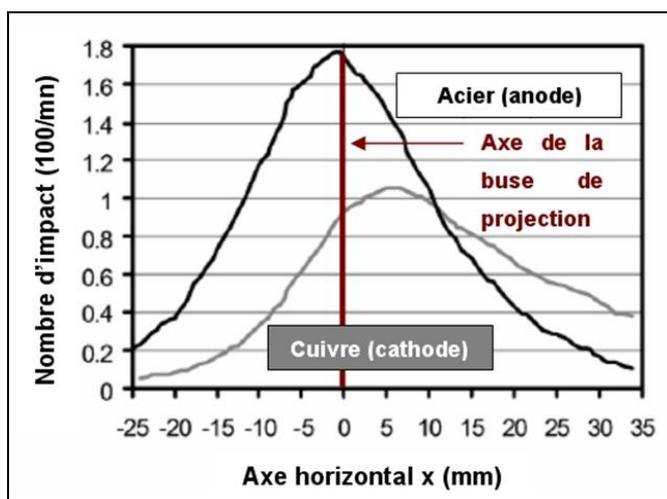


Figure I-5 : Illustration de la déviation des flux anodique et cathodique (pression 0,45 MPa, courant 200A, tension 30V). L'axe horizontal représente le rayon d'une section de jet [ZHU 03]

Dans la zone de fusion la température est proche de 6000°C et la vitesse des particules atteint 250 m/s. Le taux de porosité est de 5 à 10 %, la force d'accrochage de 20 à 40 MPa, le taux horaire de dépôt varie de 5 à 30 kg suivant le type de fil utilisé (plein ou fourré avec une poudre) et le matériau à déposer (fer, cuivre, zinc, WC/Co). La projection par arc fil est donc économique et permet de réaliser des dépôts sur des épaisseurs allant de 0,2 à 3 mm [JAN 02, PRO 99].

#### Fusion du matériau :

Des tubes contact, alimentés en tension continue, permettent le transfert électrique aux fils et assurent la précision de leur positionnement. Les fils peuvent être poussés par le système de déroulement de la bobine (push), tirés au niveau de la torche (pull) ou être distribués par combinaison des deux mécanismes (push-pull) à une vitesse de l'ordre de 10 m/mn. L'arc électrique voit son intensité fluctuer durant l'arrachement de la goutte fondue à son extrémité. Ce phénomène vient du fait que la consommation du fil par fusion et l'entraînement de celui-ci par le distributeur ne sont pas parfaitement coordonnés, la distance anode-cathode va donc évoluer. Au niveau de la cathode, l'accrochage de l'arc est très localisé (constriction de l'arc) ce qui entraîne une fusion du même type et la création de gouttelettes fines. L'anode fond doucement (accrochage anodique diffus) et produit des gouttes plus grossières. Ces variations d'arc favorisent une grande dispersion granulométrique des gouttelettes formées. L'augmentation de la puissance électrique appliquée aux fils diminue le temps de fusion de ceux-ci. Cela augmente le débit linéaire de fil et diminue le temps pendant lequel des échanges (oxydation) peuvent avoir lieu entre les particules et l'atmosphère. En diminuant le taux d'oxygène contenu dans les dépôts, on diminue aussi leur dureté car les oxydes participent au durcissement [JAN 02, WAT 02, WAT 98].

#### Pulvérisation du matériau :

L'utilisation d'air comprimé comme gaz propulseur induit une oxydation des particules durant leur vol (mais reste moins onéreux que l'utilisation de gaz neutres). Les liaisons entre les strates formant le dépôt se trouvent fragilisées par l'existence de ces oxydes qui s'insèrent entre les splats. Lors de la projection d'acier, l'air ambiant favorise la décarburation. L'utilisation d'azote évite ces phénomènes.

Le rôle du jet d'air principal est de cisailer les gouttes qui se forment à l'extrémité des fils et de les entraîner vers le substrat. Mais l'injection axiale de ce gaz détache des gouttelettes de

diamètres assez importants qui forment une structure de dépôt grossière. Cela peut être amélioré par l'adjonction d'un deuxième jet de pulvérisation (conique) qui cisaille plus finement les gouttes projetées. La porosité est alors réduite d'un facteur deux (1 à 2%). Il permet de constricter le premier jet et ainsi d'augmenter sa vitesse d'écoulement et sa pression. Avec un débit de gaz de pulvérisation faible (inférieur à 100 m<sup>3</sup>/h) l'épaisseur des splats atteint des valeurs supérieures à la dizaine de micromètre. Si on ajoute 50% de gaz en plus, leur épaisseur devient inférieure à 5 µm. C'est la diminution de la taille des gouttelettes projetées (meilleur cisaillement) qui explique cela et qui améliore également la stabilité de l'arc. En revanche, si la granulométrie des particules est plus fine, à masse constante, la surface spécifique est en augmentation et la réaction d'oxydation est favorisée. En utilisant de l'azote, l'augmentation du débit gazeux crée une enveloppe plus efficace et le phénomène d'oxydation des particules régresse [PRO 99, JAN 02, WAT 02].

Dans les aciers au carbone, l'usage d'azote comme gaz propulseur permet de conserver la dureté en préservant le carbone qui gouverne la microstructure. Le module d'Young augmente avec le débit d'azote. Avec l'air deux phénomènes antagonistes ont lieu, un grand débit favorise à la fois un bon étalement des splats (structure homogène) et la présence d'oxydes (qui sont des défauts structuraux). Il existe donc une valeur optimale du débit de gaz propulseur pour obtenir un module d'Young maximal [JAN 02].

### I.1.1.3 Plasma thermique

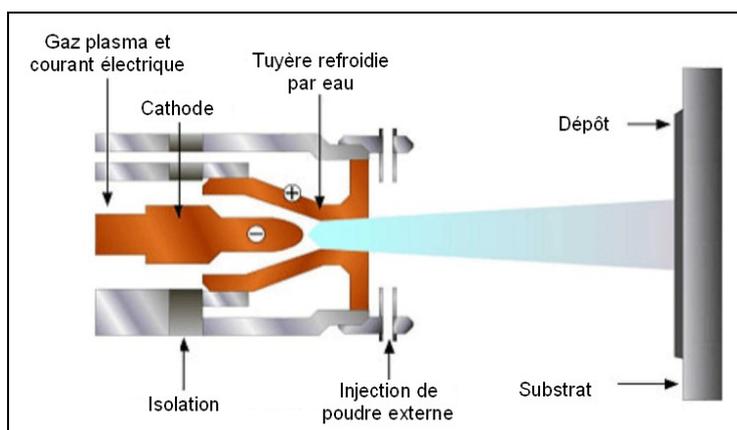


Figure I-6 : Schéma du procédé plasma soufflé (Source: [www.advanced-coating.com](http://www.advanced-coating.com))

Les torches de projection par plasma d'arc soufflé sont basées sur le principe suivant : l'arc électrique éclate entre une cathode thermo-émissive en tungstène thorié (ne supportant ni gaz oxydant, ni gaz chloré ou fluoré) de type tige et une tuyère anode en cuivre électrolytique.

Pour évacuer l'énergie thermique fournie par l'arc à la surface des électrodes, celles-ci sont fortement refroidies par circulation d'eau sous pression (0,8 à 2 MPa). Les électrons sont émis à partir d'une tache cathodique en fusion de quelques dixièmes de  $\text{mm}^2$ , créant un jet cathodique qui pompe une partie du gaz plasmagène dans le jet en développement. Les pertes par rayonnement thermique refroidissent la colonne de gaz conducteur dès les premiers millimètres et induisent sa striction. La constriction du plasma a pour conséquence un allongement et une augmentation de la vitesse du jet. Enfin les refroidissements conductifs-convectifs ainsi que la vitesse d'écoulement du gaz plasmagène conditionnent le diamètre final du jet en sortie de tuyère. Le milieu plasma est macroscopiquement électriquement neutre, composé de molécules, d'ions (dans leurs états fondamentaux et excités), d'électrons et de photons. Le maintien de l'état plasma provient des collisions qui ont lieu entre les différentes espèces présentes [FAU 90].

La viscosité du milieu limite le pompage de l'air dans le jet. L'hydrogène permet d'augmenter la conductivité thermique du milieu plasma mais favorise l'érosion des électrodes. L'utilisation d'hélium augmente la viscosité du milieu et permet une homogénéisation de la température. Le gaz plasmagène est injecté en vortex ou axialement le long de la cathode dans la chambre d'arc. Une partie du gaz est chauffée par effet Joule pour former le volume de plasma ou colonne d'arc. Autour de la colonne d'arc, une couche limite chaude ( $T > 6000\text{K}$ ) se développe pendant qu'une partie du gaz plasmagène, s'écoulant le long de l'anode, forme une couche limite froide ( $T < 3000\text{K}$ ) gainant la colonne d'arc et assurant sa stabilité. L'épaisseur de cette couche froide est essentiellement liée au débit de gaz plasmagène (et à son mode d'injection), à l'intensité du courant d'arc et à la géométrie de la chambre d'arc [FAU 90].

L'arc s'accroche à la paroi de l'anode sous forme d'une boucle d'arc. Cette boucle est soumise à des forces dynamiques (écoulement des gaz, forces électromagnétiques de Lorentz) et à des effets thermiques. Ceci se traduit par un allongement de la longueur de l'arc et une augmentation de la tension, jusqu'à la création d'un court-circuit avec réamorçage de l'arc en un point, et diminution de la tension autour de la valeur minimale pour le courant d'arc imposé. Ce mouvement du pied d'arc sur l'anode induit un caractère aléatoire dans le procédé de projection. En effet, ces fluctuations du pied d'arc, à des fréquences de 2 à 20 kHz, entraînent des fluctuations de la longueur et du diamètre du jet en sortie de tuyère. Il a été mesuré que des variations de tension de 15% correspondent à des variations de 8.5% pour la température soit plus de 30 % pour l'enthalpie et de 10% pour la vitesse du jet de plasma.

En sortie de tuyère, le jet de plasma entre en contact avec le gaz environnant froid et au repos. A la frontière de ces deux flux, de vitesses et de masses volumiques bien distinctes, des tourbillons d'instabilités prennent naissance. L'écoulement du jet passe alors d'un régime laminaire à un régime turbulent.

Dans le cas de l'APS (plasma à l'air libre), l'air pénètre dans le jet en conservant dans un premier temps ses caractéristiques de gaz froid puis diffuse au niveau moléculaire aux frontières de ces tourbillons entraînant une diminution de la vitesse et de la température du jet de plasma. Ce phénomène d'entraînement et de mélange du gaz ambiant dépend des caractéristiques du jet (vitesse, température et masse volumique) ainsi que des fluctuations du pied d'arc [FAU 90].

L'adhérence des dépôts réalisés avec la technique de plasma soufflé est généralement supérieure à 40 MPa et la porosité inférieure à 10% [PRO 99].

## I.1.2 Les techniques supersoniques

### I.1.2.1 Plasma haute vitesse

#### I.1.2.1.a Plasma thermique sous pression partielle

Le plasma basse pression se différencie uniquement du plasma atmosphérique décrit au paragraphe précédent par son insertion dans une chambre étanche équipée de groupes de pompage. Cela permet d'atteindre des vitesses plus élevées et d'améliorer dans certains cas le rendement de dépôt des matériaux réfractaires en augmentant l'avancement de leur réaction de fusion. Cette technique évite aussi l'oxydation et peut favoriser une diffusion de certains éléments du matériau projeté dans le substrat. La variation de la pression de chambre peut permettre d'adapter les paramètres de projection au matériau à déposer [HAMA 02, REF 03]. Comme dans la technique classique, le gaz plasma par excellence est l'argon hydrogéné.

Au niveau du jet plasma, un gradient radial de température de l'ordre de 2000 K/mm peut exister, cela montre la nécessité d'une bonne canalisation du flux de poudre afin de maximiser le transfert thermique avec le milieu. Le même phénomène de gradient radial se produit au niveau des vitesses ( $3000 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}\text{mm}^{-1}$ ), la vitesse maximale du jet atteint 7000 m/s pour une pression de 0,005 MPa. On retrouve un phénomène de choc diamant similaire à la projection HVOF.

Augmenter l'intensité électrique permet d'élever la vitesse du flux et sa température. La pression de la chambre influence aussi la vitesse et la température, plus la pression est faible plus la vitesse du plasma augmente, cela se traduit par un retard au niveau de l'apparition des chocs diamants lorsque la pression devient plus forte [HAMA 02, BOLO 02]. La pression optimale semble se situer à 0,04 MPa. La température et la vitesse dépendent aussi beaucoup de la forme de la tuyère, celle-ci doit avoir une partie finale divergente suffisamment longue. Avec une tuyère conique divergente la pression (et la vitesse du jet) oscille, le plasma présente une succession d'expansion et de constriction (chocs diamants). Les régions de pressions les plus élevées sont les plus lumineuses et les plus lentes. Avec une tuyère de De Laval, la pression varie faiblement et uniquement après la sortie de la tuyère, idem pour le nombre de Mach. La vitesse moyenne du jet, obtenue avec les deux types de tuyères, est équivalente mais les variations de vitesse instantanée sont quasi nulles avec la tuyère de De Laval [HAMA 02, BOLO 02].

Dans le cas de la zircone (-22, +5  $\mu\text{m}$ ), la vitesse maximale des particules est de l'ordre de 500 à 600 m/s en sortie de tuyère et reste supérieure à 400 m/s au delà de 50 cm. La forme de la courbe de distribution radiale de vitesse dépend peu de l'intensité électrique et est plus sensible en périphérie de jet. La vitesse maximale est obtenue à 250 mm environ de la tuyère.

La décroissance de la température des particules est linéaire et beaucoup plus faible que celle du milieu plasma. A son maximum, elle atteint des valeurs de plus de 2600 K ce qui suffit à projeter la plupart des réfractaires [REF 03].

Cette technique permet d'atteindre de hautes vitesses tout préservant le matériau projeté de l'oxydation lorsqu'il est dans un état fondu. Mais cela n'est possible qu'en mettant en œuvre des moyens complexes et onéreux.

#### **I.1.2.1.b Plasma accéléré électromagnétiquement**

Le système se compose d'une cathode cylindrique creuse (cuivre, diamètre 40 mm) au centre de laquelle se trouve une anode cylindrique (Cu-W, diamètre 15 mm). L'espace entre les électrodes est maintenu sous vide (moins de 10 Pa) jusqu'à son remplissage par un mélange poudre gaz (argon). Un arc plasma pilot est alors créé ce qui court-circuite les électrodes.

Grâce à un condensateur (3 mF chargé à 3,75 kV environ) situé à l'arrière du système, une décharge électrique (100 kA) est créée pendant environ 200 à 300  $\mu\text{s}$ . Cela provoque la création du plasma et établit un champ magnétique qui permet l'accélération du jet plasma

(du fait des forces de Lorentz). La poudre est chauffée et acquiert sa vitesse au sein même du milieu (1000 à 3000 m/s).

Cette technique génère un plasma de haute densité dont la vitesse de jet peut atteindre 2000 à 2500 m/s [KIT 03, KIT(1) 03, GUB 03].

Le procédé de dépôt électromagnétique de poudre se rapproche assez dans sa conception d'un plasma accéléré électromagnétiquement. Cependant il s'appuie uniquement sur la capacité du plasma à accélérer efficacement la poudre car elle est introduite dans la zone d'extinction de l'arc. Il évite les problèmes inhérents aux techniques qui utilisent le mouvement de gaz en combustion (flamme, HVOF, D-gun) ou en écoulement (arc fil, plasma) qui sont des phénomènes limités en rapidité (dont la vitesse se limite à environ 1000 m/s).

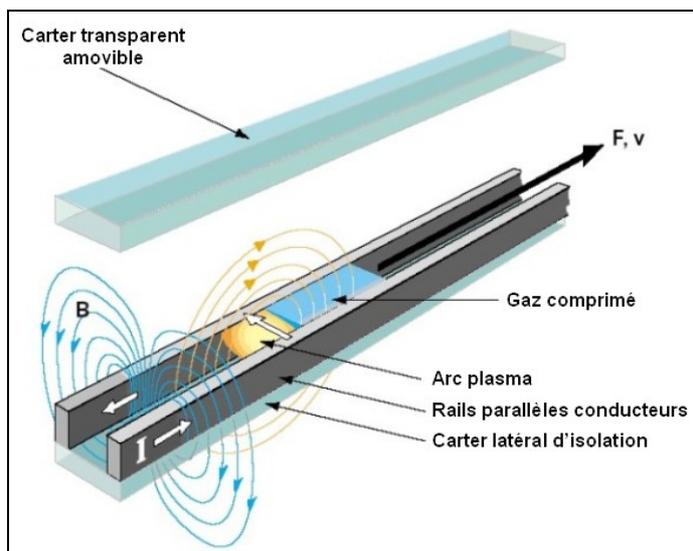


Figure I-7 : Schéma du procédé de dépôt électromagnétique [ZOW(2) 03]

Ce concept utilise les forces électromagnétiques pour amener un plasma à des vitesses bien plus élevées que celles permises par les forces thermochimiques ou explosives. La conversion seule de l'énergie cinétique des particules en énergie thermique permet ici leur fusion totale et celle d'une masse équivalente du substrat. L'adhésion se fait par mélange des bains fondus [ZOW(1) 03].

La cavité du pistolet est remplie avec un gaz ionisable qui est excité par une décharge radiofréquence (création d'une source plasma linéaire). Une pulsation électrique de haute intensité permet de planéariser l'arc qui est attiré par le champ électromagnétique produit le long des rails (force de Lorentz). La longueur du pistolet est calculée pour que l'extinction de

l'arc ait lieu avant l'injecteur de poudre (il ne chauffe ni les particules ni le substrat), c'est l'énergie du gaz qui va entraîner celle-ci. Le procédé travaille à pression atmosphérique. Une protection gazeuse permet d'éviter l'oxydation du substrat ; la poudre étant uniquement entraînée par le flux gazeux, on peut utiliser des matériaux conducteurs ou non-conducteurs. La vitesse du flux gazeux peut être modulé à souhait par la variation de l'intensité du champ électromagnétique. Un système permet de contrôler l'expansion du gaz (durée et vitesse) afin d'accélérer convenablement des particules.

La vitesse du gaz peut être calculée par :

$$\text{Équation I-1 : } u_g = \frac{I}{16} \sqrt{\frac{L}{\rho_g A}}$$

Où I est l'intensité du courant circulant dans les rails, A est l'aire de la section des rails utilisés pour créer la force de Lorentz, L est l'inductance par unité de longueur ( $\mu\text{H/m}$ ) dans les rails,  $u_g$  est la vitesse du gaz,  $\rho_g$  la densité du gaz.

Compte tenu de l'énorme quantité d'énergie électrique nécessaire à la création d'une pulsation, le procédé est nécessairement discontinu dans son fonctionnement (une impulsion toutes les 30 millisecondes). A titre d'exemple, des particules d'inconel de 80  $\mu\text{m}$  sont projetées à 2000 m/s avec cette technique (vitesse du gaz 4200 m/s) [ZOW(2) 03].

Dans l'immédiat ce procédé est utilisé uniquement en laboratoire.

### I.1.2.2 HVOF-HVAF

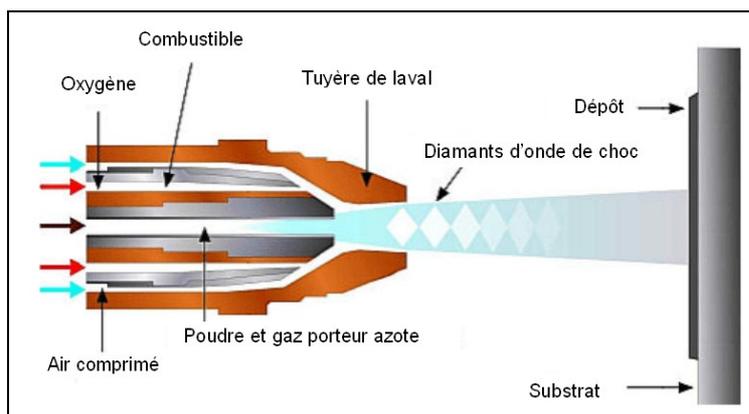


Figure I-8 : Schéma du procédé HVOF (Source: [www.advanced-coating.com](http://www.advanced-coating.com))

Le principe de cette technique est basé sur la combustion de gaz. La flamme générée est accélérée dans une tuyère adéquate. Les techniques oxyfuel se distinguent par le type de mélange comburant-combustible utilisé :

- HVOF : comburant dioxygène et combustible propane ( $C_3H_8$ ), propylène ( $C_3H_6$ ), éthène ( $C_2H_4$ ), acétylène ( $C_2H_2$ , si la pression est inférieure à 1 MPa), tétrène ou hydrogène.
- HVAF : comburant air comprimé et combustible kérosène ( $C_{12}H_{23}$ ) [BAR 03, PAR 03].

Le système HOVF se compose d'une chambre de combustion, d'une tuyère de De Laval et d'un canon. C'est la combustion qui génère les hautes températures et pressions. Elle peut avoir lieu directement dans la partie convergente de la tuyère ou dans une chambre de combustion située en amont. En sortie de tuyère le gaz est dans un état très expansé et possède une pression très en dessous de la pression atmosphérique. Afin de compenser ce différentiel, le gaz subit une série de compressions obliques et d'ondes de détente appelés chocs diamants. Cette alternance de sections de haute et basse pression correspond respectivement à des zones de température élevée et vitesse faible puis inversement.

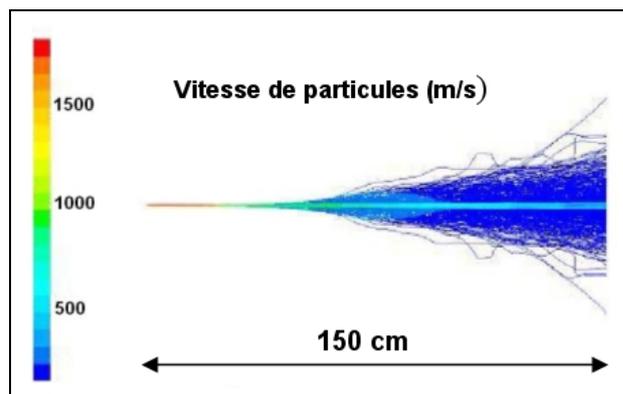


Figure I-9 : Vitesse et trajectoire des particules sortant du système HVOF [BAR 03]

Le rendement est fortement diminué par la probabilité qu'ont les particules de rencontrer une onde de choc. Celles-ci vont dévier sensiblement les particules de leur trajectoire idéale. On en retrouve la grande majorité en périphérie du jet dans des zones où la vitesse est relativement faible. Ce problème peut être corrigé en ajoutant une deuxième tuyère divergente convergente au bout du système initial. Celle-ci permet au jet de retrouver progressivement les mêmes propriétés que le milieu extérieur et donc évite la création de chocs. Les grains conservent leur trajectoire axiale quasi idéale et le gain de vitesse est de l'ordre de 30% [PRO 99, DOL 03].

La poudre est injectée axialement par un gaz porteur neutre en sortie de tuyère afin que les particules pénètrent plus facilement dans le jet (la pression est plus faible dans cette partie du système). Le combustible est fonction des paramètres utiles au procédé (température de

flamme). Des mélanges gazeux ont été créés et commercialisés pour cette technique de projection (acétylène propylène éthylène, méthyle acétylène propadiène hydrocarbure) La trop forte pression limite l'utilisation d'acétylène pur. Le comburant utilisé est préférentiellement le dioxygène pour ses performances thermiques élevées [PRO 99, HEL 96].

Le gaz de combustion pénètre dans la chambre de combustion puis est éjecté du pistolet sous l'effet de la pression (0,5-0,7 MPa). Une flamme pilote (hydrogène oxygène) permet d'initier la flamme principale. Le temps de séjour des poudres dans la flamme étant court, les particules se trouvent dans un état pâteux.

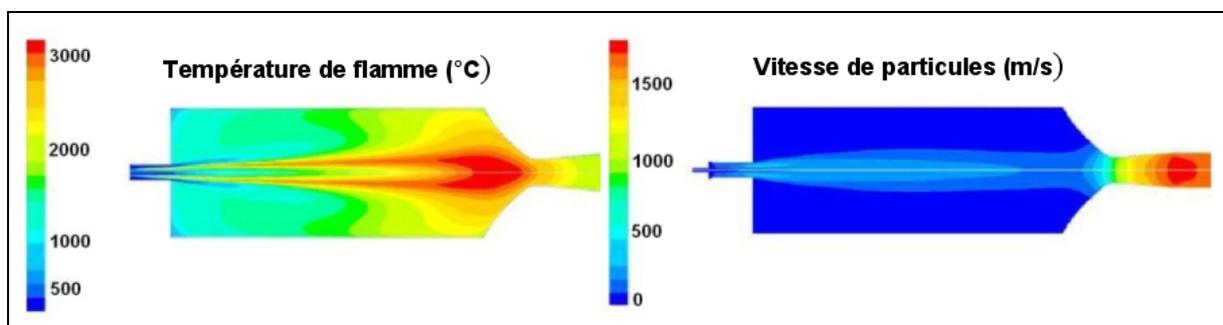


Figure I-10 : Température de la flamme et vitesse des particules en HVOF [BAR 03]

La température de flamme HVOF varie de 2300 à 3000°C et la vitesse des particules de 550 à 850 m/s. Leur forte énergie cinétique permet d'atteindre des taux de porosité proches de 2%. L'adhérence est comprise entre 70 et 100 MPa et la rugosité est faible. Le taux horaire de dépôt peut atteindre 9 kg et la consommation de gaz 1 Nm<sup>3</sup>/mn. La dureté est supérieure par rapport au plasma, tout comme la résistance mécanique [LIU 03, STOK 01, PRO 99]

Données théoriques [LI(1) 03]:

Dans la chambre de combustion on peut définir, à partir des proportions d'espèces présentes, le rapport combustible sur comburant :

$$\phi = \frac{(\text{combustible} / \text{oxygène})}{(\text{combustible} / \text{oxygène})_{\text{stoechiométrique}}}, \text{ l'atmosphère est dite riche en combustible si } \phi > 1.$$

La vitesse du gaz ( $u_g$ ) est donnée par :

$$\text{Équation I-2 : } u_g = M \sqrt{\frac{\gamma p_g}{\rho_g}}$$

M étant le nombre de Mach,  $P_g$  et  $\rho_g$  respectivement la pression et la densité du gaz,  $\gamma$  est une constante adiabatique : le rapport des chaleurs spécifiques :

$$\text{Équation I-3 : } \gamma = \frac{\bar{c}_p}{\bar{c}_p - R}$$

Dans la tuyère de De Laval [LI(1) 03] :

Le nombre de Mach vaut 1 dans le col. Ce nombre est calculable grâce au rapport de l'aire des sections de tuyère à considérer ( $A_n$ ).

$$\text{Équation I-4 : } \frac{A_2}{A_1} = \frac{M_1}{M_2} \left( \frac{1 + [(\gamma - 1)/2]M_2^2}{1 + [(\gamma - 1)/2]M_1^2} \right)^{\frac{(\gamma+1)}{2(\gamma-1)}}$$

On peut calculer facilement le nombre de mach en sortie de tuyère en remplaçant  $A_1$  par l'aire du col (où  $M=1$ ) et  $A_2$  par l'aire de section finale.

De même, on peut calculer en tout point (appeler 1 et 2) [LI(1) 03] :

$$\text{Équation I-5 : } \frac{T_2}{T_1} = \left( \frac{1 + [(\gamma - 1)/2]M_1^2}{1 + [(\gamma - 1)/2]M_2^2} \right)$$

$$\text{Équation I-6 : } \frac{p_2}{p_1} = \left( \frac{1 + [(\gamma - 1)/2]M_1^2}{1 + [(\gamma - 1)/2]M_2^2} \right)^{\gamma/(\gamma-1)}$$

$$\text{Équation I-7 : } \frac{\rho_2}{\rho_1} = \left( \frac{1 + [(\gamma - 1)/2]M_1^2}{1 + [(\gamma - 1)/2]M_2^2} \right)^{1/(\gamma-1)}$$

Le flux massique peut lui aussi être calculé :

$$\text{Équation I-8 : } \dot{m}_g = \frac{p_i}{\sqrt{T_i}} A_t \sqrt{\frac{m_{mol}}{R} \gamma \left( \frac{2}{\gamma + 1} \right)^{(\gamma+1)/(\gamma-1)}}$$

Où  $p_i$  est la pression d'introduction du gaz,  $T_i$  est la température d'introduction du gaz,  $A_t$  est l'aire de la tuyère au col,  $m_{mol}$  est la masse molaire du gaz,  $R$  est la constante spécifique du gaz et  $\gamma$  est le rapport des chaleurs spécifiques des gaz.

Au niveau des particules :

$$\text{Équation I-9 : } m_p c_{pp} \frac{dT_p}{dt} = h A_p (T_g - T_p)$$

$A_p$  étant l'aire de la surface de la particule. Le rayonnement est ici négligé,  $c_p$  : la capacité calorifique massique du matériau,  $h$  : le coefficient de transfert thermique du plasma ( $W/(m^2K)$ ).

$$\text{Équation I-10 : } m_p \frac{du_p}{dt} = \frac{1}{2} C_D \rho_p A_p (u_g - u_p) |u_g - u_p|$$

$C_D$  étant le coefficient d'entraînement du gaz.

Ici, si la particule est sphérique :

$$\text{Équation I-11 : } C_D = \frac{24}{Re}, \text{ sinon :}$$

$$\text{Équation I-12 : } C_D = \frac{24}{Re K_1} \left( 1 + 0,1118 (Re K_1 K_2)^{0,6567} \right) + \frac{0,4305 K_2}{1 + 3305 / Re K_1 K_2}$$

Dans cette équation  $K_1$  et  $K_2$  sont les facteurs de forme de Stokes et de Newton.

$$K_1^{-1} = \frac{1}{3} + \frac{2}{3\sqrt{\phi}}$$

$$\log K_2 = 1,8148 (-\log \phi)^{0,5743}$$

Où  $\phi$  est le coefficient de sphéricité (rapport de la surface de la particule avec la surface d'une particule sphérique de masse équivalente).

Le nombre de Reynolds peut être calculé avec :

$$\text{Équation I-13 : } R_e = \frac{d_p |u_g - u_p| \rho_g}{\mu_g} \text{ Avec } \mu \text{ viscosité du gaz [LI(1) 03].}$$

Expérimentalement :

La température et la vitesse du gaz dans la chambre de combustion sont peu sensibles à sa pression. En revanche, le fait que l'évolution de la pression influence les forces d'entraînement rend la vitesse des particules très sensible à ce facteur. Elle n'est en revanche pas affectée par une variation de la stoechiométrie du mélange explosif. La température optimale est obtenue avec  $\phi = 1$ , une surstoéchiométrie est préférable à un manque de combustible [LI(1) 03].

Contrairement à la projection plasma, l'effet de la flamme seule en terme de transfert d'énergie thermique au substrat est faible par rapport à la même flamme « chargée » en poudre. Lors de la création de la première couche l'énergie des particules étalées est transmise au substrat contribuant au refroidissement des gouttes. La phase liquide peut persister pendant 70 à 80% du temps de création de la couche, ce qui laisse la possibilité d'une fusion partielle du substrat d'une centaine de  $\mu\text{m}$ . Au cours d'un tir, le substrat a de moins en moins la capacité d'absorber la chaleur et la solidification est de plus en plus lente. Le réchauffement induit par la création de la deuxième couche et des suivantes ne permet pas de refondre la zone interfaciale substrat/dépôt [SOB 99, HON 98].

Le type d'accrochage est principalement mécanique et demande une certaine rugosité pour avoir lieu (blocage des gouttes fondues dans les irrégularités de la surface). Même pour des particules semi fondues (en état de fusion en périphérie et solides en leur cœur), l'adhésion sur substrat lisse peut avoir lieu. Il semble que la forte pression d'impact et l'existence d'une phase liquide, où les atomes sont plus libres, favorisent l'apparition de liaison type Van der Waals entre les particules et le substrat. L'augmentation d'épaisseur du dépôt rend secondaire la nature de la liaison du substrat. En effet, l'accumulation des contraintes (refroidissement brutal) dans le revêtement rend les liaisons entre couches déposées plus fragiles que celles de l'interface avec le substrat [LI 02].

Une évolution du procédé HVOF, pour réduire son coût d'utilisation, est la technique HVOF qui utilise l'air comprimé comme comburant. Cette technologie réduit la température de flamme ( $1350^{\circ}\text{C}$ ) et sa vitesse (1400 m/s) ce qui limite son utilisation aux matériaux à plus bas point de fusion et aux particules de petits diamètres. Il en résulte une faible oxydation du matériau, et peu de variation de sa composition chimique. Une technologie hybride permet d'utiliser l'air ou l'oxygène comme comburant (HVO/AF) [TRO 02, SOB 95, WAN 03].

Il faut noter qu'il existe des systèmes à combustible liquide (JP 5000) qui permettent d'atteindre de hautes vitesses de particules plus élevées (1000-1100 m/s) en utilisant une grande chambre de combustion et une longueur de tuyère variable [AHM 02, SOB 95].

### I.1.2.3 Canon à détonation

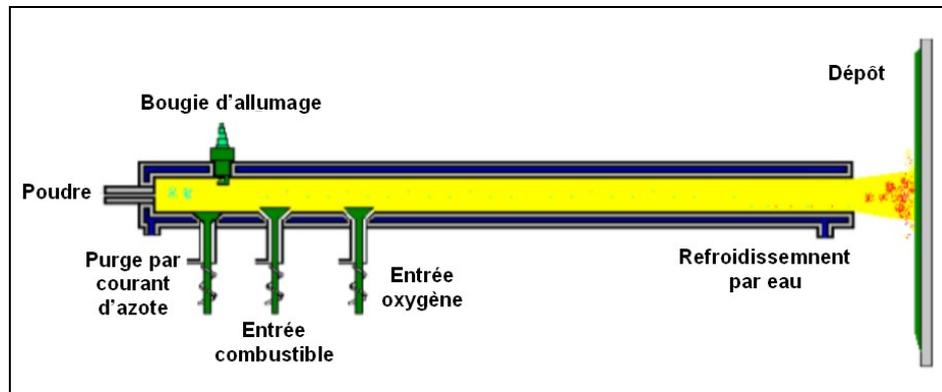


Figure I-11 : Schéma du procédé de canon à détonation (Source: [www.advanced-coating.com](http://www.advanced-coating.com))

Comme pour l'HVOF, il s'agit d'une technique basée sur la combustion de gaz. Ici, le procédé s'appuie sur la répétition d'explosions d'un mélange gazeux. De par sa conception, il fonctionne donc de manière discontinue ce qui le différencie des autres techniques flamme. Il s'agit d'un procédé peu répandu du fait de la difficulté à obtenir une bonne répétabilité de la qualité des dépôts, de l'encombrement du canon qui dépasse généralement un mètre de longueur (automatisation des mouvements pièce-canon difficile) et de la nuisance sonore engendrée (150 dB).

Une étincelle produite par la bougie d'allumage provoque la combustion des gaz (mélange oxyacétylénique ou gaz de pétrole liquéfié/oxygène) qui entraîne la poudre (injectée en sortie de chambre de combustion, en bout de canon ou même directement dans le mélange gazeux). Ce procédé se répète à une fréquence comprise entre 2 et 8 Hertz, la distance de tir est environ de 150 mm. Dans le canon, le produit de la détonation est accéléré à une vitesse de plus de 800 m/s par l'onde de choc mais, à sa sortie, la vitesse des particules n'est « que » de l'ordre de 700 m/s. La température de flamme est environ de 4000°C. Un balayage par un gaz neutre (azote) est effectué entre chaque détonation pour nettoyer le canon ; cette opération est délicate car elle doit être la plus brève possible alors que la présence de résidus d'azote fait baisser la cinétique de réaction.

Le dépôt est formé d'une superposition de « tâches » circulaires de 8 à 10  $\mu\text{m}$  d'épaisseur et 20 à 25 mm de diamètre formées par la superposition des splats issus de chaque détonation. L'adhérence et la compacité du dépôt (1% de porosité) sont bonnes et sa rugosité faible ( $R_a$  proche de 3  $\mu\text{m}$ ). La dureté augmente avec la réduction de la distance de tir, un débit de gaz porteur élevé et une surstœchiométrie en combustible. Ces paramètres

permettent d'obtenir un degré de fusion élevé des particules ainsi que des vitesses importantes, ils permettent également de réduire la porosité du dépôt. La fréquence de détonation semble avoir un impact quasi insignifiant sur la porosité et la dureté du revêtement. Le taux horaire de dépôt s'élève entre 3 et 5 kg, l'épaisseur est généralement limitée à 200  $\mu\text{m}$ . La discontinuité du procédé rend possible la création de dépôts duplexes en injectant deux poudres différentes, la composition du revêtement étant fonction du rapport du nombre d'injections de l'une par rapport à l'autre [PRO 99, SAR 00, HAME 97, KIM 03]. Les derniers développements de cette technologie portent sur une augmentation de la fréquence des détonations (80-90 Hz) qui permet au taux horaire de dépôt d'atteindre des valeurs proches de 12 kg [SOB 02].

#### I.1.2.4 La projection dynamique à froid (P.D.F. ou Cold Spray)

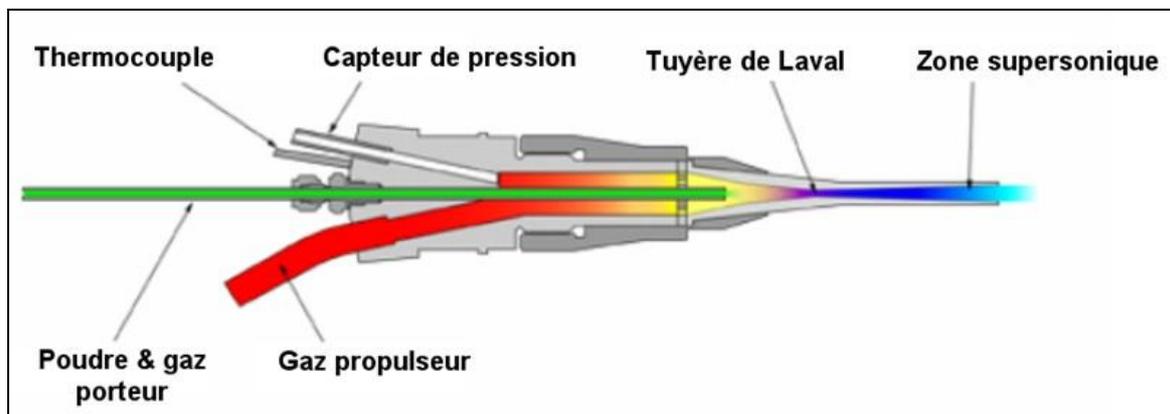


Figure I-12 : Schéma du procédé de projection dynamique à froid (source CSIRO)

Le nom complet du procédé est Cold Gas-Dynamic Spray Method (CGDS). Selon ses inventeurs, il permet de réaliser des dépôts en exposant un substrat diélectrique ou métallique à un jet de fines particules (1-50  $\mu\text{m}$ ) à très haute vitesse (300-1200 m/s) entraînées par un gaz comprimé supersonique.

Les gaz utilisables pour le procédé P.D.F. (en tant que gaz propulseurs) sont l'hélium, l'azote, l'air et leur mélange compressé à environ 3,5 MPa. Ce flux gazeux circule ensuite dans une tuyère type De Laval (convergente-divergente) où il acquiert une vitesse supersonique. Le gaz peut être introduit à la température ambiante mais il est préférable de le chauffer (aux alentours de 250-650°C) afin d'en augmenter la vitesse. Cette augmentation de température a une part négligeable dans la déformation plastique des particules lors de l'impact (l'expansion du gaz dans la partie divergente de la tuyère provoque une baisse

importante de sa température). L'azote ( $N_2$ ) est le gaz procédé par excellence, il évite toute oxydation du matériau (contrairement à l'air) et, à la température de travail, les nitrations et décompositions sont rarissimes. Cependant l'utilisation d'hélium (He) ou son mélange avec l'azote (He- $N_2$ ) permet d'atteindre des vitesses de particules plus élevées et donc de projeter des matériaux plus réfractaires. Mais son coût élevé d'utilisation limite son usage à la réalisation de pièce à forte valeur ajoutée [STOL 01, VST 99]. La qualité du gaz influence considérablement les dépôts. Une pureté supérieure à 99,8% est suffisante pour ce procédé [HEI 00].

Les particules à projeter sont introduites axialement en amont immédiat de la partie convergente de la tuyère et se trouvent accélérées au moment où le gaz s'expande. Le temps de séjour des particules dans le gaz chaud est tellement bref que leur température reste toujours très inférieure à la température de préchauffage (900 K maximum). Les calculs montrent que l'énergie cinétique de la particule à l'impact reste insuffisante pour fournir l'énergie minimale de fusion totale de celle-ci [DYK 98, JOD 01].

La difficulté réside dans le choix du matériau projeté qui doit posséder des propriétés physiques permettant son adhésion (ductilité) et le choix des conditions de tir (température, pression et granulométrie des particules) permettant de réaliser le dépôt à la température la plus basse possible (toujours très inférieure à celle de fusion du matériau). Le dépôt est donc constitué d'une superposition de particules ayant impacté à l'état solide. Cela permet d'éviter quelques effets indésirables liés au travail à hautes températures tels que l'oxydation, l'évaporation, la fusion-recristallisation, les contraintes résiduelles, les ruptures de liaisons, l'inclusion de gaz [PAPY 01].

Actuellement, les mécanismes expliquant la déformation à l'état solide des particules et la création de liaisons n'ont pas été caractérisés avec certitude. Il semble acquis, même si cela n'a pas été démontré, que la déformation plastique à l'impact provoque une rupture des films superficiels, tels que les couches d'oxydes, et permet un contact intime de matériaux purs sous haute pression ce qui entraîne la formation de liaisons entre les réseaux cristallins. Ceci est en accord avec les observations expérimentales qui montrent que des matériaux ductiles tels les métaux et les polymères sont pour la plupart facilement déposables par cette technique. En revanche les matériaux fragiles, comme les céramiques, ne peuvent être utilisés que si l'on réalise une coprojection avec un matériau ductile qui forme une matrice dans laquelle s'insèrent les particules non-ductiles (MMC).

Du fait de l'antagonisme entre deux phénomènes : la porosité qui abaisse la dureté et les impacts des particules sur celles déjà déposées qui densifient les couches inférieures, la dureté du dépôt devrait être équivalente à celle du matériau projeté. Cependant les faibles taux de porosité rendant prépondérant l'érouissage, la dureté du revêtement est donc généralement supérieure à celle du matériau massif considéré [DYK 98].

### I.1.3 Conclusion : Récapitulatif des caractéristiques des différentes techniques

	Flamme	Arc fil	Plasma	Plasma sous vide	HVOF	D gun	P.D.F.
Température du jet (K)	3500	>25000	15000	12000	2760	5500	300-900
Vitesse du jet (m/s)	50-100	50-100	300-1000	200-600	500-1200	>1000	1000-2500
Type gaz	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> , O <sub>2</sub>	Air, N <sub>2</sub> , Ar	Ar, He, H <sub>2</sub> , N <sub>2</sub>	Ar, He, H <sub>2</sub>	CH <sub>4</sub> , C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> , H <sub>2</sub> , O <sub>2</sub>	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> , O <sub>2</sub>	Air, N <sub>2</sub> , He
Débit de gaz sl/mn	100-200	500-3000	100-200	150-250	400-1100	N/A	1000-3300
Puissance consommée kW	20	2-5	40-200	40-120	150-300	N/A	N/A
Température des particules (K)	2500	>3800	>3800	>3800	3300	N/A	<600
Vitesse des particules (m/s)	50-250	50-100	200-800	200-600	200-1000	N/A	300-1200
Débit poudre ou fil (g/mn)	30-50	150-2000	50-150	25-150	15-50	N/A	20-80
Densité des dépôts (%)	85-90	80-95	90-95	90-99	>95	>95	>95
Augmentation du taux d'oxydes	élevée	modérée à élevée	modérée à élevée	nul	modérée	faible	nulle

Tableau I-1 : Caractéristiques des différentes techniques de projection [DAV 04]

Les techniques de projection flammes (subsoniques) présentent l'avantage d'être économiques à la mise en œuvre mais induisent une oxydation du matériau et un haut niveau d'oxydes. Elles servent souvent à réaliser des dépôts de NiCrBSi et de polymères. La projection arc fil est également très économique mais elle nécessite de pouvoir utiliser le matériau sous forme de fils. Cette contrainte limite la technique à l'utilisation de certains

métaux comme l'aluminium, le cuivre, l'acier, le zinc... Les techniques supersoniques (HVOF, canon à détonation), du fait de la haute vitesse des particules sont principalement utilisées pour la projection de carbures ( $\text{Cr}_2\text{C}_3/\text{NiCr}$ ,  $\text{WCCo}$ ). La décomposition de WC y est limitée par rapport aux techniques plasma à l'air libre. La très haute température des jets plasma favorise, quant à elle, la projection de matériaux réfractaires comme des céramiques telles que l'alumine ou la zircone [DAV 04].

Par rapport à ces techniques, la technique P.D.F. possède des avantages :

- Faible variation de la proportion d'oxydes dans le dépôt par rapport au matériau initial,
- Haute densité, conductivités thermique et électrique des dépôts élevées,
- Transfert de chaleur au substrat minimisé,
- Grossissement de grain minimal, composition et phase stables,
- Pas ou peu de masquage, bon aspect de surface, bonne résolution géométrique du jet,
- Distance tuyère-substrat courte (inférieur à 35 mm).
- Projection de mélange de poudre réagissant entre elles possible [VST 01, DYK 98].

Quelques désavantages existent, dont la plupart sont communs à l'HVOF [VST 01] :

- Poudre de granulométrie bien définie (généralement dans la gamme 5-25  $\mu\text{m}$ ),
- Nuisance sonore (70–120 dB),
- Haut débit et pression de gaz (60-180  $\text{Nm}^3/\text{h}$ , 2,4-3,5 MPa),
- Pas de dépôt dans des pièces d'accès difficiles,
- Au moins un constituant doit être ductile,
- Détérioration rapide de la tuyère avec certains matériaux.

Cette technique pourra donc être utilisée pour la projection de matériaux conducteurs (cuivreux), résistants à la corrosion (zinc, bases nickel...), des brasures et, plus généralement, tous les matériaux devant conserver leurs propriétés après projection.

## I.2 Étude de la Projection Dynamique à Froid

### I.2.1 Modélisation de l'écoulement dans une tuyère de De Laval

#### I.2.1.1 Généralités, phénomènes liés à l'accélération du gaz

##### I.2.1.1.a Équations de base

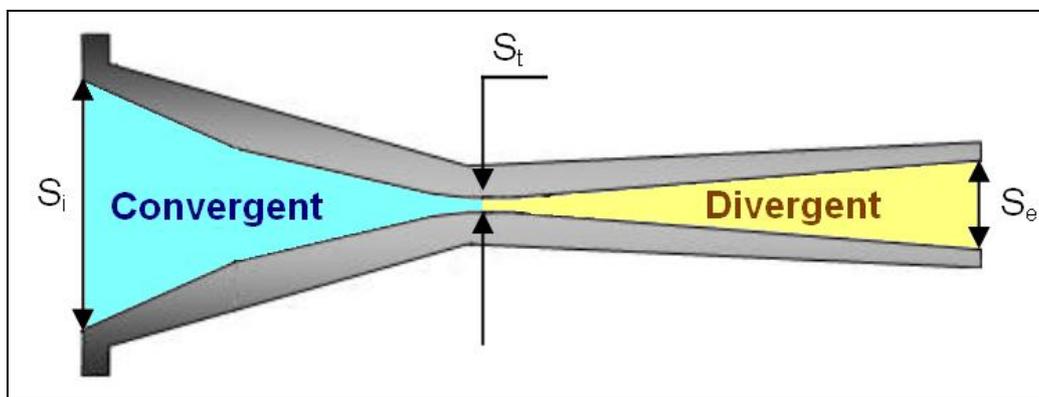


Figure I-13 : La tuyère de De Laval vue en coupe

Équations permettant de décrire le comportement des gaz :

Loi de Laplace :

$$\text{Équation I-14 : } pV^\gamma = C^{te}$$

$$\text{D'où } \frac{dV}{dp} = -\frac{V}{\gamma p} \quad (p : \text{pression du gaz, } V : \text{volume du gaz}).$$

Théorème de Bernoulli : il exprime la conservation de l'énergie mécanique d'un fluide.

$$\text{Équation I-15 : } p + \rho gz + \rho \frac{u^2}{2} = C^{te} \quad \text{où } \rho \text{ est la masse volumique du gaz.}$$

L'expression du théorème relative à l'unité de volume est donc:

$$p + \rho \frac{u^2}{2} = C^{te} \quad (u : \text{vitesse du gaz})$$

Tous les termes sont homogènes à des pressions, on dit que la charge est constante le long de l'écoulement.

Cet expression est de la forme :  $p = -Au^2 + B$ . Ce qui signifie que pression et vitesse évoluent en sens inverse.

Dans la partie divergente d'une tuyère de De Laval, la différence de pression qui existe entre la gorge d'étranglement (col) et le point considéré est proportionnelle au coefficient de Venturi.

$p - p_t \propto \left(\frac{A_t}{A}\right)^2 - 1$ , ou A et  $A_t$  sont respectivement l'aire de la section de la tuyère au point considéré et au niveau du col.

Comme  $A > A_t$ , alors  $p - p_t < 0$  et  $p < p_t$ .

D'après le théorème de Bernouilli, cette baisse de pression (détente) du gaz entraîne une augmentation de sa vitesse (conservation de l'énergie) [OUZ 01].

### I.2.1.1.b Écoulement d'un fluide non visqueux (généralités)

$$\text{Équation I-16 : } \frac{\partial \vec{u}}{\partial t} + \frac{1}{2} \vec{\nabla} u^2 + \vec{\nabla} \wedge \vec{u} \wedge \vec{u} = \vec{F} - \frac{1}{\rho} \vec{\nabla} p$$

Où u est la vitesse du fluide et F la force d'attraction universelle.

Pour un écoulement permanent  $\frac{\partial \vec{u}}{\partial t} = 0$ , la pesanteur (F) est négligeable vis à vis de la pression.

Si on multiplie par un vecteur de déplacement le long de la trajectoire  $d\vec{s} = \vec{u} dt$  alors l'expression devient :

$$\frac{1}{2} \vec{\nabla} u^2 d\vec{s} + \frac{1}{\rho} \vec{\nabla} p d\vec{s} = 0$$

$$\frac{du^2}{2} + \frac{dp}{\rho} = 0$$

$$\frac{u^2}{2} + \int \frac{dp}{\rho} = C^{te}$$

Si le fluide est un gaz parfait isentropique

$$pV^\gamma = C^{te}, \quad \frac{p}{\rho^\gamma} = C^{te}, \quad \frac{p}{\rho} = RT, \quad \frac{p^{(\gamma-1)/\gamma}}{T} = C^{te}$$

D'où  $p = K\rho^\gamma$ ,  $dp = K\gamma\rho^{\gamma-1}d\rho$  (K étant ici une constante)

Donc  $\int \frac{dp}{\rho} = \frac{\gamma}{\gamma-1} \frac{p}{\rho}$  et finalement :

Équation I-17 :  $\frac{u^2}{2} + \frac{\gamma}{\gamma-1} \frac{p}{\rho} = C^{te}$  (Théorème de Barré de Saint-Venant)

Autre forme  $\frac{\gamma RT}{\gamma-1} + \frac{u^2}{2} = C^{te}$ , comme  $\frac{\gamma R}{\gamma-1} = c_p$  alors  $c_p T + \frac{u^2}{2} = C^{te}$

La vitesse du son s'exprimant comme :

Équation I-18 :  $a = \sqrt{\frac{\gamma p}{\rho}} = \sqrt{\gamma RT}$

On peut écrire :  $\frac{u^2}{2} + \frac{a^2}{\gamma-1} = \frac{a_i^2}{\gamma-1}$  ou  $\frac{T_i}{T} = 1 + \frac{\gamma-1}{2} M^2$  ([OUZ 01]).

## I.2.1.2 Étude de l'écoulement d'un gaz dans la tuyère

### I.2.1.2.a Partie convergente de la tuyère

La vitesse du gaz est donnée par :

Équation I-19 :  $u_g = \sqrt{\frac{2\gamma}{\gamma-1} \frac{p_i}{\rho_i} \left[ 1 - \left( \frac{p}{p_i} \right)^{(\gamma-1)/\gamma} \right]}$

Débit massique : Équation I-20 :  $q = \rho A u_g = \frac{p_i}{\sqrt{T_i}} A \sqrt{\frac{2\gamma}{R(\gamma-1)}} \sqrt{\frac{p}{p_i} \left[ 1 - \left( \frac{p}{p_i} \right)^{(\gamma-1)/\gamma} \right]}$

Ce qui est de la forme :  $q = X\sqrt{Y}$ , avec  $X = \frac{p_i}{\sqrt{T_i}} S \sqrt{\frac{2\gamma}{R(\gamma-1)}} = C^{te}$

et  $Y = \sqrt{\frac{p}{p_i} \left[ 1 - \left( \frac{p}{p_i} \right)^{(\gamma-1)/\gamma} \right]}$ . Rappelons qu'ici : u est la vitesse du gaz, p est sa pression,

$\rho$  est sa densité, T est sa température,  $\gamma$  est le rapport des chaleurs spécifique du gaz, R est la constante spécifique du gaz, A est l'aire de la section de la tuyère au point considéré.

Le débit maximal est atteint quand Y est maximum :  $p = p_i \left( \frac{2}{\gamma+1} \right)^{\gamma/(\gamma-1)}$ .

Ce qui correspond à la pression critique [OUZ 01].

### **I.2.1.2.b Partie divergente de la tuyère**

A l'entrée du divergent :

$u_g < a$  : la pression augmente le long du divergent et la vitesse diminue.

$u_g = a$  : la vitesse augmente et la pression diminue. Selon la pression trois cas sont envisageables.

Si la pression d'entrée et la pression de sortie sont les mêmes, le nombre de Mach peut être calculé par le théorème de Barré de Saint-Venant (Équation I-17).

Si la pression de sortie est supérieure à la pression d'entrée, le jet se dilate et crée une zone de dépression où  $u_g < a$ .

Si la pression d'entrée est supérieure à la pression de sortie, une onde de recompression se forme élevant la température du gaz. La vitesse locale du gaz peut être supérieure à celle du son et l'onde se déplace en amont jusqu'à une zone où sa vitesse est égale à celle du courant. Cette onde de recompression stationnaire est appelée onde de choc. La traversée de cette onde provoque une variation irréversible des propriétés du fluide [OUZ 01].

### **I.2.1.2.c Étude de la globalité de la tuyère de De Laval**

Si la pression de sortie  $p_e$  est :

- Comprise entre la pression d'introduction  $p_i$  et la pression  $p_D (\cong 0,8 p_i)$  : l'écoulement gazeux est subsonique dans toute la tuyère (Figure I-14, courbe ①).
- Égale à la pression  $p_D (\cong 0,8 p_i)$  : au niveau du col la vitesse locale est celle du son (Figure I-14, courbe ②).
- Comprise entre la pression  $p_B (\cong 0,3 p_i)$  et la pression  $p_D (\cong 0,8 p_i)$  : onde de choc stationnaire dans le divergent. L'écoulement est supersonique avant l'onde et subsonique après (Figure I-14, courbes ③ et ④).
- Égale à la pression  $p_B (\cong 0,3 p_i)$  : onde de choc en sortie immédiate de tuyère.
- Comprise entre la pression  $p_A (\cong 0,1 p_i)$  et la pression  $p_B (\cong 0,3 p_i)$  : régime instable, décollement dans le divergent, l'onde de choc ne peut remonter en amont.
- Égale à la pression  $p_A (\cong 0,1 p_i)$  : supersonique dans toute la tuyère.
- Comprise entre zéro et la pression  $p_A (\cong 0,1 p_i)$  : écoulement supersonique, onde de détente en sortie [OUZ 01, JOD 02].

L'ensemble de ces courbes sont illustrées sur la Figure I-14. Elles montrent qu'une tuyère peut fonctionner dans de très mauvaises conditions si la pression aval est incorrecte.

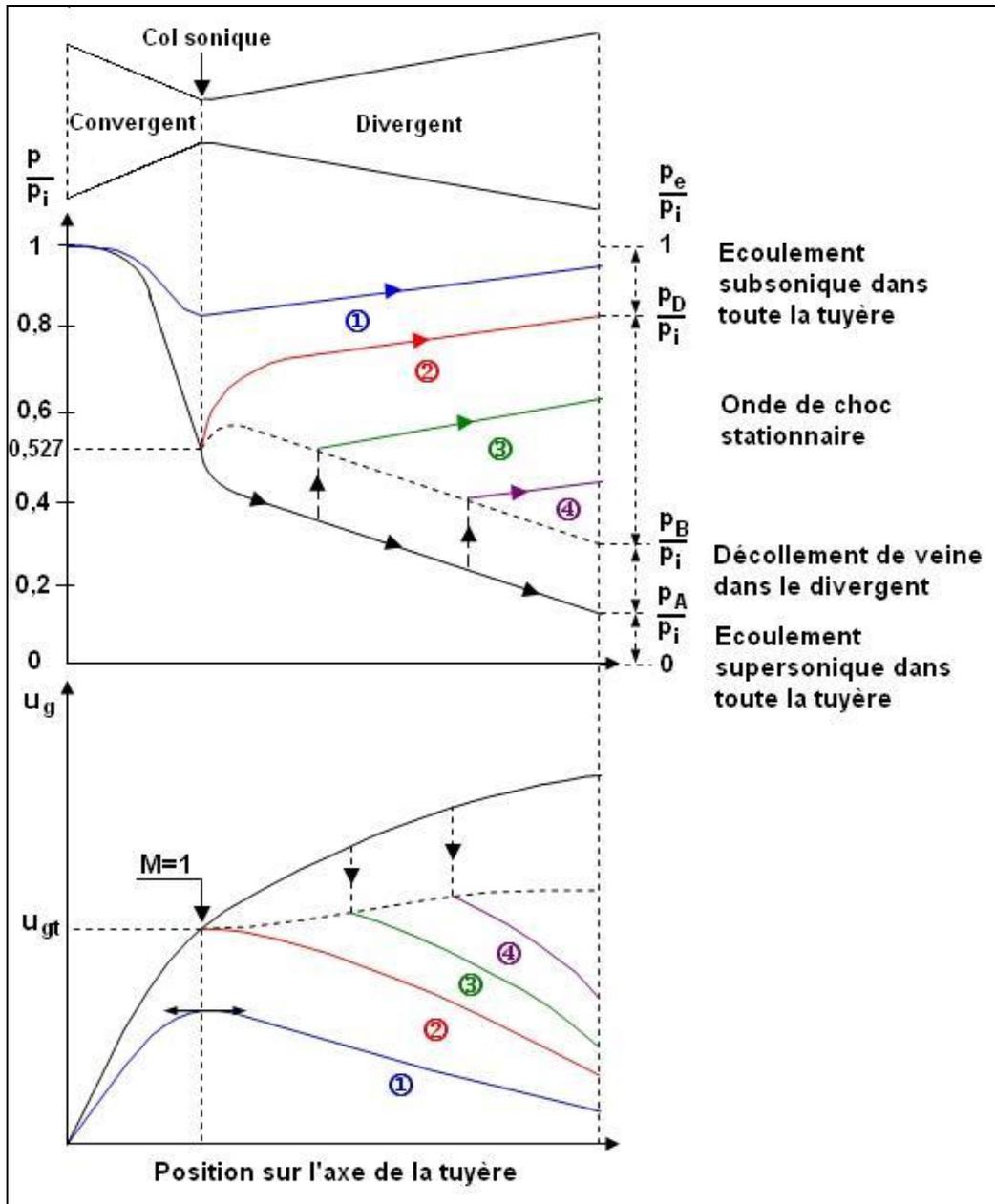


Figure I-14 : Variations de vitesses et pressions dans une tuyère de De Laval ( $p_e$  : pression en sortie de tuyère,  $p_i$  : pression d'introduction du gaz dans la tuyère,  $p_A \approx 0,1 p_i$ ,  $p_B \approx 0,3 p_i$ ,  $p_D \approx 0,8 p_i$ ) [OUZ 01]

### I.2.1.2.d Calcul du nombre de Mach de la tuyère, de la pression, de la température et de la densité du gaz

Le nombre de Mach s'écrit :

$$\text{Équation I-21 : } M = \frac{u_g}{a} \text{ avec } a = \sqrt{\gamma RT} \text{ (Équation I-18)}$$

Il dépend de la géométrie de la tuyère et de la différence de pression entre l'entrée dans le divergent et la sortie du convergent :

$$\text{Équation I-22 : } \frac{p_i}{p_e} = \left( 1 + \left( \frac{\gamma - 1}{2} \right) M_e^2 \right)^{\frac{\gamma}{\gamma - 1}} \text{ ([JOD 02]).}$$

En n'importe quel point de la tuyère on peut calculer le nombre de Mach grâce à l'expression (l'indice t représente le col de la tuyère) [DYK 98] :

$$\text{Équation I-23 : } \frac{A_t}{A} = M \left( \frac{2}{\gamma + 1} + \frac{\gamma - 1}{\gamma + 1} M^2 \right)^{-\frac{\gamma + 1}{2(\gamma - 1)}}$$

A est l'aire de la section de tuyère au point considéré. Connaissant le nombre de Mach, d'autres propriétés de l'écoulement deviennent facilement accessibles.

La pression de stagnation  $p_0$  (avant le col) se calcule en connaissant la pression au col sonique [DYK 98]:

$$\text{Équation I-24 : } \frac{p_0}{p_t} = \left( 1 + \frac{\gamma - 1}{2} M^2 \right)^{\frac{\gamma}{\gamma - 1}}$$

Et la pression  $p$  du gaz en tout point du divergent se déduit de :

$$\text{Équation I-25 : } \frac{p}{p_t} = \left( \frac{\gamma + 1}{2 + (\gamma - 1)M^2} \right)^{\frac{\gamma}{\gamma - 1}}$$

En un point de la tuyère, la température du gaz est donnée par :

$$\text{Équation I-26 : } T = T_i \left( \frac{p}{p_i} \right)^{\frac{\gamma - 1}{\gamma}} \text{ [SAK 01] ou encore :}$$

$$\text{Équation I-27 : } \frac{T_0}{T} = 1 + \frac{\gamma - 1}{2} M^2 \text{ [DYK 98]}$$

Puisque  $M=1$  au col, la température ( $T_t$ ) du gaz au niveau du col de la tuyère vaut donc :

$$\frac{T_0}{T_t} = 1 + \frac{\gamma - 1}{2} \text{ où } \gamma \text{ est le rapport des chaleurs spécifiques (1,66 pour les gaz monoatomique,}$$

1,4 pour les gaz diatomique et l'air) [DYK 98].

La densité du gaz vaut [DYK 98] :

$$\text{Équation I-28 : } \frac{\rho_0}{\rho} = \left( 1 + \frac{\gamma - 1}{2} M^2 \right)^{1/(\gamma - 1)}$$

### **I.2.1.2.e Calcul de la vitesse de l'écoulement dans la tuyère**

La vitesse du gaz  $u_g$  (ainsi que sa pression  $p$ , sa densité  $\rho_g$ ) peut être calculée à partir du rapport entre la section de la tuyère au point considéré et la section au col de la tuyère [SAK 02, STOL 00].

Le changement d'état dépend du nombre de Mach et du coefficient isentropique  $\gamma$  (1,66 pour les gaz monoatomiques, 1,4 pour les gaz diatomiques et l'air).

$$\text{Équation I-29 : } u_g = M \sqrt{\gamma R T}$$

Ici  $R$  est la constante spécifique du gaz qui est égale au rapport entre la constante générale des gaz parfaits par la masse volumique du gaz considéré.  $R = 296,78 \text{ J.K}^{-1}.\text{kg}^{-1}$  pour l'azote et  $R = 2007,15 \text{ J.K}^{-1}.\text{kg}^{-1}$  pour l'hélium.

Cette équation illustre le fait que le gaz hélium est un meilleur propulseur (par rapport à l'azote) du fait de sa plus petite masse moléculaire et de son plus grand rapport de chaleur spécifique (1,66 contre 1,4). On peut remarquer qu'au niveau du col le nombre de mach ( $M$ ) est égal à l'unité et la vitesse locale vaut donc :  $u_{gt} = \sqrt{\gamma R T_t}$  [DYK 98].

Pour calculer la vitesse du gaz il faut donc connaître  $M$  (qui dépend du rapport des aires caractéristiques de la tuyère et de la constante  $\gamma$  du gaz utilisé), le rapport des chaleurs spécifiques du gaz (constante  $\gamma$ ) et la température du gaz au point considéré. Préchauffer le gaz permet de diminuer sa densité et donc d'augmenter sa vitesse (mais diminuer sa capacité d'entraînement). La température n'a pas d'effet direct sur le nombre de Mach mais elle influence la vitesse locale du son (en supersonique  $u_g = a \times M$ ) [JOD 02].

Finalement, dans l'équation de la vitesse du gaz, trois termes (M,  $\gamma$  et R) sont favorables à l'utilisation d'hélium. Seul le facteur température est plus faible pour l'hélium. L'hélium est donc le gaz qui permettra d'atteindre les plus hautes vitesses dans la tuyère.

## I.2.2 Modélisations des transferts de quantité de mouvement et de chaleur entre le fluide et les particules

### I.2.2.1 Transfert de quantité de mouvement

#### I.2.2.1.a Calcul de la vitesse d'écoulement des particules

L'accélération des particules et leur réchauffement dans le flux gazeux dans la tuyère sont donnés par la résolution des équations de mouvement et de transfert de chaleur. Les équations sont basées sur les quatre approximations suivantes [SAK 02]:

- la particule est sphérique et les gradients de température interne sont négligeables,
- la chaleur spécifique de la particule est indépendante de sa température et constante,
- les effets gravitationnels et d'interaction entre particules sont ignorés,
- l'influence des particules sur le flux gazeux est négligeable.

Calcul de la vitesse des particules :

L'équation de mouvement d'une particule dans le procédé P.D.F., peut être écrite ainsi :

$$\text{Équation I-30 : } \frac{du_p}{dt} = \frac{3}{4} \frac{C_D \rho_g}{d_p \rho_p} (u_g - u_p) |u_g - u_p|$$

Où  $u_p$  est la vitesse des particules,  $C_D$  est le coefficient de traînée,  $d_p$  est le diamètre des particules,  $\rho_g$  est la densité du gaz,  $\rho_p$  est la densité de particule,  $u_g$  est la vitesse du gaz. Et pour une particule sphérique,  $C_D$  est fonction du nombre de Reynolds [SAK 02].

Pour calculer la vitesse des particules  $u_p$ , le mouvement modélisé d'une seule particule est utilisé. Cela permet de ne pas considérer l'influence de cette dernière sur le flux gazeux. Ce modèle se justifie par la faible concentration en particules injectées dans le flux gazeux (rapport du volume des particules sur le volume total compris entre  $10^{-6}$  et  $10^{-4}$ ) [ALK 01].

La vitesse des particules est calculée par :

$$\text{Équation I-31 : } m_p u_p \frac{du_p}{dx} = C_D \frac{\rho_g (u_g - u_p)^2}{2} A_p$$

$$\text{Équation I-32 : } M_p = \frac{u_g - u_p}{a} \text{ (nombre de Mach de la particule),}$$

$$\text{Équation I-33 : } Re_p = \frac{(u_g - u_p) \rho_g d_p}{\mu_g}$$

Le coefficient d'entraînement  $C_D$  est calculé par l'approximation d'Henderson :

$$\text{Équation I-34 : } C_D = \frac{0,9 + \frac{0,34}{M^2} + 1,86 \left( \frac{M}{Re} \right)^{1/2} \left[ 2 + \frac{2}{S^2} + \frac{1,058}{S} - \frac{1}{S^4} \right]}{1 + 1,86 \left( \frac{M}{Re} \right)^{1/2}} \text{ avec } S = M \sqrt{\frac{\gamma}{2}},$$

$A_p$  est l'aire de la section de la particule,  $\rho_g$  la densité du gaz.

Il est présumé par la suite que la dilution de la phase solide dans le gaz est importante.

L'Équation I-31 peut être intégrée si la vitesse du gaz et sa densité sont considérées comme constantes.

$$\log \left( \frac{u_g - u_p}{u_g} \right) + \frac{u_g}{u_g - u_p} - 1 = \frac{C_D A_p \rho_g x}{2m_p}$$

Pour les petites valeurs de vitesse de particules (comparées au gaz) cette équation devient :

$$\text{Équation I-35 : } u_p = u_g \sqrt{\frac{C_D A_p \rho_g x}{m_p}} \text{ ([DYK 98])}$$

Les calculs montrent que le nombre de Reynolds varie peu au fil de l'écoulement et que le coefficient d'entraînement est donc quasi constant. Cependant du fait du long parcours des particules dans le jet ( $x$  élevé), elles sont introduites dans un fluide subsonique dense et sortent dans un jet supersonique dont la densité est plusieurs dizaines de fois inférieure à celle au col sonique. Il est clair que ni la vitesse, ni la masse molaire du gaz ne sont constantes dans l'écoulement et que, sans outils mathématiques complexes, cette équation n'est applicable qu'à des conduites cylindriques ou des distances de séjour courtes.

Dans leurs travaux Alkhimov, Klinkov et Kosarev proposent une relation similaire à l'expression précédente adaptée au cas de la tuyère de De Laval [DYK 03].

$$\text{Équation I-36 : } u_p = \frac{u_g}{1 + 0,85 \sqrt{\frac{d_p}{x}} \sqrt{\rho_p \frac{u_g^2}{p_0}}} \quad (\text{Définie empiriquement})$$

L'étude de la corrélation entre les vitesses théoriques et expérimentales montre clairement que cette équation est valable pour l'azote et l'hélium. Pour une longueur de tuyère infinie, la vitesse des particules atteint celle du gaz.

Si la tuyère devient trop large, la pression chute et réduit la vitesse du gaz à une valeur subsonique. Augmenter la longueur du divergent en diminuant le rapport d'expansion permet d'éviter ce phénomène. Finalement, pour maximiser la vitesse des particules, il faut utiliser une tuyère aussi longue que possible (augmentation de M) avec un rapport d'expansion volontairement limité afin d'éviter les chocs dans la tuyère.

Ce choc normal interne intervient si la pression du gaz en expansion au sein de la tuyère devient inférieure à la pression extérieure (généralement proche de la pression atmosphérique  $p_a$ ). La pression limite avant choc interne  $p_s$  vaut donc [GRU(1) 03] :

$$\text{Équation I-37 : } p_s = p_a \left( \frac{2\gamma}{\gamma+1} \right) M_e^2 \frac{\gamma-1}{\gamma+1} \quad \text{ou encore :}$$

$$\left( \frac{2\gamma}{\gamma+1} \right) M_e^2 \frac{\gamma-1}{\gamma+1} < 1$$

Avec  $p_s$  : pression interne à la tuyère (pression limite avant choc interne) et  $p_a$  : pression extérieure à la tuyère.

On notera aussi que réduire la granulométrie des poudres introduites permet d'obtenir les mêmes effets qu'un allongement de la tuyère, mais celles-ci sont plus sensibles à la zone de hautes pressions qui se crée devant le substrat. Une diminution d'un facteur dix de la taille des particules provoque une perte de vitesse quatre fois plus élevée [DYK 98, JOD 02].

### I.2.2.1.b Accélération optimale de la particule

Pour atteindre les vitesses calculées précédemment (accélération correcte), Dykhuizen montre dans ses recherches que les particules doivent s'accommoder des variations de flux. Elles sont décrites par :

$$\text{Équation I-38 : } \frac{u_{up}}{dt} = \frac{\rho_p d_p^2}{18\mu_g}$$

Où  $\mu$  est la viscosité du gaz,  $u_{up}$  est la vitesse des gaz en amont et  $d_t$  le diamètre de constriction [DYK 98].

Si ce nombre est élevé alors la particule met du temps à s'accommoder. Si il est égal à un, le jet est facilement focalisable, la trajectoire des particules reste proche de la trajectoire centrale.

L'accélération des particules est plus forte en augmentant la vitesse et la densité du gaz. La dynamique des gaz montre que la densité et la vitesse varient en sens inverse. Il existe donc un couple densité/vitesse qui mène à une vitesse de particule maximale. Il faut noter que la densité et la vitesse du gaz sont dépendantes de la pression à laquelle il se trouve lorsqu'il s'expand [DYK 98].

$$\text{Équation I-39 : } D_p = C_D A_p \left( \frac{\rho u^2}{2} \right),$$

$$\frac{dT}{dp} = \frac{RT}{pc_p},$$

$$\text{Équation I-40 : } \frac{dD_p}{dp} = C_D A_p \left( \frac{M^2}{2} - 1 \right)$$

Les calculs montrent qu'une vitesse relative gaz-particule de l'ordre de  $\sqrt{2}$  Mach permet d'obtenir une densité et une vitesse qui maximisent l'accélération des particules. Expérimentalement, il faut donc maintenir la vitesse relative gaz particules ( $u-u_p$ ) aux alentours de Mach 1.

### I.2.2.1.c Variation des propriétés de l'écoulement le long de la tuyère

L'utilisation d'un programme de calcul en dynamique des fluides (FLUENT) a permis aux chercheurs de l'université de Hambourg d'obtenir des renseignements sur les variations des propriétés des particules et du gaz (vitesse, température) le long de la tuyère.

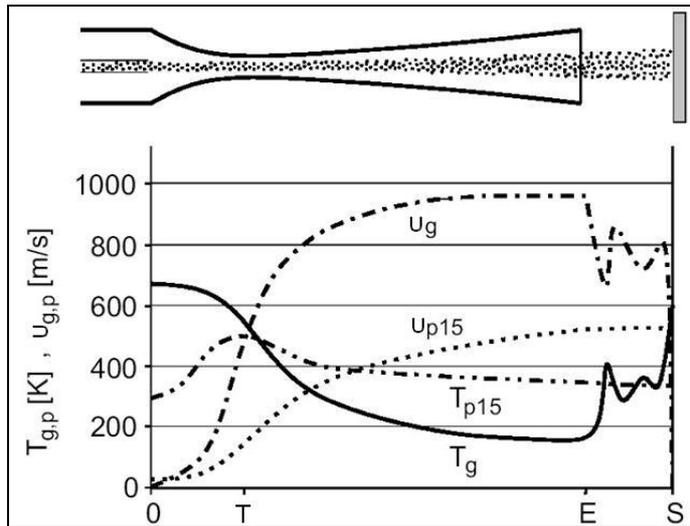


Figure I-15 : Comparaison des vitesses et températures de particules de deux granulométries différentes [STOL 01]

Les calculs sont réalisés pour des grains de cuivre de 5 et 25  $\mu\text{m}$  de diamètre, avec une pression de gaz en entrée de tuyère de 2,5 MPa et de température initiale 673 K (400°C) [STOL 01].

L'accélération des gaz a lieu de façon prédominante entre le col et le premier tiers de la partie divergente de la tuyère type De Laval. Dans cette partie, il acquiert 90% de sa vitesse en sortie de tuyère, sa vitesse reste pratiquement stable dans le deuxième tiers de la partie divergente. Dans un même temps, la température du gaz décroît jusqu'à atteindre une valeur proche de celle de la pièce. En sortie de tuyère on note des fluctuations des valeurs, globalement la vitesse décroît et la température augmente. Ces variations antisymétriques sont dues aux variations des propriétés du milieu extérieur du fait de l'existence d'une zone de turbulence (onde de choc) aux abords du substrat [STOL 01].

La vitesse des particules augmente suivant la même courbe que le gaz mais avec des valeurs très inférieures. Il est notable que les petites particules (5 $\mu\text{m}$ ) atteignent des valeurs supérieures aux grosses. On remarque aussi que leur vitesse reste stable en sortie de tuyère et que l'effet des perturbations proches du substrat est quasiment invisible (vitesse du jet libre quasi constant sur 60 mm [VOY(1) 03]). Dans la partie convergente, où le temps de

séjour des particules est relativement long, on voit que les particules fines atteignent au niveau du col d'étranglement une température égale à celle du gaz propulseur. Les plus grosses (25 µm) finissent elles aussi par atteindre cette température dès le premier quart de la partie divergente.

Du fait de leur capacité calorifique très supérieure au gaz, les particules ont une température qui diminue nettement moins vite que celle de leur milieu porteur. Ainsi dans la tuyère après le col sonique  $T_{\text{particules}} > T_{\text{gaz}}$  et de par leur plus grande masse  $T_{p25} > T_{p5}$ . Les perturbations en amont du substrat font que la température du gaz redevient plus importante que celle des particules hors de la tuyère. On notera que, concernant la température, les particules sont également quasi insensibles à l'onde de choc.

On notera également qu'il n'y a pas de réelle variation radiale de la vitesse des particules. Sur une même ligne parallèle à la tuyère la vitesse est constante ( $\pm 5\%$ ) sur une longueur correspondant à 2/3 de la largeur de l'aire de sortie.

## I.2.2.2 Transfert de chaleur

### I.2.2.2.a Transfert de chaleur aux particules

Grâce au programme FLUENT, Stoltenhoff a pu prendre en compte la conduction de la chaleur, les turbulences ou les pertes par friction. Le calcul ne se limite pas à la tuyère mais à l'espace autour d'elle. La surface à étudier est divisée en centaines de milliers de cellule et, à l'aide des équations de Navier-Stokes, de continuité de l'énergie, celles liées à la turbulence et les équations liées au flux polyphasique, on résout le système pour chacune de ces cellules.

$$\text{Équation I-41 : } \rho_p \frac{\pi d^3}{6} \frac{dv_p}{dt} = \frac{1}{2} C_D \rho_g \frac{\pi d^2}{4} (u_g - u_p) |u_g - u_p|$$

$\rho_p$ ,  $\rho_g$ ,  $u_p$ ,  $u_g$  sont respectivement les densités et les vitesses des particules et des gaz.  $C_D$  est le coefficient de traînée des particules. L'effet de la gravité n'est pas considéré ici.

Compte tenu de la pression au niveau du substrat, d'après Walsh, le coefficient d'entraînement est alors fonction du nombre de Reynolds  $Re_p$  et de Mach  $M_p$  de la particule :

$$M_p = \frac{|u_g - u_p|}{\sqrt{\gamma R T_g}} \text{ et } Re_p = \frac{\rho_g |u_g - u_p| d_p}{\mu_g} \text{ (Équation I-32, Équation I-33)}$$

L'influence du transfert de chaleur entre le gaz et les particules est compensée en introduisant un nombre de Nusselt modifié [STOL 00] :

$$\text{Équation I-42 : } Nu = 2 + 0,44 Re_p^{0,5} Pr^{0,333} \exp(0,1 + 0,872 M_p)$$

Cette équation est seulement valide si  $M_p > 0,24$  et  $T_g > T_p$ .

Si le nombre de Mach de la particule est toujours supérieur à 0,24 avec le matériel utilisé, la baisse de la température du gaz dans le divergent fait que la deuxième conditions n'est plus vérifiée lorsque les particules s'éloignent du col sonique (la distance limite dépendant des propriétés du gaz et de la tuyère). A partir de ce point, le nombre de Nusselt se calcul avec :

$$\text{Équation I-43 : } Nu = 2 + 0,6 Re_p^{0,5} Pr^{0,333} .$$

Le réchauffement de la particule dans le flux gazeux peut s'exprimer comme suit :

$$\text{Équation I-44 : } \frac{dT_p}{dt} = (T_g - T_p) \frac{6h}{c_p \rho_p d_p}$$

Où  $T_p$  est la température des particules,  $T_g$  est la température du gaz,  $h$  est le coefficient de transfert de chaleur,  $c_p$  est la chaleur spécifique de la particule,  $\rho_g$  est la densité du gaz et  $d_p$  le diamètre de la particule. Le coefficient de transfert de chaleur  $h$  peut être calculé par la corrélation de Ranz-Marshall, où  $h$  est une fonction du nombre Nusselt.

$$\text{Équation I-45 : } h = \frac{Nu \kappa_g}{d_p}$$

Pour le calcul du nombre de Reynolds et de Prandtl les valeurs des chaleurs spécifiques du gaz, de sa viscosité et de sa conductivité thermique sont utilisées dans la température de film :

$$\text{Équation I-46 : } T_f = \frac{(T_g + T_p)}{2} \text{ [SAK 02]}$$

#### **I.2.2.2.b Transfert de chaleur au substrat**

Pour les faibles concentrations de particules généralement utilisées en procédé P.D.F., le transfert de chaleur entre les particules et le substrat est faible comparé à celui entre le gaz et le substrat. Pour réaliser une estimation de la température de surface, il est donc préférable de considérer que les échanges de chaleur se font préférentiellement entre le jet de gaz et la surface [PAPY 01].

$z_0$  étant la distance sortie de tuyère/substrat,  $l$  la longueur du petit coté du rectangle formant la sortie de tuyère, le maximum de transfert de chaleur est obtenu pour une valeur

$z_0/l$  compris entre 5 et 7. On notera que dès que l'on atteint des substrats dont la longueur du côté est de l'ordre de 15 à 20 fois  $l$  (surface supérieure à 225  $l^2$ ), la température au cœur de la pièce est très inférieure à celle de surface quelle que soit la nature du substrat. En incrémentant encore cette longueur, on n'influence plus la température du substrat [PAPY 01].

Expérimentalement, on remarque que les transferts de chaleur sont bien plus importants que ceux prévus par la théorie. Cela s'explique par les fluctuations de vitesse de jet qui apparaissent au voisinage du point considéré (perturbations engendrées par la violence de l'impact du jet sur le substrat) [PAPY 01].

### I.2.3 Paramètres influençant le procédé

Pour le procédé P.D.F., sept paramètres sont contrôlables [VST 99] :

- la nature du gaz propulseur,
- la température de gaz propulseur,
- la géométrie de la tuyère,
- la pression d'introduction des gaz,
- les caractéristiques de la poudre (granulométrie, forme, état d'oxydation),
- la distance de tir,
- l'angle de tir.

#### I.2.3.1 Nature du gaz propulseur

La vitesse du son est donnée comme :  $a = \gamma RT$  (Équation I-18 avec  $\gamma$  : rapport de chaleur spécifique et  $R$  : constante spécifique des gaz). Pour l'augmenter, on ne peut jouer que sur la température du gaz et/ou sa masse moléculaire. Cette équation montre qu'un gaz léger (type hélium) suffisamment chauffé permet d'obtenir de grandes vitesses et sera privilégié pour les matériaux difficilement projetables. L'utilisation d'hélium à la place de l'azote permet un gain de 60% de vitesse à température et pression constantes (particule d'aluminium) et réduit la température des particules de 100 K [VST 02].

Par rapport à un essai réalisé avec l'hélium, l'introduction de :

- 5 % d'air dans le mélange gazeux fait baisser la vitesse du gaz de 14 %,

- 10 % d'air fait baisser la vitesse du gaz de 22 %,
- 15 % d'air fait baisser la vitesse du gaz de 29 %.

L'utilisation d'air pur la fait baisser de 66 %, l'argon entraîne une chute de 67 % [JAY 02].

Cependant, du fait de la faible densité de l'hélium (qui limite sa capacité à transmettre efficacement sa quantité de mouvement), les particules mettront plus de temps à atteindre une vitesse proche de celle du gaz (62% de la vitesse du gaz en sortie de tuyère avec l'azote contre 42% avec l'hélium dans le cas de particules de cuivre de 19  $\mu\text{m}$ ) [GIL 99].

Pour pouvoir accélérer des particules jusqu'à la vitesse critique (vitesse permettant l'adhésion au substrat), on peut faire varier la température d'introduction du gaz procédé et la pression d'entrée de ce dernier dans la tuyère.

### I.2.3.2 Influence de la température de la pression du gaz propulseur

L'influence d'une augmentation de pression sur la vitesse du gaz est significative pour les pressions basses, beaucoup moins ensuite. Expérimentalement, dans la gamme 1,5-3 MPa, une multiplication par deux de la pression provoque une augmentation de 15% de la vitesse. Entre 2,4 et 2,9 MPa le gain de vitesse est de 5% ; en effet la vitesse des particules varie en fonction du logarithme de la pression. La température est indépendante de la pression [VOY 03, GIL 99, SAK 00].

Si on conserve une vitesse des particules constante en faisant varier la température du gaz propulseur, on s'aperçoit que le gain de rendement de dépôt est négligeable, que la densité du dépôt est comparable mais que l'adhésion est meilleure. On peut donc en déduire que le gain de température à l'impact (vitesse constante) favorise un meilleur accrochage. La température d'impact des particules joue donc un rôle dans le mécanisme d'adhésion (le rendement de dépôt et le taux de porosité du dépôt étant déterminés uniquement par la vitesse d'impact) [DYK 03].

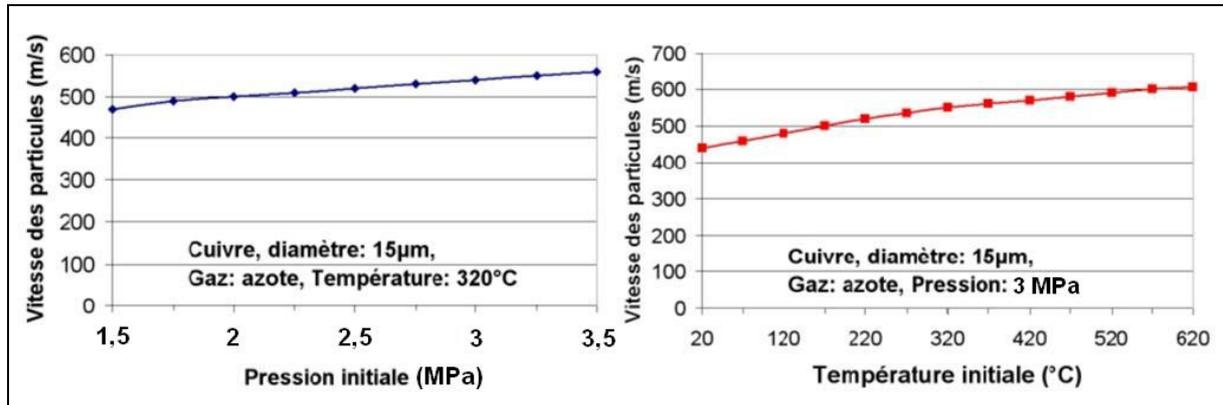


Figure I-16 : Influence de la pression et la température sur la vitesse des particules

Pour un diamètre de particule donné, il existe des couples de valeurs minimum ( $P_0$ ,  $T_0$ ) qui permettent de réaliser un dépôt (et donc d'atteindre la vitesse critique). On obtient donc un abaque (Figure I-17) permettant, pour chaque diamètre étudié, de lier une pression minimum à appliquer pour obtenir l'adhésion à la température de travail utilisée et inversement.

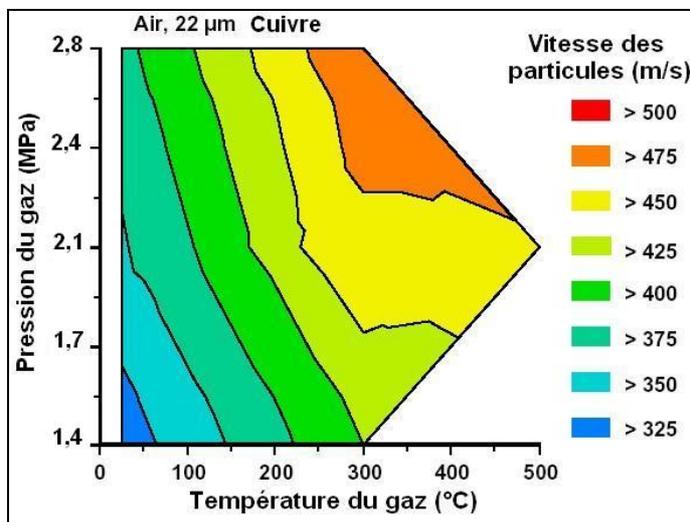


Figure I-17 : Variations de vitesse en fonction des températures et pressions de gaz [NEI 02]

### I.2.3.3 Influence de la géométrie de la tuyère

#### I.2.3.3.a Influence de la géométrie sur les propriétés de l'écoulement

La géométrie de la tuyère se caractérise principalement par son diamètre au col, en sortie et la longueur de la partie divergente. Les relations existant entre les aires caractéristiques d'une tuyère influencent directement les propriétés de l'écoulement gazeux.

$$\text{Équation I-47 : } A_t = \frac{m}{\sqrt{\gamma \left(\frac{2}{\gamma+1}\right)^{\frac{\gamma+1}{\gamma-1}} \frac{p_i}{V_i}}} = \frac{m}{\sqrt{\gamma \left(\frac{2}{\gamma+1}\right)^{\frac{\gamma+1}{\gamma-1}} \frac{1}{RT_i}}} \frac{1}{p_i}$$

$$\text{Équation I-48 : } \frac{A_t}{A_e} = \left(\frac{\gamma+1}{2}\right)^{\frac{1}{\gamma-1}} \left(\frac{p_e}{p_i}\right)^{\frac{1}{\gamma}} \sqrt{\frac{(\gamma+1)}{(\gamma-1)} \left(1 - \left(\frac{p_e}{p_i}\right)^{\frac{\gamma-1}{\gamma}}\right)}$$

$$\text{Équation I-49 : } \frac{A}{A_t} = \frac{\sqrt{\frac{(\gamma-1)}{2} \left(\frac{2}{\gamma+1}\right)^{\frac{\gamma+1}{\gamma-1}}}}{\left(\left(\frac{p}{p_i}\right)^{\frac{2}{\gamma}} - \left(\frac{p}{p_i}\right)^{\frac{\gamma+1}{\gamma}}\right)}$$

A étant l'aire de la section de tuyère en n'importe quel point,  $A_t$  l'aire de la gorge de tuyère, p la pression du gaz, T la température,  $\gamma$  le rapport des chaleur spécifique. L'indice i indique qu'il s'agit de la valeur initiale de la grandeur qu'il accompagne [SAK 01, PAPY 01].

En 1998, Dykhuizen et Smith ont étudié par simulation numérique l'influence de la géométrie de la tuyère et les conditions initiales d'introduction du gaz dans cette dernière sur le procédé P.D.F. Sakaki et ses collaborateurs ont, eux, réalisé une série d'expérimentations du même type. Dans cette étude, trois types de tuyère sont étudiés (convergente-droite, de De Laval, convergente-divergente-droite) (Figure I-18) ainsi que l'influence de leur diamètre de sortie (circulaire).

Pour faciliter les calculs, les approximations suivantes ont été réalisées : le flux accéléré dans la tuyère est un flux quasi unidimensionnel isentropique de gaz semi-parfait, il a une vitesse initiale  $u_{gi}$  et une pression initiale  $p_i$ .

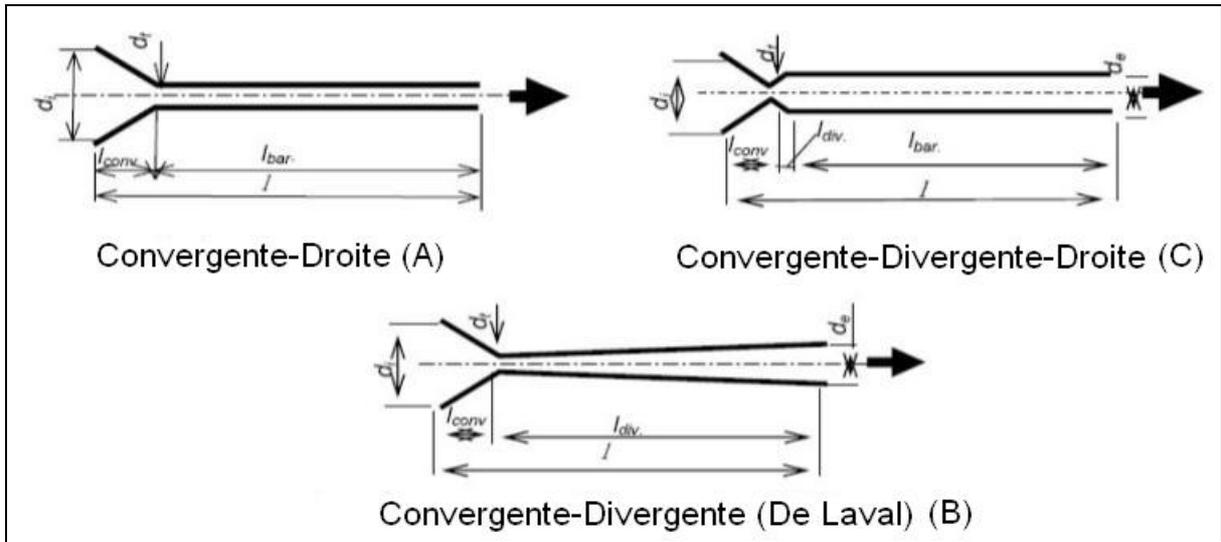


Figure I-18 : Différentes formes de tuyère étudiées [SAK 02]

Les dimensions spécifiques des tuyères utilisées sont longueur totale  $l = 300$  mm, longueur de la partie convergente  $l_i = 50$  mm, diamètre d'entrée  $d_i = 40$  mm, diamètre du col sonique  $d_t = 2$  mm. Les résultats de l'étude de ces tuyères est présentée sur la Figure I-19.

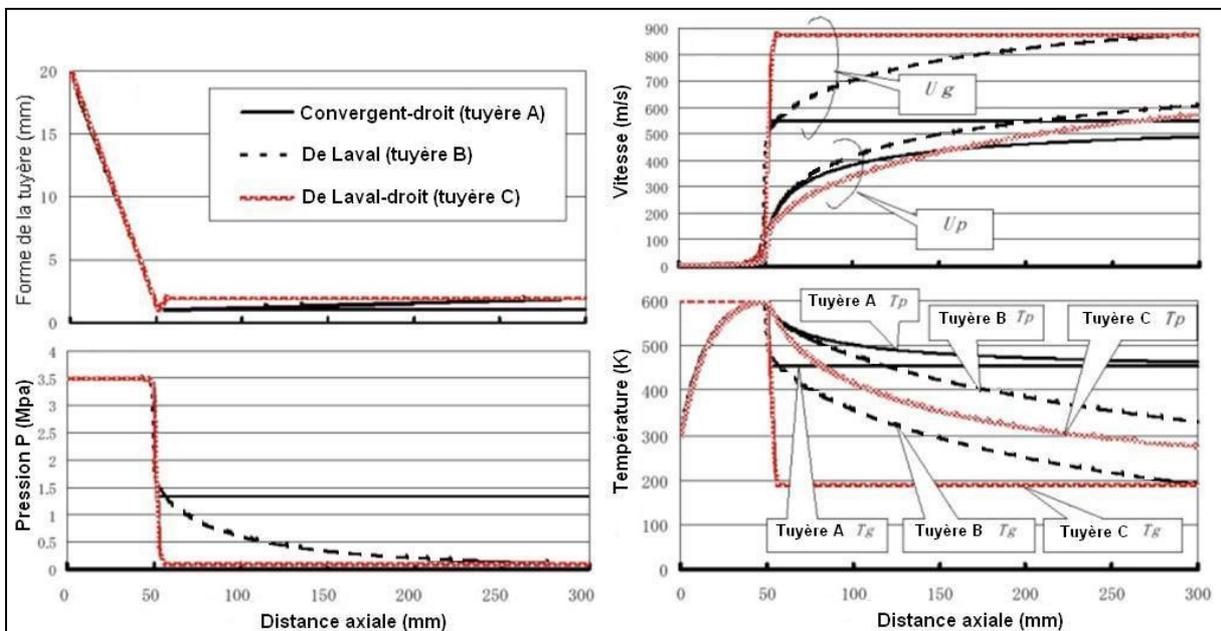


Figure I-19 : Influence de la géométrie des tuyères sur les propriétés du jet P.D.F. [SAK 02]

La vitesse des particules en sortie de tuyère avec un modèle type De Laval est supérieure à celle de type convergente-divergente-droite et convergente-droite. En revanche, la température en sortie de tuyère est supérieure pour la convergente-droite.

L'effet d'un agrandissement du diamètre de sortie de tuyère est globalement le même sur les tuyères de type De Laval et De Laval-droite : la vitesse du gaz augmente et celle des particules atteint un maximum puis diminue doucement.

En augmentant la pression d'introduction du gaz dans la tuyère  $p_i$ , on augmente la vitesse des particules ce qui augmente le rendement de dépôt [SAK 02].

### I.2.3.3.b Influence de la géométrie de la tuyère sur le rendement

Pour une géométrie de tuyère optimale, la vitesse relative gaz-particule doit être proche de Mach 1 pour maximiser l'accélération de la particule [DYK 98]. Cette vitesse relative s'exprime donc de la façon suivante :

$$\text{Équation I-50 : } u_g - u_p = (M)\sqrt{\gamma RT} - (M-1)\sqrt{\gamma RT} = \sqrt{\gamma RT}$$

Comme la vitesse de la particule  $u_p$  évolue suivant :

$$u_p = u_g \sqrt{\frac{c_D A_p \rho_g x}{m_p}} \quad (\text{Équation I-35, [DYK 98]}).$$

On peut donc définir la géométrie de tuyère optimale en différenciant les équations précédentes par rapport à la position  $x$  (distance du col sonique). Finalement on obtient :

$$\text{Équation I-51 : } \frac{du_p}{dx} = \frac{\gamma R T C_D A_p \rho_g}{(u_g - \sqrt{\gamma R T}) 2 m_p}$$

Cette équation mène à un résultat où la longueur de tuyère est infinie, cela signifie que les problèmes de vitesse de particules et donc de rendement peuvent toujours être résolus en augmentant sa longueur. Cependant la géométrie devra être calculée de sorte que le nombre de mach du gaz en sortie soit supérieur à 1,5 (pour ne pas avoir à trop chauffer) et inférieur à 3 (pour limiter le phénomène d'onde de choc) [JOD 02].

L'université de Hambourg a mené des simulations avec le code FLUENT pour différentes formes de tuyère et différents diamètres de particules (cuivre). Stoltenhoff a appliqué les résultats de cette précédente étude et a montré que, expérimentalement, suivant la géométrie de tuyère, le rendement de dépôt peut varier de moins de 40% à plus de 70%. Cette modélisation montre que, quel que soit le type de tuyère et indépendamment du

diamètre du grain, la vitesse d'impact critique d'une particule de cuivre se situe à 570 m/s. Cette vitesse limite ne dépend en fait que de la température d'impact et des propriétés du substrat. Il est également montré que les petits pores créés lors du dépôt sont refermés par l'impact des particules formant les couches suivantes. Cela explique également le caractère écroui du matériau [STOL 01].

Expérimentalement, quatre différents types de tuyère sont étudiés, leurs caractéristiques étant compilées dans le Tableau I-2 [STOL 02]. Elles se différencient par leur rapport d'expansion (Aire de la sortie de tuyère/Aire de la gorge de tuyère), la longueur de leur partie divergente et sa forme. Les rendements suivants ont été observés lors du dépôt de cuivre sur substrat d'aluminium.

Longueur de la partie divergente (mm)	Rapport d'expansion	Forme	Rendement de dépôt (%)
65	6	Conique	48
65	9	Conique	54
97,5	6	Cloche	63
117	9	Cloche	72

Tableau I-2 : Description des différentes tuyères [STOL 02]

Des essais de projections ont été réalisés avec une tuyère de type conique (rapport d'expansion 9) dont la longueur de partie divergente est portée à 130 mm (au lieu de 65). Les résultats ont été bien meilleurs que ceux de la tuyère plus courte. Les deux abaques ainsi réalisés permettent de comparer les températures et pressions minimales pour les différentes granulométries. La modification de la tuyère permet de diminuer nettement ces deux paramètres et donc de projeter des poudres de plus fort diamètre en restant dans la même gamme de température et pression [STOL 02].

Un allongement de la partie convergente entraîne une limitation des vitesses et une augmentation de la température. Au delà de 100 mm la vitesse des particules devient inférieure à la valeur critique (du nickel bronze) quel que soit le diamètre des particules [SAK 00].

### I.2.3.4 Influence de la distance de tir

En utilisant des particules de diamètre médian ( $15\mu\text{m}$ ), on peut étudier l'influence de la distance de tir (Figure I-20).

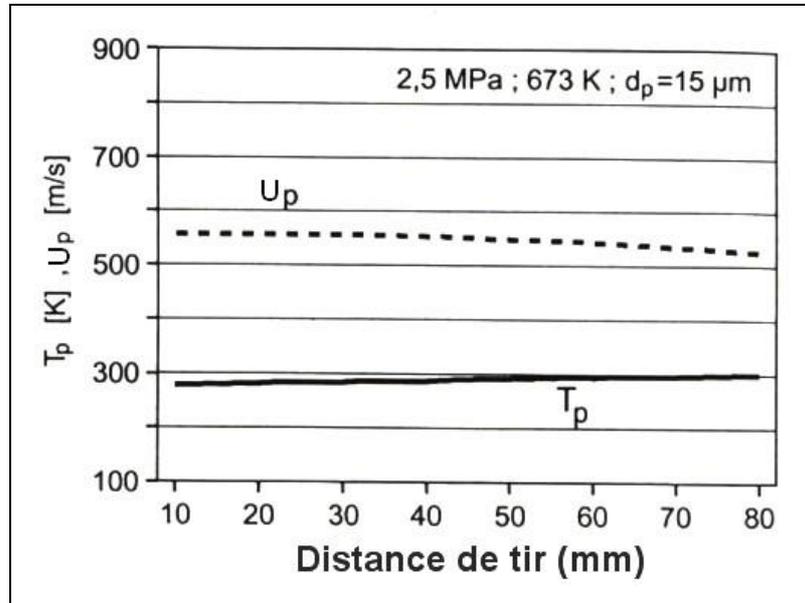


Figure I-20 : Influence de la distance de tir sur la température et la vitesse des particules [STOL 01]

Avec une telle granulométrie, la vitesse semble peu affectée par la distance de tir (légère diminution), tout comme la température qui augmente faiblement. Des études complémentaires avec le logiciel (FLUENT), montre que la distance optimale se situe entre 20 et 50 mm. Au-delà, l'interaction du flux de particules avec l'air ambiant devient problématique.

En faisant varier la taille des particules, il est montré que pour obtenir de grandes vitesses il est essentiel de conserver une granulométrie faible ( $5\text{-}25 \mu\text{m}$  dans le cas du cuivre). Des particules plus fines atteignent une plus grande vitesse, mais elles sont sensibles aux perturbations situées à proximité du substrat et ne conservent pas toujours une énergie cinétique suffisante pour se déposer [STOL 01].

## I.2.3.5 Influence de la poudre

### I.2.3.5.a Influence de la granulométrie des poudres

Globalement, la distribution radiale des vitesses des particules, étudiée par vélocimétrie laser, a une forme gaussienne dont la largeur et le centre dépendent de la distribution granulométrique de la poudre. D'après les travaux de Sakaki et Shimizu qui décrivent les évolutions des températures et vitesses des particules, plus ces dernières sont fines, plus elles se déplacent vite et se refroidissent rapidement. En dessous d'une certaine granulométrie, on atteint la vitesse critique avant la sortie de tuyère. La température des particules est plus grande que celle du gaz du fait de leur plus haute capacité thermique. (Ce phénomène n'est pas observable en HVOF ou plasma.)

Nous avons vu que l'augmentation des pression et température permet d'augmenter la vitesse et qu'un gaz dense exerce d'avantage de force d'entraînement, ce qui augmente l'accélération des particules. Mais l'effet de la température reste prépondérant (pression inférieure à 3 MPa) [SMI 99].

Des investigations ([KRE 00]) ont été menées par Kreye et Stoltenhoff avec trois types de poudre de cuivre de granulométries différentes. Dans la gamme 10-45  $\mu\text{m}$  le rendement de dépôt fut inférieur à 10%. Le dépôt commence par se former avec les particules fines (vitesse supérieure à la vitesse critique), puis les plus grosses viennent éroder la couche en construction. Avec une poudre dont la granulométrie est comprise entre 5 et 25  $\mu\text{m}$  le rendement varie de 15 à 25 % suivant la température du gaz. La distribution des fines (6 ou 14 % de particules de taille inférieure à 5  $\mu\text{m}$ ) a une influence notable sur la porosité. Une trop forte proportion de petites particules gêne le fonctionnement du distributeur et augmente sensiblement le taux de porosité.

Une autre étude réalisée par Smith à Sandia ([SMI 99]) montre qu'une augmentation de 3  $\mu\text{m}$  de diamètre d'une poudre de cuivre diminue la vitesse de 100 m/s et qu'une augmentation de 9  $\mu\text{m}$  de diamètre d'une poudre d'aluminium diminue la vitesse de 40 m/s. Ce qui prouve l'influence de la masse volumétrique et pas seulement de la taille des particules.

Des simulations concernant le diamètre optimal des particules montre également que celui ci varie avec la nature du gaz propulseur (diamètres inférieurs pour l'hélium) [DYK 03].

L'usage de poudre fine est rendu délicat du fait de la difficulté à les distribuer, l'augmentation de leur surface spécifique qui favorise leur réactivité à l'oxydation et leur sensibilité au

phénomène d'onde de choc. La taille « utile » reste comprise entre 5 et 45  $\mu\text{m}$  (type plasma sous vide) [SMI 99].

Typiquement la granulométrie des poudres utilisées en P.D.F. est donc comprise entre 1 et 50  $\mu\text{m}$ . Pour projeter des poudres de diamètre plus élevé (63-106  $\mu\text{m}$ ), il faut donc utiliser des tuyères spécifiques. Des valeurs telles que les vitesses critiques et les vitesses des particules (fonctions de la température des gaz) sont très différentes à forte granulométrie (supérieure à 100  $\mu\text{m}$ ). L'utilisation de ce type de poudre réduit le risque de morcellement en fines poussières des particules à l'impact [VST 02]. Il faut noter que l'utilisation de telles poudres sort du cadre strictement défini par le « brevet Cold spray » déposé en 1994. La technique utilisant des poudres plus grossières est appelée « kinetic spray ».

En mesurant la vitesse des particules de forts diamètres, on s'aperçoit qu'elles sont moins sensibles aux variations de température que celles de plus petite granulométrie. On note que leurs vitesses critiques sont plus faibles que pour les poudres employées habituellement.

Une estimation de la contrainte à l'impact est :

$$\text{Équation I-52 : } \sigma_{imp} \cong \frac{\rho v^2}{6}.$$

Cela montre que la contrainte reste globalement indépendante du diamètre des particules. Le fait que la particule ne soit pas parfaitement sphérique joue un rôle : au point de contact le rayon de courbure est potentiellement inférieur au rayon théorique de la particule, la valeur du moment de la particule est alors conséquent et elle se trouve localement extrêmement déformée [VST 02].

Le débit de poudre joue un rôle sur la vitesse des particules. Il a été montré expérimentalement qu'il existe une décroissance linéaire de la vitesse des particules pour un rapport  $\frac{m_{poudre}}{m_{gaz}} > 3\%$ . Cela s'expliquerait par la difficulté qu'a le flux (surtout s'il s'agit de

l'hélium) à entraîner une masse de poudre importante. On peut également imaginer que cela perturbe l'écoulement du fluide, notamment au niveau du col [GIL 99].

#### **I.2.3.5.b Influence de l'état d'oxydation des poudres**

Notons qu'il s'agit ici principalement de l'état des poudres avant dépôt dont il est question dans ce paragraphe. Le procédé génère en effet une augmentation négligeable du taux d'oxygène contenu dans les matériaux (pour la plupart d'entre eux).

L'état d'oxydation des deux matériaux (substrat et particule) peut poser problème car cela confère un caractère localement fragile au matériau. Il faut alors que la vitesse d'impact

fournisse une énergie suffisante pour briser cette couche d'oxyde et déformer la particule. Pour de grosses particules, en admettant que la couche d'oxyde soit d'épaisseur constante, le volume d'oxyde à fracturer varie en  $d^2$  mais l'énergie cinétique varie elle en  $d^3$ . Ce qui signifie qu'une grosse particule aura tendance à briser plus facilement son enveloppe d'oxyde [VST 02].

Dans le cas d'un dépôt réalisé à partir d'une poudre relativement oxydée, on remarque que lorsqu'on le sollicite mécaniquement, la part de fractures de types interparticulaires (majoritaire) augmente sensiblement. L'état d'oxydation des poudres favorise les ruptures de type fragile [MCU 96, MCU(1) 00].

En étudiant un cas concret de traitement thermique après dépôt (deux types de poudres de cuivre sont projetés), on s'aperçoit que si la poudre présente une surface oxydée ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ) sur une épaisseur de 5-10 nm (0,77% oxygène en masse) cela limite la capacité des grains à grossir lors du revenu après dépôt. A une température suffisante les couches d'oxydes peuvent coalescer pour former des particules de tailles micrométriques. On ne retrouve pas de grains équiaxes après traitement à  $720^\circ\text{C}$  pendant 8 heures. Pour des dépôts réalisés avec une poudre sphéroïdique atomisée par gaz de haute pureté (0,29% d'oxygène en masse), on observe des structures recristallisées et équiaxes après revenu à  $650^\circ\text{C}$  pendant 24 heures.

La présence d'oxyde au joint de grain empêche la diffusion du cuivre comme dans le cas du frittage. Les interfaces sont impures et, dans certains cas, c'est l'oxyde qui migre pour former des particules [MCU(2) 00].

Un revenu en atmosphère d'hydrogène provoque une réduction des oxydes et donc l'apparition de nouvelles porosités dans le dépôt.

Après revenu, les images MEB de la couche en coupe sont plus proches d'un matériau ductile (moins granulaire). Le traitement restaure une partie de la plasticité perdue lors de la déformation engendrée par le procédé [MCU(2) 00].

### **I.2.3.6 Influence du débit massique de gaz porteur**

Si un débit minimum est nécessaire pour éviter le bouchage de l'injecteur de poudre, il semble qu'un débit trop élevé perturbe la construction du dépôt.

Afin de mesurer l'effet d'une variation de débit massique de gaz porteur, la température, le temps de séjour et la vitesse des particules ont été calculés pour des débits massiques d'azote de 6,1 g/s (haut) et 2,8 g/s (bas). Au niveau de la gorge de la tuyère la température

du mélange gazeux est 580 K avec le débit le plus élevé et 635 K avec le plus faible (température du gaz propulseur 810 K). La Figure I-21, la Figure I-22 et la Figure I-23 présentent leur temps de séjour, la température des particules et leur vitesse [HAN 04].

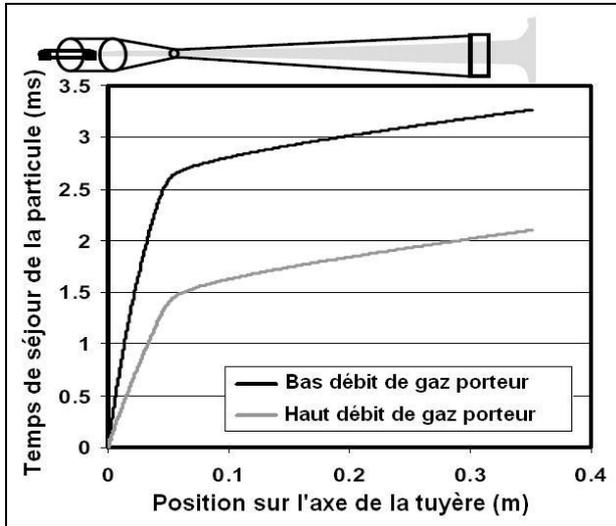


Figure I-21 : Temps de séjour des particules en fonction du débit de gaz porteur [HAN 04]

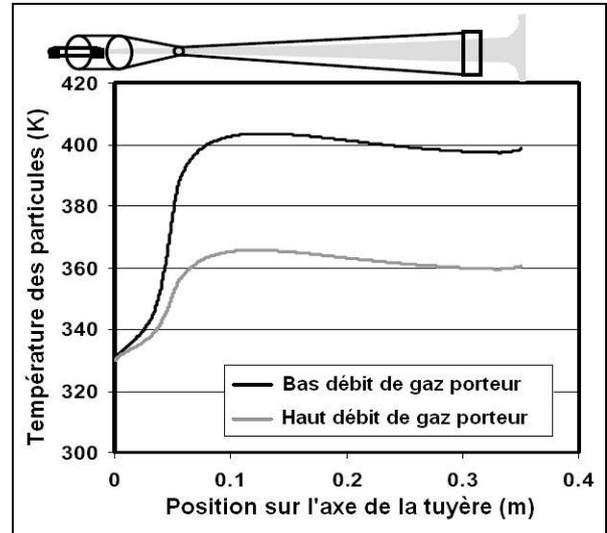


Figure I-22 : Températures des particules en fonction du débit de gaz porteur [HAN 04]

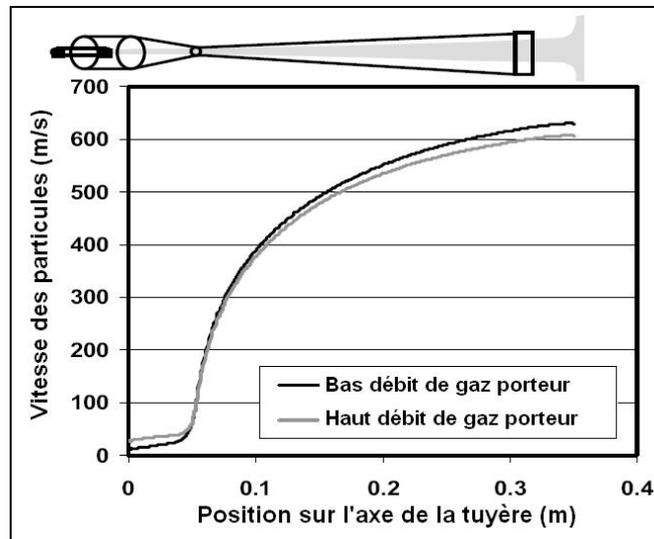


Figure I-23 : Vitesse des particules en fonction du débit de gaz porteur [HAN 04]

Au vu des résultats, l'utilisation d'un débit de gaz porteur plus faible permet d'augmenter le temps de séjour des particules dans le jet d'environ 1 ms. Cela permet un meilleur transfert

des quantités de mouvement et de chaleur du gaz aux particules. Il en résulte une vitesse supérieure d'environ 20 m/s et une augmentation de température de 40 K.

La maîtrise du débit de gaz porteur permet donc de projeter des particules plus chaudes (donc plus ductiles) à des vitesses plus élevées. La conséquence directe est donc l'augmentation du rendement de projection [HAN 04].

### I.2.3.7 Influence de l'angle de tir

En général, pour qu'il y ait un dépôt, l'angle d'impact sur le substrat doit être compris entre 45 et 90°. Cependant, dès 60°, le rendement de dépôt est divisé par deux [NEI 02].

Les effets de la variation d'angle se perçoivent au niveau du rendement.

On note l'existence de trois domaines suivant l'angle.

De 90 à 80° le rendement est maximum (angle de dépôt maximum).

De 70 à 50% le rendement diminue drastiquement et tend vers 0 (angle de transition).

En dessous de 40° le rendement est nul (angle sans dépôt) [LI(2) 03].

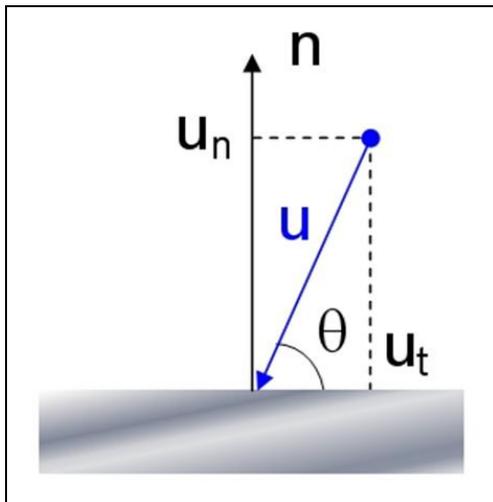


Figure I-24 : Composantes normale et tangentielle de la vitesse d'impact d'une particule

La vitesse peut se décomposer en vitesse normale et radiale (Figure I-24).

$$\begin{cases} u_n = u_p \sin \theta \\ u_t = u_p \cos \theta \end{cases}$$

La vitesse normale est la seule composante utile au procédé ( $u_t$  négligeable). Or  $u_n$  tend vers 0 quand  $\theta$  tend vers 0.

Le dépôt n'a plus lieu si la composante normale de la vitesse ( $u_n$ ) est supérieure à la vitesse critique ( $u_c$ ), donc :

$$u_p \sin \theta > u_c$$

Équation I-53 :

$$u_p > \frac{u_c}{\sin \theta}$$

Cela signifie que l'angle minimum de dépôt varie avec la valeur de la vitesse critique. On note aussi que la dispersion granulométrique fait varier la plage de valeur entre les angles de transition [LI(2) 03].

## I.2.4 La création du dépôt

### I.2.4.1 La formation du dépôt

#### I.2.4.1.a Approche microscopique

Dans leurs travaux Papyrin, Klinkov et Kosarev décrivent la génération théorique de la liaison particule/substrat [PAPY 03] :

L'équation qui définit cette création est :

$$\text{Équation I-54 : } \frac{dN_\sigma}{dt} = u_p (N_{\sigma 0} - N_\sigma) \exp\left(-\frac{E_A}{kT_c}\right)$$

$N_\sigma$  : nombre d'atome en contact avec le substrat,  $u_p$  : vitesse de la particule considérée,  $E_A$  : énergie d'activation,  $k$  : constante de Boltzmann,  $T_c$  : température dans la zone de contact. L'indice 0 indique l'instant où le contact particule-substrat se crée.

Ici  $T_c = \langle T_c \rangle$ , on peut donc définir le rapport  $q$  :

$$\text{Équation I-55 : } q = \left\langle \frac{N_\sigma}{N_{\sigma 0}} \right\rangle = 1 - \exp\left[-\nu t_c \exp\left(-\frac{E_A}{kT_c}\right)\right],$$

Où  $t_c$  est le temps de contact substrat-particule.

$$\text{Énergie d'adhésion : Équation I-56 : } E_{adh} : \frac{E_{adh}}{A_{adh \max}} = \frac{N_\sigma}{N_{\sigma 0}}$$

$$\text{Équation I-57 : } E_{adh \max} = S_c N_{\sigma 0} E_1$$

$S_c$  étant l'air de contact,  $E_1$  l'énergie d'une liaison simple entre deux atomes.

Ici  $N_{\sigma_0} \approx \frac{2}{a_m^2}$ , où  $a_m$  est le paramètre de la maille cristalline.

$$\text{Équation I-58 : } A_{\max} = \frac{\pi d_p^2 N_{\sigma_0} E_1}{3(1 - \epsilon_p)} \approx d_p^2$$

Finalement :  $E_{\text{adh}} = q \cdot E_{\text{adhmax}} \approx q \cdot d_p^2$  [PAPY 03].

A l'impact, il se crée une onde de déformation plastique qui correspond à la propagation de défauts de structure, de défauts ponctuels et de dislocations. Le pic de pression atteint alors 40 à 50 GPa (pendant environ  $10^{-5}$  ms) puis la pression est relâchée du fait de l'augmentation sensible d'aire de contact.

D'après Vlcek, la cinétique de déformation est déterminée par les propriétés du matériau (principalement la structure cristalline). Un paramètre clef est le paramètre de Grüneisen  $\Gamma$  qui décrit la relation entre l'énergie interne et la pression à volume constant [VLC 03].

$$\text{Équation I-59 : } \Gamma = \frac{3 \cdot \alpha \cdot K}{\rho_0 \cdot c_v}$$

Ici,  $\alpha$  est le coefficient linéaire d'expansion,  $c_v$  est la capacité thermique volumique,  $\rho_0$  est la densité et  $K$  est le module de compression.

La déformation est considérée comme adiabatique du fait de sa brièveté (90% du travail de déformation est convertie en chaleur). En observant la température induite par de telles pressions, on peut cependant déduire que les particules ne peuvent pas fondre de façon homogène (dans la gamme de vitesse du procédé P.D.F.) [VLC 03].

La limite d'élasticité de Hugoniot  $\sigma_{\text{Hel}}$  définit la contrainte qui permet la transition d'une déformation élastique vers une déformation plastique.

$$\text{Équation I-60 : } \sigma_{\text{Hel}} = \left( \frac{K}{2G} + \frac{2}{3} \right) (\sigma_x - \sigma_y)$$

$G$  est le module de cisaillement,  $K$  le module de compression,  $\sigma$  est la contrainte à l'impact.

A l'impact :

-1 : application de la pression, déformation élastique des particules jusqu'à ce que la limite d'élasticité soit atteinte.

-2 : déformation plastique et échauffement.

La propagation de l'onde de déformation plastique se fait de façon hétérogène, ce qui explique les différences de perturbations dans le matériau [VLC 03].

D'après les travaux réalisés à l'université de Téhéran par Assadi [ASS 03, ASS(1) 03], l'échauffement brutal des particules à l'impact provoque (localement) une transition du mode de déformation d'un phénomène plastique vers un phénomène plus visqueux. La résistance mécanique du matériau est alors plus faible et une instabilité structurelle apparaît, facilitant un cisaillement adiabatique.

Afin d'illustrer simplement le phénomène de cisaillement adiabatique, la Figure I-25 (a) montre les relations qui peuvent exister entre contraintes et déformations lors de la déformation dynamique d'un solide [GRU(1)04].

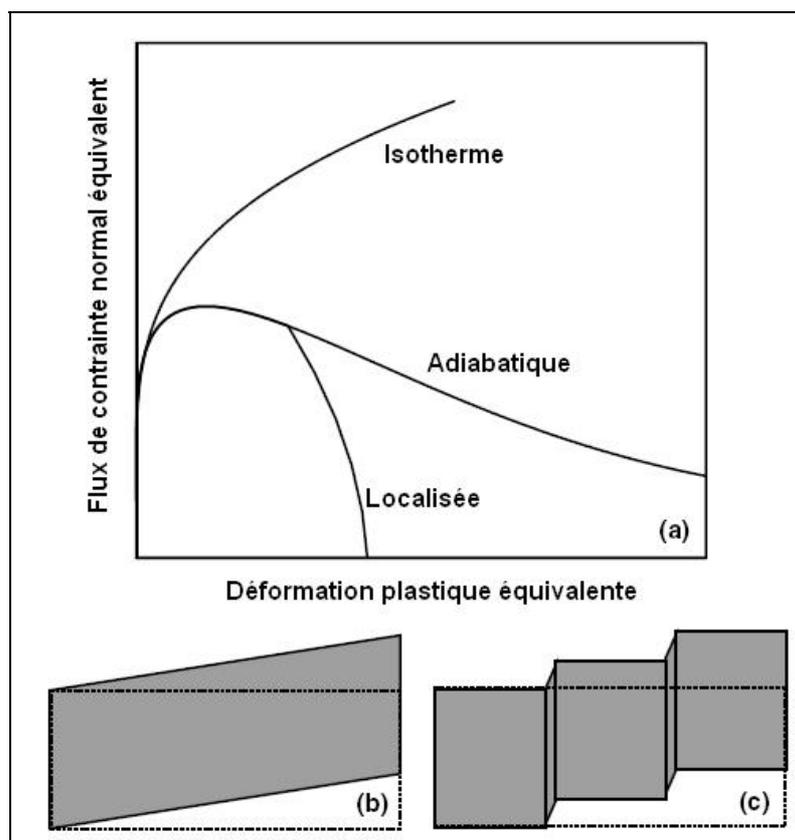


Figure I-25 : (a) Courbes déformations-contraintes dans un solide en déformation normale ("Isotherme"), un solide ramollit adiabatiquement ("Adiabatique") et un matériau subissant un cisaillement adiabatique localisé ("Localisée"); (b) et (c) schémas de cisaillements uniformes et localisés [GRU(1)04]

Pour un matériau se déformant dans des conditions non adiabatiques, la courbe contraintes-déformations (notée isotherme sur la Figure I-25) montre un accroissement monotone du flux de contrainte avec l'augmentation de la déformation plastique. Dans les conditions adiabatiques, l'énergie de déformation plastique qui se dissipe sous forme de chaleur

ramollit le matériau. Il en résulte que le taux de déformation diminue et que le flux de contrainte atteint un maximum au delà duquel il diminue constamment (courbe notée “Adiabatique”).

Dans un matériau idéal avec une distribution uniforme des contraintes, des déformations, de la température et des défauts de la microstructure, le ramollissement peut continuer indéfiniment. Avec un matériau réel, les fluctuations de ces valeurs et l’instabilité inhérente au ramollissement peuvent provoquer un écoulement plastique très localisé du matériau (cisaillement adiabatique). Dans ces conditions, les déformations et l’augmentation de température deviennent hautement localisées alors que les déformations et l’échauffement des zones environnant le point considéré s’arrêtent quasiment. Le flux de contrainte chute alors brutalement vers une valeur nulle (courbe note “Localisée”).

Des schémas simples (Figure I–25) illustrent la différence entre une déformation uniforme (b) et une déformation localisée (c) [GRU(1)04].

Des courbes représentant les contraintes et températures appliquées au matériau en fonction de la vitesse d’impact (Figure I–26) montrent clairement une variation adiabatique de ces propriétés à partir d’une certaine vitesse.

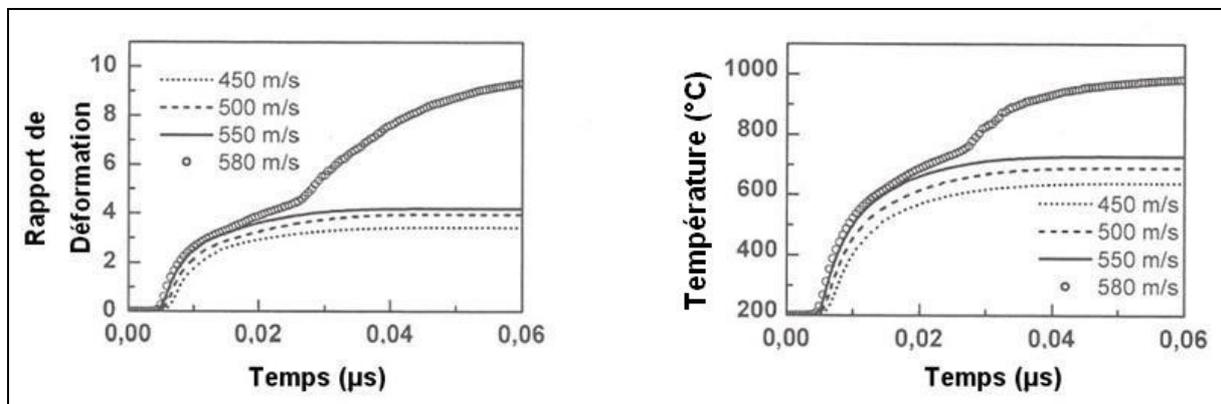


Figure I–26 : Déformation et température d’une particule au moment de l’impact en fonction du temps [ASS 03, ASS(1) 03]

Celle ci est de l’ordre de la vitesse critique à partir de laquelle le dépôt a lieu. La création de cisaillement adiabatique au cours de l’impact des particules semble donc être une condition sine qua non à leur adhésion [ASS 03, ASS(1) 03, GRU(1)04 ]. L’existence de telles

déformations se traduit macroscopiquement par l'apparition de jets de matière en périphérie des impacts.

Finalement, le processus de déformation est déterminé par la mobilité des dislocations qui conditionne le phénomène d'écoulement plastique. Symétrie cristalline et structure électronique définissent les systèmes de glissement possibles, le frottement des réseaux, la largeur de dissociation, les degrés de liberté pour la déformation du grain cristallin.

On peut classer les matériaux par groupe isomécanique :

Les cubiques faces centrées qui possèdent de nombreux systèmes de glissement indépendants et une force de frottement des réseaux négligeable sont donc facilement déformables, ductiles à toute température et écrouissables (Al, Cu, Ag, Pt, Ni,  $\gamma$  Fe).

Les hexagonaux compacts possèdent de nombreux atomes mais moins de systèmes de glissement, leur déformabilité dépend énormément de leur structure électronique, notamment à basse température (Cd, Zn, Co, Mg, Ti).

Les cubiques centrés possèdent peu de systèmes de glissement ce qui limite la ductilité, un phénomène de maclage peut également apparaître ce qui conduit à l'amorçage de fissures (W, Ta, Mo, Nb, Cr,  $\alpha$  Fe).

Les mailles trigonales et tétragonales contiennent généralement un oxyde (céramique).

Le paramètre de nature de maille se complète avec le produit du module de cisaillement et de compression du matériau considéré [VLC 03, SAA 95].

#### **I.2.4.1.b Approche macroscopique**

Même si il n'y a pas fusion totale des particules projetées, Karthikeyan a montré empiriquement que la faculté d'un matériau à se déposer correctement semble liée au facteur de Madjeski [KAR 02] :

$$\text{Équation I-61 : } \frac{D}{d} = \frac{\rho u_p d}{\sigma^2}$$

D étant le diamètre du « splat », d : le diamètre initial de la particule,  $\sigma$  : la tension de surface,  $u_p$  : la vitesse de la particule.

On voit que de grandes tailles de particules favorisent une grande valeur du facteur de Madjeski. Mais les grosses particules ont généralement des vitesses plus faibles et favorisent donc un rendement de dépôt plus faible. Le facteur de Madjeski contient donc deux paramètres antagonistes [KAR 02]. Cependant, le rendement dépend plus de la vitesse que du facteur de Madjeski (surtout si la vitesse est inférieure à la vitesse critique).

En considérant que l'on se trouve toujours au delà de la vitesse critique, on note qu'une baisse du facteur de Madjeski entraîne une baisse du rendement. Mais cette observation n'est valable que pour les métaux et pas pour les composites.

Les alliages métalliques ont un facteur de Madjeski plus faible que les composites et surtout les métaux purs, mais ils suivent son évolution en ce qui concerne le rendement. Il y a donc corrélation entre le facteur de Madjeski et le rendement de dépôt des alliages et métaux. Suivant ce facteur on peut effectuer un classement des matériaux à projeter dans l'ordre de facilité : métaux purs, composites et alliages [KAR 02].

En projection statique (sans mouvement de la torche), le dépôt (spot) est de forme conique. L'effet de la température sur la taille de la base du spot est nul, la largeur du dépôt dépend uniquement de la géométrie de la tuyère (110% du diamètre de la tuyère dans le cas du titane). Du fait de la divergence du jet, les particules qui voyagent sur les extérieurs ne sont pas en incidence normale par rapport et provoque une érosion du dépôt. Du fait de cette géométrie conique, l'angle d'impact se rapproche de  $0^\circ$  à mesure que l'on s'approche du sommet de l'édifice et le dépôt devient impossible.

Le dépôt peut se diviser en deux zones de morphologies distinctes (Figure I-27). Près du substrat le dépôt est dense contrairement aux régions extérieures (évolution progressive). La densification provient des impacts successifs des particules incidentes [LI 03].

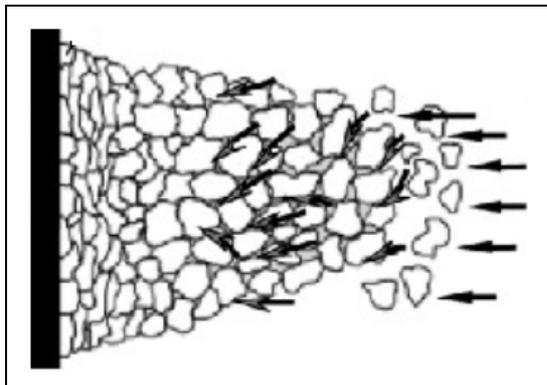


Figure I-27 : Déformation plastique progressive des particules impactantes [VST 02]

L'adhésion semble due à l'importance de la déformation plastique, tout comme dans des procédés tels que le revêtement par explosion ou la compaction explosive de poudre [GAR 03].

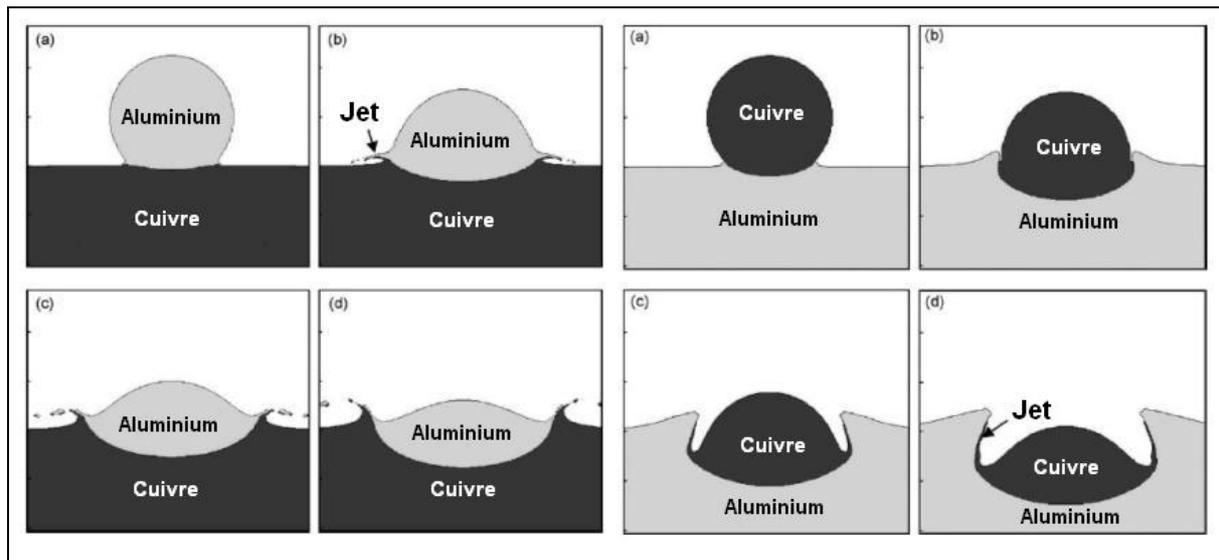


Figure I-28 : Interaction particule substrat à  $t = 5, 20, 35, 50$  ns [GRU 03]

Pour qu'il y ait adhésion, au moment de l'impact, l'énergie cinétique doit se transformer en énergie de déformation et en énergie thermique. Au niveau du substrat, une collision inélastique avec déformation plastique de la particule sur le substrat doit donc avoir lieu (ce qui élimine quasiment les céramiques de la liste des matériaux déposables). Il faut dépasser la limite d'élasticité de la particule et/ou du substrat pour qu'il y ait adhésion. Cependant cela ne nécessite pas une surface entièrement perturbée. Seulement 15 à 25% de zones présentant des dislocations suffisent à assurer une adhésion particule-substrat [GAR 03, DYK 98].

Les différences de viscosité des matériaux provoquent des perturbations géométriques à l'interface (vortex, rouleaux) qui permettent un meilleur accrochage par mélange des matériaux (sans diffusion). Le degré de concavité du cratère formé par la particule impactante (plus ou moins fermé) permet un accrochage mécanique, il est lié à la vitesse critique.

La théorie de la diffusion atomique montre que ce phénomène ne peut se produire que sur une profondeur de l'ordre de la fraction de distance réticulaire [GRU 03].

Sur la Figure I-28, on note qu'avec une particule (cuivre) plus dense que le substrat le faciès de l'interface varie sensiblement avec une largeur et une profondeur de pénétration supérieure (le cratère se « referme »). La particule s'étale beaucoup moins que dans le cas de l'aluminium. On observe des jets de matériau en périphérie de l'impact [GRU 03].

Le phénomène d'adhésion et sa qualité sont aussi liés à ce phénomène d'éjection radiale de matière. Si la vitesse des particules est supérieure à la vitesse critique alors les jets de

matériaux sont constitués d'un mélange composé des matériaux formant le substrat et la particule.

Dans le cas contraire, le jet radial est composé du seul matériau ayant subi la plus forte déformation.

Relations matériau déposé/substrat :

Lors de tests sur substrats lisses (polis), trois cas distincts d'interaction entre le substrat et les particules incidentes ont pu être distingués:

Sur un substrat mou (exemple : l'étain) peu de particules (exemple : l'aluminium) peuvent adhérer (seules les petites y parviennent). Il existe une fusion du substrat lié quasi exclusivement au transfert d'énergie cinétique. La faible capacité de diffusion d'Al dans Sn du fait de leur faible solubilité empêche la création de liaisons métallurgiques au moment de la fusion. Même si ce n'est pas prouvé, il semble que les petites particules qui ont adhéré se soient simplement « encastrées » dans le substrat (elles y pénètrent jusqu'à une certaine profondeur mais leur déformation reste légère) [VLC 01, ZHA 03].

Dans le cas d'un couple de ductilité comparable : particules et substrat se déforment simultanément, l'adhérence intervient dès que le support ainsi créé devient suffisamment rugueux [VLC 01].

Sur substrat métallique dur, les plus petites particules adhèrent préférentiellement ce qui signifie que les grosses atteignent peu la vitesse critique. Les fines permettent la création d'une première couche qui favorise l'élaboration d'un dépôt. Sur acier dur on observe les jets radiaux de matière, l'adhésion provient de la création de liaisons métallurgiques sous haute pression. Les grosses particules ne peuvent pénétrer le substrat qui ne se déforme quasiment pas, la rugosité est inexistante et l'adhésion n'a pas lieu (les forces de liaisons, uniquement liées aux contraintes internes, sont tellement faibles que le dépôt se détache) [VLC 01, ZHA 03].

L'état de surface (rugosité) joue donc ici un rôle primordial car une particule molle ne peut adhérer sur substrat dur autrement que mécaniquement (i.e. rugosité adéquat).

Sur substrat non métallique, la déformation quasi inexistante du substrat provoque simplement son érosion. L'impossibilité d'obtenir une liaison métallique explique la différence avec les substrats métalliques de même dureté [ZHA 03].

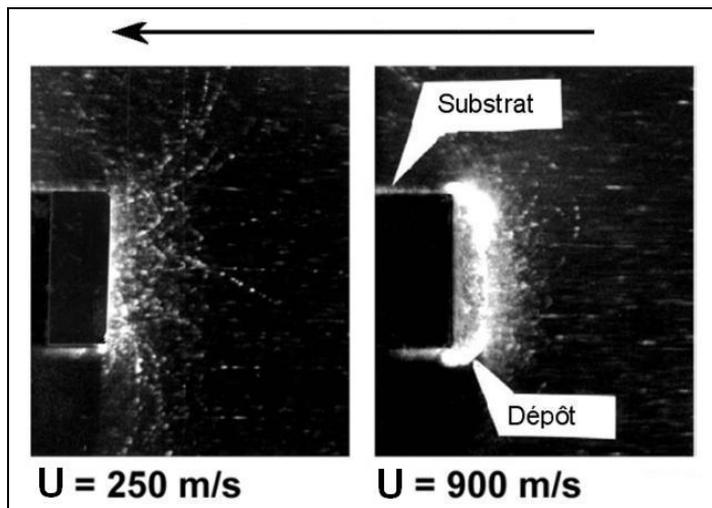


Figure I-29 : Création ou non d'un dépôt en fonction de la vitesse des particules [PAPY(2) 02]

#### I.2.4.1.c Les étapes de création d'un dépôt

La création du dépôt est un phénomène très étudié notamment à l'université de Hambourg et au laboratoire de recherche Delphi. Suivant leur vitesse, les particules peuvent marteler la surface (densification), l'éroder ou adhérer sur cette dernière. L'adhésion ne survient donc pas en dessous d'une vitesse critique d'impact, liée aux caractéristiques thermomécaniques du matériau et du substrat ainsi qu'à la température des particules au moment de l'impact [STOL 00, GAR 03].

Les différentes études menées permettent de dégager quelques informations sur la mécanique de formation du revêtement. On peut schématiser la formation d'un dépôt en quatre grandes étapes [VST 02, VST 01]:

1 : Apparition de cratères (diamètre moyen de l'ordre de celui des particules), déformation du substrat (en microscopie électronique à balayage, sur une surface polie, on observe les cratères qui correspondent aux particules qui n'ont pas adhéré). La déformation du substrat est une étape primordiale qui permet de « l'activer » en créant des dislocations qui permettront une liaison entre le substrat et les particules [PAPY 05]. Formation des « splats », fracture des couches d'oxydes, formation de la première couche du dépôt.

2 : Déformation et réarrangement des particules (rotation et compaction), pas de liaison entre particules (surface de contact insuffisante). Les particules possèdent des facettes qui sont la preuve de l'existence de collisions multiples.

3 : Apparition de liaisons métalliques interparticulaires dès que les surfaces de contact sont suffisantes, et réduction de la porosité.

4 : Densification et augmentation de la dureté, cela peut être dommageable (érosion, fissure, durcissement excessif). L'avancement de cette étape est de plus en plus prononcé à mesure que l'on s'approche du substrat.

Ces différentes étapes sont représentées par Van Steenkiste sur la micrographie du dépôt présenté sur la Figure I-30.

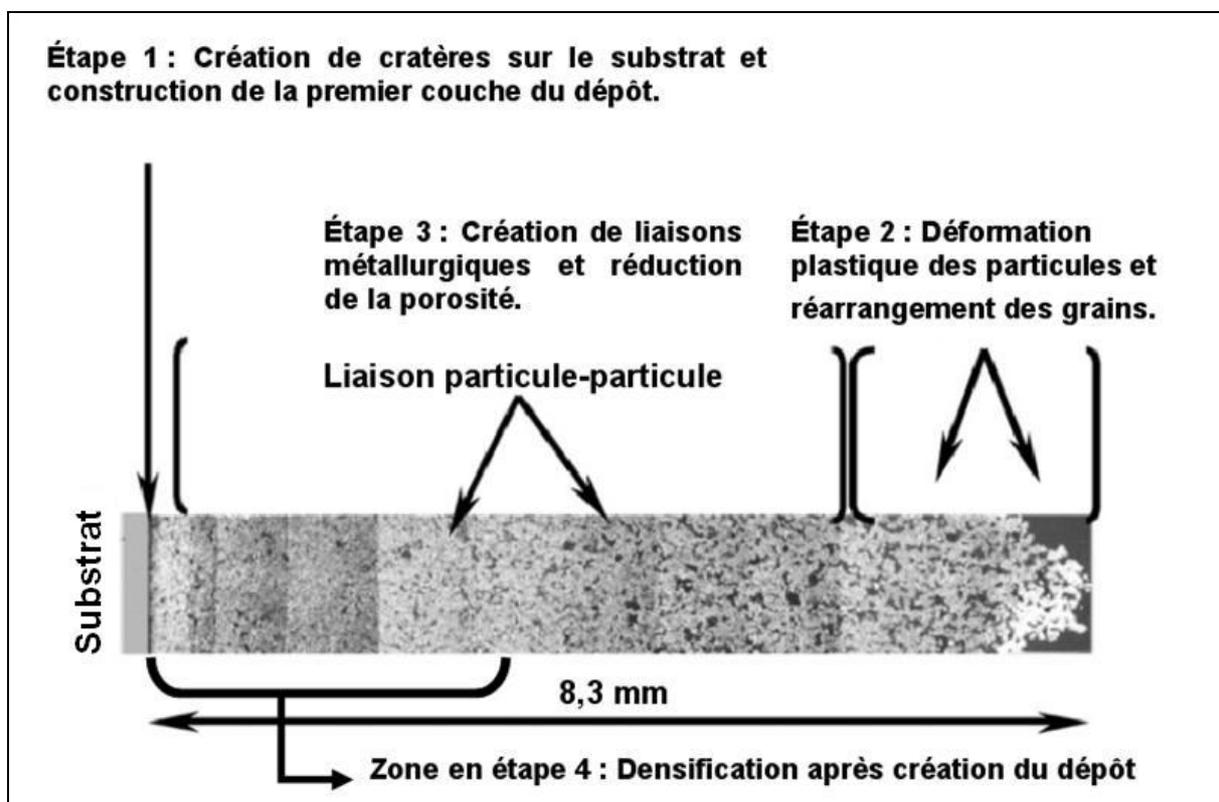


Figure I-30 : Les étapes de la création d'un dépôt (aluminium sur aluminium) [VST 02]

En permanence les particules qui n'adhèrent pas provoquent un phénomène similaire au sablage de la surface. L'étape 2 continue durant la 3, les étapes 2 et 4 sont en compétition, ce qui montre que la limite entre celles-ci est arbitraire et que la réalité est plus complexe. L'étape 4 favorise les rebonds. En effet, comme avec le phénomène de « splashing » en projection thermique classique, avec le procédé P.D.F. une vitesse d'impact excessive peut faire que la particule ne transfère pas correctement son énergie cinétique ; et ce surplus

d'énergie provoque un rebond. Une vitesse trop grande peut donc faire diminuer le rendement de projection [VST 02].

Les inconvénients liés à l'étape 4 prouvent l'existence d'une vitesse optimale. Les mesures de porosité montrent que les particules incidentes réduisent la porosité des couches précédentes [VST 01].

Si le diamètre de la particule  $d$  est de  $50 \mu\text{m}$ , que sa vitesse  $u$  est de  $500\text{m/s}$  et si le rapport des diamètres avant et après impact est équivalent à quatre alors, comme le rapport de l'énergie cinétique incidente par la surface du splat est de la forme :  $\pi\rho d u^2/12$  cela donne une valeur de l'ordre de  $2,5 \cdot 10^3 \text{ J/m}^2$ . Cette énergie est 2 à 3 fois supérieure à l'énergie de liaison métallique, ce qui signifie que cette dernière énergie n'est prépondérante qu'une fois le dépôt construit. L'étude montre que l'énergie cinétique ne représente que moins d'un quart de l'énergie à fournir pour fondre le matériau.

La porosité diminue, des couches superficielles du dépôt vers celles proches du substrat [VST 02].

Le procédé s'appuyant majoritairement sur la déformation plastique, la dureté vient de l'augmentation de celle-ci. Les liaisons se forment dans la direction d'impact des particules [VST 01]. Le dépôt se forme par coalescence et migration des liaisons vers la forme de structure la plus stable. La valeur du module d'Young est proche de celle du matériau massif (peu de porosité). Les contraintes sont majoritairement compressives. Un revenu doit permettre de relaxer les contraintes et de former des structures proches de l'équilibre [MCU(1) 00].

La déformation plastique induit une mécano-activation qui doit permettre la création de nouvelles phases à l'interface. Avec un dépôt de particules de tailles  $1 \mu\text{m}$  (angle de tir  $1^\circ$ ), une étude en diffraction (incidence rasante) est possible du fait de la très faible densité du revêtement par rapport au substrat. Le cliché en diffraction montre clairement la présence d'un intermétallique. L'épaisseur de la zone d'existence de l'alliage est de 200 à 500 Å. La création de l'interface du dépôt se ferait par une sorte de chimisorption des particules sur le substrat. Cette liaison se formerait durant l'impact (# 100 ns à mach 1) [BOLE 01].

## I.2.4.2 La déformation des particules

### I.2.4.2.a Allongement des particules

D'après les inventeurs russes du procédé, la pression d'impact peut être approximée grâce à l'équation suivante :

$$\text{Équation I-62 : } p_{\max} = \frac{\rho_p u_p^2}{3 \varepsilon}$$

Où  $\varepsilon = \frac{\Delta z}{d} = \frac{d-h}{d} = 1 - \frac{h}{d}$  (taux de déformation) avec h la hauteur de la particule après impact et d son diamètre initial [VLC 01, PAPY(1) 02].

L'analyse de la déformation des particules en incidence normale à la surface, basée sur la théorie dimensionnelle, montre que les paramètres décrivant leur allongement sont  $\rho_p u_p^2 / H_p$ ,  $\rho_p / \rho_s$ ,  $H_p / H_s$ , où  $\rho_p$ ,  $\rho_s$ ,  $H_p$ ,  $H_s$  sont respectivement la densité et la dureté dynamique des particules et du substrat et  $u_p$  la vitesse des particules (le critère déterminant étant  $\rho_p u_p^2 / H_p$ ). Elle s'exprime également comme :

$$\text{Équation I-63 : } \varepsilon_p = \exp\left(-k \frac{H_p}{\rho_p u_p^2}\right) \text{ où } H_p = 56 \cdot 10^7 \text{ Pa et } k=1,4 \text{ [PAPY(1) 02].}$$

Le temps de contact  $t_c$  est déterminé par le temps où la particule décélère de la vitesse d'impact  $u_p$  jusqu'à l'arrêt ( $u_p=0$ ). En première approximation ( $u_p/c \ll 1$ ), l'expression suivante est obtenue pour :

$$\text{Équation I-64 : } t_c = \frac{2 \varepsilon_p d_p}{u_p} \text{ [PAPY(1) 02]}$$

Forme des particules déformées :

L'analyse de la géométrie des particules et de leur section montre qu'elle peut être approximée par des formes proches de celle d'une parabole de révolution.

Si  $\tau$  est un nombre sans dimension lié au temps ( $\tau=t/t_c$ ,  $0 \leq \tau \leq 1$ ), à n'importe quel instant t, la particule peut être représentée :

- par la jonction d'une parabole de révolution et d'un segment de sphère à  $0 \leq \gamma(u_p, \tau) \leq 1 - 1/\sqrt{3}$ ,
- par une parabole de révolution à  $1 - 1/\sqrt{3} \leq \gamma(u_p, \tau) \leq 1$ .

Ici  $\gamma$  est une fonction de  $\tau$  et de  $u_p$ .

Le rapport  $\xi=r/d_p$  (où  $r$  est le rayon de contact de la particule après impact et  $d_p$  son diamètre initial), peut, pour des rayons de contact courant, alors être empiriquement estimé par :

$$\xi = \tau^{1/2} \text{ pour } u_p \text{ de l'ordre de } 1000\text{-}1500 \text{ m/s,}$$

$$\xi = \tau^{1/3} \text{ pour } u_p \text{ de l'ordre de } 500\text{-}1000 \text{ m/s [PAPY(1) 02].}$$

Déformation élasto-plastique des particules durant l'impact :

Expérimentalement, l'allongement de la particule peut être caractérisé par le rapport entre l'épaisseur après impact de la particule et son diamètre équivalent initial. Pour des vitesses d'environ 450-550 m/s, ce rapport est proche de 0,25 ; dans ce cas, le substrat ne subit pas de déformation notable. L'allongement plastique se fait rapidement ( $0,5 \times 10^9 \text{ s}^{-1}$ ).

Dès 580 m/s, le rapport atteint 0,1 ; cette augmentation brutale semble pouvoir être associée au passage du mécanisme de déformation plastique vers un mécanisme de type visqueux du fait de la dissipation de l'énergie cinétique sous forme de chaleur [PAPY(1) 02, GAR 03].

La vitesse maximale de déformation au sein de la particule incidente est atteinte dans les couches extérieures. Au départ le rayon de la surface de contact est inférieur au rayon  $R$  de la particule, un flux de matière de haute vitesse dans la direction radiale a lieu, il peut atteindre une vitesse deux fois supérieure à la vitesse d'impact des particules. Cela amène à une éjection de film mince de matière en périphérie de l'impact, ce qui permet d'avoir une interface exempte d'impureté et de faciliter l'adhésion [PAPY(1) 02].

L'augmentation de vitesse s'accompagne d'une augmentation de la déformation et de la profondeur de pénétration [VLC 03].

#### **I.2.4.2.b Microstructure au niveau des interfaces entre les grains**

La Figure I-31 est issue des travaux de Borchers (Hambourg) et présente l'interface particule-particule d'un dépôt de cuivre observé en microscopie électronique en transmission [BOR 03].

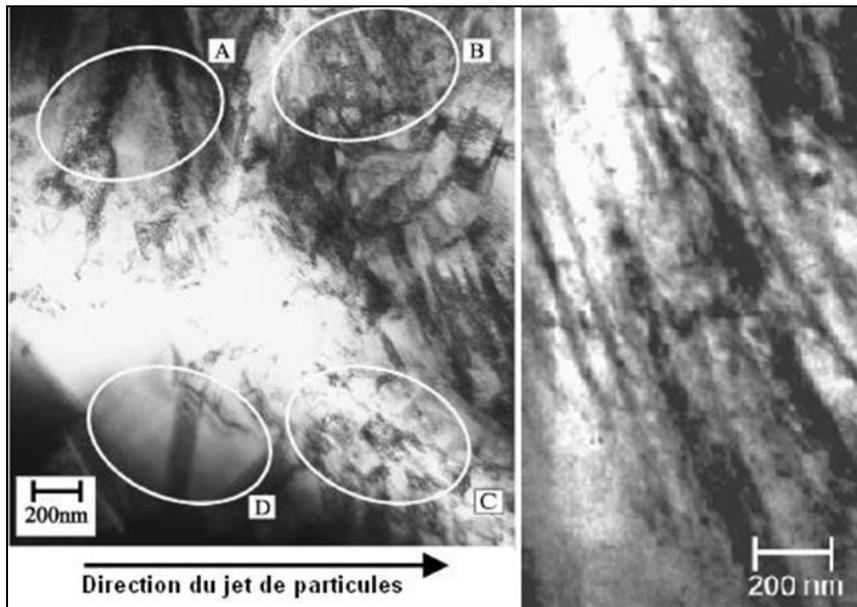


Figure I-31 : Interfaces Cu-Cu visualisées en microscopie électronique en transmission [BOR 03]

La photographie de gauche montre clairement quatre zones de structures très différentes.

- A : Zone de haute concentration de dislocations, celles-ci ont coalescé pour former des empilements.
- B : Zone où les grains sont allongés mais pas à l'équilibre (ultra haute densité de dislocation).
- C : Zone où les grains sont équiaxes, très fins (100 nm) et où l'intérieur du grain ne présente pas de dislocations.
- D : Zone recristallisée sans défaut [BOR 03].

La photographie de droite présente une structure allongée dont les grains font plusieurs centaines de nano mètres de long.

La microstructure d'un dépôt P.D.F. se caractérise donc par son inuniformité et par l'existence simultanée de plusieurs types de morphologie de grain. Meyers et ses collaborateurs proposent une théorie pour l'évolution de la microstructure durant la recristallisation dynamique. Cette théorie explique les différences de morphologie d'interface, et est schématisée par la Figure I-32.

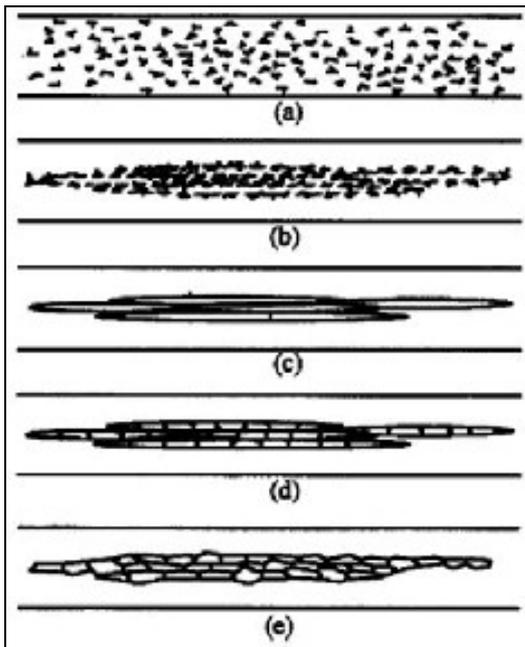


Figure I-32 : Évolution de la microstructure durant la recristallisation dynamique [BOR 03]

- a- Dispersion aléatoire des dislocations. C'est typiquement la structure de la poudre utilisée.
- b- Les dislocations se rejoignent et forment des chaînes linéaires de dislocations. C'est une morphologie que l'on retrouve dans la zone A de l'image MET.
- c- Les réseaux de dislocations se rejoignent et divisent le grain en petites sous entités de forme allongée. Cela correspond à l'image MET de droite.
- d - Les grains allongés se segmentent en petit grains. C'est la morphologie de la zone B de l'image MET.
- e - La structure recristallise autour des petits grains équiaxes. C'est le cas de la zone C décrite précédemment [BOR 03].

Ces différences s'expliquent par des variations de température d'impact dues à des angles d'incidence et des vitesses très hétérogènes. Il est notamment montré que la température s'accroît à mesure que l'angle d'impact s'approche de  $45^\circ$ . La région C est celle où la particule a l'angle d'incidence le plus ouvert par rapport au substrat, c'est donc la zone la plus chaude et celle où la recristallisation est la plus avancée. La particule de la zone A est à une incidence normale par rapport au substrat et c'est aussi celle dont la microstructure a le moins évolué par rapport au matériau de base [BOR 03].

L'état de recristallisation des grains dépend également du type de matériau. Dans ces travaux Borchers [BOR 04], de l'université de Hambourg, présente une extension de l'étude au cas de métaux cubique face centrée (nickel et aluminium). La Figure I-33 présente les interfaces particule-particule dans le cas de ces matériaux.

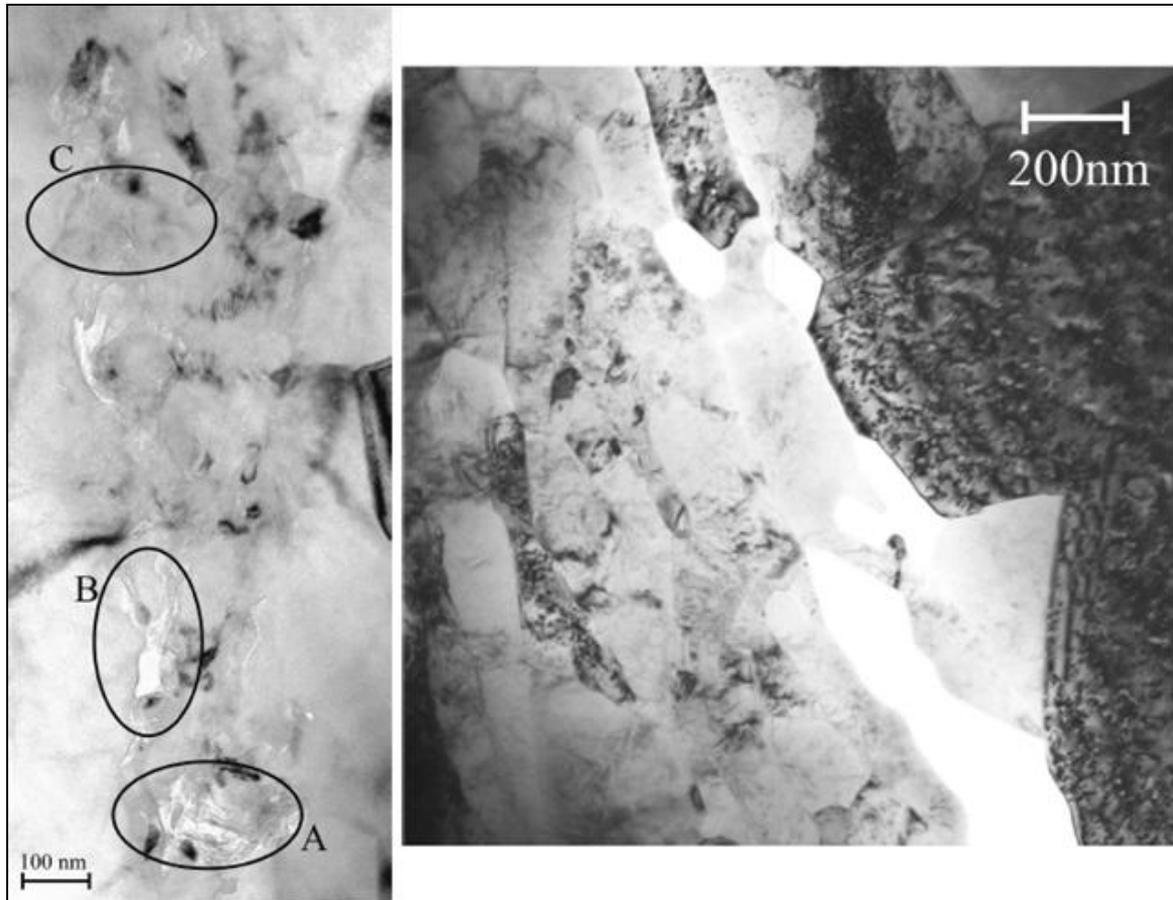


Figure I-33 : Interfaces Al-Al (image de gauche) et Ni-Ni (image de droite) visualisées en microscopie électronique en transmission [BOR 04]

Sur le cliché MET représentant la liaison aluminium-aluminium, on peut distinguer trois zones. Dans la zone A, la structure se présente comme un enchevêtrement de bandes de matière d'une épaisseur de quelques nanomètres. La zone B a un faciès proche de celui de la zone A avec apparition de pores d'un diamètre de quelques dizaines de microns. En zone C, l'interface n'est plus visible. Ce type d'interface représente plus de 50% de la longueur de la liaison entre les deux particules. Cette zone, typique de la particule d'aluminium, est composée de grains équiaxes de 500 nm de diamètre alors que le coeur de la particule contient des grains deux fois plus gros. Peu de dislocations sont visibles [BOR 04].

Le cliché de la liaison nickel-nickel présente deux zones d'aspects très différents. La partie gauche présente des grains un peu oblong d'une largeur d'environ 100 nm. Ces grains présentent un contraste qui traduit la présence de fortes tensions mais peu de dislocations internes. A droite de l'image, les grains ont une taille proche du micron. Leur structure interne est, elle aussi, perturbée par les forces de tension qui s'y exercent (contraste). Une étude plus générale de l'interface montre que cette dualité de structure est typique des dépôts de nickel réalisés par P.D.F.

Les trois matériaux étudiés précédemment (cuivre, aluminium, nickel) possèdent le même réseau cristallin (cubique face centrée) mais des structures différentes à l'interface. Cela semble provenir des différences d'énergie contenu par les défauts d'empilement des matériaux. Un haut niveau d'énergie de défaut d'empilement associé à une température supérieure au tiers de la température de fusion permet la formation de grains équiaxes relativement gros (les grains ont le temps de recristalliser et de grossir durant le refroidissement). L'aluminium présente une température de fusion plus faible (660°C) et une énergie de défaut d'empilement élevée, il est normal de retrouver une majorité de grains de ce type dans sa structure.

Le nickel qui possède une température de fusion plus élevée (1453°C) et une énergie de défaut plus faible présente un nombre important de dislocations. La recristallisation n'est pas complète et les grains restent d'une taille faible avec une déformation plastique sévère. La répartition aléatoire des défauts provoque, comme pour le cuivre et l'aluminium, des zones mieux recristallisées (grains plus gros) qui correspondent aux zones de haute densité de défauts [BOR 04].

Finalement, cette étude propose une généralisation de la théorie de l'évolution de la microstructure en liant l'avancement du processus de recristallisation avec la densité en défauts d'empilement du matériau (réseau cfc) et sa température de fusion. Du fait de l'inhomogénéité en vitesse des particules (énergie cinétique), du caractère aléatoire de l'angle d'impact et du taux de défauts d'empilement, le type de microstructure rencontré varie au sein du matériau. Cependant, du fait de leurs propriétés intrinsèques, certaines structures ont une plus grande probabilité d'apparaître dans chaque matériau. Une structure parfaitement cristallisée sera ainsi plus courante avec l'aluminium [BOR 04].

### I.2.4.2.c Distribution de la température dans la zone de contact

La chaleur est dissipée durant le temps de contact  $t_c$  dans une couche d'épaisseur :

$$\text{Équation I-65 : } h_p = \beta(1 - \varepsilon_p)d_p$$

$\beta$  étant le coefficient de localisation de la déformation dans la particule (compris entre 0 et 1).

La température est déterminée par :

$$\text{Équation I-66 : } T_c(\xi, \tau) = T_{c0}(\xi, \tau) + T_v(\xi, \tau)$$

Où  $T_{c0}$  est la température de contact de deux corps de températures différentes,  $T_v$  est la température résultant de l'accumulation de chaleur liée à la dissipation de l'énergie calorifique après impact.

Quand la taille des particules diminue, le pic de température diminue lui aussi mais la largeur de distribution de ces températures augmente. La température maximale dans la particule est donc plus faible et sa distribution est moins localisée. Cela signifie que la chaleur sera dissipée plus rapidement que dans le cas de particules de plus forte granulométrie (Figure I-34).

Un paramètre influençant la distribution de température est aussi la nature de substrat (Figure I-34). L'utilisation d'un mauvais conducteur thermique (certaines céramiques) augmente la température des couches proches de l'impact. Expérimentalement, on remarque que l'adhérence se fait à des vitesses inférieures pour les matériaux conduisant mal la chaleur [PAPY(1) 02].

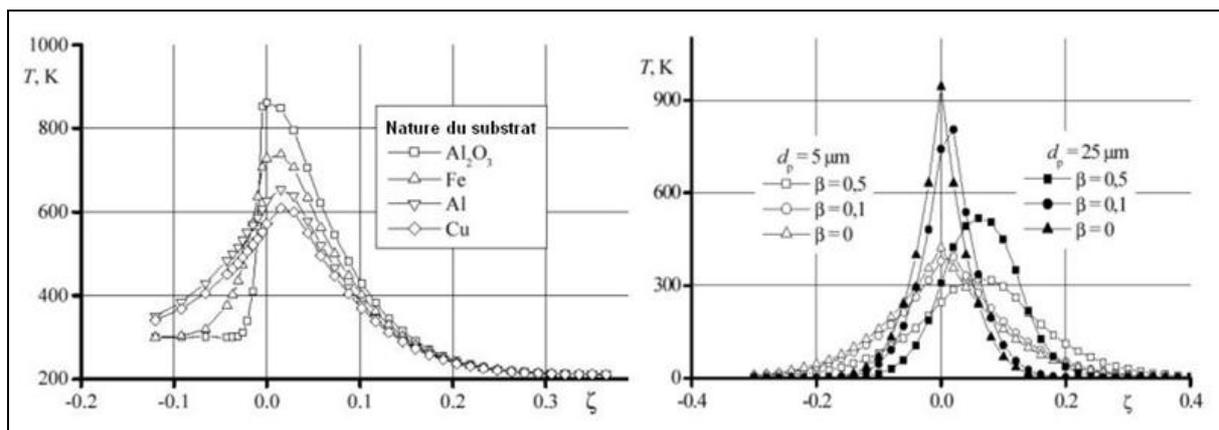


Figure I-34 : Influence de la nature du substrat et de la granulométrie de la poudre (aluminium) sur la température de la zone de contact [PAPY(1) 02]

La vitesse d'impact influence la température de la zone de contact. L'énergie interne de cette zone dépend des forces de cisaillement qui s'y exercent et on peut estimer que toute

l'énergie est transformée en chaleur (qui peut être estimée par la formule  $E_{cisail} = c_v T$ ). Près du substrat elle augmente de 600°C (Figure I-35) [PAPY(1) 02]. Dans le cas de l'aluminium, à certaines vitesses, dépendant de la taille des particules et de l'épaisseur de la zone de dissipation de chaleur, la température atteint localement celle de fusion. Cela reste tout de même un phénomène localisé sur une très faible épaisseur comparé au volume de la particule incidente ; son influence sur les propriétés du dépôt (oxydation) reste quasi insignifiante [PAPY(1) 02].

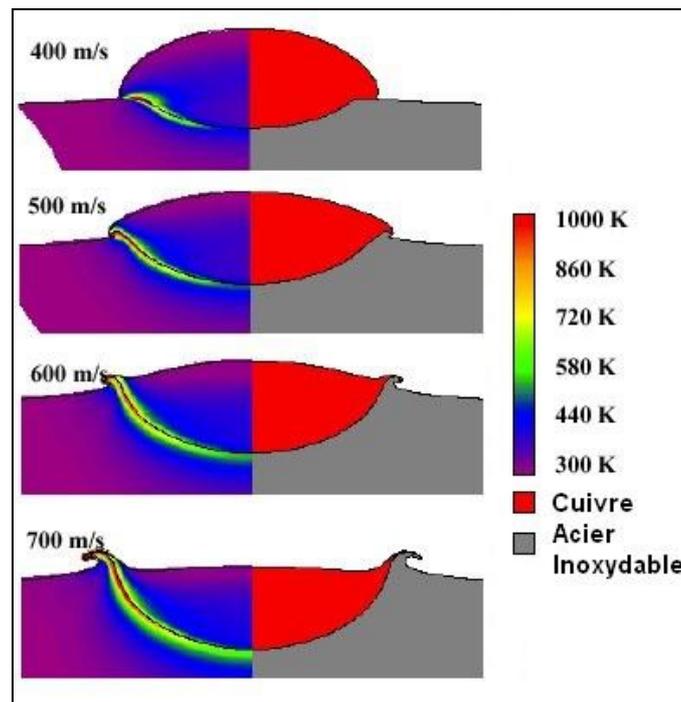


Figure I-35 : Influence de la vitesse sur la température dans la zone d'impact [KAR 02]

En microscopie électronique en transmission, on a pu observer des zones de hautes densités de dislocations, des grains alignés et allongés, et des régions équiaxes (recristallisation). Ces dernières prouvent qu'il y a bien des régions de fusion localisées [GAR 03].

Le volume de la particule chauffée à l'impact  $V_z$  est donné par [PAPY 03] :

$$\text{Équation I-67 : } V_z = \left( 1 - \left( 1 - \frac{Z}{h_p} \right)^2 \right)$$

Si  $Z$  (épaisseur de particule chauffée) est égal à  $h_p$  (hauteur de la particule déformée) alors tout le volume est chauffé.

Si la température de la zone chauffée  $T_p$  s'approche de la température de fusion  $T_m$ , elle est donnée par :

$$\text{Équation I-68 : } \eta \frac{v_p^2}{2} = C_p(T_m - T_p) V_z$$

$\eta$  étant la part d'énergie cinétique transformée en énergie calorifique à l'impact, cette équation est représentée sur la Figure I-36 par la courbe 1 ( $\eta=0,5$ ).

Si la fusion est totale dans la zone chauffée :

$$\text{Équation I-69 : } \eta \frac{v_p^2}{2} = [C_p(T_m - T_p) + H_m] V_z$$

$H_m$  est la chaleur spécifique de fusion, cette équation est représentée par la courbe 2.

Si la chaleur est diffusée de façon homogène dans la zone d'impact (avec ou sans fusion) :  $Z = h_p$ , cette équation est représentée par la courbe 3 sur la Figure I-36.

Cela donne un réseau de trois courbes ( $u=f(V)$ ) formant six domaines (I1-3 et II1-3).

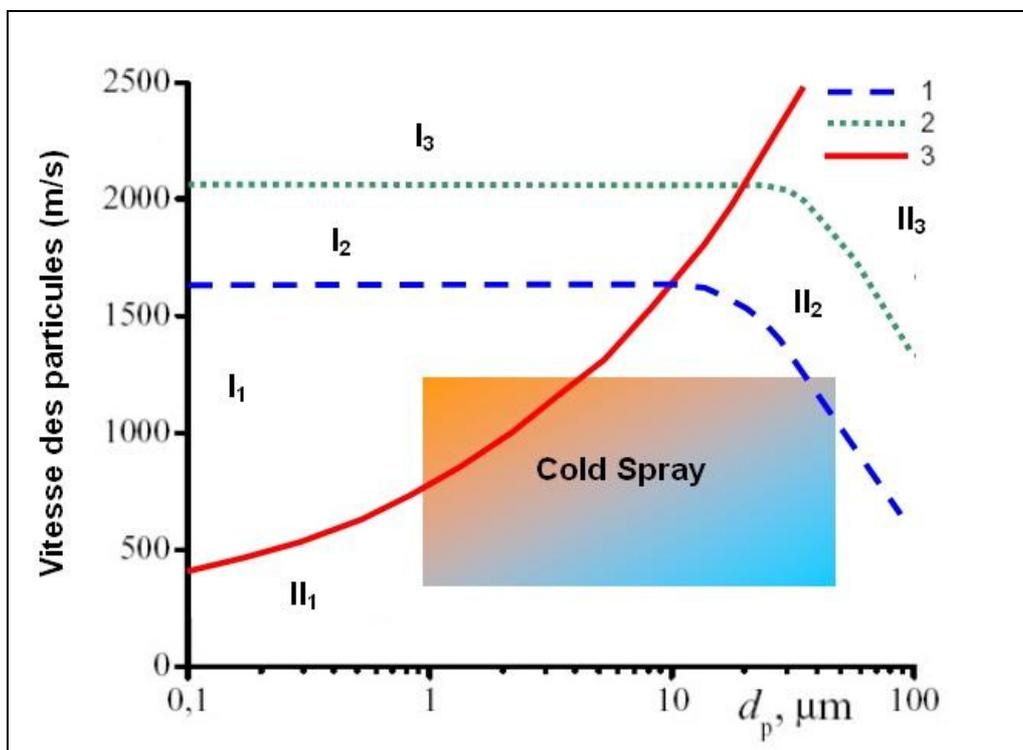


Figure I-36 : État physique des particules en fonction de leur taille et vitesse [PAPY 03]

- Domaine I :

Dans le domaine I1, l'énergie de la particule est trop faible pour atteindre la température de fusion mais la particule est chauffée dans son intégralité. Le domaine I2 correspond, lui, à la création de zones fondues. Leur proportion augmente seulement avec la vitesse d'impact et à partir du moment où l'on dépasse la courbe 3, la fusion de la particule est alors totale.

- Domaine II :

Le domaine II1 correspond à une élévation non uniforme de la température de la particule. Ce réchauffement est tellement faible qu'il en est insignifiant. En II2 malgré la grande disparité des températures au sein de la particule, il existe (comme en I2) des couches fondues. Ici leur importance augmente avec la vitesse d'impact et la granulométrie des particules. En II3 les portions de particules qui ont eu le temps de chauffer fondent. Dans ce domaine complexe, la théorie et la pratique ne s'accordent pas toujours.

Compte tenu de la granulométrie des poudres utilisées en P.D.F. et de leur vitesse, la zone de contact de la particule peut être chauffée uniformément ou partiellement (sans fusion) ou subir une fusion très localisée à l'interface (en II2 dans des conditions particulières) [PAPY 03].

Volume de matériau fondu  $V_m$  ( $u_1$  et  $u_2$  représentent les vitesses limites des zones 1 et 2) :

$$\text{Équation I-70 : } V_m = \begin{cases} 0 & u_p < u_1 \\ \frac{1}{H_m} \left( \eta \frac{u_p^2}{2} - Cp(T_m - T_p) V_z \right) & u_1 < u_p < u_2 \\ V_z & u_p > u_2 \end{cases}$$

La température de contact dans les différents domaines de vitesse et granulométrie s'exprime comme :

$$\text{Équation I-71 : } T_c = \begin{cases} T_p + (T_m - T_p) \frac{(u_p / u_1)^2}{(V_z / V_1)} & u_p < u_1 \\ T_m & u_1 < u_p < u_2 \\ T_p + (T_m - T_p) \frac{(u_p / u_1)^2}{(V_z / V_1)} \left( 1 + \frac{H_m}{Cp(T_m - T_p)} \right) & u_p > u_2 \end{cases}$$

En P.D.F. on se trouve quasi exclusivement en zone où  $u_p < u_1$ , d'où un volume fondu négligeable et une température éloignée de celle du fusion.

### I.2.4.3 Vitesses critiques

C'est un paramètre clé qui est propre à la technique P.D.F. La vitesse critique est la vitesse minimum que la particule doit atteindre pour pouvoir adhérer sur la surface. Cette vitesse est fonction du couple particule-substrat considéré. Pour une poudre donnée, si la pression d'introduction du gaz dans la tuyère est constante, comme la vitesse d'une particule donnée est fonction de la pression et de la température, alors la vitesse critique devient assimilable à une température critique de gaz en dessous de laquelle le dépôt ne se forme pas [JOD 01]. Le Tableau I-3 présente quelques valeurs de vitesses critiques de dépôt pour différents métaux usuels (données université de Hambourg [SCHM 05]) :

Matériau	Aluminium	Cuivre	316L	Nickel	Titane	Zinc
Vitesse critique (m/s)	620-670	560-580	700-750	620-680	750-880	350-380

Tableau I-3 : Exemples de vitesses critiques en P.D.F.

En tenant compte des différents paramètres qui font varier cette vitesse critique, on peut l'approximer par [GAR 03, ASS 03, ASS(1) 03] :

$$\text{Équation I-72 : } u_c = 667 - 14\rho + 0,08T_m + 0,1\sigma_u - 0,4T_i$$

Cette équation est définie empiriquement pour des particules de diamètre compatible avec la technique P.D.F. (1 à 50  $\mu\text{m}$ ). Où  $T_i$  et  $T_m$  sont les températures initiale et de fusion du matériau (exprimées en degrés celsius),  $\sigma_u$  est la résistance à la rupture en traction (MPa) et  $\rho$  la densité du matériau projeté. Compte tenu de la difficulté d'évaluation de  $\sigma_u$ , il est souvent pris comme étant celui du matériau trouvé dans la littérature et devient de par ce fait la principale source d'erreur de cette équation.

Expérimentalement, on peut faire un rapprochement avec une technologie (compaction explosive de poudre) qui est régie par des phénomènes similaires à ceux du procédé P.D.F. Les travaux de Schmidt montrent que l'on peut faire une estimation de la vitesse critique (en négligeant le substrat) à partir de la vitesse critique de compaction :

$$\text{Équation I-73 : } u_{\text{critique compaction}} = \frac{u_{\text{critique CGDS}}}{2}.$$

Ce qui doit permettre d'approcher la vitesse critique du procédé P.D.F., car les vitesses de compaction de poudre peuvent être obtenues sans difficulté [SCHM 03].

Pour tout matériau, Il existe une deuxième vitesse critique, dite vitesse d'érosion. La particule atteint alors la vitesse de pénétration hydrodynamique [SCHM 05]. Il en résulte une érosion rapide du dépôt. Compte tenu de la valeur extrêmement élevée de cette vitesse (Tableau I-4), il est très peu probable de l'atteindre. Dans le cas des matériaux facilement déposables, et donc projetés à l'azote, il faudrait que la température du gaz propulseur soit très proche de la température de fusion du matériau.

Matériau	Aluminium	Cuivre	316L	Nickel	Titane	Zinc
Vitesse critique (m/s)	1300-1450	850-1050	1550-1700	1200-1450	1600-2000	800-900

Tableau I-4 : Exemples de vitesses d'érosion en procédé P.D.F. [SCHM 05].

Finalement pour chaque matériau il existe un couple vitesse-température de particule qui permet d'obtenir une qualité de dépôt optimum. La Figure I-37 illustre l'importance de la vitesse critique dans la technique P.D.F.

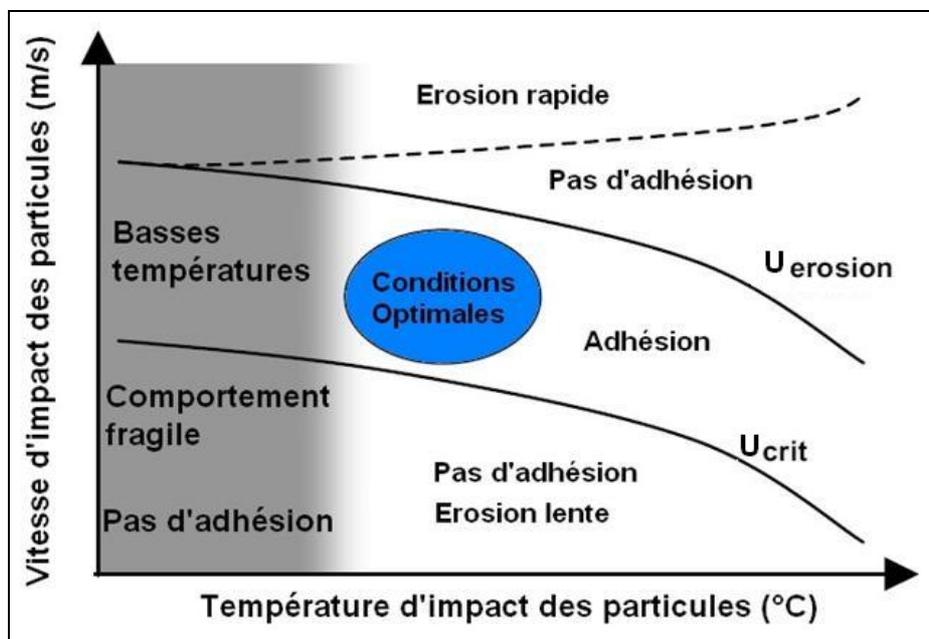


Figure I-37 : Comportement de la particule en fonction de sa vitesse et de sa température [SCHM 05]

## I.2.5 Phénomènes parasites

### I.2.5.1 Création d'une zone d'adhérence le long des parois

Pour des vitesses de fluide élevées, les lois de l'écoulement laminaire ne se vérifient plus. La perte de charge s'accroît brutalement puis augmente plus rapidement qu'en régime laminaire, l'écoulement est alors dit écoulement turbulent. Si vitesse moyenne du courant gazeux est constante, en revanche sa vitesse instantanée oscille avec une fréquence parfois très grande et sans aucune régularité ; cet écoulement est donc permanent en moyenne. Il se produit entre les couches fluides un perpétuel échange de petites masses et les forces d'attraction moléculaire provoquent une adhésion du fluide le long de la paroi (vitesse nulle).

De fait l'écoulement comprend deux régions :

- une région suffisamment éloignée de la paroi où le fluide obéit pratiquement aux lois des fluides non visqueux ;
- une région appelée couche limite, située entre la paroi et la zone précédente, où la vitesse varie progressivement de zéro vers la vitesse libre de l'écoulement. La viscosité y joue un rôle prépondérant, la décélération étant transmise d'une couche à l'autre par les collisions superficielles.

Dans le cas de l'écoulement d'un fluide dans une tuyère de De Laval, l'épaisseur de cette couche limite dépend de la longueur du divergent et de son angle.

Appliqué au cas concret du procédé P.D.F., ces observations permettent de définir deux règles de base concernant la conception de la tuyère de De Laval utilisée :

- angle du divergent conique modéré,
- utilisation d'un matériau suffisamment lisse (diminution des forces de frottement) [OUZ 01].

Cependant, pour accélérer les particules dans la tuyère jusqu'à la vitesse du gaz, il est nécessaire d'augmenter sa longueur L. Cela a pour conséquence d'augmenter l'épaisseur de la couche limite le long de la tuyère et donc de réduire son diamètre effectif et par là même la vitesse du gaz à sa sortie [ALK 01].

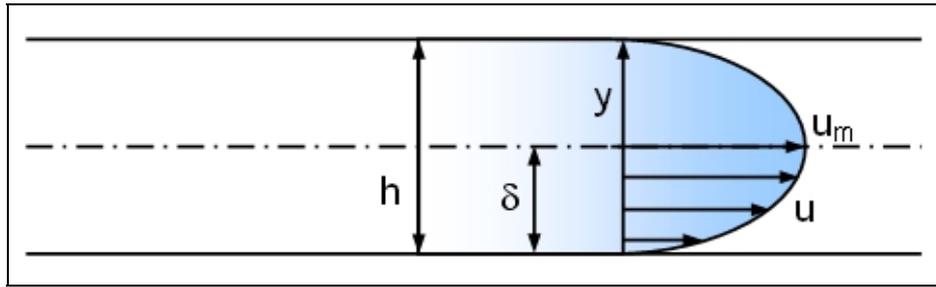


Figure I-38 : Profil des vitesses de gaz dans la tuyère [ALK 01]

Les travaux d'Alkhimov, Kosarev et Klinkov (illustrés par la Figure I-38) présentent une modélisation de l'écoulement gazeux.

Considérons un gaz dans une tuyère rectangulaire, le modèle est divisé en deux parties :

- Avant rencontre des couches limites : la couche où le gaz est ralenti est d'épaisseur faible, les paramètres du gaz (dans un anneau proche du centre) varient suivant les formules isentropiques. En s'épaississant le long de la paroi, la couche limite diminue la section du canal de passage d'une valeur  $\delta^*\pi h$  ( $\delta^*$  étant l'épaisseur de déplacement et  $\pi h$  le périmètre de la section de tuyère) définie par l'expression :

$$\text{Équation I-74 : } \delta^* = \int_0^{h/2} \left( 1 - \frac{\rho u}{\rho_m u_m} \right) dy \quad [\text{ALK 01}].$$

Cette épaisseur de déplacement a un sens physique, c'est la distance à laquelle chaque ligne de courant gazeux est déportée de la paroi à cause d'une diminution de la vitesse dans la couche limite. Ce déplacement peut également être calculé par l'équation de Karman :

$$\text{Équation I-75 : } \frac{d\delta^{**}}{dz} = \frac{c_f}{2} - \frac{\delta^{**}}{v_m} \frac{du_m}{dz} (2 + H_2 - M^2) dy$$

où  $\delta^{**}$  est la quantité de mouvement de l'épaisseur définie par :

$$\text{Équation I-76 : } \delta^{**} = \int_0^{h/2} \frac{\rho u}{\rho_m u_m} \left( 1 - \frac{u}{u_m} \right) dy \quad \text{et } \delta^* = \delta^{**} H_2$$

Le rapport  $H_2$  entre l'épaisseur de déplacement  $\delta^*$  et la quantité de mouvement de l'épaisseur  $\delta^{**}$  ( $H_2 = \delta^* / \delta^{**}$ ) influe sur le nombre de Mach suivant [ALK 01]:

$$\text{Équation I-77 : } H_2 = 1,4(1 + 0,3M^2)$$

Le coefficient de friction  $C_f$  est calculé ainsi :

$$\text{Équation I-78 : } c_f = c_{f0} \frac{1-\xi}{\xi} \arcsin^2 \sqrt{\xi}$$

$$\text{Où } c_{f0} = 0,0263 \text{Re}_z^{-1/7}, \text{Re}_z = \frac{\rho u z}{\mu} \text{ et } \xi = \frac{\frac{\mu-1}{2} M^2}{1 + \frac{\mu-1}{2} M^2} \text{ où } \mu \text{ est la viscosité.}$$

L'épaisseur de la couche limite est estimée par la formule :

$$\text{Équation I-79 : } \frac{\delta^*}{\delta} = 1 - 7 \int_0^1 \frac{\zeta^7 d\zeta}{1 + \frac{\gamma-1}{2} M^2 (1-\zeta^2)} \text{ où } \zeta \text{ est la variable d'intégration [ALK 01].}$$

• Après réunion des couches limites :

Les paramètres moyens définissant le flux gazeux à travers la tuyère sont donnés par :

$$\dot{m} = \bar{\rho} u A = cste \text{ et } \dot{m} \frac{d\bar{u}}{dz} = -A \frac{dp}{dz} - F_f$$

Ici  $\dot{m}$  est le flux massique du gaz,  $\rho$  : sa masse volumique,  $u$  : sa vitesse,  $A$  : l'aire de la section de la tuyère,  $F_f$  : la force de frottement et  $z$  la position considérée dans la tuyère.

Cette équation devient :

$$\dot{m} c_p \frac{d\bar{T}}{dz} = \frac{\dot{m}}{\bar{\rho}} \frac{dp}{dz} + \bar{u} F_f \text{ avec } p = \bar{\rho} R \bar{T} \text{ et } F_f = \frac{1}{2} C_f \bar{\rho} u^2 U.$$

Ici  $C_f$  est le coefficient de frottement,  $U$  le périmètre de la section de tuyère et  $T$  la température de l'écoulement.

Dans le cas de températures constantes, le système se simplifie en :

$$\text{Équation I-80 : } \frac{d\bar{M}}{dz} = \bar{M} \frac{1 + \frac{\gamma-1}{2} \bar{M}^2}{\bar{M}^2 - 1} \left( \frac{dA}{dz} - \frac{1}{2} C_f \bar{M}^2 u \right)$$

Le profil de vitesse du gaz s'exprime par l'approximation suivante :

$$\text{Équation I-81 : } \frac{u}{u_m} = \left( \frac{y}{\delta} \right)^{\frac{1}{7}}$$

Où  $\delta = h/2$ ,  $y$  est la distance par rapport à la paroi et  $u_m$  est la vitesse axiale ( $y=0$ ).

A partir de là, il est facile d'obtenir les relations entre les paramètres moyens et ceux du flux axial [ALK 01] :

$$\text{Équation I-82 : } \bar{u} = \frac{1}{A} \int u dA$$

Dans le cas de tuyère rectangulaire cette équation devient :

$$\text{Équation I-83 : } \bar{u} = u_m \int_0^\delta \left(\frac{y}{\delta}\right)^{1/7} d\left(\frac{y}{\delta}\right) = \frac{7}{8} u_m \text{ où } u_m \text{ est la vitesse axiale.}$$

Les autres paramètres moyens de l'écoulement se déduisent de la vitesse moyenne :

$$\bar{\rho} = \frac{\dot{m}}{uA} \text{ et } \bar{T} = \frac{P}{\rho R}.$$

Le principal résultat de l'étude est qu'un allongement de la tuyère, visant à accélérer la vitesse des particules, entraîne une augmentation de l'épaisseur de la couche limite le long des parois. Pour une tuyère de longueur donnée, on peut limiter ce phénomène en augmentant son diamètre [ALK 01].

### I.2.5.2 Influence de la rugosité interne de la tuyère

Du fait de la difficulté d'usinage des pièces coniques et de la tendance qu'ont les poudres utilisées à y adhérer, l'état de surface interne de la tuyère peut ne pas être parfait. Cela entraîne une modification de la circulation du flux gazeux qui se traduit par des turbulences et un accroissement de l'épaisseur de la couche d'adhérence précédemment décrite. Au final la vitesse des particules s'en trouve réduite jusqu'à franchir le seuil fatidique de la vitesse critique. L'effet de la rugosité interne peut être décrit par la « loi du mur » qui lie la vitesse du gaz proche de la paroi à la rugosité de cette dernière (semi empirique) [HAN 04].

$$\text{Équation I-84 : } \frac{u_w u^* \rho}{\tau_w} = \frac{1}{\kappa} \ln \left( E \frac{\rho u^* y_w}{\eta} \right) - \Delta B$$

Où  $\kappa$  est la constante de Von Karman (0,42),  $E = 9,81$ ,  $u_w$  est la vitesse du gaz près de la paroi,  $y_w$  est la distance à la paroi,  $\eta$  est la viscosité dynamique du gaz et  $u^* = C_\mu k^{1/2}$  (avec  $C_\mu$  constante empirique de turbulence du flux et  $k$  énergie cinétique turbulente).

$\Delta B$  est la fonction de rugosité qui quantifie l'effet de la rugosité de la paroi. Elle dépend du type et de la taille des rugosités et offre une bonne corrélation avec la hauteur de rugosité adimensionnelle  $K_s^+$ .

$$\text{Équation I-85 : } K_S^+ = \frac{\rho K_S u^*}{\mu}$$

Où K est la hauteur physique de la rugosité [HAN 04].

Finalement :

$$\text{Équation I-86 : } \Delta B = \frac{1}{\kappa} \ln(1 + C_K K_S^+)$$

Où  $C_K$  est caractéristique de l'uniformité de la rugosité.

La Figure I-39 montre le comportement d'une particule d'aluminium (63  $\mu\text{m}$ ) dans des tuyères de rugosité 0, 1, 10 et 100  $\mu\text{m}$ .

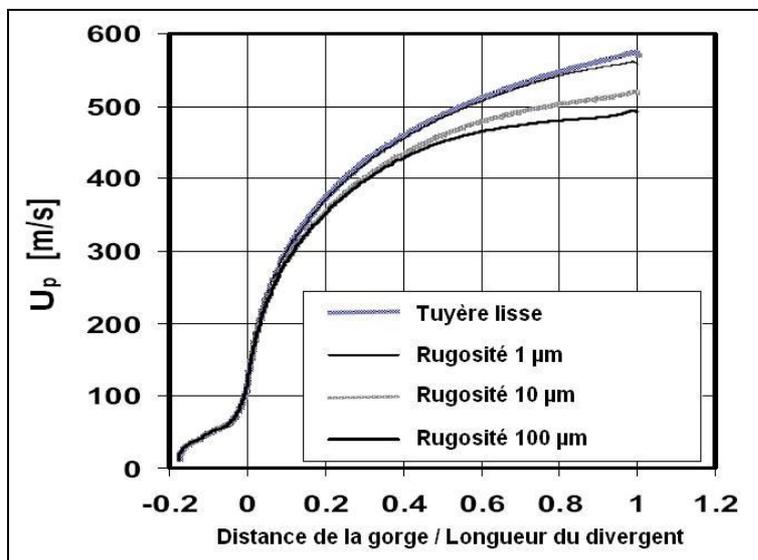


Figure I-39 : Effets de la rugosité de la tuyère sur la vitesse des particules [HAN 04]

Une rugosité de 1  $\mu\text{m}$  a un effet négligeable sur la vitesse des particules alors qu'à partir de 10  $\mu\text{m}$  la réduction de vitesse devient considérable. Du fait de l'accumulation de particules ayant adhéré directement dans la tuyère, la rugosité typique d'une tuyère peut être comprise entre 10 et 100  $\mu\text{m}$ . Cela se traduit ici par la perte de vitesse de particule de 70 à 80 m/s. En pratique il est donc préférable de choisir des paramètres qui limitent ce phénomène d'accrochage interne car un faible gain de vitesse peut rapidement coïncider avec une augmentation de rugosité et une chute drastique de cette même vitesse. On peut également limiter ce phénomène en utilisant des matériaux durs (type céramique) pour la conception de la tuyère.

### I.2.5.3 Effets des contraintes résiduelles

Un dépôt réalisé en P.D.F. possède des contraintes de type compressif dont l'intensité augmente à mesure que l'on s'approche de l'interface avec le substrat (Figure I-40). Au niveau de l'interface dépôt-substrat se trouve une zone mécaniquement perturbée par la préparation de surface avant projection. Les contraintes compressives induites par le sablage du substrat y sont toujours clairement visibles. Plus profond dans celui-ci, elles se transforment en contraintes de tension [MCU 96].

La concentration de contraintes qui a lieu au niveau des porosités favorise l'initiation des fissures qui mènent à la rupture. Ici ce phénomène se trouve amplifié par la très haute pression exercée sur les particules qui impactent au moment de la création du dépôt [BHA 97].

Les déformations que subissent les grains favorisent les phénomènes de recristallisation en cas de traitement thermique post opératoire. En effet, la température de recristallisation n'est pas, telle celle de fusion, une température constante pour un type de matériau. Différents paramètres peuvent la faire évoluer, par exemple plus un matériau est pur, plus elle est basse. En P.D.F., les espèces projetées ne subissent pratiquement aucune modification par rapport au composé de base, la température de recristallisation sera donc extrêmement liée à la pureté du matériau utilisé. De plus, les contraintes résiduelles favorisent cette réaction, or ce procédé génère de grandes contraintes de compression au sein de la matière [DEC 01].

Mécaniquement : en compression le dépôt réalisé en CGDS est plus résistant que le matériau massif, il est aussi plus dur. En tension, on passe du caractère ductile du métal à un comportement fragile. Il faut noter qu'un traitement thermique permet de relâcher les contraintes internes et de ramener les propriétés du dépôt à des valeurs proches de celles du matériau massif. Les grains composant le dépôt ont alors naturellement tendance à s'expanser pour diminuer les contraintes compressives. Cela influence également la porosité qui a tendance à se résorber [DEC 00, DEC 01].

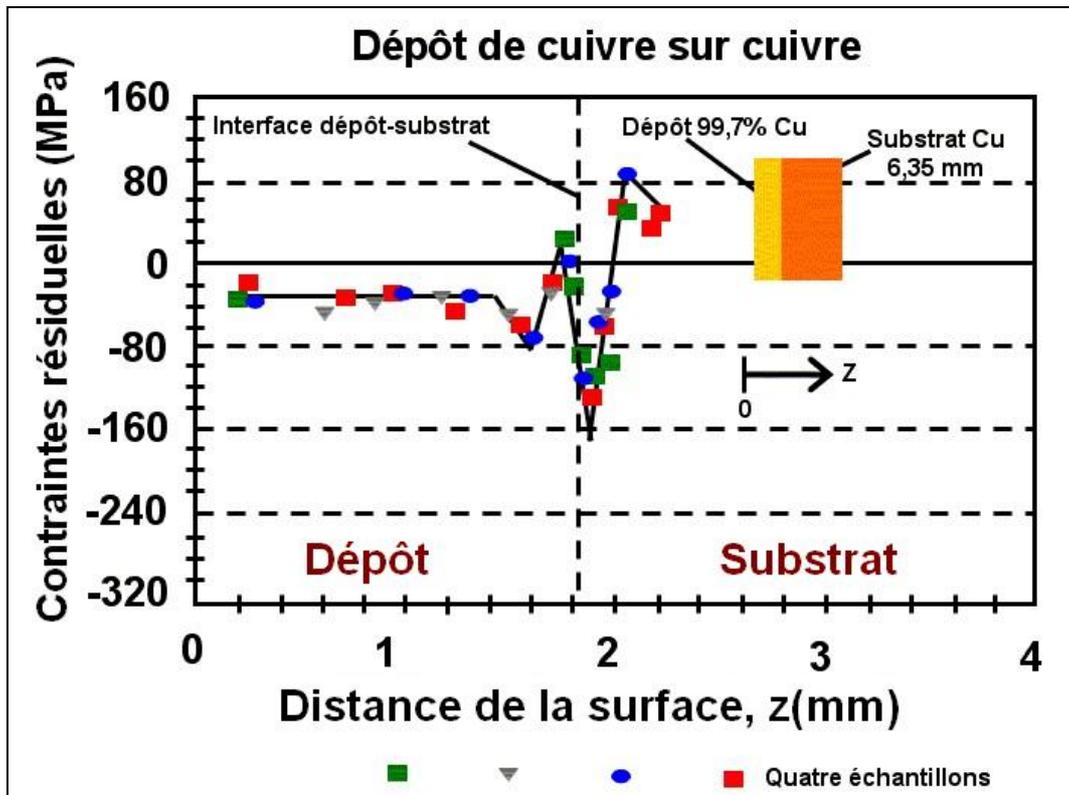


Figure I-40 : Contraintes résiduelles dans un dépôt P.D.F. de Cuivre [MCU 96]

Les contraintes résiduelles peuvent avoir un effet désastreux sur l'adhérence du dépôt après projection. Il a été montré [TAY 05] qu'un débit de poudre trop élevé pouvait créer localement un phénomène de martèlement qui conduit à l'existence de contraintes suffisamment importantes pour provoquer une décohésion au niveau de l'interface substrat-revêtement. Il est donc évident que le niveau atteint par les contraintes résiduelles dépend aussi du flux de particules incidentes.

#### I.2.5.4 Perturbations liées à l'impact du jet, zone de haute pression

Les profils de pressions du jet gazeux seul (tuyère rectangulaire, pas de particules projetés) sur une surface illimitée sont donnés par la fonction :

$$\text{Équation I-87 : } \frac{p_s - p_a}{p_{sm} - p_a} = \left( 1 + 0,19 \left( \frac{l}{l_{0,5}} \right)^2 \right)^{-4}$$

Où  $l$  est la valeur de la distance sur l'axe  $Ox$  qui est parallèle à la petite longueur du rectangle,  $p_a$  est la pression atmosphérique,  $p_s$  est la pression sur le substrat,  $p_{sm}$  est la pression sur le substrat en  $l_0$ ,  $l_{0,5}$  est la demi largeur du profil de pression.

On notera que la pression exercée par le jet reste indépendante de l'angle de contact si il est compris entre  $50^\circ$  et  $90^\circ$  [PAPY 01].

La décélération brutale du flux gazeux supersonique vers des vitesses subsoniques provoque une perturbation à une distance  $z_w$  du substrat. Une zone gazeuse de hautes pressions et densité se crée alors aux abords du substrat. Cela provoque une perte de vitesse pour les particules fines, ce phénomène s'accroissant avec l'épaisseur de cette zone de gaz comprimés (Figure I-41) [ALK 01].

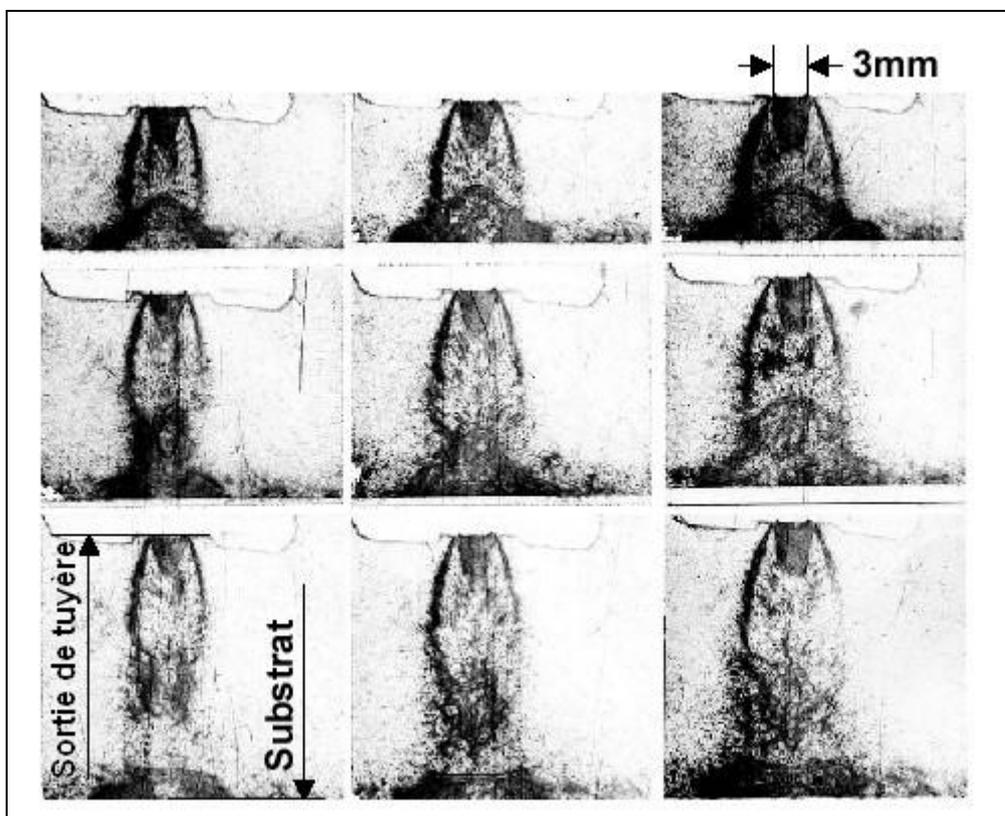


Figure I-41 : Visualisation de la zone de hautes pressions suivant la distance de tir [PAPY(2) 02]

Dans le cas d'une tuyère rectangulaire dont les dimensions de sortie sont l'épaisseur  $h$  et la largeur  $H$ , l'épaisseur de la couche comprimée  $z_w$  se calcule avec:

$$\text{Équation I-88 : } z_w = k \frac{h}{1 + h/H}$$

Le facteur  $k$  est introduit dans la formule afin de prendre en compte les variations de densité de gaz dans la couche de gaz comprimé. Expérimentalement il a été montré que  $k = 0,466001$  pour des distances comprises entre 0 et  $10h$  [ALK 01, KOS 03].

Variation du nombre de Mach :

$$\text{Équation I-89 : } M = M_s \left( 1,5 \left( \frac{z}{z_w} \right)^3 - 2,5 \left( \frac{z}{z_w} \right)^2 + 1 \right)$$

Ce qui montre que le nombre de Mach est lié à l'épaisseur de la couche comprimée.

Celle ci dépend des dimensions de la tuyère ; le rapport  $h/H$  devra donc être élevé pour limiter l'épaisseur de cette couche et par la même minimiser les effets des couches limites le long des parois [ALK 01].

### I.2.5.5 Création d'une onde de choc

D'après B. Jodoin, du fait des distances courtes entre tuyère et substrat, la violence de l'impact du courant gazeux crée en amont de celui-ci une onde de choc dont l'interaction avec les particules de petites granulométries (et seulement celles-ci) n'est pas négligeable et a une influence directe sur leur vitesse (Figure I-42).

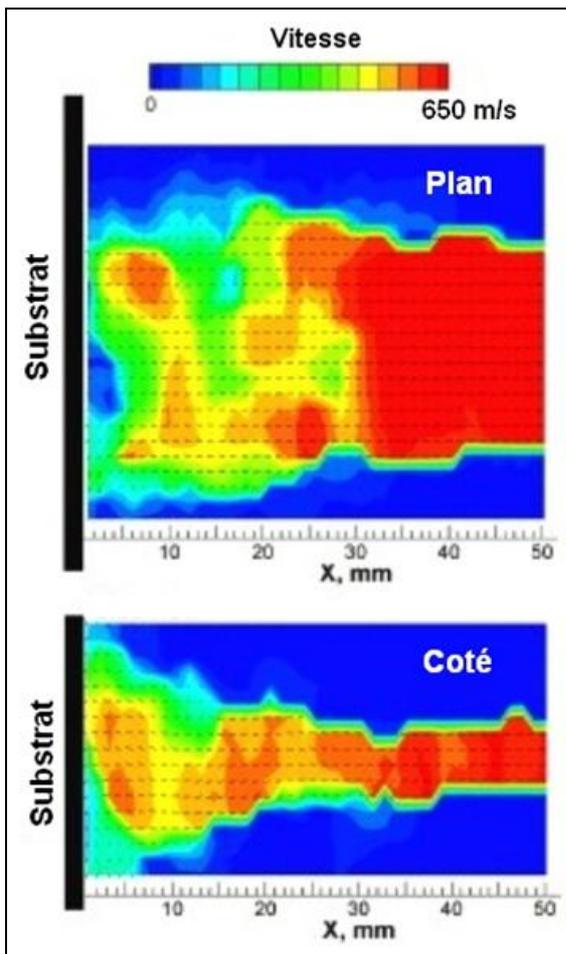
L'onde de choc est le résultat de l'interaction entre le flux supersonique et la zone de perturbation située au contact du substrat. Cela entraîne un changement violent des propriétés du flux (pression, température, densité et vitesse) sur une épaisseur comparable au libre parcours moyen des molécules gazeuses. Cette perturbation se transmet à travers le flux par des ondes de pression infinitésimales. Ces ondes se déplacent à la vitesse locale du son. Si le flux gazeux est subsonique, ces pressions se déplacent en sens inverse du flux et celui-ci détecte la présence d'une perturbation en aval, il adapte ses propriétés à la situation. En revanche si le flux est supersonique, les ondes ne peuvent remonter en amont et le flux n'est plus sensible à la présence de la perturbation. Le changement des propriétés de celui-ci se fait nécessairement de façon brutale : c'est la création de l'onde de choc. Elle va avoir pour effet de ralentir le flux à une vitesse subsonique et l'information délivrée par les ondes de pression pourra circuler comme dans le cas précédent. Le flux gazeux circulant à travers l'onde de choc n'est alors plus considéré comme isentropique [JOD 01].

Les propriétés du flux avant et après l'onde de choc sont données par l'équation suivante :

$$\text{Équation I-90 : } \frac{u_1}{u_2} = \frac{(\gamma + 1)M_1^2}{(\gamma - 1)M_1^2 + 2}$$

Où  $\gamma$  est le rapport de chaleur spécifique, M le nombre de Mach et u la vitesse du flux. L'indice 1 représente les propriétés du gaz avant l'onde de choc et 2 après celle-ci.

En augmentant la vitesse initiale du flux (et donc le nombre de Mach), on fait diminuer le rapport des vitesses ( $u_2/u_1$ ) et on augmente donc celui de la densité du gaz ( $\rho_2/\rho_1$ ). Plus le flux initial est rapide plus il va décélérer et plus sa densité va augmenter. Au delà de Mach 3, la perte de vitesse des particules devient très importante (de 14 à 56% suivant la taille des particules). La géométrie de la tuyère devra donc permettre de conserver un nombre de Mach compris entre 1,5 et 3 [JOD 02].



L'épaisseur de l'onde de choc étant faible par rapport à la longueur totale de l'écoulement, on le considère comme une discontinuité locale du flux [JOD 01].

Figure I-42 : Effet de l'onde de choc sur la vitesse d'un jet supersonique obtenu avec une tuyère rectangulaire (Source : Rutgers, Université d'état du New Jersey)

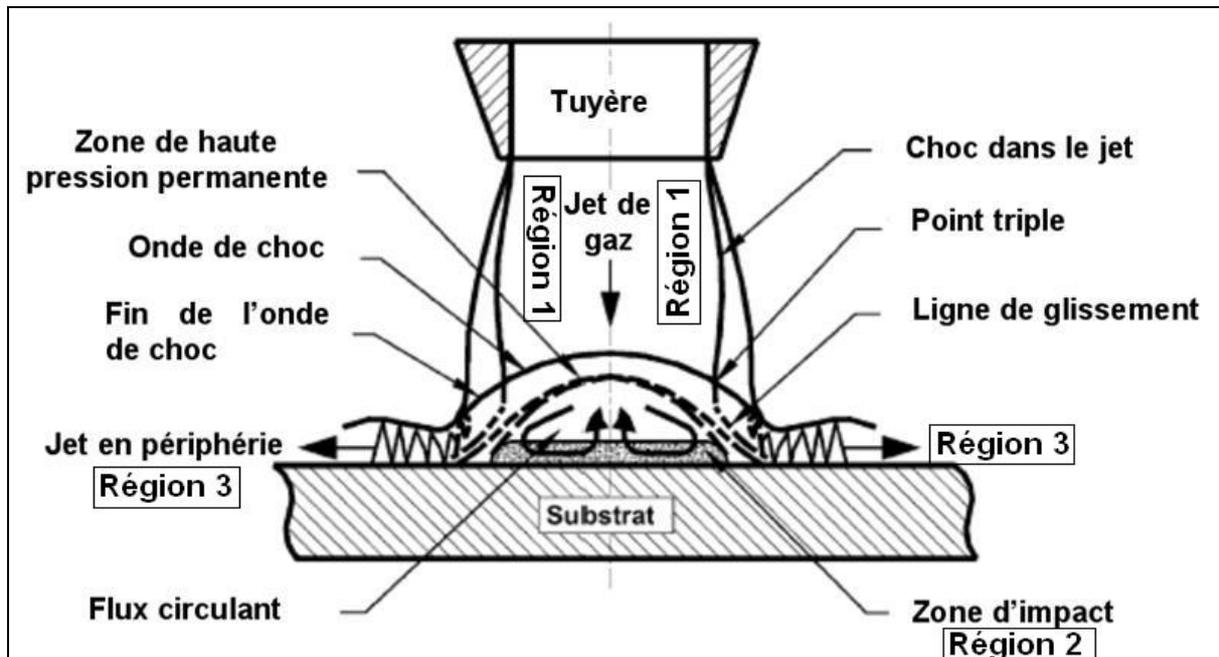


Figure I-43 : Schéma du découpage de la zone de haute pression à l'impact [GRU 04]

D'après les travaux de Grujicic (Figure I-43), la zone d'impact du jet P.D.F. peut se décomposer en trois régions distinctes [GRU 04].

Région 1 : Zone où le jet est dit libre c'est à dire qu'il n'est pas perturbé par un quelconque obstacle (substrat). Comme cela a été vu précédemment, des chocs obliques peuvent exister dans le jet si son expansion n'est pas parfaite.

Région 2 : Zone où le jet impacte sur la surface. Les gradients de vitesse y sont très importants. Il se forme de façon permanente une sorte de bulle qui est une zone de haute pression dans laquelle le fluide circule. Elle perturbe la distribution des pressions au niveau de la surface du substrat.

Région 3 : Zone radiale au niveau de l'impact du fluide, c'est là que les gaz s'écoulent pour s'évacuer.

L'endroit où l'onde de choc interne au jet et l'onde de choc due à l'impact sur le substrat se rencontre est appelé point triple [GRU 04].

L'onde de choc n'a pas d'effet direct sur les particules, mais en changeant la vitesse et la densité de leur fluide de transport, elle influe de façon importante sur celles-ci en les ralentissant.

La vitesse des particules perturbées peut se calculer grâce à l'équation suivante :

$$\text{Équation I-91 : } u_{px} = u_{p0} + \frac{D_p}{m_p} dt \quad \text{où } \frac{D_p}{m_p} = \frac{\frac{1}{2} \rho (u_g - u_p)^2 4\pi C_D}{\frac{4}{3} \pi r_p^3 \rho_p}$$

$D_p$  étant l'entraînement des particules,  $C_D$  le coefficient d'entraînement des particules,  $r_p$  le rayon des particules,  $u_{p0}$  la vitesse initiale de la particule et  $u_{px}$  la vitesse de la particule au point considéré.

L'information principale à ressortir de ces équations est que  $M/m_p$  étant inversement proportionnel au rayon et à la densité des particules, on en déduira que plus les particules sont lourdes et volumineuses moins elles sont affectées par l'onde de choc.

Après avoir traversé la zone de turbulence, la vitesse des particules  $u'_p$  peut se calculer comme suit [DYK 03] :

$$\text{Équation I-92 : } u'_p = u_p \exp\left(\frac{-3\rho_b R}{4\rho_p D}\right)$$

$$\text{avec } u_p = \frac{u_g}{1 + 0,85 \sqrt{\frac{D}{x}} \sqrt{\rho_p \frac{u_g^2}{p_0}}} \quad (\text{Équation I-36, en zone d'accélération})$$

Où  $\rho_b$  est la densité du gaz après le choc,  $R$  le rayon du jet,  $D$  le diamètre de la particule,  $u_g$  la vitesse du flux gazeux. Cela montre, comme précédemment que les particules fines sont irrémédiablement perturbées par l'onde de choc.

Finalement Grujicic propose de calculer la vitesse d'impact comme suit :

$$\text{Équation I-93 : } u_p^{impact} = u_p \exp\left(\frac{-3\rho^{st} L^{st}}{4\rho_p D_p}\right)$$

Avec  $\rho^{st}$  : densité du gaz dans la zone de haute densité et  $L^{st}$  : épaisseur de cette zone. Ces valeurs se calculent comme suit :

$$\rho^{st} = o_e \left( -1,04 + 2,27M_e - 0,21M_e^2 \right), \quad \text{avec } o \text{ quantité de fluide stagnant dans la zone de } L^{st} = Re(0,97 - 0,02M_e)$$

haute pression [GRU 04].

La distance tuyère-substrat a une influence directe sur la structure du flux gazeux et la vitesse d'impact des particules. Il a été montré expérimentalement que pour des particules de 10  $\mu\text{m}$ , la distance de tir influait peu sur la vitesse d'impact (suivant les équations elles

sont peu sensibles à l'onde, la théorie est vérifiée). En revanche, pour des particules de 1  $\mu\text{m}$ , il existe une distance optimale de tir (50 mm) en deçà et au delà de cette distance les vitesses de particules diminuent [JOD 01].

Cependant on ne retrouve pas cette distance optimale dans les mesures de rendement effectuées. Cela est dû au fait que ces vitesses ne concernent que les particules qui circulent au centre du jet. Les autres, circulant plus en périphérie, n'ont pas toujours une trajectoire parallèle à l'axe du jet. A cause de cette variation d'angle, elles subissent d'autres types d'interaction avec l'onde de choc.

On pourra conclure en affirmant que le phénomène d'onde de choc ralentit toujours les particules et cela d'autant plus qu'elles sont fines et légères. En éloignant la tuyère du substrat, on limite ce phénomène mais au delà d'une certaine valeur (qui dépend de la poudre projetée), la distance devient trop grande pour que les particules conservent toute leur énergie cinétique avant impact [JOD 01].

### I.2.5.6 Instabilité géométrique du jet

Si on appelle  $l$  la longueur totale du petit coté du rectangle formant la sortie de tuyère et  $z_0$  la distance de projection (tuyère-substrat), alors il est démontré par Papyrin et ses collègues que pour  $z_0/l=7$  la pression du jet libre (sans obstacle) est équivalente à celle en sortie de tuyère.

Cependant, si on introduit un substrat, la pression devient immédiatement deux fois inférieure à celle de sortie de tuyère [PAPY 01].

La distance moyenne où le jet n'est pas perturbé est 2 à 6 fois son épaisseur (Figure I-44). Au delà, il débute des oscillations dont l'amplitude atteint 2 à 3 fois l'épaisseur du jet. Ce phénomène permet de diminuer la pression exercée sur le substrat et introduit de l'air dans le jet. En revanche, on ne sait pas si la présence de particules dans le jet change la forme de ce dernier et comment cela agit sur la formation du dépôt [KOS 03].

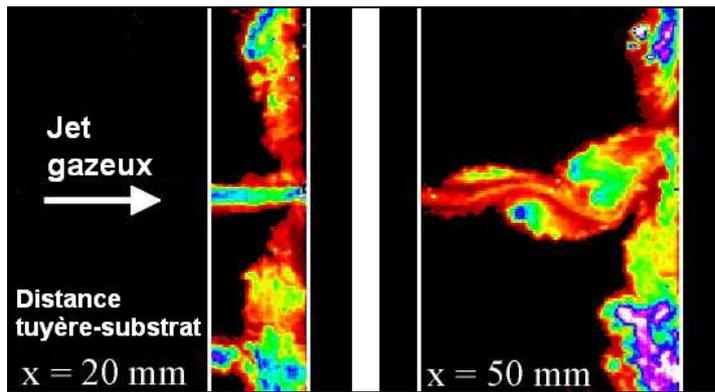


Figure I-44 : Oscillation du jet supersonique (Source : Rutgers, Université d'état du New Jersey)

## I.2.6 État de l'art en terme de dépôts réalisés

### I.2.6.1 Matériaux projetables

Propriétés conductrices (thermiques, électriques) :

- Cuivre, alliages de cuivre,
- Métaux précieux (or, argent, platine).

Propriétés anticorrosion :

- Aluminium, alliages d'aluminium,
- Acier inoxydable (304, 316, 316L...),
- Alliages de fer (inconel),
- Hastelloy,
- MCrAlY (M: Co, Ni, CoNi), [SMI 02]
- Nickel, 80Ni/20Cr,
- Tantale,
- Titane,
- Zinc.

Brasures :

- Bronze et autres brasures à base de cuivre,
- Étain.

Résistance à l'usure :

- Composite contenant un composé métallique déformable dans des proportions volumiques proches de 50% : mélange de métaux, composite métal/céramique (exemple SiC/Al) [RIC 02],
- Nanopoudres de WC-Co agglomérés (10% Co) [SHU 01].

Biomédicale :

- Poudre 75% Ti / 25% HAP [SHU 01],
- Titane.

### I.2.6.2 Exemples de caractéristiques des dépôts obtenus par P.D.F.

Le Tableau I-5 présente quelques exemples concernant les propriétés des dépôts obtenus par P.D.F.

	Gaz Propulseur	Dureté	Variation du taux d'oxygène (%)	Porosité
<b>Acier 316L</b>	Azote	275 HV <sub>3N</sub>	# 0	Faible
<b>Aluminium</b>	Azote	45 HV <sub>3N</sub>	+ 0,02	# Nulle
<b>CuAl (mélange)</b>	Azote	68 HV <sub>3N</sub>	+ 0,09	Faible
<b>Cuivre</b>	Azote	150 HV <sub>3N</sub>	# 0	Très faible
<b>MCrAlY</b>	Hélium	576 HV <sub>3N</sub>	+ 0,06	Faible
<b>Nickel Chrome</b>	Air	Non mesurable	+ 0,08	5 %
<b>Nickel Chrome</b>	Azote	304 HV <sub>3N</sub>	+ 0,04	Faible
<b>Nickel Chrome</b>	Hélium	445 HV <sub>3N</sub>	+ 0,01	Très faible
<b>Titane</b>	Azote	Non mesurable	+ 0,2	Élevée
<b>Zinc</b>	Azote	35 HV <sub>3N</sub>	# 0	Faible

Tableau I-5 : Caractéristiques des dépôts réalisés en P.D.F. [STOL 02, VOY 03]

### I.2.7 Conclusion

Dans une tuyère de De Laval le nombre de Mach ne dépend que de la nature du gaz et des dimensions de la tuyère au niveau de son col sonique et de sa sortie. La pression, la densité et la température du gaz diminuent rapidement dans le divergent alors que la vitesse du gaz

augmente. La vitesse du gaz est proportionnelle au nombre de Mach de la tuyère, à la nature du gaz et à sa température. Un gaz léger, comme l'hélium, et suffisamment chauffé permet donc d'atteindre de hautes vitesses.

La vitesse des particules est, elle, proportionnelle à la vitesse du gaz, à son coefficient de traînée, à sa densité, à la masse de la particule et à la distance qu'elle parcourt dans la tuyère. Une particule légère projetée par un gaz ayant une grande vitesse atteint donc de plus hautes vitesses. Augmenter la longueur de la tuyère permet également d'optimiser le transfert de quantité de mouvement du gaz aux particules. L'augmentation de la distance sortie de tuyère-substrat favorise une baisse de la vitesse des particules.

La création du dépôt a lieu lorsque la vitesse des particules dépasse la vitesse critique (dépendant du matériau). Au-delà de cette vitesse, l'échauffement brutal des particules à l'impact provoque (localement) une transition du mode de déformation d'un phénomène plastique vers un phénomène plus visqueux. La résistance mécanique du matériau est alors plus faible et une instabilité structurelle apparaît, facilitant un cisaillement adiabatique. Ce cisaillement semble être la condition sine qua non pour que les particules puissent adhérer.

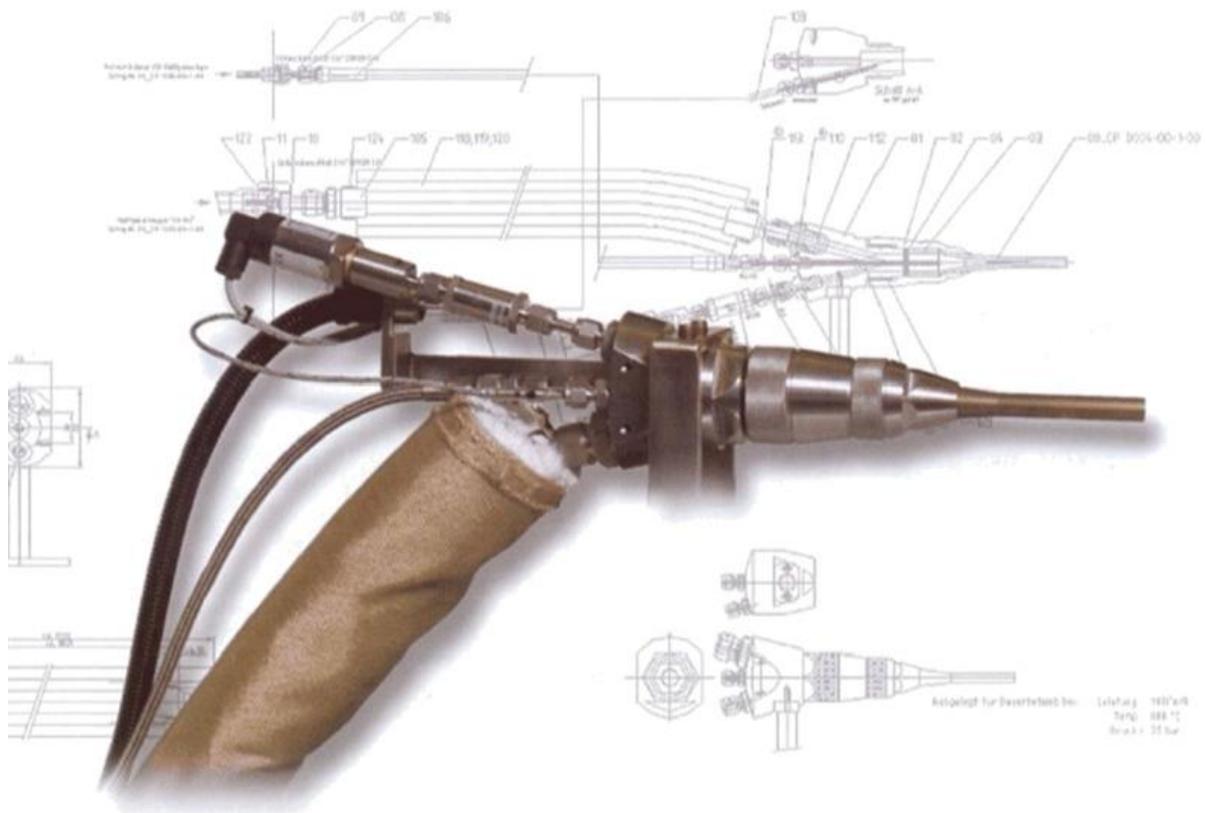
La vitesse critique est proportionnelle à la densité du matériau, sa température de fusion, sa résistance à la rupture (traction) et la température d'impact de la particule.

L'énergie libérée à l'impact peut provoquer une recristallisation du matériau projeté. L'état d'avancement de ce processus n'est pas le même dans tout le dépôt (inhomogénéité des températures) ce qui explique les différences microstructurales dans le dépôt. L'état de l'interface entre les grains dépend donc de la température à l'impact et du type de matériau projeté. Des études montrent également que, quelle que soit la vitesse d'impact des particules, l'énergie cinétique est toujours trop faible pour fondre la totalité de la particule.

Certains phénomènes parasites perturbent le fonctionnement du système. C'est le cas de la création d'une couche limite le long des parois de la tuyère où la vitesse du gaz est plus faible. Une rugosité excessive des parois de la tuyère favorise également une diminution de la vitesse du gaz. L'impact du gaz sur le substrat provoque la création d'une zone de haute pression et d'une onde de choc difficile à traverser pour les particules fines. Pour des distances tuyère-substrat trop longues, le jet gazeux peut également subir des instabilités géométriques. Au niveau du dépôt, la technique P.D.F. induit parfois des contraintes internes qui peuvent favoriser son décollement.



## II Montages expérimentaux et diagnostiques utilisés



Le pistolet Power Jet 3000 (CGT GmbH)



Les dépôts présentés dans la suite de l'étude sont réalisés avec un système de projection industriel mis en route par nos soins. Le fonctionnement de ce matériel fait l'objet d'une description complète au début de ce chapitre. Les systèmes additionnels de chauffage des poudres et de mesure de la vitesse des particules sont ensuite présentés ainsi que la technique de mesure de dureté par nano indentation. Enfin sont données les caractéristiques des poudres projetées.

## II.1 Matériel de projection

### II.1.1 Description du système P.D.F. « Kinetic 3000 M »

Le système de projection dynamique à froid utilisé (Figure II-1) est un modèle « Kinetic 3000 M » fabriqué par la société Cold Gas Technology (CGT). Il est composé par quatre éléments principaux : Une armoire de commande, un réchauffeur de gaz *LINSPRAY*<sup>®</sup> Cold spray Heater HT 800/30, un distributeur de poudre CGT-PF4000 Comfort, un pistolet de projection POWER-JET 3000.

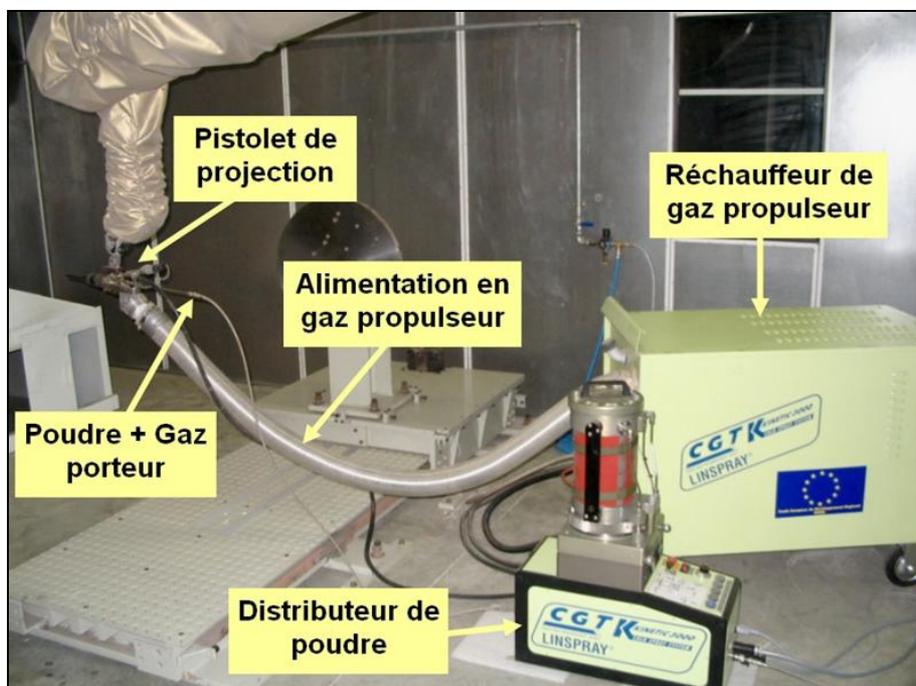


Figure II-1 : Système de projection Kinetic 3000 M

Le système de projection est animé par un robot REIS SRV16 possédant six axes. Deux autres axes permettent de mettre la pièce à revêtir en rotation et de l'orienter.

L'armoire de commande se divise en deux parties. A gauche, l'automate de commande (Siemens Simatic S7-300) et le transformateur électrique intégré. L'armoire est alimentée par un courant de 40 A pour 380 V, en sortie elle délivre une puissance de 20 kW. Le contrôle des paramètres du procédé se fait à partir de l'écran LCD tactile (Siemens MP 370 12') qui permet de gérer l'interface spécifique au système.

Sur l'écran de base (Figure II-2), on retrouve un schéma représentant les différents organes qui composent le système P.D.F. Chaque symbole est associé à un indicateur et/ou une jauge qui permettent de connaître l'état du composant. Sont représentés : les différentes électrovannes et débitmètres, le distributeur de poudre, le transformateur, le solénoïde réchauffeur et le pistolet. Les onglets de bas d'écran permettent de gérer la température des différents éléments, leur pression, la distribution de poudre, l'entrée des paramètres du procédé, les alertes systèmes, la visualisation des courbes d'évolution des paramètres, la base de donnée « paramètres » et la gestion de l'automate. Des connectiques modem et réseau permettent de réaliser des diagnostics et des corrections « en ligne » par le constructeur.

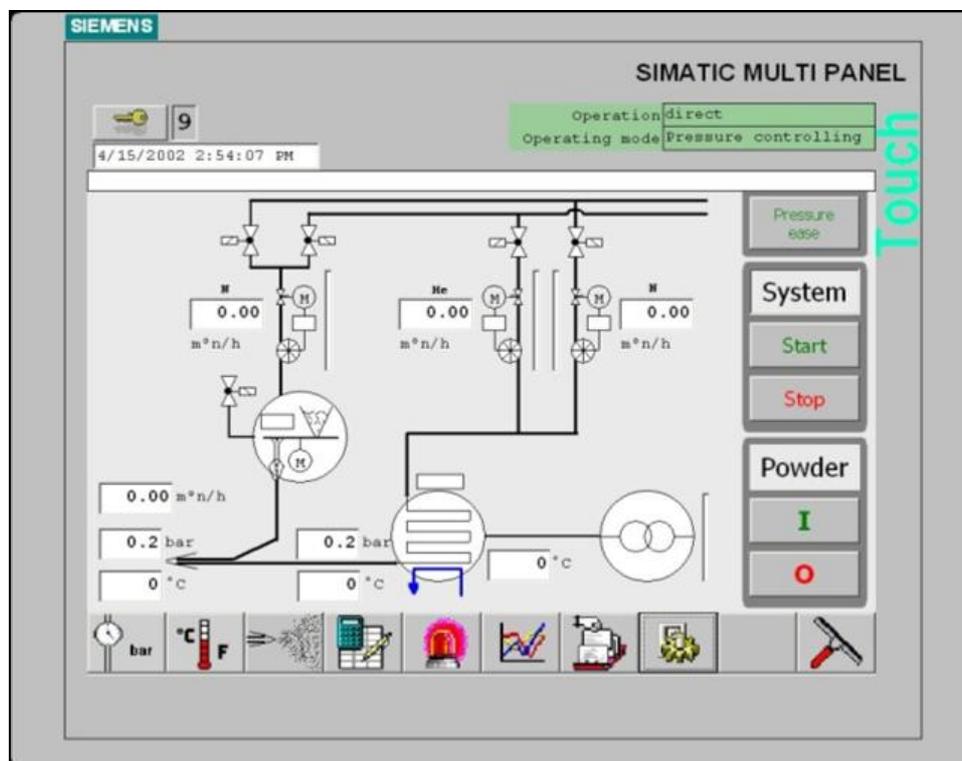


Figure II-2 : Écran de contrôle du Kinetik 3000M (source CGT GmbH)

A droite de l'armoire de commande se trouve la partie réservée aux fluides. On y voit la connexion aux centrales délivrant les gaz, azote et hélium, à une pression d'environ 3,5 MPa. Un réducteur de pression pilote (avec de l'azote) les quatre électrovannes qui alimentent les débitmètres massiques. Ceux-ci sont au nombre de trois car le gaz porteur ne pouvant pas être un mélange il n'y a aucune nécessité d'employer un débitmètre par gaz. Concernant le gaz propulseur, le système à deux débitmètres permet de réaliser des mélanges de gaz azote/hélium dans des proportions variant par palier de 1 % en volume. Comme l'azote est toujours utilisé en tant que gaz porteur et que le système ne prend pas en compte ce gaz dans son calcul de débit lors de la réalisation de mélanges, il faut noter le pourcentage réel d'hélium dans la tuyère est toujours inférieure à celui affiché. A moins de l'utiliser comme gaz porteur, il est donc impossible de réaliser une projection en hélium pur. Le gaz propulseur alimente le réchauffeur alors que le gaz porteur est envoyé directement dans le distributeur de poudre.

Le réchauffeur (Figure II-3) est alimenté en gaz et en énergie électrique directement par l'armoire de commande. Il se compose principalement d'un solénoïde (alliage réfractaire à base de nickel) qui joue le rôle de résistance électrique et fournit de l'énergie calorifique au gaz par effet Joule, les connectiques sont refroidies par une circulation d'eau déminéralisée (une sécurité arrête la machine si la température de l'eau dépasse 70 °C).

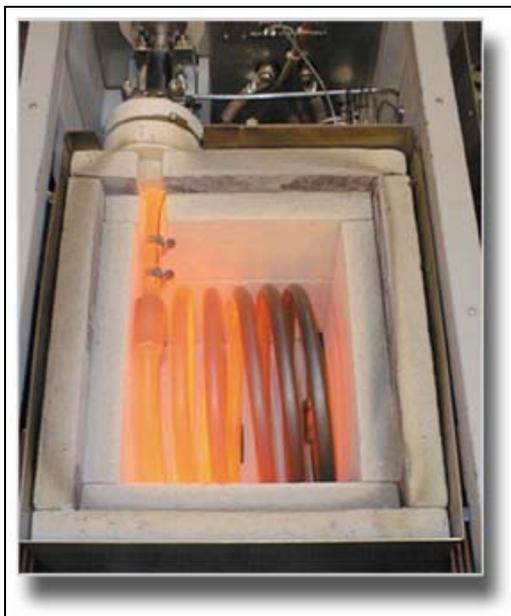


Figure II-3 : Photographie du solénoïde du LINDSPRAY® HT 800/30 en fonctionnement (source CGT GmbH)

Deux thermocouples mesurent en permanence la température du système, l'un est directement fixé sur le solénoïde et l'autre se trouve dans le flux gazeux en sortie de réchauffeur (où la pression est également mesurée). Ce système permet de chauffer 90 m<sup>3</sup> de gaz à 800°C en moins d'une minute et sa durée de vie dépasse les mille heures. Des sécurités logicielles permettent d'alerter l'utilisateur sur une surchauffe du système et une soupape de sécurité prévient toute surpression (tarée à 3,8 MPa).

Posé près du réchauffeur, se trouve le distributeur de poudre (4 litres de contenance). C'est un modèle spécifique, conçu par CGT pour la projection HVOF et P.D.F., renforcé pour résister à la pression (3,5 MPa). La poudre est entraînée par la rotation d'un disque cranté et le passage d'un gaz porteur, le débit est ajustable par variation de la vitesse de rotation (0-8 rpm) de ce disque, la masse distribuable maximale est d'environ 6 kg de poudre par heure. Une gaine chauffante permet de conserver le bol à une température de 70°C, ce qui empêche la reprise d'humidité des poudres. La gestion des paramètres se fait directement sur l'appareil ou en mode contrôle à distance sur l'armoire de commande. Une sécurité empêche un retour du gaz de propulsion vers le distributeur.

La liaison du réchauffeur avec le pistolet se fait par un tuyau en composite Téflon renforcé par un tressage extérieur en acier inoxydable. Ce tube est protégé de l'environnement par une gaine en fibre isolante (Fiber Frax) qui évite les déperditions de chaleur en conservant une relative flexibilité. Au niveau du pistolet les gaz propulseur et porteur se rejoignent dans la partie convergente de la tuyère de De Laval. L'injection de poudre se fait axialement à 16 mm de l'entrée de la tuyère. Dans le pistolet, deux canaux ont été percés pour permettre le passage d'un thermocouple et d'une sonde de pression. Ce sont les valeurs données par ces deux capteurs qui vont permettre à l'automate de juger si les conditions de projections désirées sont atteintes. La tuyère est usinée en une seule pièce dans un composite réfractaire (carbure de tungstène depuis septembre 2003), elle est fixée au pistolet par une noix de serrage et peut être changée facilement.

## II.1.2 Description du fonctionnement de l'automate

Suivant le mode de contrôle choisi, la mise en fonctionnement du réchauffeur et l'ouverture des électrovannes se fait soit par l'opérateur au niveau de l'écran tactile soit par le robot auquel l'installation est connectée. Quel que soit le mélange gazeux retenu, le système utilise l'azote durant la mise à température du solénoïde. Durant cette période, l'automate règle le débitmètre qui contrôle le flux d'azote sur une valeur qui correspond à la consigne que l'opérateur a défini. Ce débit, compris entre 5 et 10 m<sup>3</sup>/h, est suffisamment faible pour que la consommation de gaz durant la phase de chauffage soit minimale. Dès que la température en sortie de réchauffeur atteint celle de consigne, le débit d'azote commence à augmenter afin d'atteindre la pression recherchée au niveau de la tuyère. Si on utilise l'hélium ou un mélange comme gaz propulseur, le débitmètre contrôlant ce gaz reste fermé tant que la pression en azote n'a pas atteint la valeur souhaitée (afin de minimiser la consommation d'hélium). Dès que la pression est suffisante (consigne minorée de 0,1 MPa), il se met en marche et les débits d'azote et d'hélium évoluent jusqu'à établissement de l'équilibre recherché. Quand la température et la pression au niveau de la tuyère correspondent aux valeurs introduites (minorées d'une marge d'erreur définie), le système envoie alors un signal lumineux à l'opérateur ou une autorisation de fonctionnement au robot.

Le débit de gaz porteur est défini comme un pourcentage du débit de gaz propulseur, il provient directement de l'armoire de commande et n'est donc pas chauffé autrement qu'au contact des parois du distributeur (80°C). Il est utilisé par le système durant tout le temps que dure la procédure, le distributeur de poudre est purgé de son gaz après arrêt de celle-ci. Le déclenchement de la distribution de poudre est faite par l'opérateur ou le robot tout comme l'arrêt de la procédure.

Il existe un deuxième mode de contrôle des paramètres où le débit de gaz prend la place de la pression comme seconde variable (avec la température). Ce mode est plus facile à mettre en œuvre car le débit dépend uniquement du degré d'ouverture des débitmètres et on peut donc obtenir la valeur souhaitée quasi instantanément. Cependant la pression étant fonction du diamètre du col de la tuyère, une striction de cette dernière provoquerait une dangereuse élévation de pression si on conservait le débit constant. Ce mode n'est donc utilisable que temporairement pour atteindre rapidement une pression quand on connaît le débit qui lui correspond.

## II.1.3 Dimensions caractéristiques de la tuyère utilisée

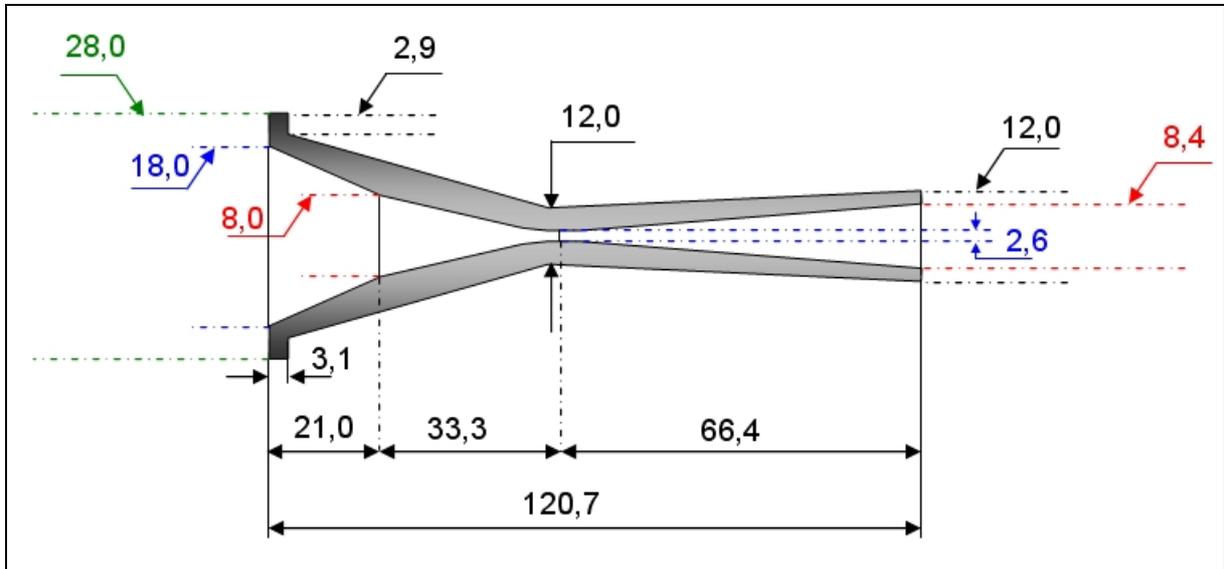


Figure II-4 : Dimensions caractéristiques de la tuyère utilisée

L'injection de poudre est faite axialement 34 mm en amont de la gorge de la tuyère par un tube en acier inoxydable de diamètre interne 2,4 mm.

## II.2 Dispositif de chauffage de poudre

Afin de pouvoir moduler la température d'introduction des particules dans le jet supersonique, un dispositif de chauffage est ajouté entre le distributeur de poudre et le pistolet de projection.

Augmenter la température des particules peut se faire par plusieurs méthodes. Du fait de leur caractère métallique, les poudres projetées peuvent être chauffées directement par courant inductif. Cependant leur vitesse élevée de circulation dans le tube avant injection (supérieure à 50 m/s) rend l'opération difficilement réalisable. Une solution permettant un transfert de chaleur plus efficace aux particules serait de les faire passer au travers d'un plasma inductif. La pression de gaz porteur rend malheureusement impossible l'établissement et la stabilisation d'une colonne plasma.

La dernière solution est de chauffer le gaz porteur pour qu'il communique ses calories aux particules qu'il transporte. C'est la solution la plus simple à mettre en œuvre. Le gaz porteur est chauffé de la même manière que le gaz propulseur : par effet joule. La réalisation du dispositif (Figure II-5) a été effectuée par la société E.C.P.

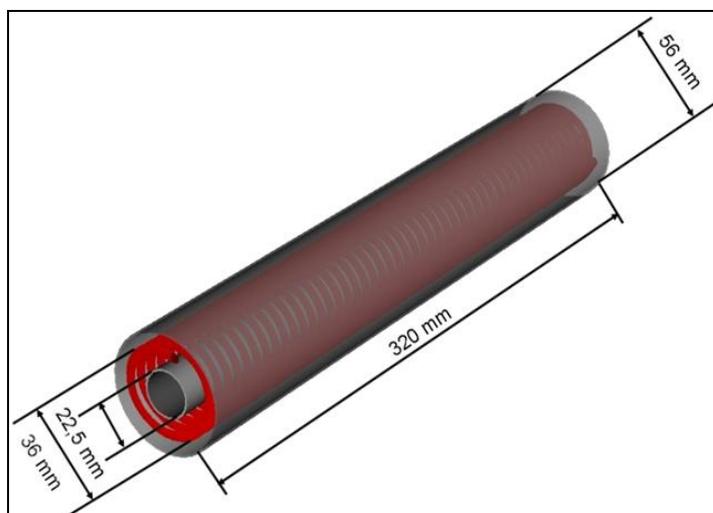


Figure II-5 : Schéma du dispositif de chauffage des particules

Un tube en acier inoxydable de diamètre intérieur 2,98 mm et de longueur 6 mètres est enroulé autour d'un tube en acier réfractaire pour former un solénoïde d'environ 32 cm de longueur sur 36 mm de diamètre (environ 47 spires). Un deuxième tube en acier permet de protéger le solénoïde. L'espace laissé entre les deux tubes et le solénoïde est comblé par une laine minérale isolante qui limite les pertes calorifiques.

L'appareil est placé aussi près que possible de l'injecteur de poudre toujours pour limiter les pertes calorifiques.

Le branchement électrique au générateur de courant est fait à la base du solénoïde. Un deuxième câble permet de relier le système à la masse. Un tube en céramique permet d'isoler électriquement le distributeur de poudre du système de chauffage (Figure II-6).

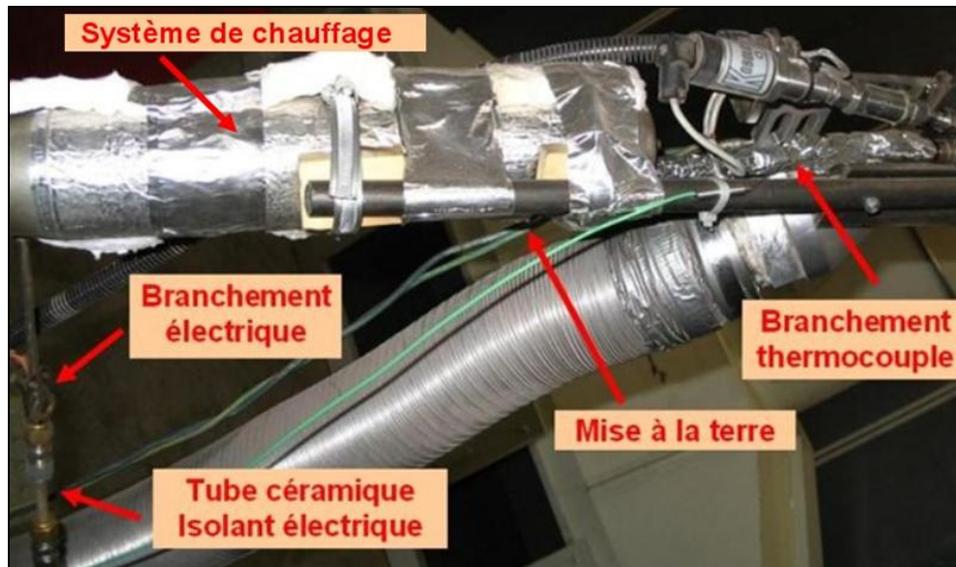


Figure II-6 : Photographie du montage de chauffage des particules

Le générateur utilisé permet d'obtenir un courant de 38V avec une intensité maximal de 42A. La résistivité de l'acier inoxydable augmentant en même temps que sa température, l'intensité maximale utilisable décroît à mesure que le système chauffe. Au-delà de 700°C l'intensité maximale n'est plus que d'environ 38A. Les températures atteintes par le gaz porteur en fonction de l'intensité du courant est résumé dans le Tableau II-1 :

Débit gaz porteur (m <sup>3</sup> /h)	Intensité (A)			
	10	20	30	38
3	66	238	501	735
4	60	198	445	680
5	52	162	370	610
6	41	142	311	521
7	40	127	274	451

Tableau II-1 : Température du gaz porteur (°C) en fonction de l'intensité du courant

## II.3 Caméra rapide SprayWatch

Le SprayWatch est un système de mesure de vitesse de particules commercialisé par la société OSEIR. Il associe une caméra CCD ultrarapide à une diode laser pulsée (Figure II-7).

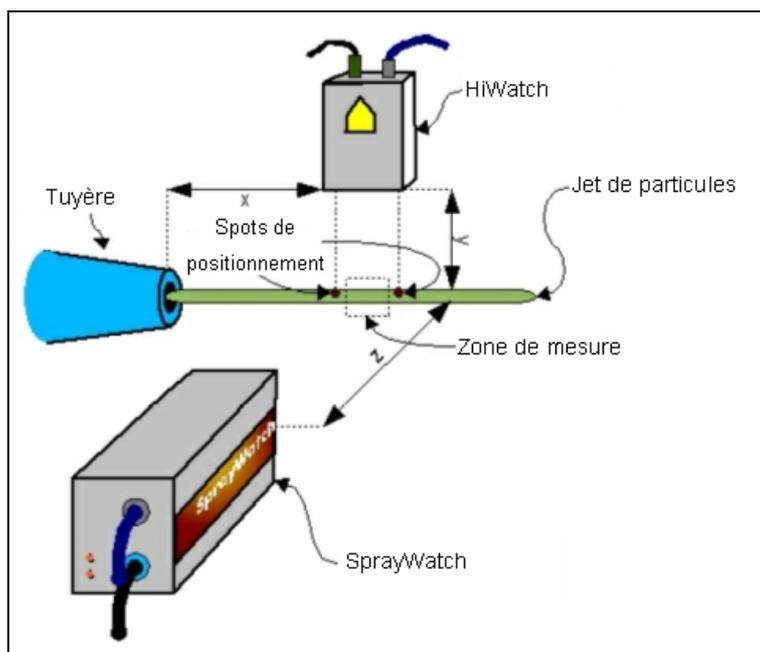


Figure II-7 : Schéma du montage permettant la mesure de vitesse de particules (source OSEIR)

La caméra est un modèle numérique de type CCD à obturateur rapide opérant sur 4096 niveaux de gris (Sensicam SVGA, PCO Allemagne reliée au PC par câble optique). Le capteur CCD possède 1280x1024 pixels (Sony ICX085AL, Japon). Son domaine spectral est 290-1000 nm, sa vitesse d'obturation varie de 100 ns à 10 ms et sa vitesse maximum d'enregistrement est de 7 images par seconde [VAT 01].

Au final, l'ensemble composé de centaines de milliers de photodétecteurs est capable de visualiser un volume de mesure d'environ 34x27x25 mm. Dans le cas du procédé P.D.F. cela suffit à couvrir l'intégralité de la hauteur du jet.

La diode laser (HiWatch) utilisée est en réalité formée par quatre barres contenant des centaines de semi-conducteurs montés en parallèle (puissance totale 160W). Cette géométrie particulière génère un faisceau de type feuillet qui permet d'éclairer une zone large. La feuille a une largeur d'environ 45 mm sur une épaisseur de 1,5 mm. Ce laser

(GaAs) émet dans des longueurs d'onde proches de l'infrarouge ( $808 \pm 5$  nm) qui permettent une meilleure visualisation avec la caméra CCD. La fréquence maximal d'émission des pulses laser est de 10 MHz (sur 8 pulsations laser), leur durée varie de 50 à 2000 ns [LAR 03, VAT 01].

La détection et la mesure de vitesse des particules se font de façon totalement automatisée. Les images numériques réalisées avec le dispositif sont traitées en temps réel par un ordinateur dédié au système qui fournit en permanence les résultats obtenus. L'algorithme de mesure est basé sur la production de trois pulses laser consécutifs durant le temps d'ouverture de l'obturateur de la caméra. Sur une même image on retrouve donc trois fois la même particule en trois points de l'espace. Connaissant le temps d'exposition et les dimensions de l'image, il est alors facile de mesurer la distance entre les positions successives de la particule et donc de calculer sa vitesse. L'ajustement de la durée d'une pulsation laser permet d'améliorer la définition de l'image de la particule.

## II.4 Nano duromètre

Les mesures de nano duretés ont été effectuées au laboratoire CSM Instruments SA (Suisse). La méthode utilisée pour mesurer la dureté des poudres et des dépôts respecte la norme ISO 14577. Un indenteur type Berkovich est enfoncé dans l'échantillon en appliquant une force qui augmente jusqu'à atteindre une valeur définie ; elle est alors retirée progressivement jusqu'à relaxation totale ou partielle du matériau (Figure II-8).

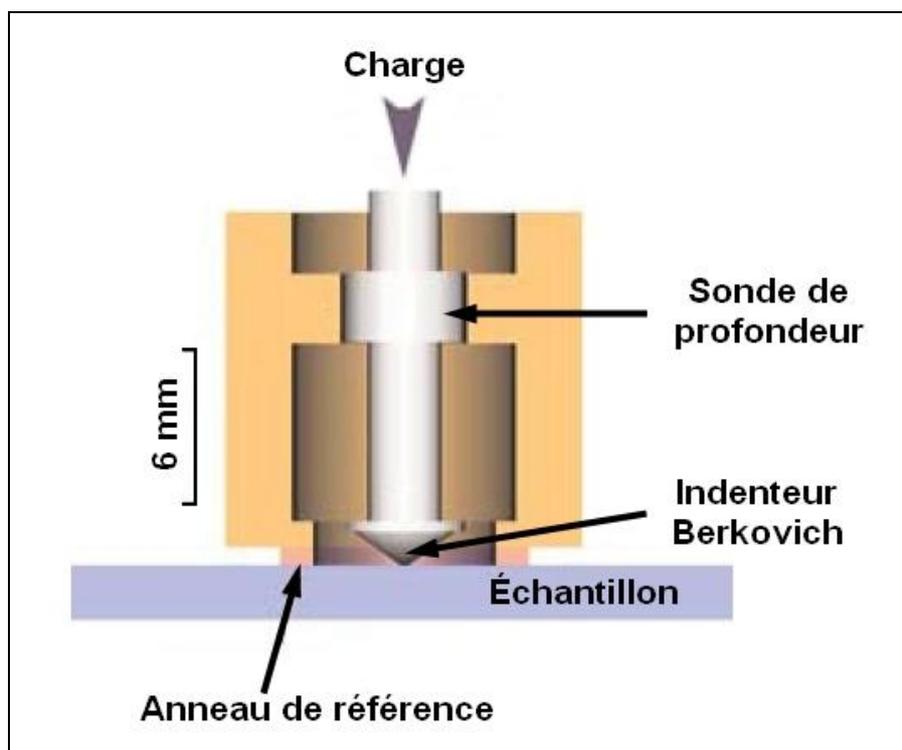


Figure II-8 : Schéma du dispositif de mesure d'un nano duromètre (source CSM Instruments)

La mesure de la profondeur de pénétration permet de calculer la dureté de l'échantillon comme suit :

La dureté Martens,  $HM$ , comme la force appliquée maximale,  $F_{max}$ , divisée par l'aire de contact,  $A_s$ . Pour cette charge [RAN 02] :

$$\text{Équation II-1 : } HM = \frac{F_{max}}{A_s}$$

La dureté Martens est définie pour des indenteurs de type Vickers et Berkovich, elle a aussi été auparavant appelée dureté universelle (HU). Pour un indenteur Berkovich de géométrie parfaite, la dureté Martens est donnée par :

$$\text{Équation II-2 : } HM = \frac{F}{A_s(h)} \approx \frac{F}{26,43h^2}$$

$$\text{Où } A_s(h) = \frac{3\sqrt{3} \cdot \tan a}{\cos a} \cdot h^2$$

Le paramètre  $a$  correspond à l'angle que font les faces de l'indenteur entre elles ( $65,03^\circ$  dans notre cas) et  $h$  représente la profondeur de pénétration. Des tables permettent de convertir aisément la dureté Martens en unité Vickers [RAN 02].

Durant le processus de décharge, la forme de la courbe de relaxation permet de calculer le module d'Young du matériau. Le module réduit,  $E_r$ , est donné par :

$$\text{Équation II-3 : } E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A_c}} S = \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A_c}} \frac{1}{C}$$

Qui peut être calculé en dérivant  $S$  (raideur de contact,  $S (=1/C)$ ) et  $A_c$  de la courbe d'indentation en utilisant la fonction d'aire.  $A_c$  étant l'aire de contact projetée.

Le module d'Young,  $E$ , peut être obtenu par:

$$\text{Équation II-4 : } \frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}$$

Où  $E_i$  et  $\nu_i$  sont respectivement le module d'Young de l'indenteur et  $\nu$  le coefficient de Poisson de l'échantillon testé.

La valeur extrêmement faible de la charge appliquée ne permet pas d'utiliser des masses classiques comme dans le cas du micro duromètre. Dans ce cas l'indenteur est monté sur un aimant entouré par une bobine dans laquelle passe un courant qui permet l'application de la force suivant les lois de Foucault [RAN 02].

## II.5 Poudres utilisées

Les poudres utilisées (Figure II-9) dans le cadre de nos travaux sont toutes de type atomisée (par eau ou par gaz) afin d'obtenir une morphologie quasi sphérique pour les particules. Cette technique de synthèse de poudre permet également d'éviter la formation de porosités au sein des grains.

Ces poudres ont pour caractéristique commune d'avoir une proportion importante de nickel dans leur composition. Leurs propriétés sont résumées dans le Tableau II-2.

	Nickel	NiCrAlY 1	NiCrAlY 2	CoNiCrAlY	Hastelloy C
<b>Granulométrie</b>					
Ø 10% (µm)	10,08	6,28	5,68	9,46	7,47
Ø 25% (µm)	14,20	9,05	9,04	13,29	9,44
Ø 50% (µm)	19,39	11,75	14,48	17,16	12,04
Ø 75% (µm)	25,64	14,35	21,45	20,86	14,94
Ø 90% (µm)	32,82	16,66	29,01	24,14	17,56
<b>Composition chimique</b>					
% Ni	99,9	56,9	66,40	31,7	58,93
% Cr	0	31	22,09	21	15,35
% Co	0	0	0	38,4	0,11
% Al	0	11,3	10,32	8,1	0
% Mo	0	0	0	0	16,5
% W	0	0	0	0	4,06
% Fe	0	0	0	0	4,95
% Y	0	0,6	1,19	0,6	0
<b>Propriétés mécaniques</b>					
Densité	8,90	7,62	7,62	7,99	9,52
HV <sub>0,025N</sub>	261	140	367	202	137
E (GPa)	39	16	43	41	30

Tableau II-2 : Propriétés des poudres utilisées

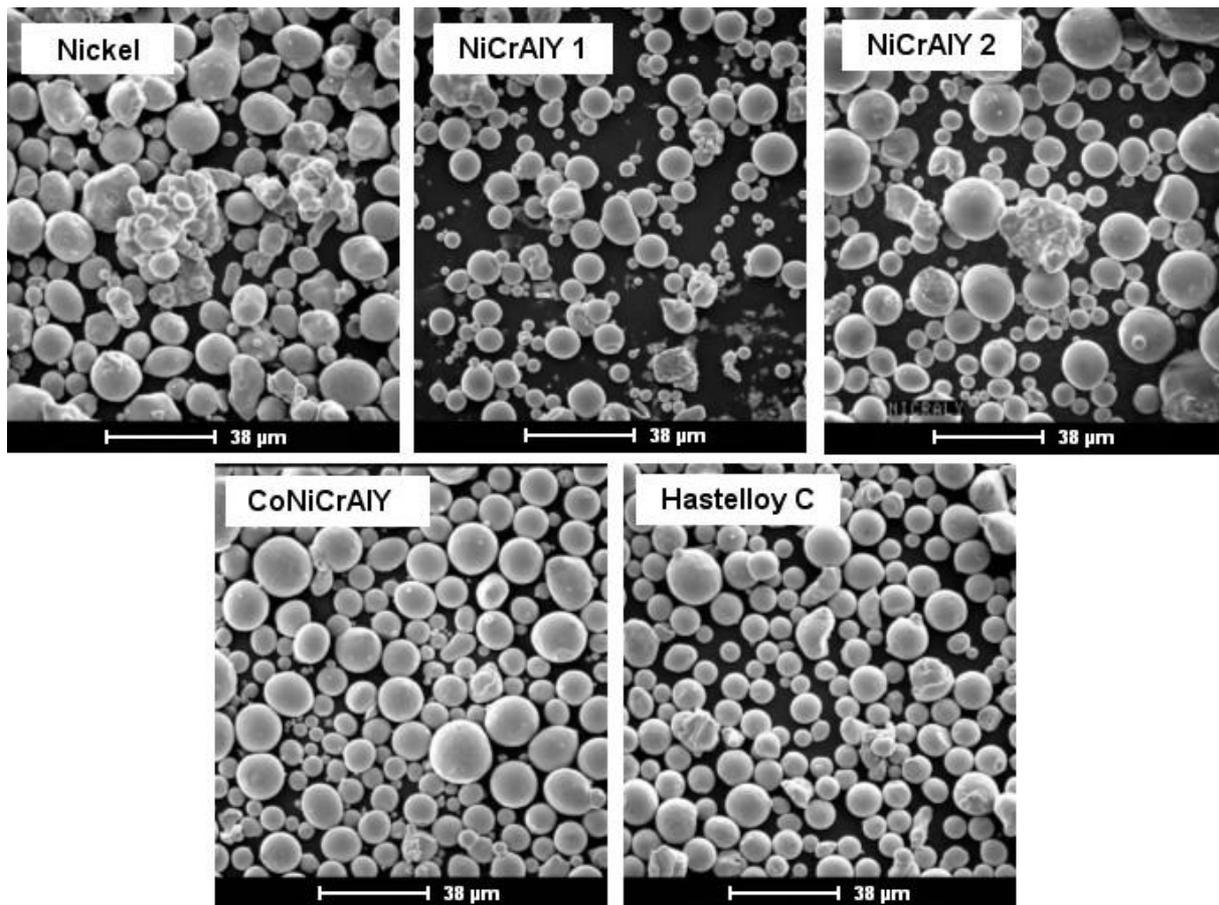
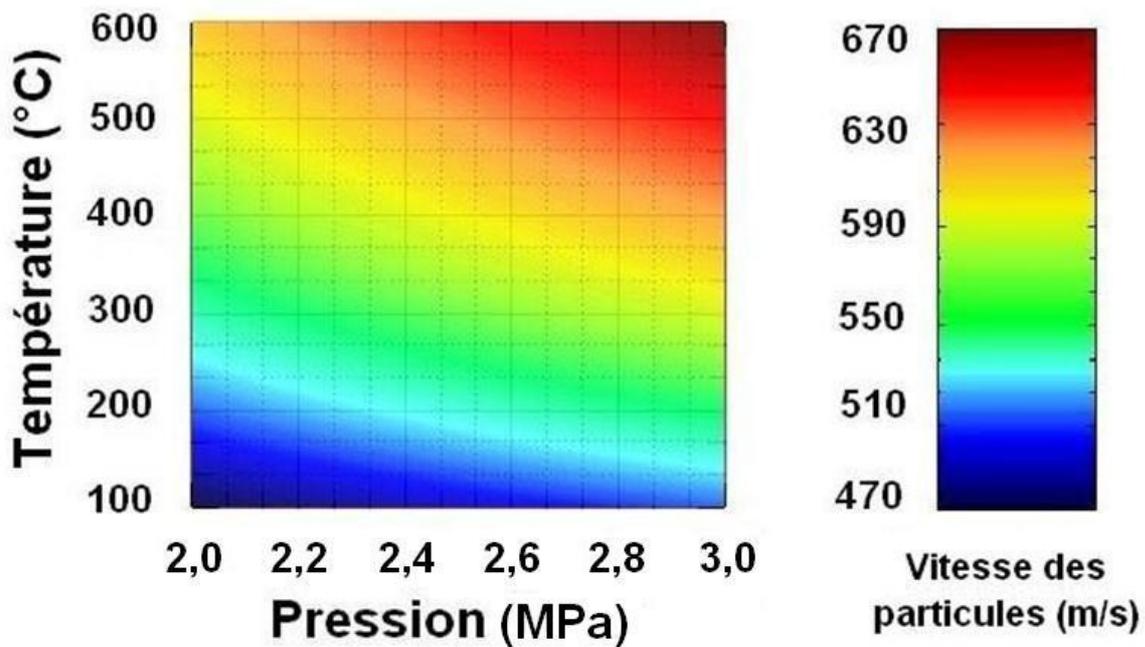


Figure II-9 : Images MEB des poudres utilisées

## II.6 Conclusion

Ce chapitre présente les montages expérimentaux industriels et les outils de diagnostique qui servent dans la suite de cette étude. Bien entendu, d'autres techniques bien connues et largement décrites dans d'autres travaux servent également. Il s'agit de la microscopie optique, de la microscopie électronique à balayage (M.E.B.), de la microdurométrie ainsi que des dispositifs de préparation pour l'observation métallographique (trancheuse, enrobeuse, polisseuse).

### III Modélisation de l'écoulement du flux gazeux et des particules injectées



Exemple de graphique 3D  $u_p=f(T_{0g}, P_{0g})$



La complexité des phénomènes et la nécessité de prévisions pour orienter les expériences, ou faire évoluer le matériel, ont conduit à développer une modélisation de deux types. L'une pour modéliser l'écoulement du flux dans une tuyère de De Laval en utilisant les équations isentropiques unidimensionnelles décrites au chapitre I.2.1.2. L'autre utilisant un modèle développé par Bertrand Jodoin à l'université d'Ottawa. Ce chapitre présente les résultats obtenus avec ces deux techniques.

## III.1 Modèles mathématiques permettant de modéliser les écoulements

### III.1.1 Théorie isentropique unidimensionnelle

Contrairement à une modélisation 2D, ces équations ne prennent pas en compte l'influence des parois de la tuyère sur l'écoulement et l'existence de choc interne.

#### III.1.1.1 Nombre de Mach

Le nombre de Mach se calcul grâce à l'équation (paragraphe I.2.1.2.d) qui lie le nombre de Mach  $M$  à  $A$ , l'aire de la section de tuyère :

$$\frac{A}{A_t} = \left(\frac{1}{M}\right) \left[ \left(\frac{2}{\gamma+1}\right) \left(1 + \frac{\gamma-1}{2} M^2\right) \right]^{\frac{\gamma+1}{2(\gamma-1)}} \quad (\text{Équation I-23})$$

où  $A_t$  est l'aire de la gorge de la tuyère,

$M$  le nombre de Mach et  $\gamma$  le rapport des chaleurs spécifiques.

#### III.1.1.2 Température de l'écoulement

$\frac{T_0}{T} = 1 + \frac{\gamma-1}{2} M^2$  (Équation I-27) où  $T$  est la température du gaz au point considéré de la tuyère,  $T_0$  est la température d'introduction du gaz dans la tuyère,  $M$  le nombre de Mach et  $\gamma$  le rapport des chaleurs spécifiques.

### III.1.1.3 Densité de l'écoulement

$\frac{\rho_0}{\rho} = \left(1 + \frac{\gamma-1}{2} M^2\right)^{\frac{1}{\gamma-1}}$  (Équation I-28) où  $\rho$  est la densité du gaz au point considéré de la tuyère,  $\rho_0$  est la densité d'introduction du gaz dans la tuyère,  $M$  le nombre de Mach et  $\gamma$  le rapport des chaleurs spécifiques.

### III.1.1.4 Pression de l'écoulement

$\frac{p}{p_t} = \left(\frac{\gamma+1}{2 + (\gamma-1)M^2}\right)^{\frac{\gamma}{\gamma-1}}$  (Équation I-25) où  $p$  est la pression du gaz au point considéré de la tuyère,  $p_t$  est la pression du gaz au col sonique de la tuyère,  $M$  le nombre de Mach et  $\gamma$  le rapport des chaleurs spécifiques.

### III.1.1.5 Vitesse de l'écoulement

La vitesse  $u_g$  du gaz dans la tuyère se calcule simplement en utilisant le nombre de Mach  $M$  caractéristique de la tuyère, le rapport des chaleurs spécifiques  $\gamma$ , la constante spécifique  $R$  du gaz et sa température  $T$  au point considéré.

$u_g = M\sqrt{\gamma RT}$  (Équation I-29) Ici :  $R = 296,78 \text{ J.K}^{-1}.\text{kg}^{-1}$  pour l'azote et  $R = 2007,15 \text{ J.K}^{-1}.\text{kg}^{-1}$  pour l'hélium.

### III.1.1.6 Vitesse des particules

La vitesse  $u_p$  des particules est donnée par l'approximation d'Alkhimov qui est définie empiriquement sur la base des équations isentropiques unidimensionnelles (chapitre I.2.2.1.a).

$$u_p = \frac{u_g}{1 + 0,85 \sqrt{\frac{d_p}{x}} \sqrt{\rho_p \frac{u_g^2}{p_0}}} \quad (\text{Équation I-36, Approximation d'Alkhimov}).$$

Ici  $p_0$  est la pression d'introduction du gaz,  $u_g$  est la vitesse du gaz en sortie de tuyère,  $d_p$  le diamètre des particules,  $\rho_p$  la masse volumique des particules,  $x$  la distance injecteur-sortie de tuyère.

## III.1.2 Modèle mathématique 2D

Une modélisation 2D utilisant un code de calcul spécifique a été menée en collaboration avec Bertrand Jodoin de l'Université d'Ottawa. Le modèle mathématique utilisé pour modéliser le flux gazeux chargé en particules est présenté ci-dessous.

Nomenclature du chapitre III.1.2			
A	Surface de la section de tuyère (m <sup>2</sup> )	p <sub>0</sub> :	Pression d'introduction du gaz (Pa)
A <sub>t</sub>	Surface de la section de la gorge de tuyère (m <sup>2</sup> )	Pr <sub>t</sub> :	Nombre de Prandtl turbulent
A <sub>p</sub>	Surface projetée de la particule (m <sup>2</sup> )	q <sub>ij</sub>	Flux de chaleur laminaire (W/m <sup>2</sup> )
a	Vitesse du son (m/s)	q <sub>TJ</sub>	Flux thermique turbulent (W/m <sup>2</sup> )
C <sub>z1</sub>	Coefficient de fermeture	R	Constante spécifique des gaz (J/kg.K)
C <sub>z2</sub>	Coefficient de fermeture	S <sub>ij</sub>	Tenseur de contrainte
C <sub>μ</sub>	Coefficient de fermeture	t	Temps (s)
C <sub>D</sub>	Coefficient de traînée	T <sub>0</sub>	Température d'introduction du gaz (K)
E	Énergie interne spécifique (J/kg)	u <sub>i</sub>	Vitesse (m/s)
H	Enthalpie spécifique (J/kg)	u <sub>p</sub>	Vitesse de particule (m/s)
k	Énergie cinétique spécifique de turbulence (J/kg)	u <sub>g</sub>	Vitesse du gaz (m/s)
m	Masse de la particule (kg)	u <sub>z</sub>	Composante vitesse axiale (m/s)
$\dot{m}$	Débit massique de gaz (kg/s)	u <sub>θ</sub>	Vitesse angulaire (m/s)
M	Nombre de Mach	x <sub>j</sub>	Coordonnée d'espace indépendante (m)
p	Pression du gaz (Pa)	δ	Épaisseur de choc (m)
λ	Premier coefficient de viscosité (N.s/m <sup>2</sup> )	μ <sub>t</sub>	Viscosité turbulente (N.s/m <sup>2</sup> )
μ	Second coefficient de viscosité (N.s/m <sup>2</sup> )	σ <sub>k</sub>	Coefficient de fermeture
ε	Dissipation de l'énergie turbulente spécifique (J/kg)	σ <sub>z</sub>	Coefficient de fermeture
ρ <sub>g</sub>	Masse volumique du gaz (kg/m <sup>3</sup> )	ν	Viscosité cinématique (m <sup>2</sup> /s)
τ <sub>ij</sub>	Tenseur de contrainte de cisaillement	γ	Rapport des chaleurs spécifiques

Tableau III-1 : Liste des symboles utilisés par le modèle mathématique

### III.1.2.1 Hypothèses

Les hypothèses suivantes sont utilisées pour le modèle mathématique décrivant le flux gazeux et le mouvement des particules en son sein.

1) Le flux obéit aux lois de la continuité et est considéré comme un fluide visqueux Newtonien.

2) Le comportement du fluide est localement celui d'un fluide à l'équilibre thermodynamique, la relation de Stokes ( $3\lambda+2\mu=0$ ) est donc valable ; il en découle que les contraintes peuvent

être exprimées par le tenseur  $2\mu S_{ij}$  où  $S_{ij} = \frac{1}{2} \left( \frac{\partial u_i}{\partial x_j} + \frac{\partial u_j}{\partial x_i} \right)$ .

3) Le gaz respecte la loi des gaz parfaits.

4) Le flux gazeux est compressible et turbulent.

5) L'hypothèse de Morkovin est utilisée. L'influence des fluctuations de masse volumique du gaz sur la structure des turbulences demeure toujours faible et peut donc être négligée. En conséquence, les équations de Navier-Stokes sont utilisées pour décrire le champ de flux et les modèles de turbulence restent valables pour les valeurs empiriques issues d'expériences sur des flux incompressibles.

6) Les corrélations triples de turbulence sont présumées négligeables comparées aux corrélations doubles.

7) L'hypothèse de Boussinesq est utilisée. En conséquence, la quantité de mouvement turbulent et les flux de chaleur qui apparaissent dans le processus de moyennage de Reynolds sont de la même forme que les flux laminaires, et sont donc liés au flux moyen par la viscosité tourbillonnaire et la conductivité.

8) Le modèle de turbulence  $k-\varepsilon$  est utilisé, malgré son inadéquation avec des flux à gradient de pression défavorable. Ici, le flux dans la tuyère devrait présenter un gradient de pression favorable alors que, dans le même temps, le jet libre (hors de la tuyère) devrait présenter des zones à gradient de pression défavorable. Néanmoins, la distance tuyère-substrat étant relativement faible, on peut considérer que la zone de gradient de pression défavorable (jet libre) a un effet négligeable sur l'accélération/décélération des particules. Celles-ci ont en effet une taille et une masse relativement élevées. Le modèle de turbulence  $k-\varepsilon$  peut donc être appliqué au cas de la modélisation du procédé.

9) La géométrie de la tuyère est considérée comme bidimensionnelle et axisymétrique.

10) L'effet de la charge en particule sur le champ de flux est négligeable et les interactions entre particules ne sont pas prises en compte.

11) Parmi tous les facteurs qui influencent le mouvement des particules, seule la force d'entraînement joue un rôle prépondérant. Les autres facteurs sont négligés.

12) Les particules injectées sont considérées comme sphériques.

### III.1.2.2 Modèle aérodynamique de l'écoulement

Compte tenu des hypothèses précédentes, les équations de continuité, de quantité de mouvement, et de conservation de l'énergie sont utilisées dans leur forme générale conservative de Reynolds dans le but de tenir compte des effets de la turbulence dans le champ de flux et de s'assurer de respecter les bilans locaux (peut importe les schémas numériques utilisés). Elles sont exprimées comme suit :

$$\text{Équation III-1 : } \frac{\partial \rho}{\partial t} + \frac{\partial}{\partial x_i} (\rho u_i) = 0$$

$$\text{Équation III-2 : } \frac{\partial}{\partial t} (\rho u_i) + \frac{\partial}{\partial x_j} (\rho u_j u_i) = -\frac{\partial p}{\partial x_i} + \frac{\partial}{\partial x_j} [2\mu S_{ji} + \tau_{ij}]$$

$$\text{Équation III-3 : } \frac{\partial}{\partial t} (\rho E) + \frac{\partial}{\partial x_j} (\rho u_j H) = \frac{\partial}{\partial x_j} [-q_{Lj} - q_{Tj}] + \frac{\partial}{\partial x_j} [u_i (2\mu S_{ij} + \tau_{ij})]$$

$$\text{où } \tau_{ij} = -\overline{\rho u'_i u'_j} \text{ et } q_{Tj} = -\frac{\mu_T}{Pr_T} \frac{\partial H}{\partial x_j}.$$

Un modèle à deux équations, le modèle  $k-\varepsilon$  est utilisé pour compléter le système d'équations. Le modèle utilise la viscosité turbulente de Boussinesq ( $\tau_{ij}=2\mu_T S_{ij}$ ) et incorpore les effets non locaux et l'historique du flux. L'équation de l'énergie cinétique turbulente est donnée par :

$$\text{Équation III-4 : } \frac{\partial(\rho k)}{\partial t} + \frac{\partial(\rho u_j k)}{\partial x_j} = \tau_{ij} \frac{\partial u_i}{\partial x_j} - \rho \varepsilon + \frac{\partial}{\partial x_j} \left[ (\mu + \mu_T / \sigma_k) \frac{\partial k}{\partial x_j} \right]$$

$$\text{avec } k = \frac{1}{2} \overline{u'_i u'_i} \text{ et } \varepsilon = \nu \overline{\frac{\partial u'_i}{\partial x_k} \frac{\partial u'_i}{\partial x_k}}$$

Le taux de dissipation de la turbulence est donné par:

$$\text{Équation III-5 : } \frac{\partial(\rho \varepsilon)}{\partial t} + \frac{\partial(\rho u_j \varepsilon)}{\partial x_j} = C_{\varepsilon 1} \frac{\varepsilon}{k} \tau_{ij} \frac{\partial u_i}{\partial x_j} - C_{\varepsilon 2} \rho \frac{\varepsilon^2}{k} + \frac{\partial}{\partial x_j} \left[ (\mu + \mu_T / \sigma_\varepsilon) \frac{\partial \varepsilon}{\partial x_j} \right]$$

Pour le modèle  $k-\varepsilon$ , les coefficients sont respectivement :  $C_{z1}=1,44$ ,  $C_{z2}=1,92$ ,  $C_\mu=0,09$ ,  $\sigma_k=1,0$  et  $\sigma_\varepsilon=1,3$ .

Ces coefficients ont été introduits en remplaçant les corrélations inconnues issues de l'opération de moyennage des équations par des expressions algébriques impliquant turbulence et propriétés moyennes connues du flux.

La viscosité turbulente est donnée par:

$$\text{Équation III-6 : } \mu_T = \frac{\rho C_\mu k^2}{\varepsilon}$$

La relation des gaz parfaits utilisée ici est :  $p = (\gamma - 1)\rho E$

### **III.1.2.2.a Modèle concernant la particule**

Le mouvement de la particule est suivi en utilisant la deuxième loi du mouvement de Newton dans un système Eulérien-Lagrangien. L'équation du mouvement décrivant la vitesse d'une particule s'exprime comme suit :

$$\text{Équation III-7 : } m \frac{du_p}{dt} = \frac{C_D A_p \rho_g (u_g - u_p)^2}{2}$$

Le coefficient de traînée est issu d'un travail récent généralement utilisé dans les travaux de modélisation concernant le procédé P.D.F.

### **III.1.2.2.b Conditions limites**

Le domaine numérique est divisé en deux blocs, un pour l'intérieur de la tuyère et le deuxième pour le jet libre. Pour le flux visqueux tridimensionnel, cinq conditions limites doivent être imposées au flux subsonique entrant tandis que quatre conditions limites sont requises pour décrire le flux supersonique sortant. Deux conditions supplémentaires doivent être fournies pour les propriétés de la turbulence. Pour se soustraire au comportement des couches limites non physiques, les conditions doivent contenir au plus une dérivée de premier ordre et être définies de telle façon qu'elles puissent être assimilées à une forme numérique extrapolée de condition limite, pour une viscosité tendant vers zéro.

Les conditions limites sont données dans le Tableau III-2:

	Entrée	Sortie	Paroi
$u_z$	Extrapolé	Extrapolé	0
$u_r$	0	Extrapolé	0
$u_\theta$	0	0	0
$p$	Connu	Connu	Extrapolé
$T$	Connu	Connu	Extrapolé
$k$	Connu	Extrapolé	Connu
$\varepsilon$	Connu	Extrapolé	Connu

Tableau III-2 : Conditions limites du modèle mathématique

Les particules sont injectées axialement à vitesse faible (mesurée expérimentalement) à vitesse radiale nulle.

### III.1.2.3 Aspects numériques

#### III.1.2.3.a Maillage du système

Une transformation de l'espace physique en espace numérique est effectuée pour améliorer le fonctionnement et la précision du système et pour faciliter la détermination des différentes conditions limites. Un générateur de grille elliptique est utilisé puisque chaque bloc de l'espace physique est connecté de façon simple. Le générateur résout le problème de Dirichlet de l'équation de Laplace. Cela garantit que le maillage est un pour un et que la distribution de la grille est quasi-orthogonale, lisse et a une obliquité minimum. Une transformation semblable est appliquée aux équations qui régissent le système, qui sont alors résolues dans l'espace numérique.

#### III.1.2.3.b Méthode numérique et procédure

L'équation de continuité est hyperbolique dans l'espace et le temps tandis que l'équation de quantité de mouvement et d'énergie est parabolique dans l'espace et le temps, faisant du système couplé des équations de Navier-Stokes un système hybride. En même temps, les équations  $k-\varepsilon$  sont paraboliques dans l'espace et le temps. La distance  $\delta$  au delà de laquelle a lieu le choc de transition est de l'ordre de  $v/[a(M-1)]$ . Il en découle qu'une structure interne survient au-delà d'une épaisseur  $\delta$ . Cependant, cette épaisseur est très fine

(quelques microns ici) et il n'est pas possible de résoudre numériquement jusqu'à ces échelles les équations décrivant l'écoulement. Pour toutes ces raisons, une méthode par différence finie est utilisée puisque c'est la méthode employée avec succès depuis des années dans ce genre de travaux. Les contraintes de cisaillement et la conduction thermique sont discrétisées de façon centrée puisqu'elles correspondent à des effets de diffusion.

Une difficulté supplémentaire liée à l'utilisation du modèle  $k-\varepsilon$  standard vient du fait que les équations deviennent numériquement instables quand elles sont appliquées au niveau de la paroi. Pour résoudre ce problème, une approche bicouche est incorporée. C'est-à-dire que les équations pour  $k$  et  $\varepsilon$  sont employées dans la région externe située en dessous de la sous-couche visqueuse. Pour un écoulement typique de paroi, cela correspond à une gamme de  $y^+$  de 30 à 50. Dans la région adjacente à la surface, les fonctions de paroi sont utilisées.

Les équations de mouvement des particules sont résolues en utilisant la solution d'écoulement en tuyère convergée.

## III.2 Application des modèles mathématiques à la tuyère utilisée

### III.2.1 Calcul du nombre de Mach

Sachant que  $\gamma$  vaut 1,4 (7/5) pour l'azote et 1,66 (5/3) pour l'hélium, la théorie isentropique unidimensionnelle permet d'obtenir les équations qui correspondent à l'utilisation de ces deux gaz.

Application numérique au cas de l'azote :

$$\text{Équation III-8 : } \frac{A}{A_t} = \frac{125}{216M} + \frac{75}{216}M + \frac{15}{216}M^3 + \frac{1}{216}M^5$$

Application numérique au cas de l'hélium :

$$\text{Équation III-9 : } \frac{A}{A_t} = \frac{9}{16M} + \frac{6}{16}M + \frac{M^3}{16}$$

Où  $A_t$  est l'aire de la gorge de la tuyère,  $M$  le nombre de Mach et  $\gamma$  le rapport des chaleurs spécifiques.

Dans le cas de la tuyère utilisée,  $d_e$  (le diamètre de sortie de tuyère) vaut 8,4 mm et  $d_t$  (diamètre au niveau du col) vaut 2,6 mm. Le rapport  $A/A_t$  vaut donc 10,44 en sortie de tuyère.

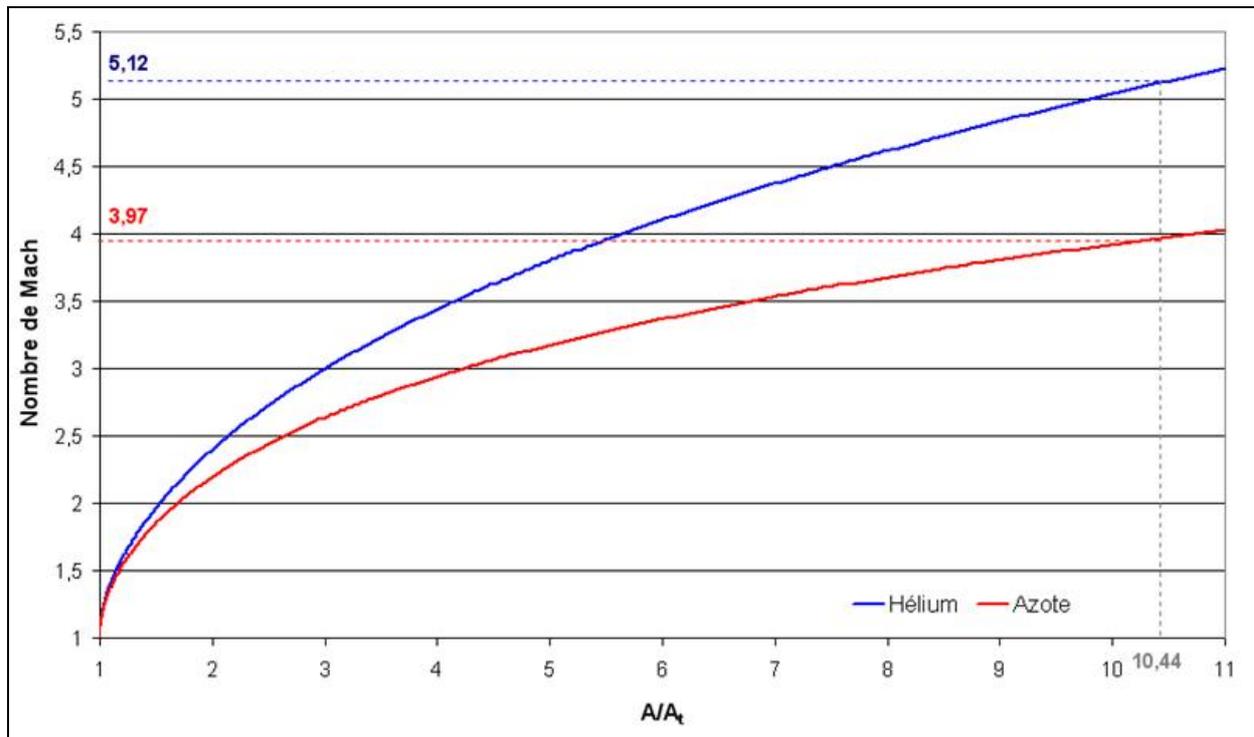


Figure III–1 : Valeur du nombre de Mach en fonction du rapport des aires de sections de tuyère

Après résolution des équations précédentes par une méthode graphique (Figure III–1), il apparaît qu'en sortie de tuyère le nombre de Mach vaut **3,97** en utilisant de l'azote et **5,12** avec l'hélium.

La modélisation 2-D [JOD 05, JOD(1) 05], permet de visualiser les effets de paramètres non pris en compte dans les équations isentropiques utilisées ici. Les Figure III–2 et Figure III–3 présentent l'évolution du nombre de mach dans la zone proche de la sortie de la tuyère puis dans le jet libre. On note que, du fait de l'apparition d'une onde de choc en amont de la sortie de tuyère, le nombre de Mach n'atteint jamais les valeurs calculées par le modèle isentropique (**3,82** au lieu de 3,97 en azote et **4,07** au lieu de 5,12 avec l'hélium)

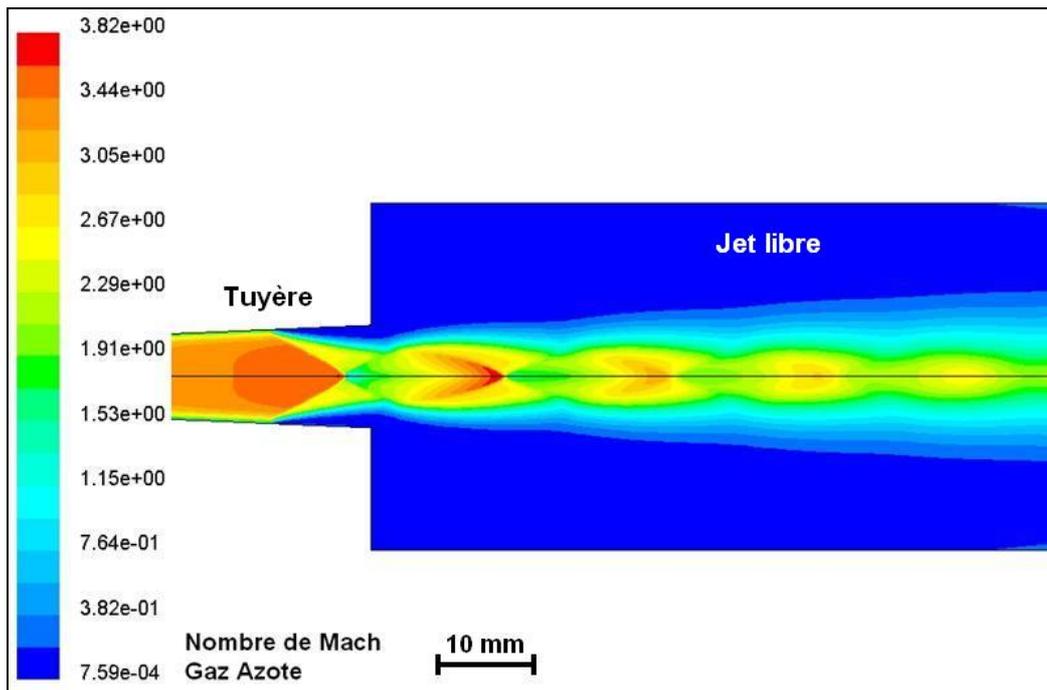


Figure III-2 : Évolution du nombre de Mach en sortie de tuyère (Gaz azote)

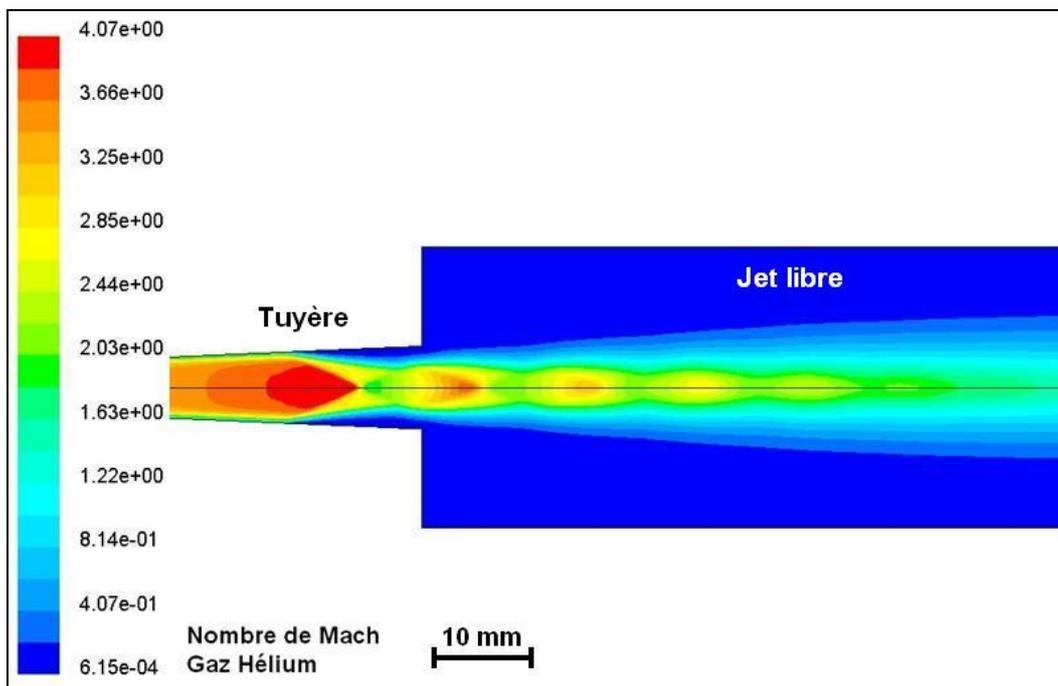


Figure III-3 : Évolution du nombre de Mach en sortie de tuyère (Gaz hélium)

## III.2.2 Modélisation de l'écoulement

Connaissant le nombre de mach, on peut alors appliquer d'autres équations (paragraphe I.2.1.2.d) au cas spécifique de la zone de sortie de tuyère :

### III.2.2.1 Température de l'écoulement

La théorie isentropique unidimensionnelle donne en sortie de tuyère :

$$\text{Équation III-10 : } \frac{T_0}{T_e} = 4,15 \text{ en azote et}$$

$$\text{Équation III-11 : } \frac{T_0}{T_e} = 9,74 \text{ en hélium.}$$

Ici  $T$  est la température du gaz au point considéré de la tuyère,  $T_e$  est la température du gaz en sortie de tuyère,  $T_0$  est la température d'introduction du gaz dans la tuyère.

On notera que, quel que soit le gaz utilisé, dans la gamme de température utilisée en P.D.F. (293-923 K), la température en sortie de tuyère est toujours négative si on l'exprime en degrés celsius (Figure III-4 et Figure III-5). Ce résultat numérique surprenant coïncide avec des résultats trouvés dans la littérature (notamment les travaux menés à Hambourg et Nagano [SAK 02, STOL 00]) ainsi qu'avec les valeurs données par des modèles mathématiques plus complexes, comme ceux utilisés par le logiciel FLUENT. Les différents chocs obliques qui se créent en aval de la tuyère vont permettre au gaz de retrouver rapidement une température positive (dès le premier choc) puis de continuer à se réchauffer. D'après les travaux de Bertrand Jodoin, la température du gaz au niveau du substrat est finalement assez proche de celle qui est la sienne lorsqu'on l'introduit dans la tuyère. Avec la théorie isentropique unidimensionnelle, pour une température d'introduction du gaz de 500°C, sa température en sortie de tuyère est de **186 K** en azote et **79 K** en hélium. Cela représente une température environ **25 K** plus faible que celle calculé par la modélisation 2D. Cela vient du fait que cette dernière tient compte de la couche limite qui existe le long des parois et qui est plus chaude.

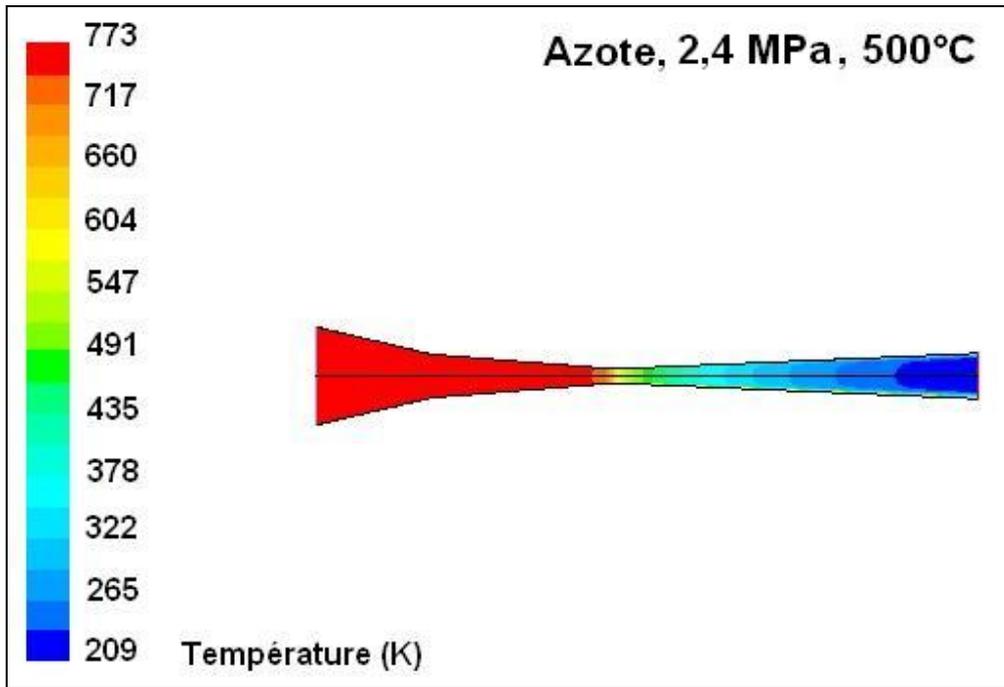


Figure III-4 : Évolution de la température dans la tuyère (gaz azote, modélisation B. Jodoin)

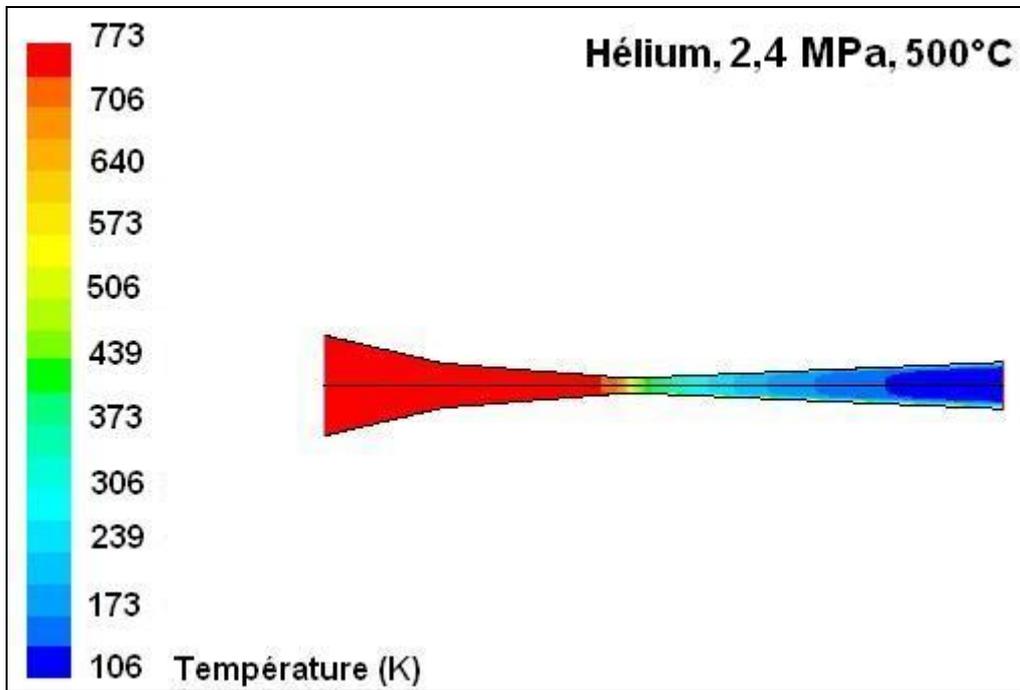


Figure III-5 : Évolution de la température dans la tuyère (gaz hélium, modélisation B. Jodoin)

### III.2.2.2 Densité et pression de l'écoulement

La théorie isentropique unidimensionnelle donne en sortie de tuyère :

$$\text{Équation III-12 : } \frac{\rho_0}{\rho_e} = 35,13 \text{ en azote et}$$

$$\text{Équation III-13 : } \frac{\rho_0}{\rho_e} = 30,38 \text{ en hélium.}$$

Ici  $\rho$  est la densité du gaz au point considéré de la tuyère,  $\rho_e$  est la densité du gaz en sortie de tuyère,  $\rho_0$  est la densité d'introduction du gaz dans la tuyère.

Concernant la pression du gaz, en sortie de tuyère, avec la théorie isentropique unidimensionnelle :

$$\text{Équation III-14 : } \frac{p_e}{p_t} = 0,013 \text{ en azote et}$$

$$\text{Équation III-15 : } \frac{p_e}{p_t} = 0,007 \text{ en hélium}$$

Ici  $p$  est la pression du gaz au point considéré de la tuyère,  $p_e$  est la pression du gaz en sortie de tuyère,  $p_t$  est la pression du gaz au col sonique de la tuyère.

La pression dans la tuyère est donc extrêmement faible par rapport à la pression d'introduction du gaz (Figure III-6 et Figure III-7). C'est particulièrement vrai dans le cas de l'hélium (Figure III-7).

Une modélisation permet d'obtenir les Figure III-6 et Figure III-7 qui présentent l'évolution de la pression au fil de l'écoulement.

Avec la modélisation 2D, dans le cas d'un gaz introduit à 2,4 MPa dans la tuyère, la pression à la sortie de cette dernière sera de **0,024** MPa en utilisant l'azote et seulement **0,016** MPa avec l'hélium. En utilisant la théorie isentropique unidimensionnelle on trouve **0,031** MPa en utilisant l'azote et **0,017** MPa avec l'hélium. Ce qui est proche des valeurs issues de la modélisation 2D.

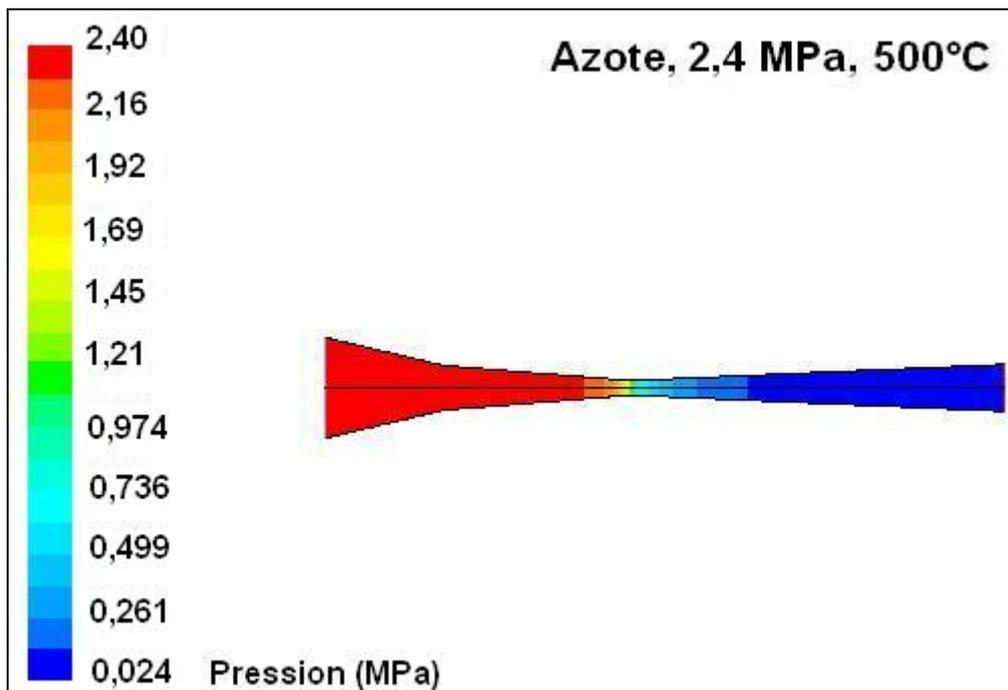


Figure III-6 : Évolution de la pression dans la tuyère (gaz azote, modélisation B. Jodoin)

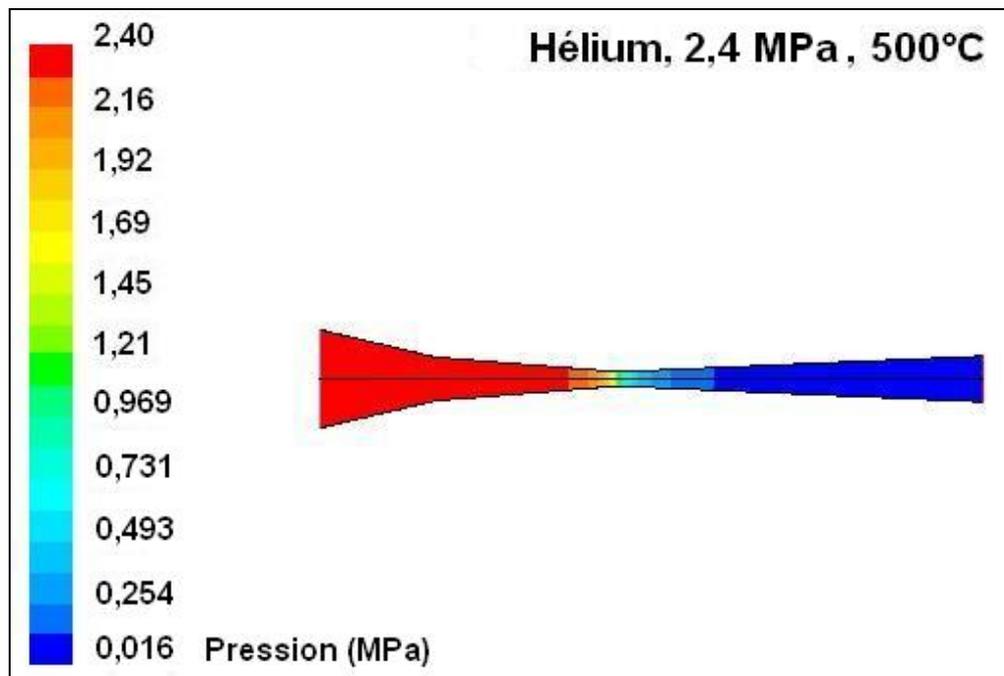


Figure III-7 : Évolution de la pression dans la tuyère (gaz hélium, modélisation B. Jodoin)

### III.2.2.3 Vitesse de l'écoulement

L'application de la théorie isentropique unidimensionnelle donne :

Équation III-16 :  $u_g = 39,72\sqrt{T_0}$  avec de l'azote et

Équation III-17 :  $u_g = 94,89\sqrt{T_0}$  avec l'hélium.

Où M est le nombre de Mach caractéristique de la tuyère,  $\gamma$  est le rapport des chaleurs spécifiques, R la constante spécifique du gaz et T sa température au point considéré.

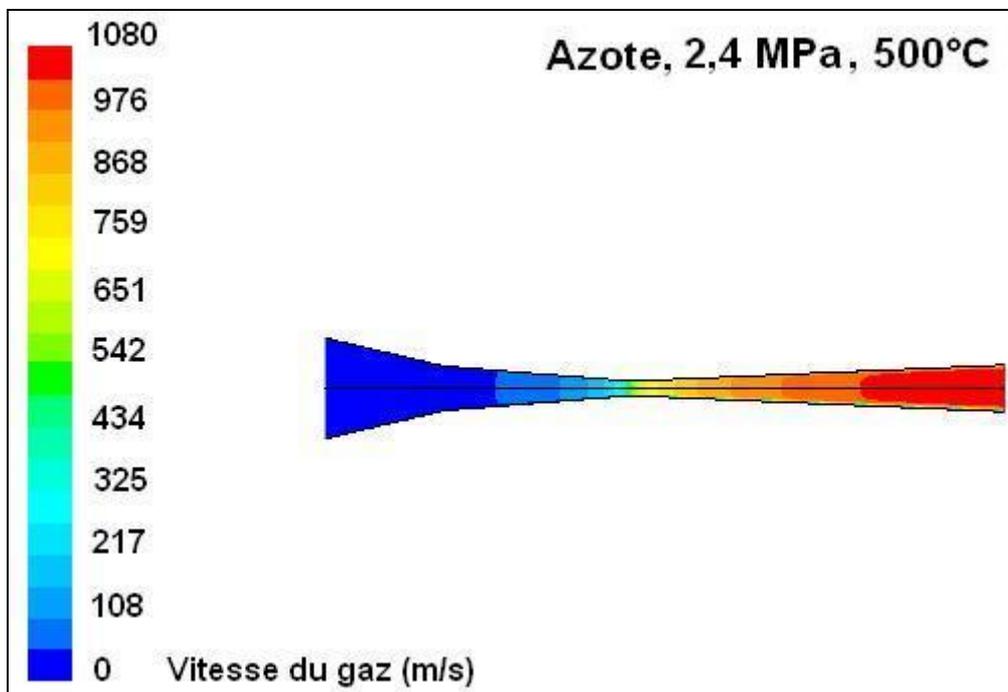


Figure III-8 : Isocontours de la vitesse du gaz azote dans la tuyère

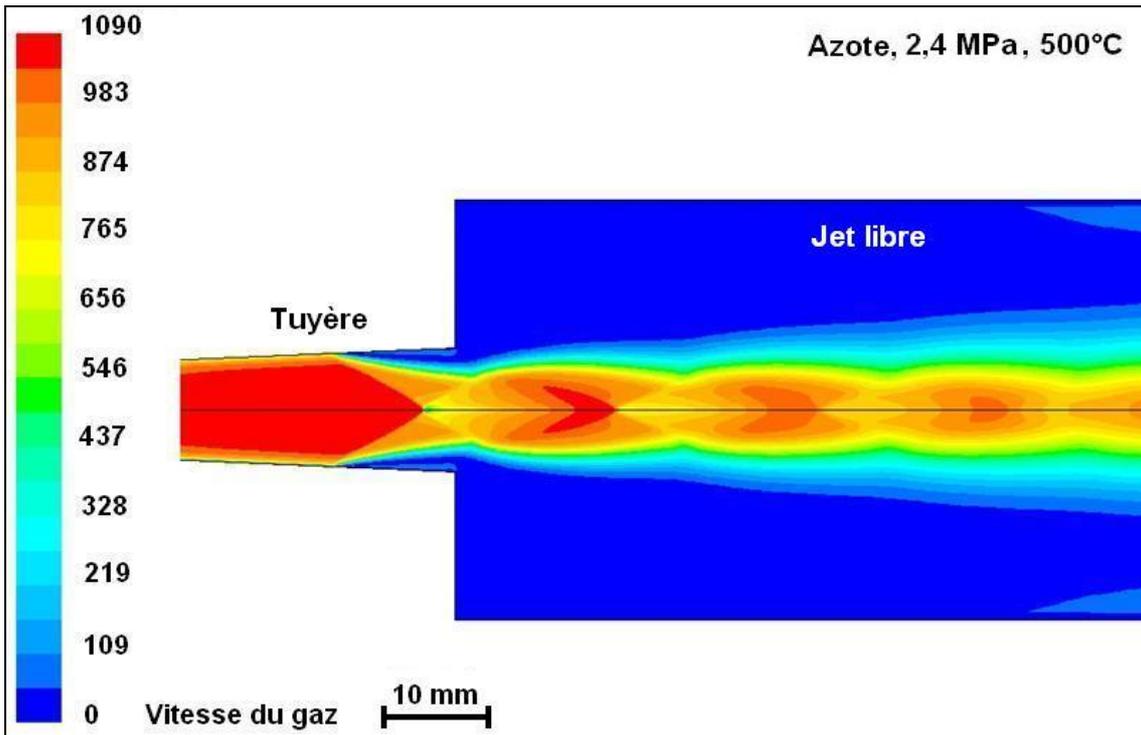


Figure III-9 : Isocontours de la vitesse du gaz azote en sortie et hors de la tuyère

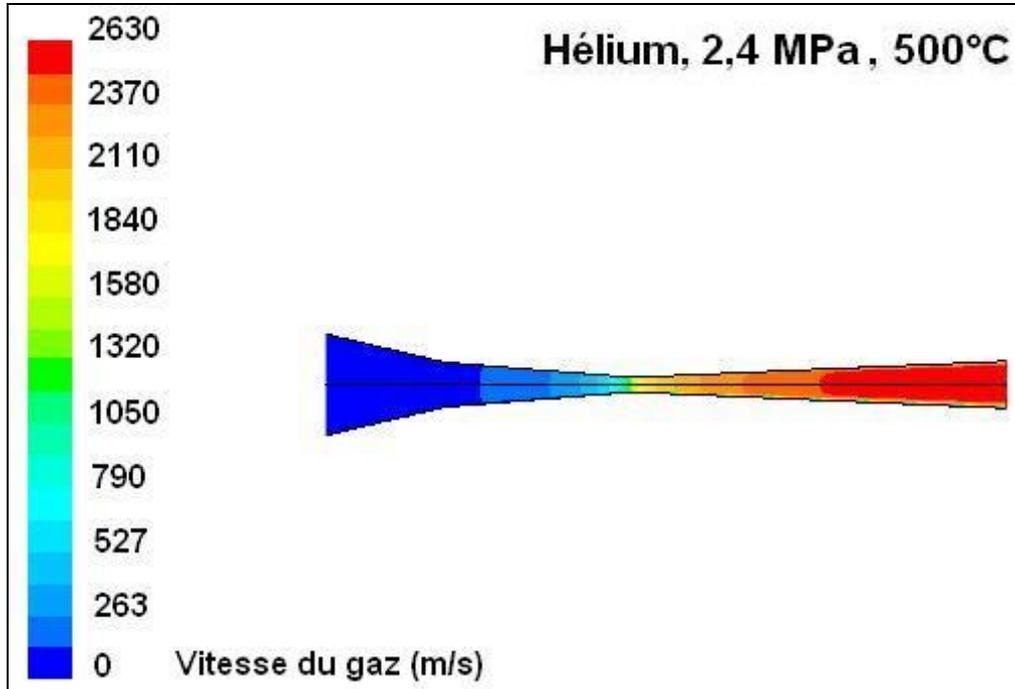


Figure III-10 : Isocontours de la vitesse du gaz hélium dans la tuyère

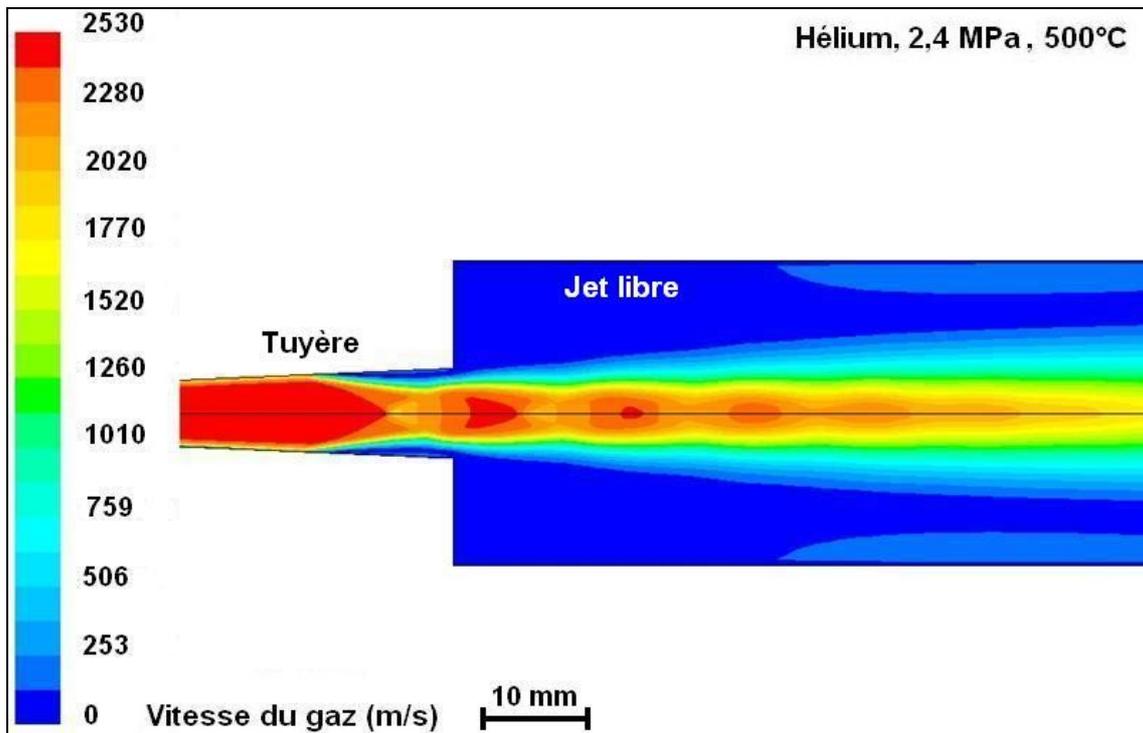


Figure III-11 : Isocontours de la vitesse du gaz hélium en sortie et hors de la tuyère

En sortie de tuyère, les vitesses calculées avec la théorie isentropique unidimensionnelle (2,4 MPa, 500°C) sont de **1104 m/s** avec l'azote comme gaz propulseur (**1090 m/s** avec la modélisation 2D) et de **2638 m/s** avec l'hélium comme gaz propulseur (**2530 m/s** avec la modélisation 2D). Ces valeurs sont donc assez proches de celles obtenues avec le modèle 2D compte tenu du fait que le phénomène d'onde de choc n'est pas pris en compte par la théorie isentropique unidimensionnelle.

Les Figure III-9 et Figure III-11 montrent clairement que la vitesse du gaz, comme ses autres propriétés physiques, est nettement influencée par l'existence de chocs obliques lorsque le jet pénètre dans l'atmosphère extérieure.

Le Tableau III-3 illustre les variations brutales de propriétés que subit le jet pour s'accommoder des conditions extérieures. Les calculs (modèle 2D) sont faits dans le cas de gaz dont la pression d'introduction dans la tuyère est de 2,4 MPa et sa température de 500°C.

	Azote		Hélium	
	Avant le choc oblique	Après le choc oblique	Avant le choc oblique	Après le choc oblique
Nombre de Mach du gaz	3,89	1,05	4,06	1,75
Vitesse du gaz (m/s)	1100	500	2530	1800
Pression du gaz (MPa)	0,02	0,78	0,025	0,325
Température du gaz (°C)	-53	377	-223	102
Masse volumique du gaz (kg/m <sup>3</sup> )	0,300	4,000	0,085	0,425

Tableau III-3 : Propriétés du flux gazeux avant et après le premier choc oblique quand le gaz est introduit à 2,4 MPa et 500°C dans la tuyère (modélisation 2D B. Jodoin)

## III.2.3 Modélisation du comportement des particules dans le jet

### III.2.3.1 Vitesse des particules

La caractéristique la plus importante de l'écoulement du mélange gaz-particules, en P.D.F., est la vitesse de ces dernières. En effet, c'est ce paramètre qui va déterminer si les particules peuvent dépasser la vitesse critique et donc adhérer.

La vitesse  $u_p$  des particules est donnée par l'approximation d'Alkhimov :

$$u_p = \frac{u_g}{1 + 0,85 \sqrt{\frac{d_p}{x}} \sqrt{\rho_p \frac{u_g^2}{p_0}}} \quad (\text{Équation I-36})$$

Cette équation étant définie empiriquement sur la base des équations isentropiques unidimensionnelles (chapitre I.2.2.1.a).

Ici  $p_0$  est la pression d'introduction du gaz,  $u_g$  est la vitesse du gaz en sortie de tuyère,  $d_p$  le diamètre des particules,  $\rho_p$  la masse volumique des particules,  $x$  la distance injecteur-sortie de tuyère.

Dans la Figure III–12, on considérera des particules de nickel parfaitement denses et sphériques de diamètre 19,4  $\mu\text{m}$  et de masse volumique 8900  $\text{kg/m}^3$ . Comme  $x$  représente la distance parcourue par la particule dans le jet, on prendra cette valeur égale à la distance sortie d’injecteur-sortie de tuyère soit  $102,7 \cdot 10^{-3}$  m. Le calcul est fait pour une pression de gaz en entrée de tuyère de 2,4 MPa.

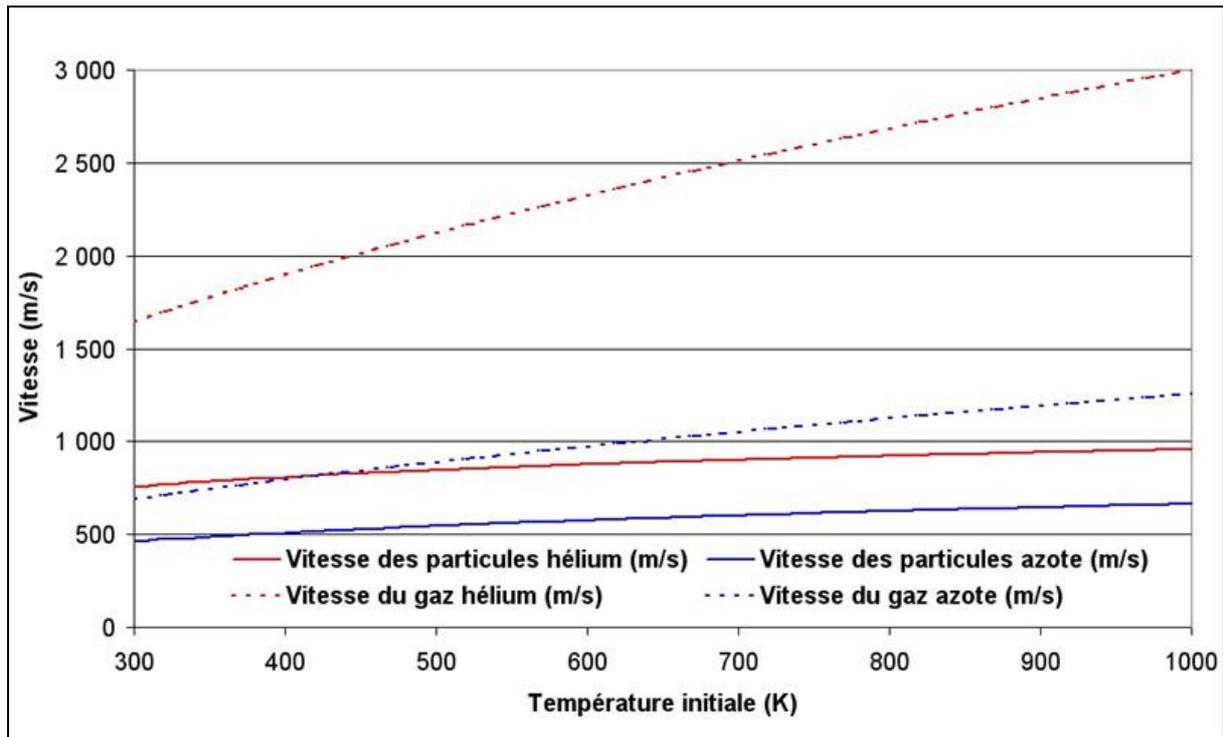


Figure III–12 : Évolution des vitesses de gaz et particules en sortie de tuyère en fonction de la température du gaz (hélium et azote, pression 2,4 MPa, particules de nickel diamètre 19,4  $\mu\text{m}$ )

La théorie isentropique unidimensionnelle montre que la vitesse du gaz hélium est très supérieure à celle de l'azote et que cette différence s'accroît avec l'augmentation de la température (écart variant de 950 à 1750 m/s). En revanche la plus faible densité de l'hélium ne lui permet pas de communiquer toute sa quantité de mouvement aux particules.

Le coefficient de traînée de l'hélium est légèrement supérieur à celui de l'azote. L'équation isentropique unidimensionnelle, qui lie la vitesse des particules à celle du gaz

(Équation I-35 :  $u_p = u_g \sqrt{\frac{c_D A_p \rho_g x}{m}}$ ) montre que la vitesse des particules dépend de constantes (la distance parcourue dans la tuyère  $x$ , la masse de la particule  $m$  et sa surface

$A_p$ ) et de trois variables (la vitesse du gaz  $u_g$ , le coefficient de traînée  $C_D$  et la densité du gaz  $\rho_g$ ). Compte tenu de la faible différence de coefficient de traînée (on utilise la racine de cette valeur) entre les deux gaz, on peut déduire que la vitesse des particules dépend principalement de la vitesse du gaz propulseur et de sa densité. C'est donc bien la faible densité de l'hélium qui explique la grande différence entre la vitesse du gaz et celle des particules.

Leur vitesse est donc très inférieure à celle du gaz et se rapproche de celle des particules entraînées par l'azote. Le différentiel de vitesse pour des particules projetées à l'azote ou à l'hélium est, ici, quasi constant (en moyenne de 265 m/s).

Le Tableau III-4 présente les résultats issus de calculs effectués avec les deux méthodes de modélisation.

Température du gaz propulseur (°C)	Azote		Hélium	
	Modélisation 2D	Théorie isentropique	Modélisation 2D	Théorie isentropique
300	541	564	749	868
350	551	578	758	882
400	561	591	770	895
450	571	603	786	906
500	581	614	797	917

Tableau III-4 : Comparaison des résultats de calculs de vitesses de particules avec les deux méthodes de modélisation (pression 2,4 MPa, particules de nickel, diamètre 19  $\mu\text{m}$ )

En utilisant l'azote comme gaz propulseur, les résultats obtenus avec les deux méthodes de modélisation sont relativement proches. Les valeurs obtenues avec la théorie isentropique sont supérieures, en moyenne, de seulement 5% par rapport au modèle 2D.

En revanche, si on utilise l'hélium, l'écart de valeurs entre les deux méthodes atteint en moyenne les 14%. Les résultats obtenus avec la théorie isentropique sont ici très supérieurs à ceux de la modélisation. Cela vient du fait que les équations isentropiques ne tiennent pas compte du type de gaz propulseur utilisé. Les résultats des mesures de vitesse permettront de déterminer quelle méthode permet d'obtenir les valeurs les plus proches de la réalité.

### III.2.3.2 Influence de la granulométrie des particules

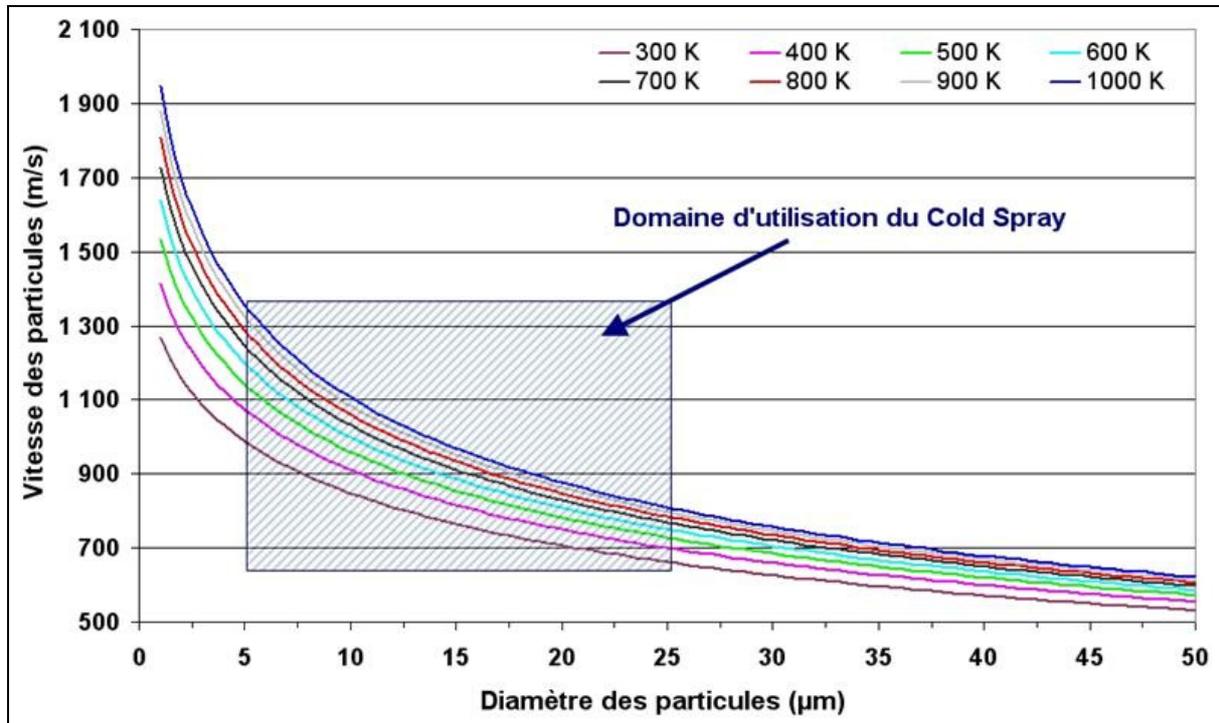


Figure III-13 : Influence de la granulométrie de la poudre de nickel sur la vitesse des particules (Gaz hélium, pression 2,4 MPa)

Les courbes de la Figure III-13 montrent clairement l'influence de la taille des particules sur leur vitesse dans le jet. Globalement elles ont une forme proche d'une fonction  $1/\log$  même si la décroissance se fait plus linéaire entre 20 et 50  $\mu\text{m}$ . En terme de vitesse, le gain est spectaculaire si on compare des particules de 1 et 10  $\mu\text{m}$  (jusqu'à 850 m/s à 1000 K). Au delà, la différence de vitesse entre les particules de tailles comprises entre 10 et 50  $\mu\text{m}$  n'est plus « que » de 400 m/s en moyenne.

On note que l'effet d'une augmentation de la température du gaz propulseur est plus sensible sur les particules fines. L'écart entre les courbes à tendance à diminuer avec l'augmentation de la taille des particules.

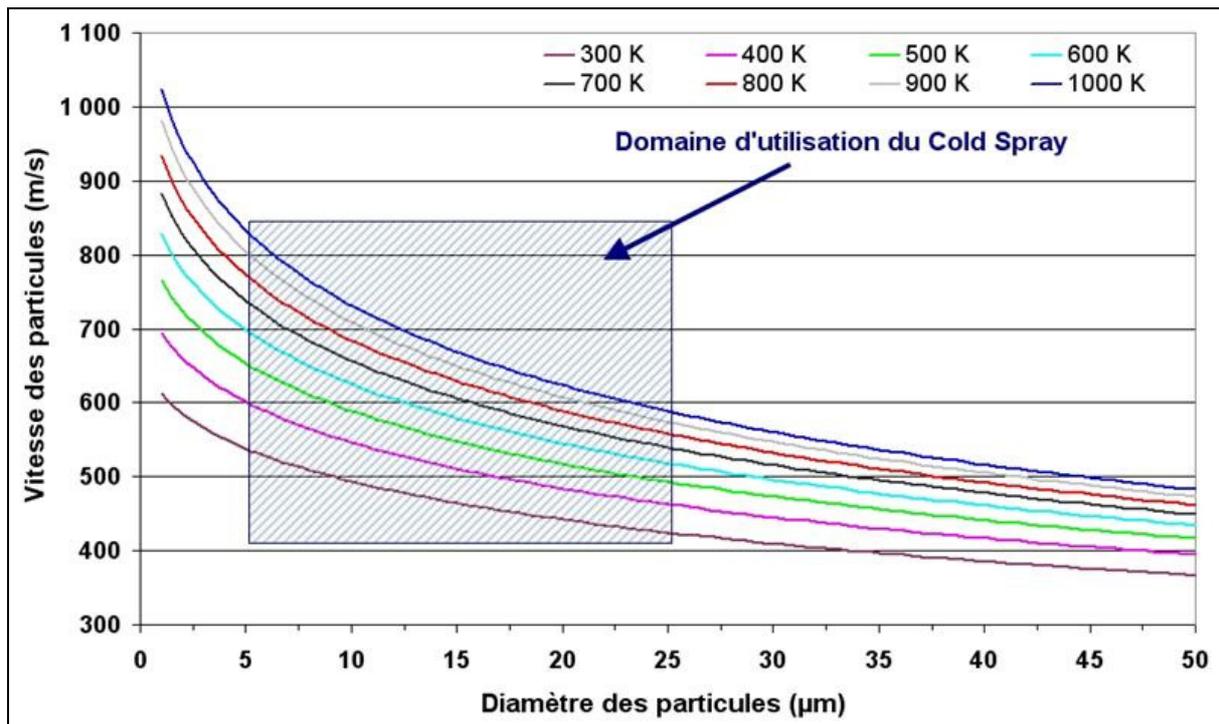


Figure III-14 : Influence de la granulométrie de la poudre de nickel sur la vitesse des particules (Gaz azote, pression 2,4 MPa)

Contrairement aux courbes précédentes qui concernaient l'hélium, celles de la Figure III-14, réalisées avec l'azote comme gaz propulseur semblent plus linéaires. La courbure de la zone 0-10 µm est beaucoup moins marquée et les différences entre les vitesses extrêmes sont plus faibles.

La comparaison avec l'hélium montre que ce dernier doit favoriser une plus grande inhomogénéité des vitesses de particules au sein du jet pour des particules dont la taille est inférieure à 5 µm. Dans la domaine d'utilisation du procédé P.D.F. (5-25 µm), la différence de vitesse entre les particules de taille extrême est de 185 m/s en moyenne dans le cas de l'utilisation d'azote, contre 450 dans le cas de l'hélium.

Avec l'hélium, les particules sont bien plus rapides avec une large distribution des vitesses. En revanche, les particules projetées à l'azote sont plus lentes mais leur distribution de vitesses est bien plus resserrée.

### III.2.3.3 Influence de la pression initiale du gaz

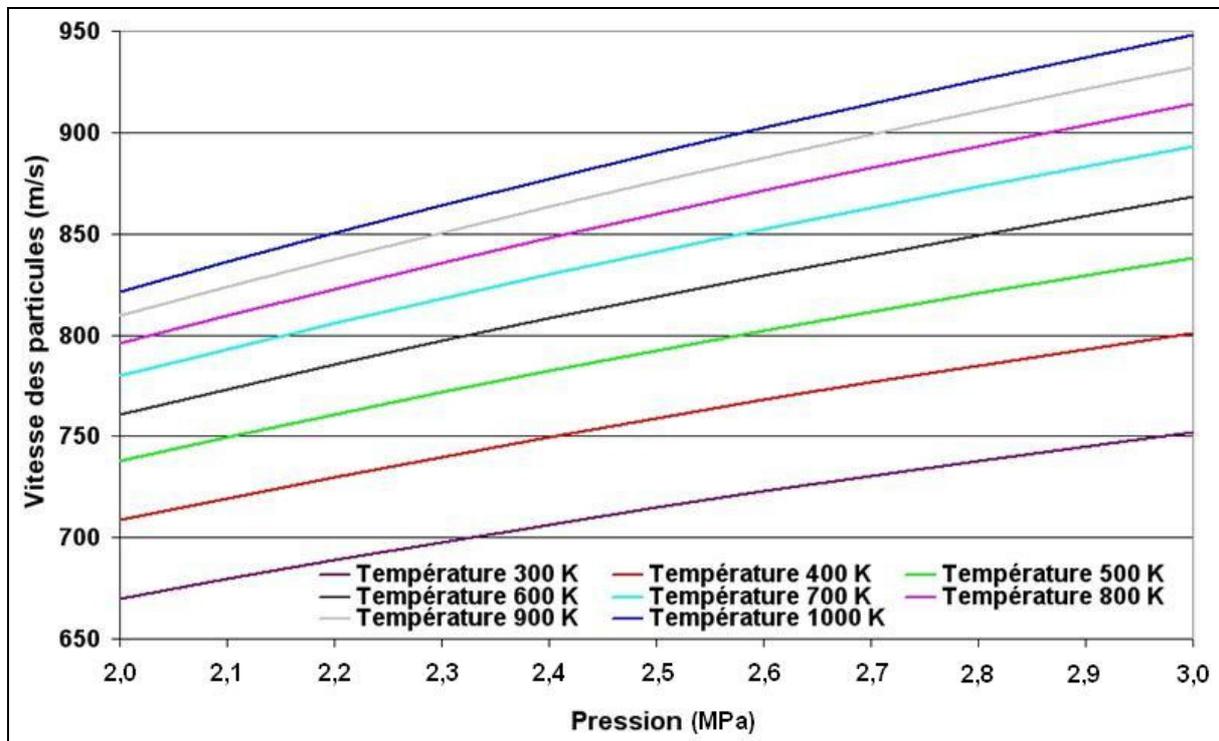


Figure III–15 : Influence de la pression d'introduction du gaz sur la vitesse des particules de nickel (19,4  $\mu\text{m}$ , gaz hélium)

Dans le cas de l'utilisation d'hélium comme gaz propulseur (Figure III–15), les courbes représentant les variations de vitesse de particules en fonction de la pression et de la température sont des droites parallèles. La pente de ces droites est donc une constante quelque soit la température considérée. En revanche, si on considère les isothermes incrémentées de 100 K, on s'aperçoit que l'écart de vitesse diminue lorsque les températures augmentent.

A haute température l'effet de la pression devient alors prédominant. Globalement une augmentation de 1 MPa permet toujours une plus grande élévation de vitesse qu'une augmentation de 100 K.

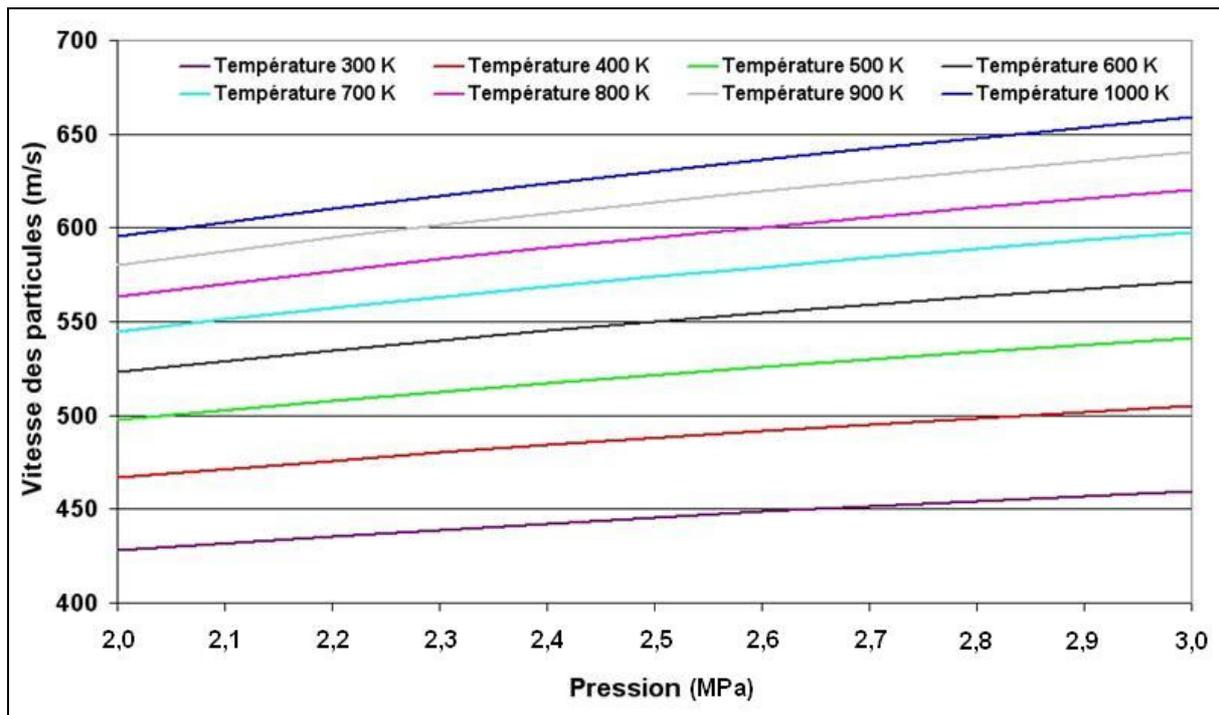


Figure III-16 : Influence de la pression d'introduction du gaz sur la vitesse des particules de nickel (19,4 µm, gaz azote)

En utilisant l'azote comme gaz propulseur, on retrouve (Figure III-16) des droites parallèles comme dans le cas de l'hélium mais leur pente est plus faible. Il en résulte que pour 300 et 400 K, l'effet d'une augmentation de 100 K est supérieure à une augmentation de 1 MPa. A plus haute température l'effet de la pression redevient prédominant.

L'élévation de pression augmente la densité du gaz ce qui réduit un peu l'augmentation de sa vitesse mais favorise un meilleur entraînement des particules notamment pour un gaz léger comme l'hélium.

Augmenter la pression est donc toujours un bon moyen d'augmenter la vitesse des particules. Globalement, la vitesse des particules augmente de façon linéaire avec la pression du gaz. En revanche, l'accroissement de vitesse des particules ralentit à mesure que la température des isothermes s'approche des hautes températures. Il est donc particulièrement intéressant d'utiliser de hautes pressions lorsque la température du gaz est élevée (cela permet également de réaliser des économies de gaz).

### III.2.4 Conclusion

Ce chapitre présente deux méthodes permettant de modéliser l'écoulement de gaz chargé en particules. Elles se différencient principalement par la prise en compte des phénomènes d'ondes de chocs qui apparaissent en sortie de tuyère (dans le cas du modèle 2D mathématique). Globalement, les résultats restent tout de même assez proches notamment en utilisant l'azote comme gaz propulseur et avant l'apparition de la première onde de choc.

	Théorie isentropique unidimensionnelle		Modèle 2D	
	Azote	Hélium	Azote	Hélium
<b>Nombre de Mach</b>	3,97	5,12	3,82	4,07
<b>Température (K)</b>	186	79	209	106
<b>Pression (MPa)</b>	0,031	0,017	0,024	0,016
<b>Vitesse du gaz (m/s)</b>	1104	2638	1090	2530
<b>Vitesse des particules (m/s)</b>	614	917	581	797

Tableau III-5 : Comparaison des résultats théorie isentropique-modèle 2D (gaz : 2,4 MPa, 500°C, particules : nickel 19,3  $\mu\text{m}$ )

On retiendra des calculs que l'hélium est le gaz qui permet d'atteindre les plus hautes vitesses d'écoulement et de particules. Quelque soit le gaz utilisé, la pression, la température et la densité de l'écoulement diminue très rapidement au sein de la partie divergente de la tuyère. Le flux gazeux retrouve ses propriétés initiales après avoir subi plusieurs ondes de choc en sortie de tuyère.

L'augmentation de la température ou de la pression d'introduction du gaz permet d'atteindre de plus grandes vitesses d'écoulement. Dans le jet gazeux, les particules les plus fines sont les plus rapides.

## IV Mesures de vitesses : Résultats expérimentaux



Montage permettant la mesure (SprayWatch & système P.D.F.)



Pour valider les modèles précédemment décrits, nous développons une mesure de vitesse des particules réalisée avec un système associant une caméra rapide et un laser. Ces valeurs seront comparées à celles obtenues par modélisation. L'influence de la distance de tir et de la présence d'un substrat est également étudiée. Deux méthodes de détermination de la vitesse critique des particules sont alors présentées.

## IV.1 Mesure de vitesses de particules pour un écoulement d'azote

Les mesures effectuées concernent la poudre de nickel (décrite dans le chapitre II.5).

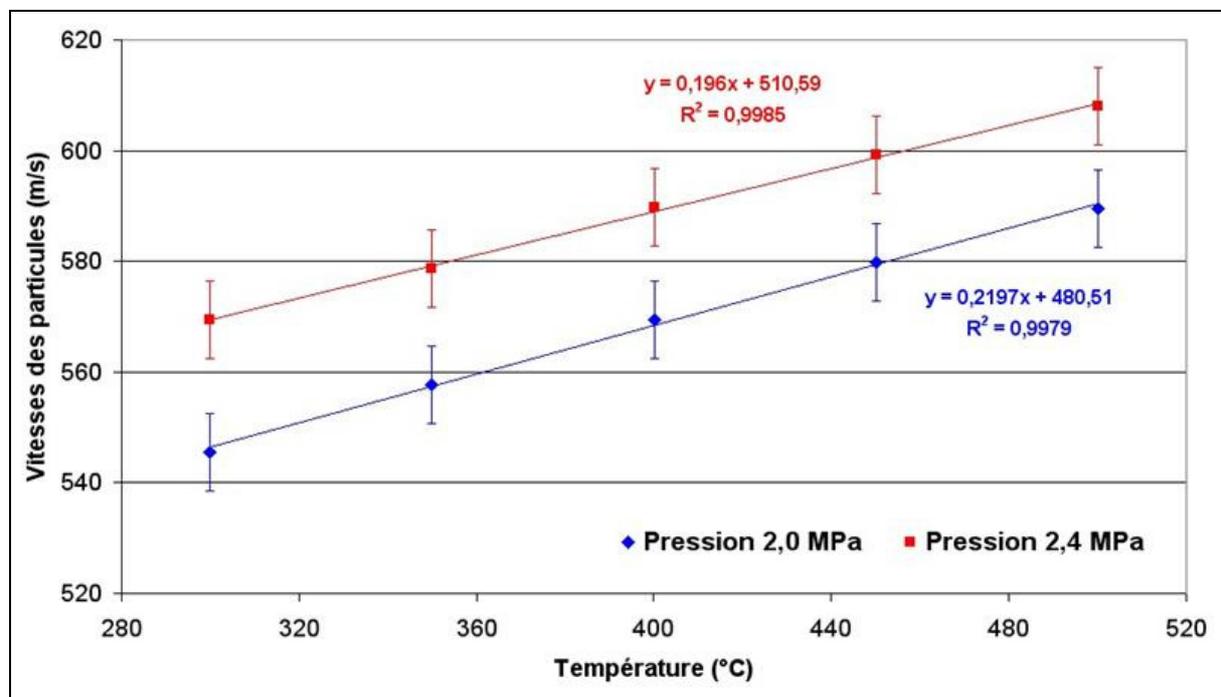


Figure IV-1 : Évolution des vitesses moyennes des particules dans la zone 0-16 mm après la sortie de tuyère en fonction de la température et de la pression (gaz azote, particules de nickel)

Sur la Figure IV-1, on note que, comme prévu par la théorie, les droites représentant la vitesse des particules en fonction de la température et de la pression sont quasiment parallèles (l'augmentation de 0,4 MPa se traduit par une vitesse supérieure de 24 à 300°C jusqu'à 19 m/s à 500°C). A température constante, la variation de pression de 0,4 MPa

provoque une augmentation de la vitesse des particules de l'ordre de 3 à 4%. Cela est équivalent à l'effet produit par une augmentation de 150 K (en moyenne).

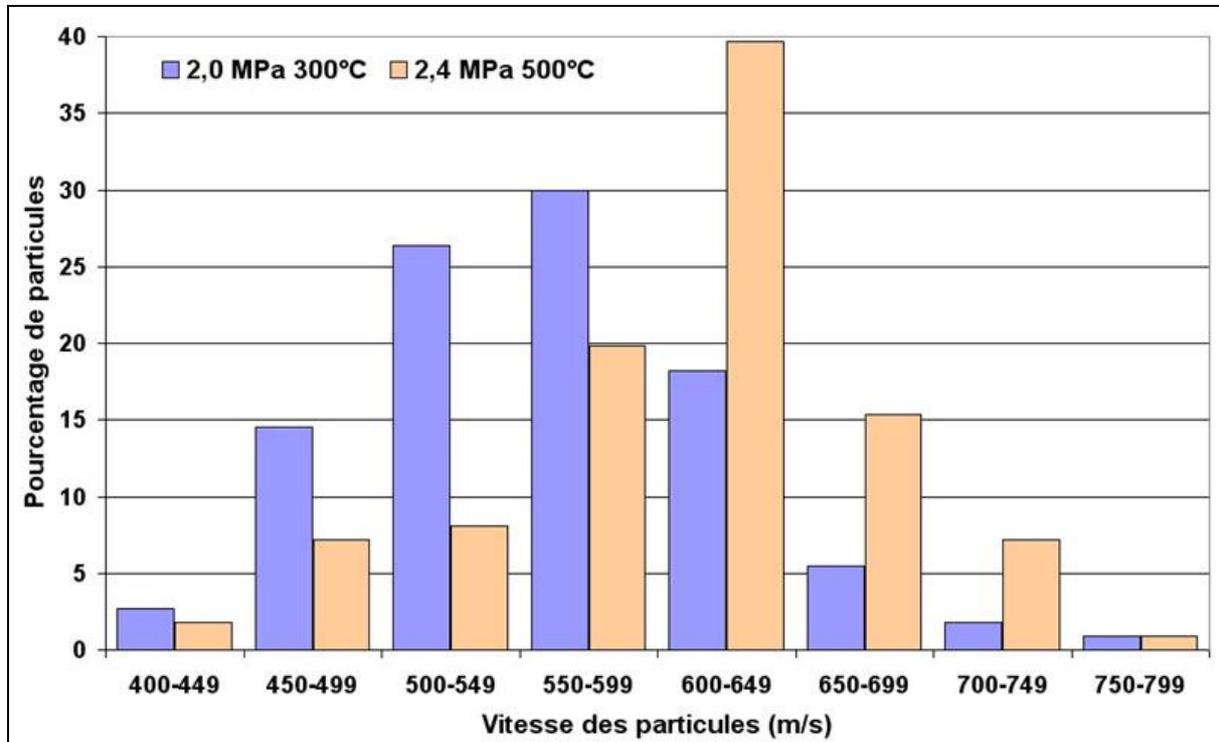


Figure IV-2 : Dispersion de la population de vitesse des particules de nickel (gaz azote, zone 0-16 mm après la sortie de la tuyère)

A 300°C comme à 500°C, la différence de vitesse entre les particules les plus rapides et les plus lentes est de l'ordre de 350 m/s (Figure IV-2). Globalement l'augmentation de la vitesse de particules ne provoque pas une dispersion plus importante des valeurs mesurées. L'augmentation de température et pression provoque simplement un décalage de la répartition des vitesses de particules vers des valeurs plus élevées.

A 300°C, près de 95% des particules ont une vitesse d'environ 550 m/s  $\pm$  100 m/s.

A 500 °C, 90% des particules ont une vitesse d'environ 600 m/s  $\pm$  100 m/s.

## IV.2 Mesure de vitesses de particules pour un écoulement d'hélium

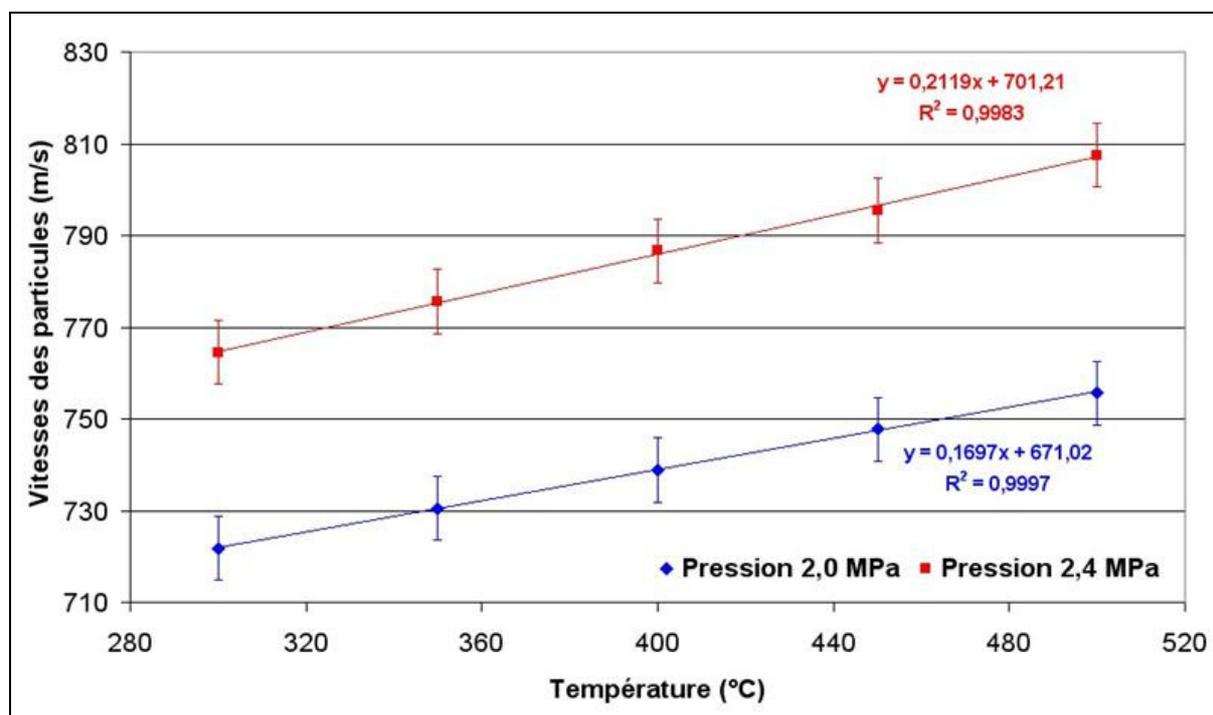


Figure IV-3 : Évolution des vitesses moyennes des particules dans la zone 0-16 mm après la sortie de tuyère en fonction de la température et de la pression (gaz hélium, particules de nickel)

Sur la Figure IV-3, le gain de température de 200 K se traduit par une élévation de la vitesse des particules de 33 à 43 m/s, ce qui reste dans la gamme d'évolution observée avec l'azote (38 à 43 m/s). Ici aussi les droites représentant la vitesse des particules en fonction de la température et de la pression sont quasiment parallèles (l'augmentation de 0,4 MPa se traduit par une vitesse supérieure de 42 à 51 m/s). Globalement l'effet de la variation de pression est ici deux fois plus importante qu'avec l'azote, l'augmentation de vitesse est de 6 à 7 %. Pour obtenir le même effet qu'un accroissement de 0,4 MPa il faut élever la température de 250 K en moyenne (150 K en azote). Cela est dû au fait que l'hélium est un gaz léger et que l'augmentation de pression influence énormément sa densité. Le transfert de quantité de mouvement du gaz aux particules est alors meilleur.

Comme prévu par les simulations, la pression joue un rôle beaucoup plus important lorsque l'on utilise l'hélium comme gaz propulseur.

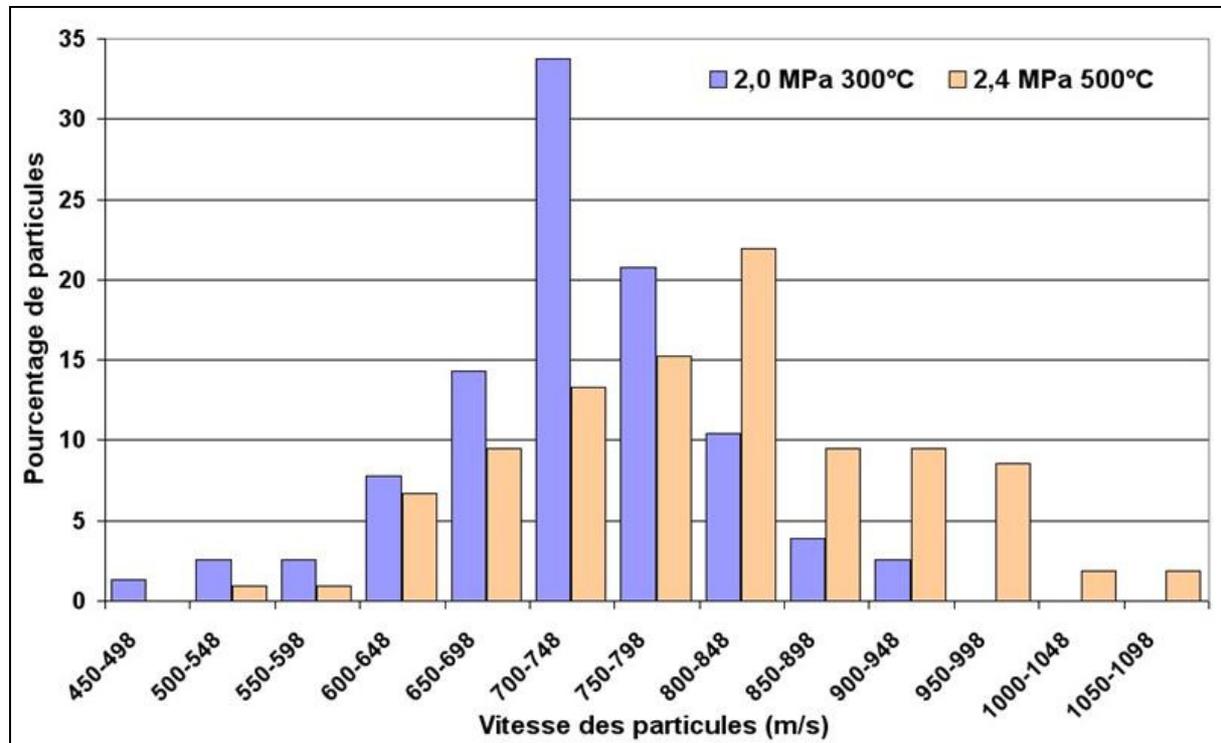


Figure IV-4 : Dispersion de la population de vitesse des particules de nickel (gaz hélium, zone 0-16 mm après la sortie de la tuyère)

A 300°C, la différence de vitesse entre les particules les plus rapides et les plus lentes est de l'ordre de 600 m/s (Figure IV-4). Elle reste constante si on augmente la température du gaz propulseur de 200°C. Globalement l'augmentation de la vitesse de particules ne provoque pas de variation de la dispersion des valeurs mesurées. En revanche on peut noter que cette dispersion est beaucoup plus importante dans le cas où l'hélium est employé comme gaz propulseur. L'écart type moyen est de 108,6 m/s avec l'hélium et seulement de 67,8 m/s en utilisant de l'azote (Figure IV-2 et Figure IV-4).

### IV.3 Comparatif azote/hélium

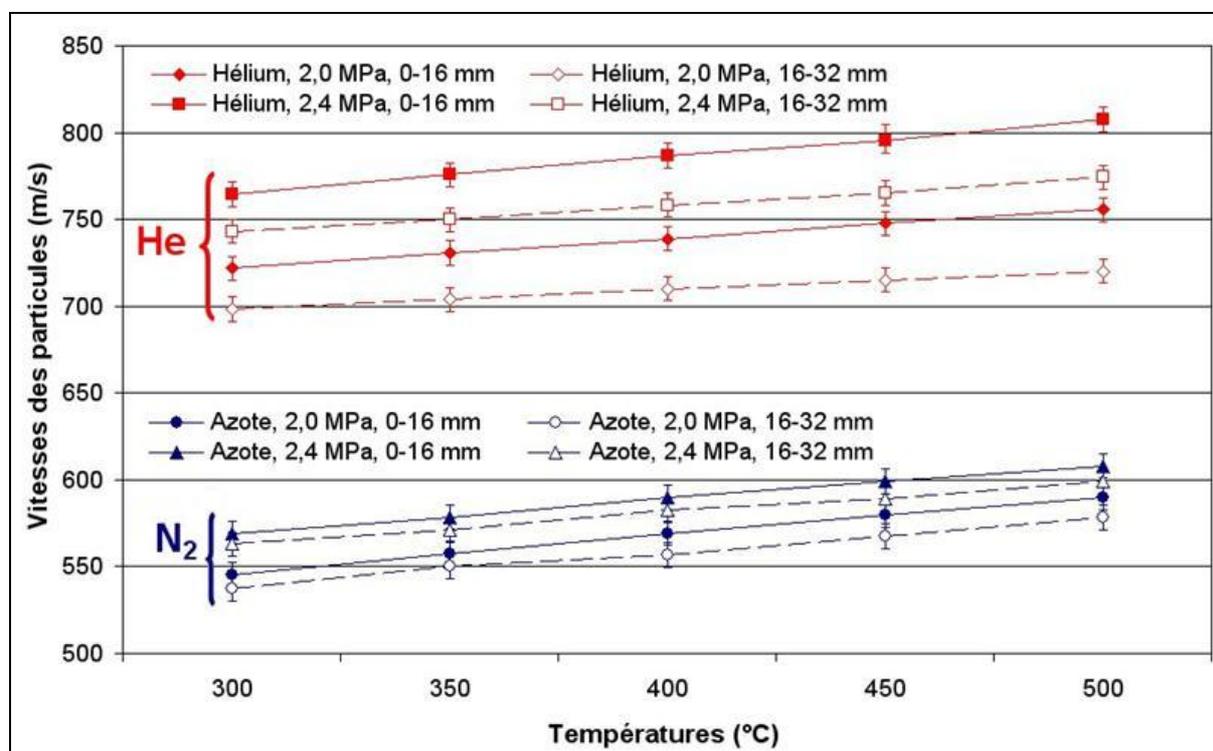


Figure IV-5 : Évolution des vitesses de particules de nickel en fonction des températures, pressions type de gaz et distances de mesure

La Figure IV-5 permet de comparer l'évolution des vitesses entre les zones 0-16 mm et 16-32 mm (0 : sortie de tuyère). Contrairement à la théorie qui prévoit que les particules du jet libre ont une vitesse constante sur 60 mm [VOY(1) 03], on constate ici une perte de vitesse dans la partie plus éloignée de la sortie de tuyère. La vitesse des particules propulsées par l'hélium reste néanmoins très supérieure à celles propulsées par l'azote. En moyenne la perte de vitesse est de l'ordre de 3,7% en utilisant l'hélium comme gaz propulseur et de 1,6 % avec l'azote. Cette évolution est plus marquée dans le cas de l'hélium, car ce gaz ralentit plus vite que l'azote après éjection hors de la tuyère. D'après les simulations (Figure III-9 et Figure III-11), la vitesse du gaz diminue d'environ 500 m/s entre la sortie de la tuyère et la zone de mesure (30 mm) dans le cas de l'hélium. Avec l'azote, cette diminution est de seulement 150 m/s. On peut tout de même noter que la vitesse du gaz reste supérieure à celle des particules dans toute la zone de mesure.

## IV.4 Calculs de la vitesse moyenne des particules dans un écoulement : comparaison aux mesures

### IV.4.1 Écoulement d'azote

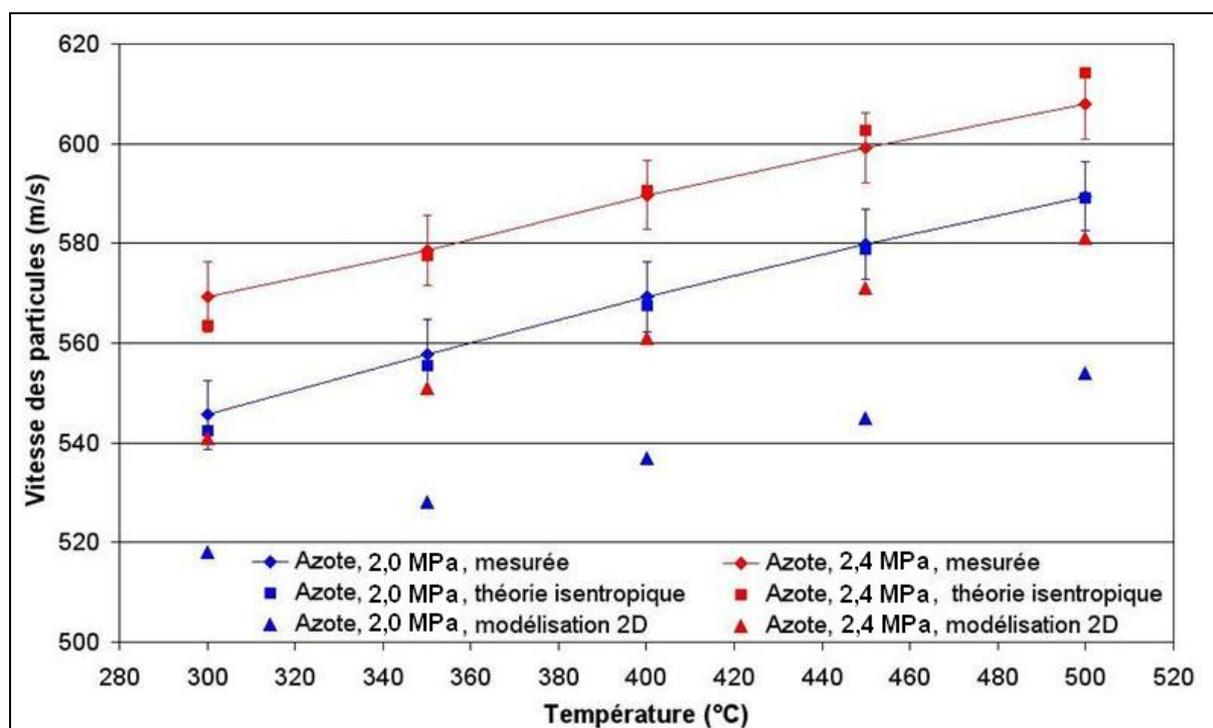


Figure IV–6 : Comparatif vitesses mesurées/vitesses théoriques (poudre de nickel, gaz azote)

La Figure IV–6 présente en traits continus les courbes concernant les vitesses mesurées. Les points discrets représentent les valeurs données par les calculs (carré : théorie isentropique unidimensionnelle, triangle : modélisation). Les résultats du modèle mathématique 2D présenté précédemment sont exposés y sous l'appellation « modélisation 2D ». Ils concernent une particule de nickel isolée parfaitement sphérique et dense dont le diamètre est de 20  $\mu\text{m}$ .

Les courbes notées « théorie isentropique » sont issues des simulations effectuées à l'aide des équations précédemment décrites (paragraphe III.2.3.1).

Avec l'azote comme gaz propulseur, la différence de vitesse entre les valeurs théoriques et expérimentales est assez faible (Tableau IV-1).

	2 MPa	2,4 MPa
Écart mesures-théorie isentropique (%)	-0,31	-0,11
Écart mesures-modélisation 2D (%)	-5,62	-4,75

Tableau IV-1 : Écart vitesse théorique/vitesse mesurée en azote

En moyenne la vitesse mesurée diffère d'environ 4 à 5% de celle des calculs dans le cas de la modélisation et de moins de 0,5% en utilisant les équations isentropiques. La vitesse calculée est toujours inférieure à celle mesurée. La méthode par calculs analytiques donne des résultats plus proches de la réalité des mesures. Il faut tout de même noter que les résultats obtenus avec les deux modèles mathématiques ne diffèrent que d'environ 5% ce qui est tout de même assez faible compte tenu de la plage granulométrique relativement large des particules mesurées.

Avec la modélisation, la vitesse du gaz en sortie de tuyère est donnée pour 1084 m/s contre 1102 m/s en analytique, ce qui représente une différence de 1,66%. Il est donc clair qu'ici la source principale d'erreur n'est pas liée à la manière dont on calcule la vitesse atteinte par le gaz en sortie de tuyère mais plutôt comment on modélise le transfert de quantité de mouvement aux particules. Il n'en demeure pas moins que ces résultats confirment que l'approximation d'Alkhimov (qui permet de calculer simplement la vitesse des particules pour une tuyère définie) donne d'excellents résultats.

## IV.4.2 Écoulement d'hélium

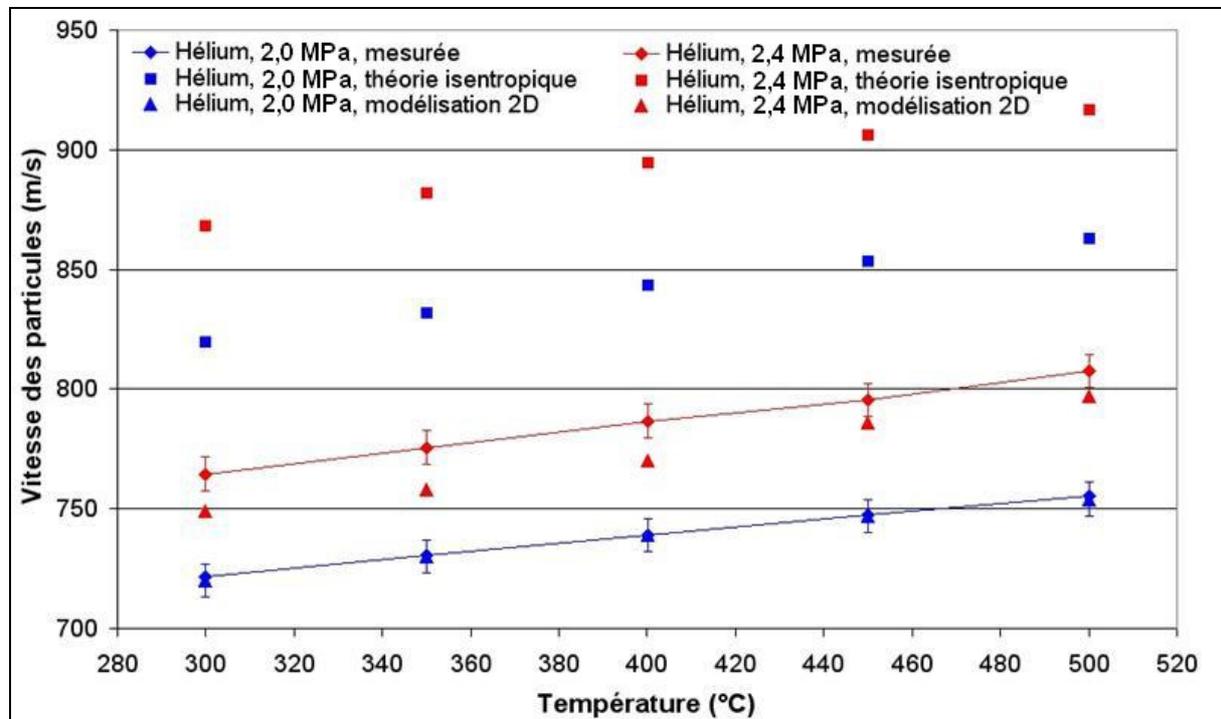


Figure IV-7 : Comparatif vitesses mesurées/vitesses théoriques (poudre de nickel, gaz hélium).

La Figure IV-7 présente en traits continus les courbes concernant les vitesses mesurées. Les points discrets représentent les valeurs données par les calculs (carré : théorie isentropique, triangle : modélisation 2D).

Ici (Tableau IV-2), contrairement au cas de l'azote, les simulations ont tendance soit à surestimer nettement la vitesse des particules (théorie isentropique), soit à la sous-estimer légèrement (modélisation 2D).

	2 MPa	2,4 MPa
Écart mesures-théorie isentropique (%)	14,00	13,83
Écart mesures-modélisation 2D (%)	-0,12	-1,78

Tableau IV-2 : Écart vitesse théorique/vitesse mesurée en hélium

L'utilisation d'hélium comme gaz propulseur éloigne énormément les valeurs mesurées des valeurs théoriques calculées avec les équations isentropiques mais nous rapproche de celles de la modélisation.

Les résultats obtenus avec les deux méthodes de calcul diffèrent en moyenne d'environ 13% soit plus de deux fois plus que dans le cas de l'azote. La différence entre les résultats des calculs de vitesses de gaz est infime (2635 m/s contre 2633 m/s soit 0,8%). Il est alors évident que la source principale d'erreur est, une fois de plus, liée à la manière dont on modélise la capacité du gaz à transmettre sa quantité de mouvement aux particules. La différence se fait donc ici au niveau du calcul du coefficient de traînée. Contrairement à l'approximation d'Alkhimov (qui ne considère que la vitesse du gaz et une constante arbitrairement définie), la simulation numérique permet de tenir compte des variations continues du coefficient de traînée du gaz en expansion. L'écart est plus important que précédemment du fait de la capacité d'entraînement de l'hélium très différente de celle de l'azote (qui a été utilisé pour définir l'équation empirique d'Alkhimov). Il est évident que l'équation utilisée dans les calculs analytiques a tendance à largement surestimer la force d'entraînement.

### IV.4.3 Conclusion

Globalement les deux méthodes de simulation donnent des résultats proches mais qui ne vont pas toujours dans le même sens (supérieur ou inférieur à la vitesse mesurée). Dans le cas spécifique de l'hélium, les résultats des calculs analytiques ont tendance à s'éloigner des mesures et surtout de la modélisation. Cela est principalement dû au fait qu'Alkhimov propose une équation empirique basée sur des résultats obtenus avec de l'azote comme gaz propulseur et qui ne permet pas de tenir compte du type de gaz propulseur utilisé.

Au final, l'écart constaté par rapport aux mesures, avec l'azote comme gaz propulseur, est en moyenne de l'ordre de -5% pour la modélisation et de 0,2% pour l'équation unidimensionnelle isentropique, ce qui est un résultat très correct. Avec l'hélium, l'erreur commise en utilisant les équations isentropiques est de l'ordre de 14% alors qu'elle est inférieure au pour cent avec la modélisation.

Ces résultats permettent d'envisager de modifier la constante utilisée dans l'équation d'Alkhimov pour rapprocher les résultats des valeurs mesurées (moins de 1% d'erreur en moyenne) :

L'Équation I-36 :  $u_p = \frac{u_g}{1 + 0,85 \sqrt{\frac{d_p}{x}} \sqrt{\rho_p \frac{u_g^2}{p_0}}}$  (développée pour l'utilisation d'azote) devient

Équation IV-1 :  $u_p = \frac{u_g}{1 + 1,032 \sqrt{\frac{d_p}{x}} \sqrt{\rho_p \frac{u_g^2}{p_0}}}$

dans le cas de l'utilisation d'hélium comme gaz propulseur.

## IV.5 Évolution radiale des vitesses de particules dans le jet

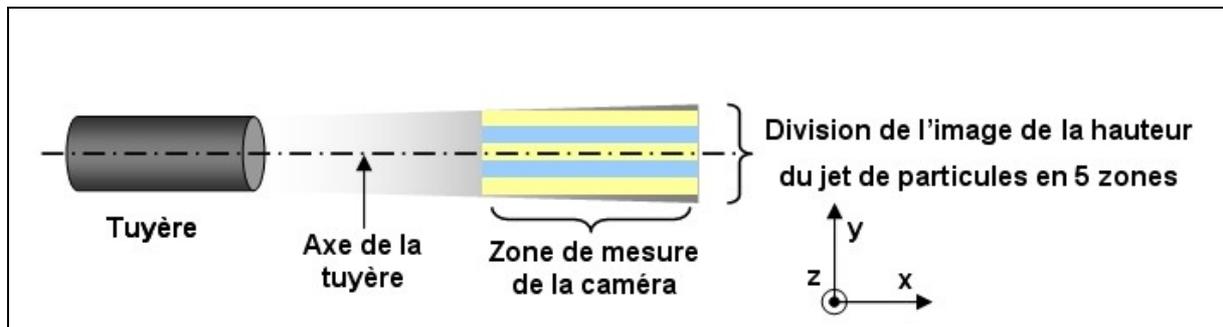


Figure IV-8 : Schéma expliquant la division du jet de particules en cinq zones de mesure

Afin de pouvoir observer les évolutions radiales des propriétés du jet, l'image réalisée par la caméra est divisée en cinq zones de 2,48 mm de hauteur (Figure IV-8). Le zéro étant pris sur l'axe de la tuyère, l'évolution vers la partie supérieure de la tuyère est prise comme positive et inversement.

Sur les Figure IV-9 et Figure IV-10, on note qu'en moyenne 90,4% des particules se trouvent dans les trois zones centrales (7,5 mm). Le diamètre de sortie de la tuyère étant 8,4 mm, cela montre que le jet est très directif et que sa forme est beaucoup plus cylindrique que conique. Après la sortie de tuyère, entre la zone 0-16 mm et la zone 16-32 mm, la largeur moyenne du jet de particules passe de 8,9 à 10,9 mm avec l'azote et de 9,0 à 11,2 mm avec l'hélium. L'angle (valeur absolue) de la trajectoire des particules varie, de 1,51° à 1,54° pour l'azote et de 1,43° à 1,92° pour l'hélium.

Cela se traduit par l'augmentation de la population de particules dans la périphérie du jet et explique son élargissement par le déplacement des trajectoires les plus en périphérie vers l'extérieur. On notera aussi qu'en amont du jet, les particules projetées avec l'azote ont des trajectoires plus parallèles à l'axe (trajectoires moins divergentes).

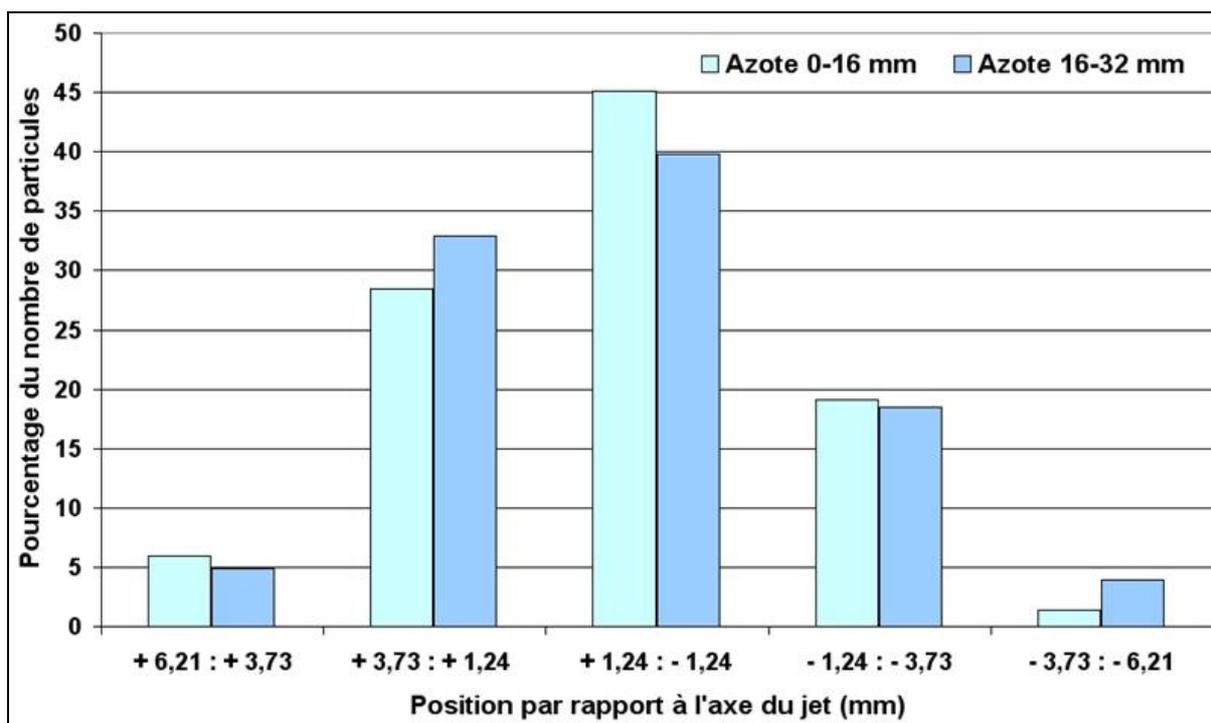


Figure IV-9 : Évolution de la concentration en particules dans une section du jet (gaz azote)

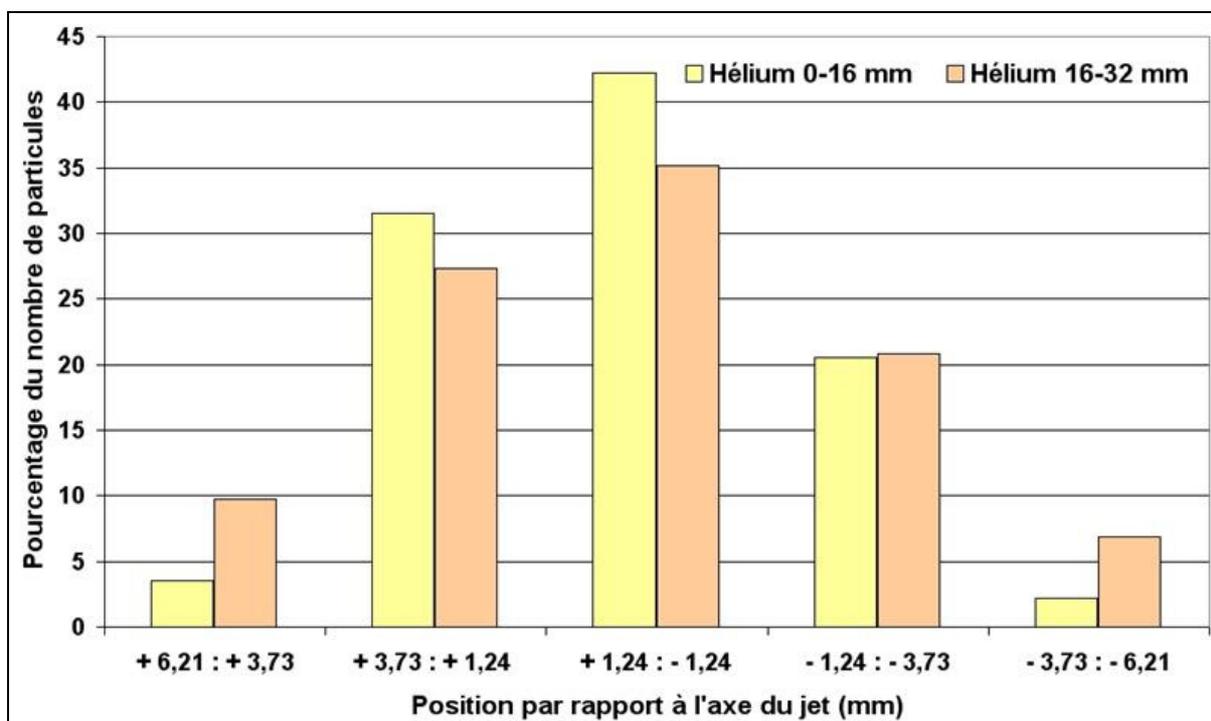


Figure IV-10 : Évolution de la concentration en particules dans une section du jet (gaz hélium)

Les Figure IV–11 et Figure IV–12 représentent les vitesses relatives des particules dans les différentes zones du jet. C'est le rapport de la vitesse moyenne des particules dans la zone considérée par leur vitesse moyenne dans l'intégralité du jet.

On remarque immédiatement que le profil des vitesses est assez carré car elles sont toutes comprises entre 80 et 107 % de la valeur moyenne. La zone centrale et la zone immédiatement au dessus (-1,24 à +3,73 mm) sont les seules où les particules sont plus rapides que la moyenne.

L'évolution des vitesses entre la zone 0-16 mm de la sortie de tuyère et la zone 16-32 est la même quel que soit le gaz : le rapport des vitesses diminue uniquement dans les zones périphériques. Comme il a été montré que les particules sont globalement toutes en décélération, la perte de vitesse relative dans les zones les plus éloignées de l'axe ne peut s'expliquer que par une décélération beaucoup plus accentuée des particules que dans les trois zones les plus proches du centre. Le profil de distribution radiale carré valable dans la zone étudiée (0-32 mm de la tuyère) deviendrait de plus en plus gaussien à mesure que l'on s'éloigne de la tuyère.

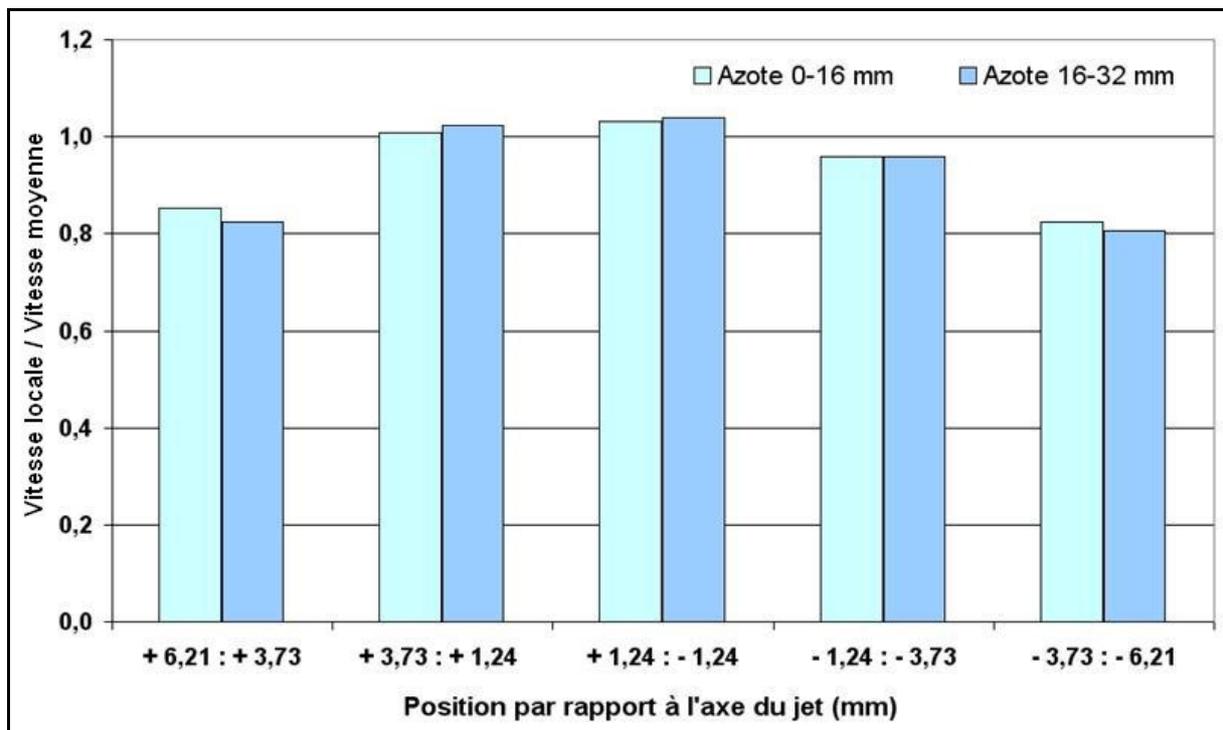


Figure IV–11 : Évolution des vitesses relatives dans une section radiale du jet (azote)

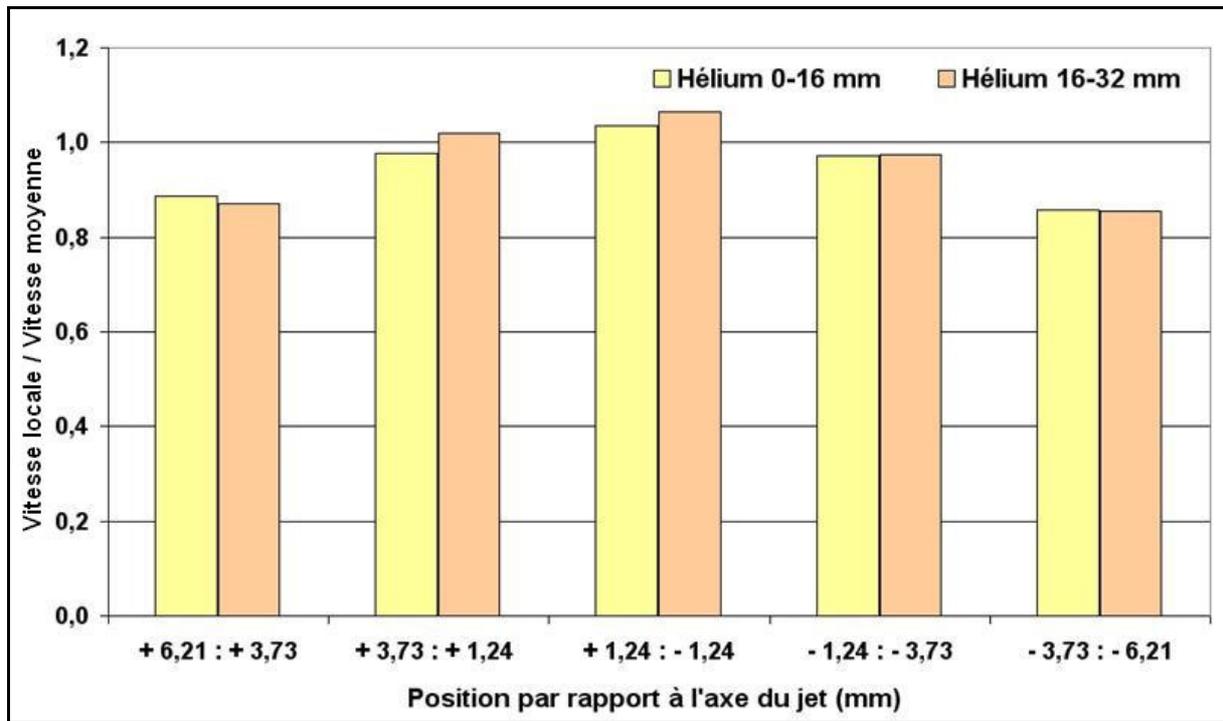


Figure IV–12 : Évolution radiale des vitesses relatives dans une section radiale du jet (hélium)

## IV.6 Influence de la présence d'un substrat sur la vitesse des particules

Pour connaître l'influence de la présence d'un substrat sur l'écoulement des particules, des mesures ont été réalisées en plaçant un substrat (carbure de tungstène) face au jet chargé en poudre.

### IV.6.1 Comparaison avec les vitesses dans le jet libre

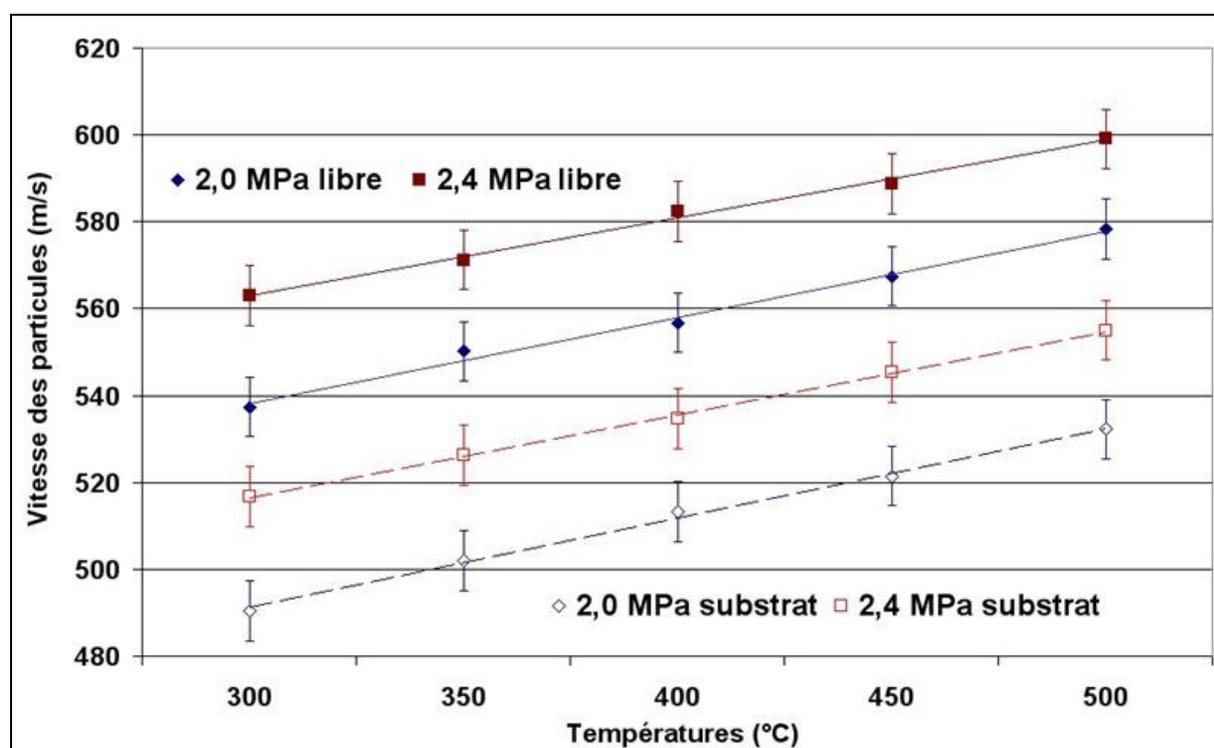


Figure IV-13 : Influence de la présence d'un substrat sur la vitesse des particules de nickel à l'impact (gaz azote, distance de tir 30 mm)

Comme le montre la Figure IV-13, l'évolution générale des vitesses des particules en fonction de la pression et de la température est la même avec ou sans substrat du gaz propulseur. En comparant les courbes correspondant aux mêmes conditions de pressions mais avec la présence ou non d'un substrat, on s'aperçoit qu'elles sont quasiment parallèles

(leur coefficient directeur varie de moins de 5%). La présence d'un substrat ralentit donc les particules d'une valeur moyenne de 46 m/s quelles que soient les conditions opératoires. La perte de vitesse oscille autour d'une valeur moyenne de 8%. On notera que les particules qui rebondissent (à contre courant) le font à une vitesse en moyenne égale à 11% de leur vitesse d'impact.

Cette diminution de vitesse est due à l'existence d'une zone de gaz comprimé en amont du substrat qui constitue une barrière difficile à franchir pour les particules les plus fines dont l'énergie cinétique est plus faible (malgré une vitesse élevée). Une étude statistique montre d'ailleurs que la vitesse minimum mesurée diminue d'environ 150 m/s (en introduisant un substrat) alors que la vitesse maximum baisse, elle, de plus de 360 m/s. La diminution de la vitesse moyenne des particules semble donc due principalement à la drastique perte de vitesse des particules les plus rapides (les plus fines).

#### IV.6.2 Influence de la distance de tir

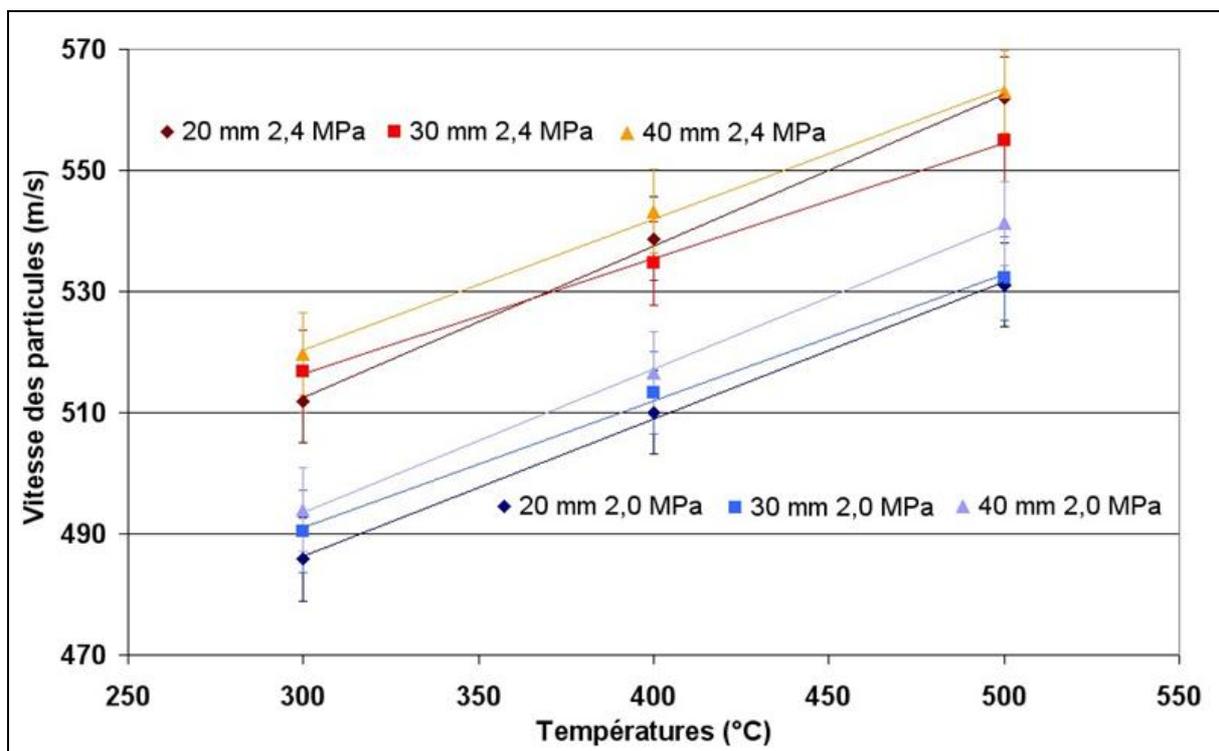


Figure IV-14 : Évolution des vitesses de particules de nickel en fonction de la distance tuyère-substrat (gaz azote)

La Figure IV–14 présente les vitesses de particules (mesurées dans les 15 mm en amont du substrat) en fonction de l'évolution de la distance tuyère substrat.

Les courbes correspondant aux distances de tir 20 et 30 mm sont très proches et finissent même par se croiser si la pression du gaz est de 2,4 MPa. Si on considère l'ensemble des différentes conditions opératoires, il est impossible de différencier les vitesses moyennes qui sont les mêmes à plus ou moins 2 à 3 mètres par seconde près (moins de 1% de différence). On peut donc conclure que placer la sortie de tuyère à 20 ou 30 mm du substrat ne modifie pas significativement les vitesses de particules dans le cas de la projection de nickel.

Les valeurs correspondant à une distance de tir de 40 mm sont constamment supérieures aux deux autres. Ici, si la pression du gaz propulseur est de 2 MPa les particules sont plus rapides d'environ 7 m/s, cette augmentation est de 5 m/s avec une pression de 2,4 MPa. Néanmoins compte tenu de l'erreur potentiellement commise sur la mesure (7 m/s), il est difficile d'affirmer que reculer la tuyère de 10 mm permet réellement d'obtenir des vitesses de particules plus élevées.

Finalement la vitesse des particules ne varie pas de façon significative pour des distances de tir variant de 20 à 40 mm. Elle évolue autour de la valeur moyenne avec une amplitude de plus ou moins 4 m/s ; cela représente une variation moyenne de 1,5%.

L'utilisation d'un matériau relativement lourd comme le nickel permet aux particules de franchir la zone de gaz comprimé (en amont du substrat) sans être trop ralenti. Dans la gamme choisie, l'influence de la distance de tir sur les propriétés de cette zone semble être négligeable car les vitesses de particules évoluent de façon minime. Les variations mesurées ne sont de toute façon pas de nature à modifier la qualité des dépôts réalisés.

## IV.7 Détermination de la vitesse critique

De par son caractère quasi athermique, la technique P.D.F. ne peut s'appuyer que sur l'énergie cinétique des particules projetées pour assurer la formation d'un dépôt. Comme il l'a été précédemment montré, elles ne peuvent adhérer au substrat que si leur vitesse excède une valeur limite appelée vitesse critique. Connaître cette vitesse permet de déterminer les paramètres de projection adaptés au couple poudre-substrat en présence. Cela doit permettre de gagner un temps de mise au point considérable et de limiter les coûts de projection en optimisant le débit de gaz propulseur.

### IV.7.1 Méthode classique de mesure

En première approche, déterminer la vitesse critique d'une poudre consiste à mesurer la vitesse des particules au moment où les premières particules commencent à adhérer. Cependant la donnée la plus aisément accessible avec les systèmes optiques conventionnels de détection est généralement la vitesse moyenne des particules. La valeur de vitesse mesurée est donc une valeur qui tient compte de toutes les classes de taille de grains dans son calcul. Pourtant, seule la vitesse des fines (les plus rapides) est à ce moment là intéressante puisque seules celles-ci adhèrent réellement. Mais se pose alors la question savoir quel est le diamètre maximum déposable et comment accéder à cette valeur ?

Ce problème peut être contourné en redéfinissant le paramètre qui permet de définir l'instant où la mesure de vitesse doit être faite. Puisque les systèmes de mesure donnent accès à une valeur de vitesse moyenne fiable, il faut opérer dans les conditions où la vitesse critique est égale à la vitesse moyenne des particules. Il faut donc que les particules de taille moyenne (en masse) se déplacent à la vitesse critique, ce qui implique que le rendement de dépôt soit égal à 50%.

La méthode de mesure utilisée consiste donc à déterminer les paramètres de projection qui permettent d'obtenir un rendement de 50 % puis de mesurer la vitesse des particules dans ces conditions. C'est une méthode en deux étapes qui demande de multiples expériences pour arriver à un rendement extrêmement proche de 50%. Il doit être possible de limiter la méthode à une seule étape et même à une seule expérience. Pour cela il faut trouver un

nouveau paramètre permettant de définir si les vitesses de particules sont au-delà ou en deçà de la vitesse critique. C'est l'objet du paragraphe suivant.

## IV.7.2 Mise au point d'une méthode de mesure in situ

### IV.7.2.1 Principe de la méthode

Dans une projection dynamique à froid idéale, toutes les particules auraient une même forme et une même dimension. Il n'y aurait aucune interaction entre elles et pourtant elles circuleraient toutes dans la partie centrale du jet gazeux. Au final, elles auraient toutes la même vitesse maximale. Au-delà de la vitesse critique le rendement de dépôt passerait brutalement de zéro à cent pour cent. Bien entendu, cette situation est irréaliste pour de nombreuses raisons.

Avec un système réel, le seul fait d'utiliser des poudres dont le spectre de la dispersion granulométrique est assez large, fait que l'évolution du rendement est progressive. Cette évolution s'accompagne d'un corollaire : le nombre de particules qui rebondissent sur le substrat diminue proportionnellement. L'observation d'un changement dans la quantité de rebonds doit permettre de détecter le passage des particules les plus fines au-delà de la vitesse critique.

Le matériel de mesure utilisé (SprayWatch) permet de contrôler simultanément la distribution du flux de particules sur le substrat et la vitesse des particules. L'algorithme calculant la vitesse des particules est basé sur la mesure de la distance séparant les points représentant les positions de la particule éclairée par le laser à des instants différents. La vitesse des particules rebondissant sur le substrat est près de dix fois inférieure à celle des particules à l'impact. La durée de l'intervalle entre deux pulses laser est donc insuffisamment long pour obtenir trois points nettement différenciables sur l'écran. Même si ces particules étaient détectées, leur faible vitesse serait hors des limites fixées par le programme et donc automatiquement éliminée. La mesure du flux de particules se fait de façon différente. Ici chaque point lumineux est pris en compte sans qu'il soit nécessaire qu'il soit aligné avec deux autres points. La mesure du flux de rebond est donc possible même si les points de mesure ne sont pas utilisés pour le calcul de la vitesse.

La caméra est placée de façon à ce que le substrat tangente la partie droite de l'image. Cette partie de l'image aura donc une concentration en particules importante alors que la

partie gauche ne sera concernée que par le jet de particules et permettra une mesure aisée de leur vitesse. Le système laser est placé perpendiculairement au substrat, dans l'axe du jet de particules.

Le montage utilisé est présenté sur la Figure IV-15.

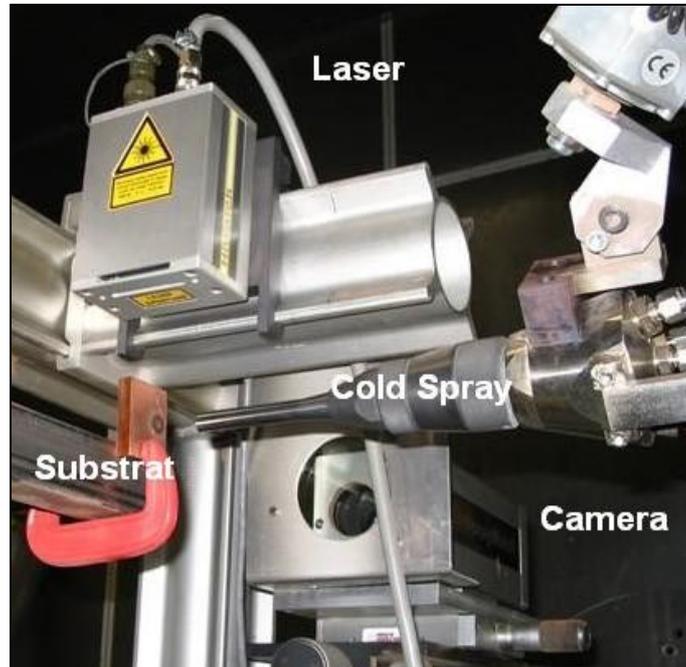


Figure IV-15 : Montage expérimental permettant la détermination de vitesses critiques

L'évolution de la distribution du flux de particules peut globalement se résumer en trois étapes fondamentales schématisées sur la Figure IV-16.

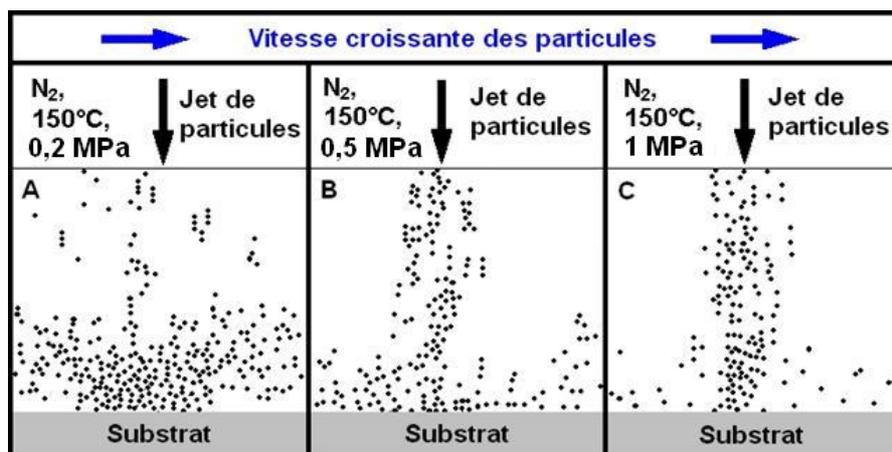


Figure IV-16 : Évolution de la distribution du flux de particules sur le substrat en fonction de leur vitesse (cuivre sur substrat cuivre, cartographies issues d'images SprayWatch)

Comme prévu, la distribution des particules à proximité du substrat dépend clairement de leur vitesse. Les trois cas typiques illustrés sur la Figure IV–16 sont :

A: La vitesse du gaz propulseur est relativement faible. Le jet de particules n'est pas correctement focalisé, sa forme est beaucoup plus conique que d'ordinaire (12 à 15 mm). Il y a une large dispersion au niveau de la zone d'impact sur le substrat. La largeur du jet est près de deux fois supérieure à la normale. Les particules qui rebondissent le font d'une façon quasiment uniforme sur la totalité de la surface de l'échantillon. La concentration en particules aux abords du substrat est donc élevée et assez uniforme.

B: Les conditions de projection (150°C, 0,5 MPa) sont plus proches des conditions classiquement utilisées en P.D.F. La largeur du jet est ici d'environ 6 mm et les trajectoires des particules sont plus rectilignes et parallèles à l'axe du jet. Leur vitesse est néanmoins inférieure à la vitesse critique. Le nombre de particules rebondissant est donc égal à celui des particules projetées mais les rebonds sont maintenant majoritairement localisés en périphérie du substrat.

C: Avec une pression de 1 MPa, la vitesse relativement élevée du gaz propulseur permet à certaines particules d'atteindre la vitesse critique. La largeur du jet est du même ordre que dans le cas B mais le nombre de rebonds a nettement diminué. Le nombre de particules qui adhèrent n'est plus nul.

#### **IV.7.2.2 Essai préliminaire : projection de cuivre sur substrat cuivre**

Afin de valider la méthode, il convient de comparer ces résultats avec ceux que l'on peut trouver dans la littérature. Notre choix s'est logiquement porté sur le cuivre qui reste le matériau le plus étudié. Les données concernant sa vitesse critique ont été obtenues aussi bien expérimentalement (mesure de la vitesse moyenne des particules lors d'une projection aboutissant à un rendement de 50%) que par modélisation. Les données obtenues par ces différentes méthodes étant concordantes, on peut penser que le cuivre est un bon étalon (le substrat utilisé étant lui aussi en cuivre).

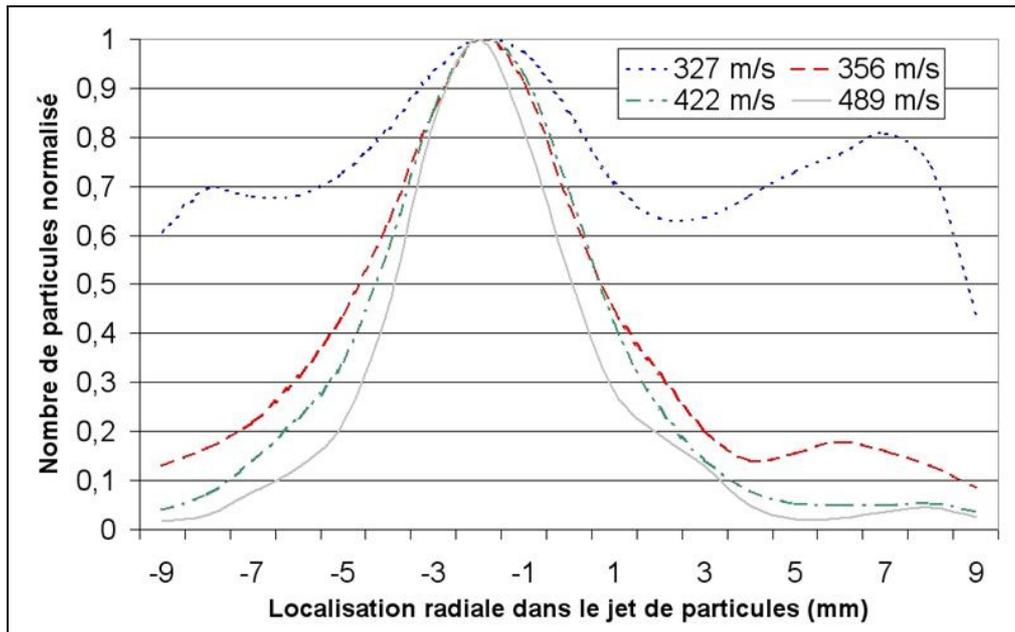


Figure IV–17 : Distribution des particules sur le substrat (cuivre sur substrat cuivre)

La Figure IV–17 est une représentation graphique des images montrant le flux de particules impactant sur le substrat. Pour convertir les images en données numériques, la hauteur de l'image est divisée en 19 bandes d'environ 1 mm et le nombre de particules apparaissant dans chaque bande est compté. Pour faciliter la comparaison entre les différentes courbes (différentes vitesses de particules), nous utilisons un nombre de particules normalisé. Le nombre de particules dans chaque bande est divisé par celui de la bande qui contient le plus de particules. Pour rendre le graphique représentatif, le nombre de particules est en réalité une somme faite à partir de toutes les images enregistrées par le système durant environ une minute.

Ici le graphique confirme les observations faites sur les images individuelles. Le jet n'est pas parfaitement centré au milieu de l'image, il est placé légèrement plus bas. Il s'agit simplement d'un ajustement imparfait de la position de la tuyère. La distribution du flux de particules semble assez gaussienne, au moins pour les trois dernières courbes (vitesse de particules 356, 422 et 489 m/s). La largeur de cette gaussienne semble diminuer quand la vitesse des particules augmente mais ce n'est pas évident pour les courbes référencées 356 et 422 m/s. Sur le côté du graphique (zone 5 à 9 mm), des « bosses » correspondant aux rebonds apparaissent nettement. Le niveau de la courbe dans cette zone stratégique doit permettre de quantifier (sans être en mesure de chiffrer cette valeur) le nombre de particules qui n'adhèrent pas.

Au final, ce graphique ne présente que deux formes de courbes réellement différentes. La première courbe (327 m/s) correspond évidemment à l'image A (Figure IV–16, jet large mal focalisé, vitesses de particules très inférieures à la vitesse limite). Mais les trois dernières courbes (356, 422 et 489 m/s) ont des profils assez similaires dans la « zone de rebonds » ce qui ne permet pas de déterminer avec certitude quand la vitesse des particules dépasse la vitesse critique (passage de l'image B à la C). Des analyses complémentaires doivent être faites.

Afin de déterminer précisément à partir de quelles conditions de projection les particules dépassent la vitesse critique, une mesure de rendement a été effectuée.

Les courbes expérimentales ont été converties en gaussiennes parfaites pour pouvoir comparer leur forme. Afin de traduire la présence de rebonds dans la zone périphérique, la valeur maximale enregistrée dans la « zone de rebonds » est soustraite à l'ensemble des valeurs composant la courbe. Désormais toutes les courbes ont la valeur zéro pour origine et c'est leur amplitude, inversement proportionnelle au nombre de particules qui n'adhèrent pas, qui matérialise le nombre de rebonds.

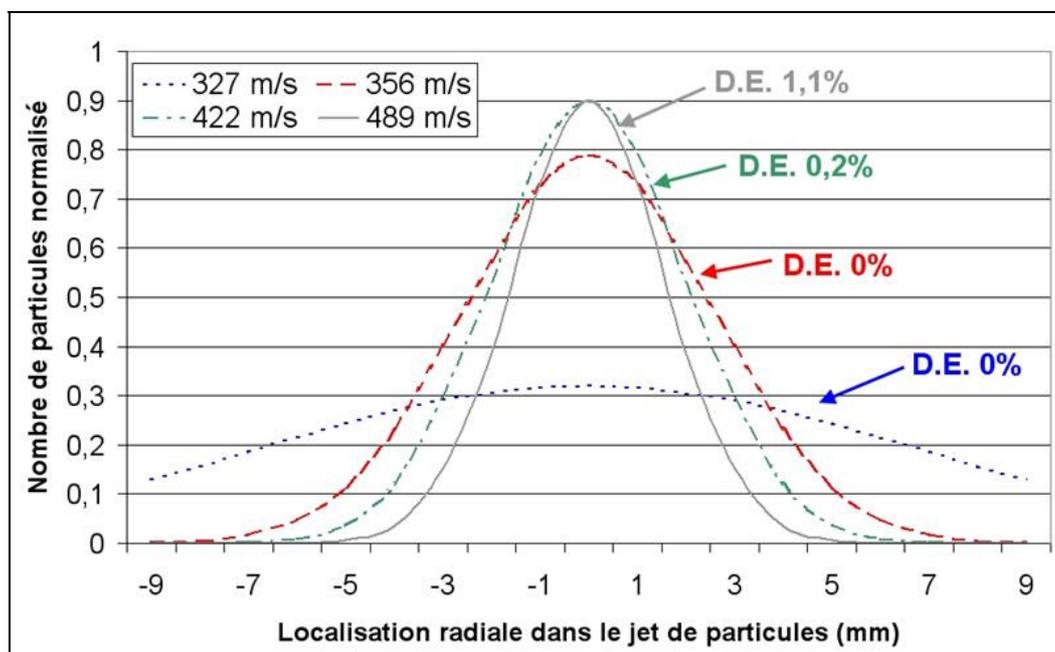


Figure IV–18 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (cuivre sur substrat cuivre, D.E. : rendement de dépôt)

La Figure IV–18 présente les gaussiennes de distribution du flux de particules ainsi que les rendements. A présent, trois types de courbes sont clairement identifiables. De vraies différences sont finalement apparues entre les trois dernières courbes. Tout d’abord, seules les deux dernières correspondent à des rendements de dépôt positifs. Ensuite, l’amplitude maximale n’est que de 0,8 pour la courbe de rendement nul alors qu’elle atteint 0,9 pour les deux dernières.

Il semble donc qu’une amplitude maximale supérieure ou égale à 0,9 soit le paramètre qui indique que la vitesse de certaines particules est supérieure à la vitesse critique.

Mais la vitesse mesurée (422 m/s) reste très inférieure à celle trouvée dans la littérature (571 m/s). Afin de vérifier que le paramètre identifié comme étant celui qui indique le passage des particules au-delà de la vitesse critique est effectivement le bon, d’autres mesures sont effectuées en changeant de matériaux.

Suivent donc les courbes présentant ces expérimentations complémentaires (Figure IV–19, Figure IV–20 et Figure IV–21).

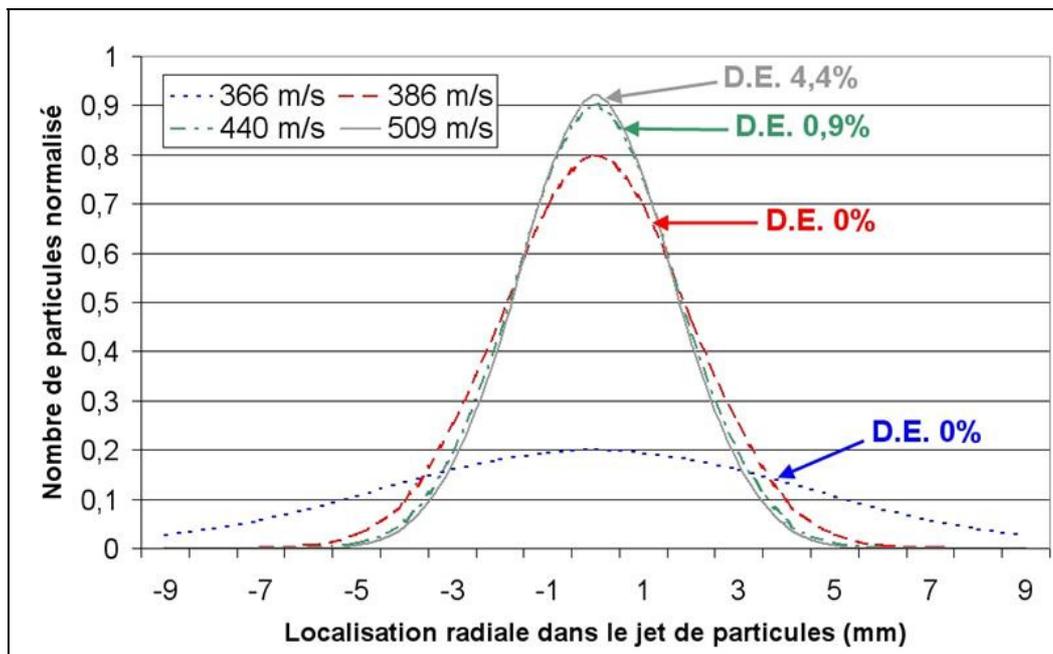


Figure IV–19 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (Cuivre sur substrat aluminium, D.E. : rendement de dépôt)

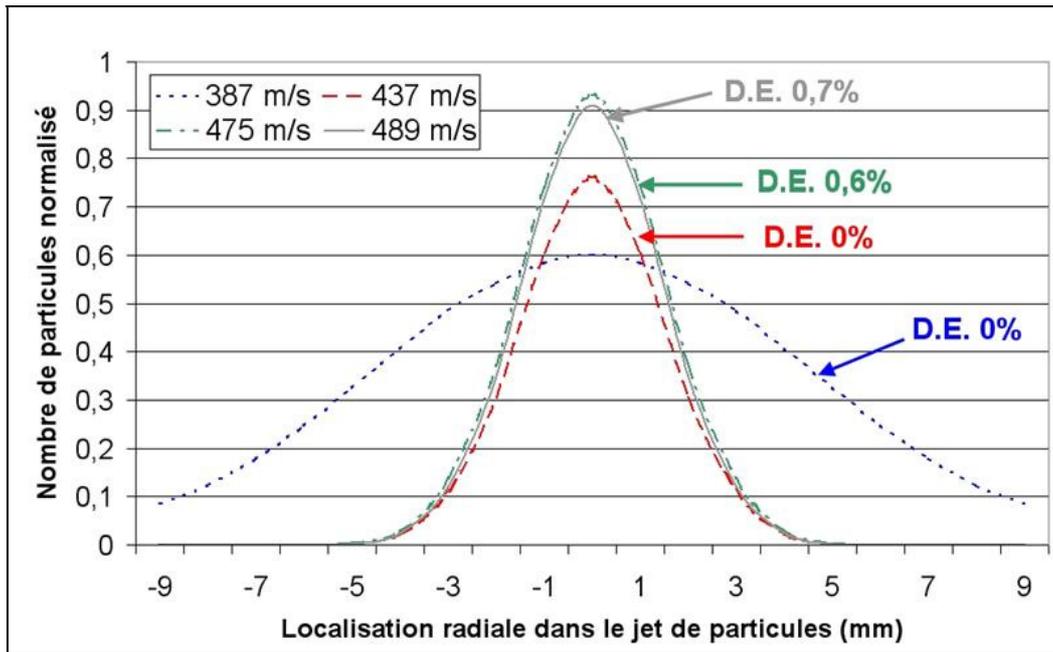


Figure IV-20 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (Cuivre sur substrat acier inoxydable 304L, D.E. : rendement de dépôt)

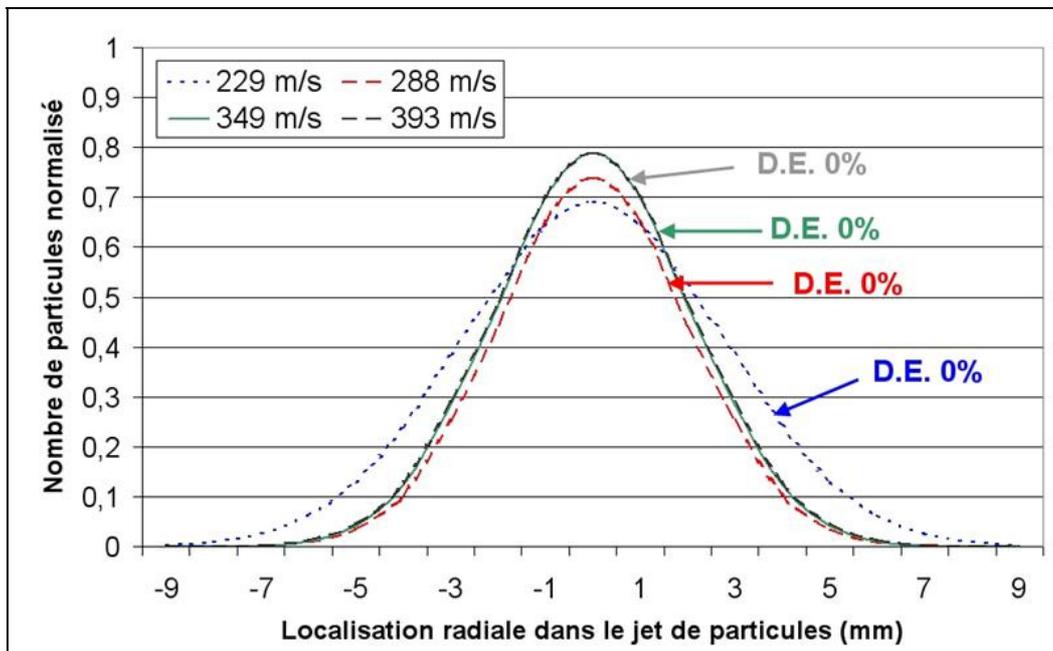


Figure IV-21 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (Carbure de tungstène sur substrat carbure de tungstène, D.E. : rendement de dépôt)

Les courbes précédentes montrent clairement que la transition vers des vitesses supérieures à la vitesse critique a lieu lorsque la valeur maximale de la courbe atteint 0,9. Dans des conditions de projection similaires à celles utilisées pour le cuivre, un essai a été réalisé avec une poudre de carbure de tungstène. Le substrat choisi étant lui aussi composé de carbure, il est totalement improbable que les particules puissent adhérer. Le fait que la valeur maximum atteinte par la gaussienne n'ait jamais dépassé 0,8 prouve que l'évolution de l'amplitude n'est pas due à l'augmentation de la pression du gaz sur les particules. Elle est bien due à la diminution du nombre de rebonds.

Contrairement à son amplitude, la largeur de la gaussienne ne semble pas être un paramètre qui donne une information sur l'évolution du rendement de dépôt. Sur le graphique correspondant à la projection de cuivre sur aluminium (Figure IV-19), le rendement passe de moins de un pour cent à plus de quatre sans que la courbe ne présente de réel changement.

Il semble à présent établi que le paramètre amplitude de la gaussienne est celui qui permet de déterminer la vitesse critique du matériau. Néanmoins les vitesses mesurées restent très inférieures (65 à 150 m/s) à celles trouvées dans la littérature [GRU(1) 04]. Mais à quel type de particule correspond la vitesse mesurée par le système ? En d'autres termes, mesurons nous réellement la vitesse des particules qui adhèrent ?

Même si le choix avait délibérément été fait de ne prendre en compte que les valeurs de vitesse des particules les plus rapides détectées par le système, il apparaît maintenant évident que les particules qui ont adhéré ne correspondent pas à celles dont la vitesse a été mesurée.

L'utilisation de la théorie unidimensionnelle isentropique permet de déterminer le diamètre maximal des particules capable d'atteindre la vitesse mesurée (Tableau IV-3).

<b>Poudre</b>	<b>Substrat</b>	<b>Vitesse critique (m/s)</b>	<b>Taille moyenne des particules dont la vitesse a été mesurée par le système (µm)</b>
Cuivre	Cuivre	422	21
Cuivre	Acier 304L	475	13
Cuivre	Aluminium	440	18

Tableau IV-3 : Diamètres moyens des particules détectées par le système de mesure

La théorie montre que les particules détectées par le système de mesure ont un diamètre assez proche du diamètre moyen de celui de la poudre utilisée (16,2  $\mu\text{m}$ ). Il est donc évident que les particules, dont la vitesse est mesurée, sont plus volumineuses que celles qui adhèrent.

Pour connaître la taille des particules ayant effectivement atteint la vitesse critique, il faut analyser la composition granulométrique d'un dépôt réalisé dans les conditions limites permettant d'atteindre un rendement légèrement positif. Cela doit permettre de mesurer la taille des particules qui ont adhéré.

Ce type de dépôt est réalisé en maintenant la tuyère fixe face au substrat. On obtient alors un cône de matière qui est découpé, enrobé, poli (à l'aide de suspensions diamantés dont la granulométrie varie de 9 à 1  $\mu\text{m}$ ) et finalement attaqué chimiquement pour révéler sa macrostructure (joints de grain). La surface de chaque grain est mesurée par imagerie puis convertie en un diamètre équivalent correspondant à une sphère parfaite. La Figure IV–22 illustre la différence entre la taille des particules composant le dépôt et la granulométrie de la poudre utilisée.

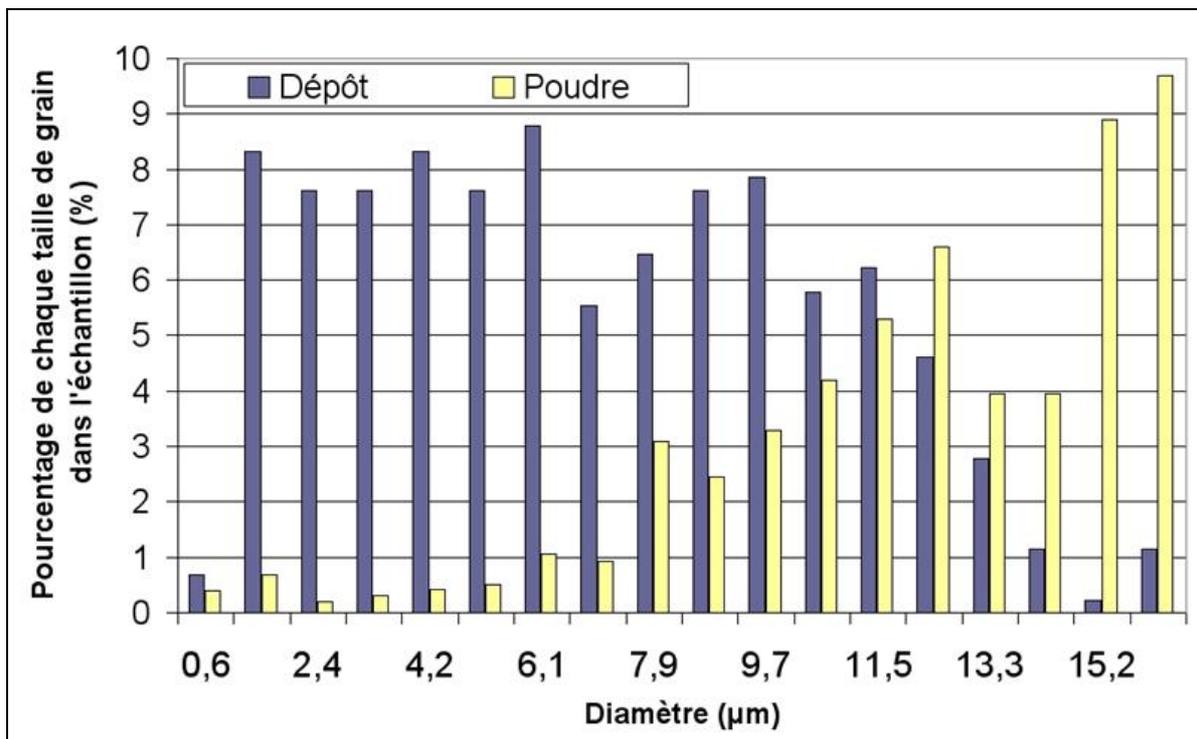


Figure IV–22 : Granulométrie des particules de cuivre composant le dépôt et des particules initialement contenues dans le lot de poudre utilisé

Cette comparaison montre bien que la taille moyenne des particules qui composent le dépôt est nettement inférieure à celle de la poudre utilisée. Ici le diamètre moyen d'une particule de cuivre est de 6,54  $\mu\text{m}$  contre 16,2 dans le lot de poudre utilisé. Cela représente environ 4 % (en nombre) des grains de poudre du lot de cuivre, soit un pourcentage en masse extrêmement faible (inférieur à 1%). Ceci explique les rendements très faibles observés dans ces conditions.

Les particules qui adhèrent au substrat sont donc trop fines pour être correctement détectées par le système de mesure. Les plus grosses particules diffusent d'avantage que les photons du laser et apparaissent plus lumineuses sur l'image. Le contraste entre leur luminosité et celle des petites particules est suffisamment grand pour que ces dernières soient confondues avec le bruit de fond de l'image. Le signal lumineux provenant des fines est alors inférieur au seuil de détection de l'appareil et ces dernières ne sont pas considérées lors du calcul de vitesse. Cela est amplifié par le fait que les particules qui rebondissent dans la zone droite de l'image se déplacent très lentement en comparaison de celles qui n'ont pas impacté et réfléchissent donc énormément la lumière.

La théorie unidimensionnelle isentropique décrite précédemment permet d'estimer la vitesse des particules fines qui ont formé le dépôt.

Les résultats des calculs sont présentés dans le Tableau IV-4 :

Matériaux		Vitesse critique (m/s)		
Poudre	Substrat	Littérature	Mesurée	Calculée (Théorie isentropique)
Cuivre	Cuivre	571	422	537
Cuivre	Aluminium	507	440	546
Cuivre	304L	574	437	534

Tableau IV-4 : Comparaison des vitesses critiques mesurées, calculées ou données dans la littérature

Les vitesses calculées se rapprochent des valeurs références trouvées dans les publications. On peut noter qu'elles sont inférieures à la valeur de référence, excepté dans le cas de la projection sur aluminium. Cela s'explique facilement car le substrat utilisé pour nos expérimentations n'était pas de l'aluminium pur mais un de ses alliages courant (AU4G). Les propriétés de l'alliage étant assez éloignées de celles du matériau pur, il est normal (et même rassurant) de trouver une valeur supérieure à celle attendue.

Les différences de valeurs de vitesse concernant les deux autres substrats sont de l'ordre de 6 à 7%. Les paramètres qui peuvent influencer cette vitesse critique sont nombreux. Les plus influents semblent être : les différences en terme de propriétés mécaniques (dureté, module d'Young, répartition inhomogène des contraintes) qui peuvent être importantes entre une petite particule et le matériau massif classiquement décrit dans la littérature, la forme des particules (pas parfaitement sphérique) qui modifie également la répartition des forces à l'impact. De plus même si le procédé est quasiment athermique, un échange de chaleur est possible avec le gaz propulseur.

La différence de vitesse constatée est finalement assez faible compte tenu du fait que les matériaux utilisés dans cette étude possèdent des propriétés qui leurs sont propres et qui peuvent différer sensiblement de celles des matériaux idéaux considérés dans le cas des calculs qui mènent aux résultats des publications. La validité de chaque mesure se limite donc aux matériaux testés, et ne peut être généralisée à l'ensemble des couples poudre-substrat de même nature.

### **IV.7.2.3 Application de la méthode au cas du nickel**

#### **IV.7.2.3.a Nickel sur substrat de cuivre**

Après avoir décrit la méthode et testé sa validité sur le cuivre, nous avons souhaité déterminer la vitesse critique du nickel. Le nickel est un matériau encore peu étudié ce qui limite les données bibliographiques concernant sa vitesse critique au seul cas de la projection de nickel sur cuivre. Les premières expérimentations sont donc menées avec un substrat de cuivre.

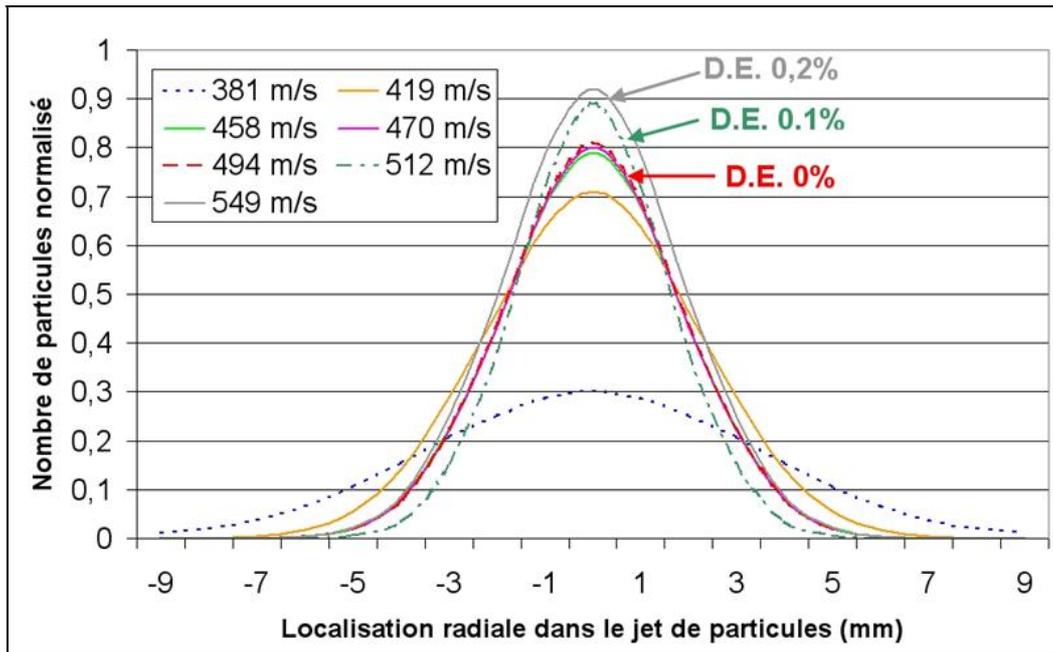


Figure IV-23 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (Nickel sur substrat cuivre, D.E. : rendement de dépôt)

La vitesse critique du nickel étant sensiblement plus élevée que celle du cuivre, sept expériences ont été nécessaires (Figure IV-23). On peut noter que malgré l'augmentation du nombre d'essais et de la vitesse des particules, le critère amplitude (qui consiste à considérer qu'une amplitude maximum de 0,9 est le signe qui indique que des particules atteignent la vitesse critique) permet de déterminer correctement le passage au-delà de la vitesse critique.

Ici aussi, la vitesse déterminée par la lecture directe des résultats de l'appareil de mesure (512 m/s) est plus faible que la valeur attendue (576 m/s). Un calcul de la vitesse équivalente à la taille des particules ayant adhéré (6,7  $\mu\text{m}$ ) est donc encore une fois nécessaire.

La vitesse obtenue est d'environ 604 m/s, soit une différence de 22 m/s par rapport à la vitesse théorique.

La précision de la mesure est globalement meilleure avec le nickel, la valeur trouvée est cette fois supérieure à celle attendue. Le fait que la valeur mesurée soit plus proche de la théorie est probablement lié à l'utilisation d'une poudre qui contient moins de particules fines que celle de cuivre. La taille minimum des particules détectées est donc plus proche de celle des particules qui adhèrent. En conséquence la vitesse mesurée est également plus proche de celle calculée.

#### IV.7.2.3.b Nickel sur substrat en acier inoxydable

Compte tenu de l'absence de données concernant la vitesse critique du nickel lors de sa projection sur un substrat en acier inoxydable 304L, une mesure de vitesse critique par la méthode « classique » (rendement de 50%) a été effectuée et servira de référence. La vitesse des particules conduisant à un rendement de 50% (rendement particulier où la vitesse critique est égale à la vitesse moyenne des particules) est ici d'environ 645 m/s.

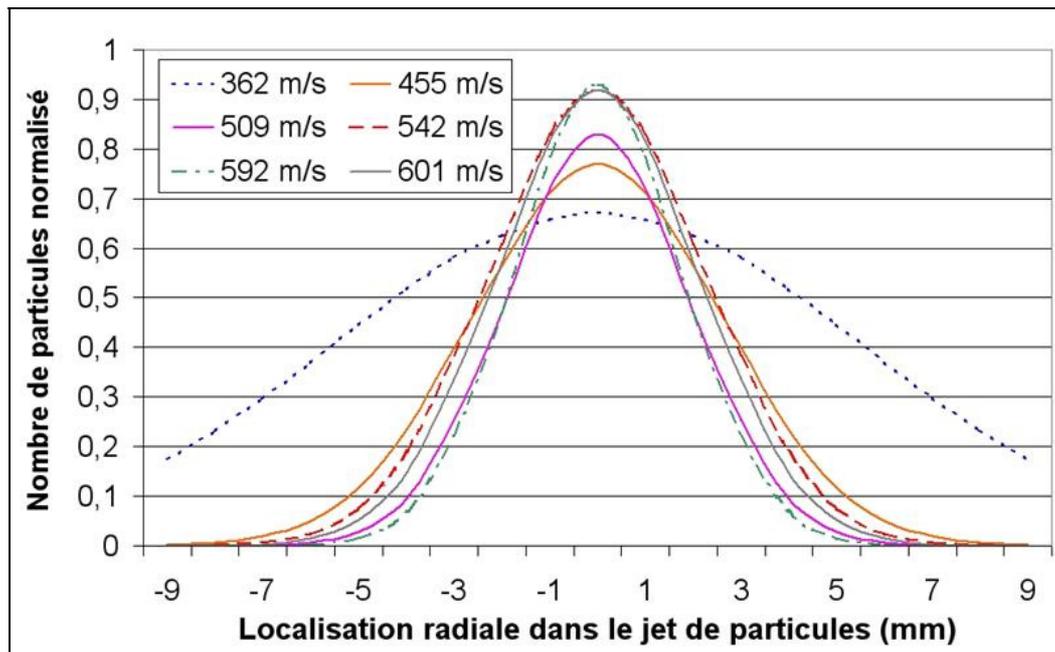


Figure IV-24 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (Nickel sur substrat acier inoxydable 304L)

La mesure directe donne une vitesse critique de 542 m/s, soit environ 100 m/s de moins que la référence (Figure IV-24). En revanche, le calcul de vitesse correspondant aux conditions de projection permettant d'atteindre un rendement de 50% donne une vitesse de 648 m/s ce qui est extrêmement proche de notre première mesure. L'intérêt de cette expérimentation réside surtout dans le fait que nous comparons ici deux résultats issus de mesures effectuées avec les mêmes matériaux. La référence n'était pas un calcul effectué sur la base des propriétés de matériaux idéaux. Ce résultat montre que cette méthode donne des résultats similaires à ceux de la méthode par mesure de vitesse moyenne à rendement 50% mais dans des temps beaucoup plus brefs.

#### IV.7.2.4 Application de la méthode au cas du CoNiCrAlY

Compte tenu de l'absence de données concernant la vitesse critique du CoNiCrAlY, une mesure de vitesse critique par la méthode « classique » a été effectuée et servira de référence. La vitesse des particules conduisant à un rendement de 50% est ici d'environ 910 m/s.

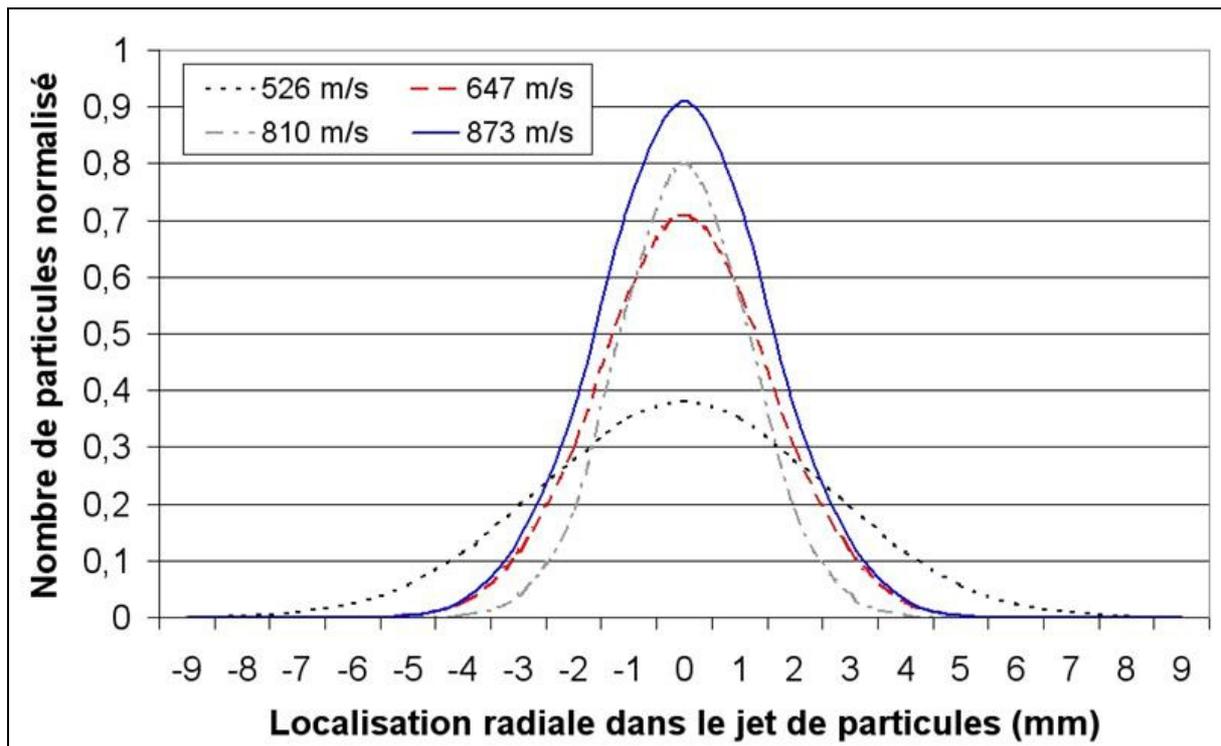


Figure IV–25 : Répartitions gaussiennes des distributions de particules sur le substrat pour différentes vitesses (CoNiCrAlY sur substrat cuivre)

Pour un dépôt de CoNiCrAlY sur cuivre, l'utilisation d'hélium comme gaz propulseur a été rendue nécessaire compte tenu de la vitesse critique plus élevée du matériau. Ici, la mesure directe de vitesse critique donne une valeur de 873 m/s (Figure IV–25). Elle est inférieure à la vitesse de référence d'environ 40 m/s.

L'analyse d'une coupe polie des premières couches du dépôt montre que la taille des particules qui ont adhéré est d'environ 11,5  $\mu\text{m}$ . En appliquant la théorie isentropique unidimensionnelle à l'écoulement, on trouve que la vitesse de telles particules est d'environ 929 m/s. Encore une fois cette valeur de vitesse corrigée est cohérente par rapport à la valeur de référence.

#### IV.7.2.5 Intérêt de la méthode et perspectives d'évolutions

Les derniers essais ont montré que la méthode basée sur l'imagerie et la quantification du nombre de rebonds donne des résultats équivalents à ceux de la méthode par mesure de vitesse moyenne à rendement pondéral 50%. Elle permet de mesurer rapidement la vitesse critique spécifique pour un couple particule-substrat donné. De plus elle possède deux avantages majeurs :

- Elle ne nécessite pas d'effectuer plusieurs dépôts pour trouver la vitesse qui correspond au rendement recherché (50%). La mesure est faite en continu en augmentant progressivement la pression d'introduction et/ou la température du gaz propulseur. Le gain de temps et d'argent peut être considérable, surtout pour des matériaux nécessitant l'emploi d'hélium. En effet le faible rendement de dépôt nécessaire à l'observation des phénomènes peut généralement être atteint avec de l'azote.

- Le deuxième avantage découle directement du premier. Les matériaux difficilement projetables atteignent rarement un rendement de 50% (NiCrAlY). Il est donc quasiment impossible de mesurer leur vitesse critique par la méthode classique. La modélisation est également très compliquée car l'accès aux propriétés de ces matériaux complexes chimiquement est difficile. Cette méthode doit permettre d'accéder rapidement à ces vitesses critiques.

Cependant, le fait d'être obligé de passer par une modélisation de la vitesse des particules qui adhèrent reste un problème majeur. Il existe globalement deux façons de le contourner et de mesurer directement la vitesse de ces particules.

La première est d'augmenter la capacité de détection du système de mesure. Pour cela on peut soit augmenter la puissance des diodes laser utilisées (ce qui est extrêmement coûteux) soit focaliser la puissance du système existant sur une surface plus petite (plus réaliste économiquement). Focaliser la feuille laser ne pose pas de problème de diminution de la taille de la fenêtre de détection car le réglage d'origine éclaire bien plus que la largeur du capteur CCD.

La deuxième voie à explorer est de diminuer la dispersion de la distribution granulométrique de la poudre. L'idéal serait d'isoler une classe de particules de taille spécifique ( $\pm 2 \mu\text{m}$ ). Mais c'est techniquement assez difficile et cela multiplierait le prix de la poudre qui est déjà

conséquent. Une solution moins radicale serait d'éliminer les particules les plus fines des lots de poudre utilisés (taille inférieure à 10  $\mu\text{m}$ ). Cela permettrait de détecter toutes les particules circulant dans le jet et d'avoir accès à la vitesse des plus rapides.

Finalement le système pourrait être optimisé en utilisant simultanément une poudre exempte de ses fines et une feuille laser mieux focalisée. Cela constitue l'alternative la moins coûteuse pour augmenter l'efficacité de détection des particules et s'approcher au plus près de la vitesse critique.

### IV.7.3 Utilisation de la théorie isentropique unidimensionnelle pour calculer la vitesse critique des particules

L'étude comparative (mesure des vitesses de particules, modélisation 2D, utilisation des équations isentropiques) effectuée précédemment montre clairement la supériorité du modèle 2D dans certaines circonstances et la fiabilité de ses prévisions. Cependant, l'utilisation des équations isentropiques permet d'obtenir des résultats assez satisfaisants (écart inférieure à 6% de la vitesse mesurée). Celui-ci peut donc être utilisé pour calculer la vitesse des particules dans les conditions critiques.

Comme présentée précédemment, la vitesse critique est la valeur à atteindre pour qu'une particule de  $x \mu\text{m}$  puisse adhérer sur le substrat. En P.D.F. toute particule dont la vitesse est supérieure à sa vitesse critique peut adhérer. Cela revient à dire que pour un même matériau il existe, suivant les conditions de projection, une taille de particule dont la vitesse est égale à la valeur critique et que toutes les particules moins volumineuses peuvent adhérer.

Pour une poudre, le rendement de dépôt correspond donc au pourcentage de poudre capable de dépasser la vitesse critique. Sur la courbe granulométrique, la valeur du rendement peut être liée à une taille de particule qui est le diamètre de la plus grosse particule projetable (Figure IV-26).

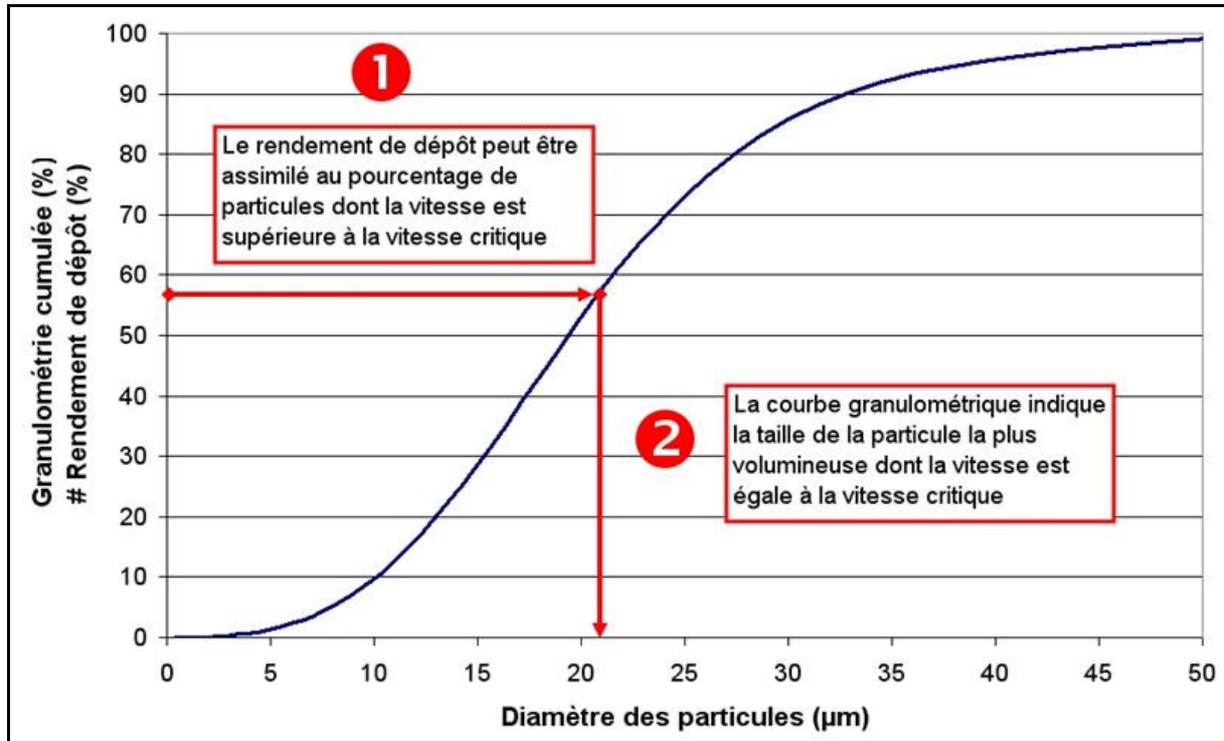


Figure IV-26 : Correspondance du rendement de dépôt avec la taille maximale des particules projetables

Puisque les paramètres de projection sont connus, le diamètre de la particule étant lu sur le graphique il est alors facile d'appliquer les équations isentropiques unidimensionnelles (Équation I-36 et Équation IV-1) :

$$u_p = \frac{u_g}{1 + 0,85 \sqrt{\frac{d_p}{x}} \sqrt{\rho_p \frac{u_g^2}{p_0}}} \text{ (azote) et } u_p = \frac{u_g}{1 + 1,032 \sqrt{\frac{d_p}{x}} \sqrt{\rho_p \frac{u_g^2}{p_0}}} \text{ (hélium).}$$

La vitesse calculée ici correspond à la vitesse critique de la particule.

Cette méthode doit être valable quel que soit le rendement de dépôt mesuré.

Afin de comparer les résultats obtenus par cette méthode purement basée sur le calcul avec les valeurs obtenues par mesures in situ, les projections réalisées le seront avec une poudre de nickel sur des substrats en acier inoxydable. Les différentes conditions de tir permettront de balayer une large plage de dimensions critiques de particules. Cela permettra de vérifier que la vitesse critique est bien un paramètre indépendant de la taille des particules.

Les données expérimentales et les résultats des calculs sont résumés dans le Tableau IV-5 :

Rendement (%)	Gaz	Pression (MPa)	Température (°C)	Diamètre maximum pouvant adhérer (µm)	Vitesse critique calculée (m/s)
6,3	Azote	2	400	8,4	674
13,4	Azote	2	500	11,08	669
24,4	Azote	2,4	500	13,97	662
52,2	Hélium	1,3	450	20,23	647
81,8	Hélium	2	300	28,26	632
88,5	Hélium	2	500	31,47	631
90,8	Hélium	2,4	300	33,73	633
92,2	Hélium	2,4	400	34,78	640
93,0	Hélium	2,4	500	35,82	644
<b>Moyenne</b>					<b>648</b>

Tableau IV-5 : Calcul de la vitesse critique à partir du rendement de projection

La vitesse critique semble décroître avec l'augmentation de la taille des particules mais ce phénomène s'inverse pour les trois dernières conditions. Cependant, en tenant compte de l'erreur potentielle due au calcul de la vitesse des particules (6%), il apparaît que ces variations ne peuvent être sérieusement considérées comme significatives. La vitesse critique semble donc être une valeur indépendante du diamètre des particules.

Les expériences menées précédemment avaient donné les résultats suivants :

- Mesure de la vitesse moyenne des particules lorsque le rendement atteint 50% : 645 m/s,
- Mesure par la méthode de la variation du nombre de rebonds : 648 m/s.

Chacune des valeurs calculées dans ce chapitre se trouve être très proche des résultats obtenus par imagerie. La valeur moyenne de la vitesse critique calculée est de 648 m/s, ce qui est quasiment la vitesse donnée par la méthode du rendement de 50% et la méthode par mesure du taux de rebonds.

Cette méthode de calcul permet en une expérience d'approximer la vitesse critique d'une poudre sur un substrat (à condition d'avoir un rendement significatif). La multiplication des expériences permet d'obtenir une valeur qui s'avère être assez précise. Cependant, il est nécessaire d'obtenir un rendement suffisamment élevé pour que l'erreur principale ne vienne pas du rapport masse déposée/masse projetée (cas des matériaux comme les MCrAlYs).

## IV.8 Conclusion

La technique de mesure associant un laser à une caméra rapide permet de mesurer avec précision la vitesse des particules projetées en P.D.F. Comme prévu, la vitesse des particules augmente avec la température et la pression d'introduction du gaz. Globalement cette vitesse est assez constante dans toute la largeur du jet de poudre. La dispersion de la vitesse des particules est plutôt faible.

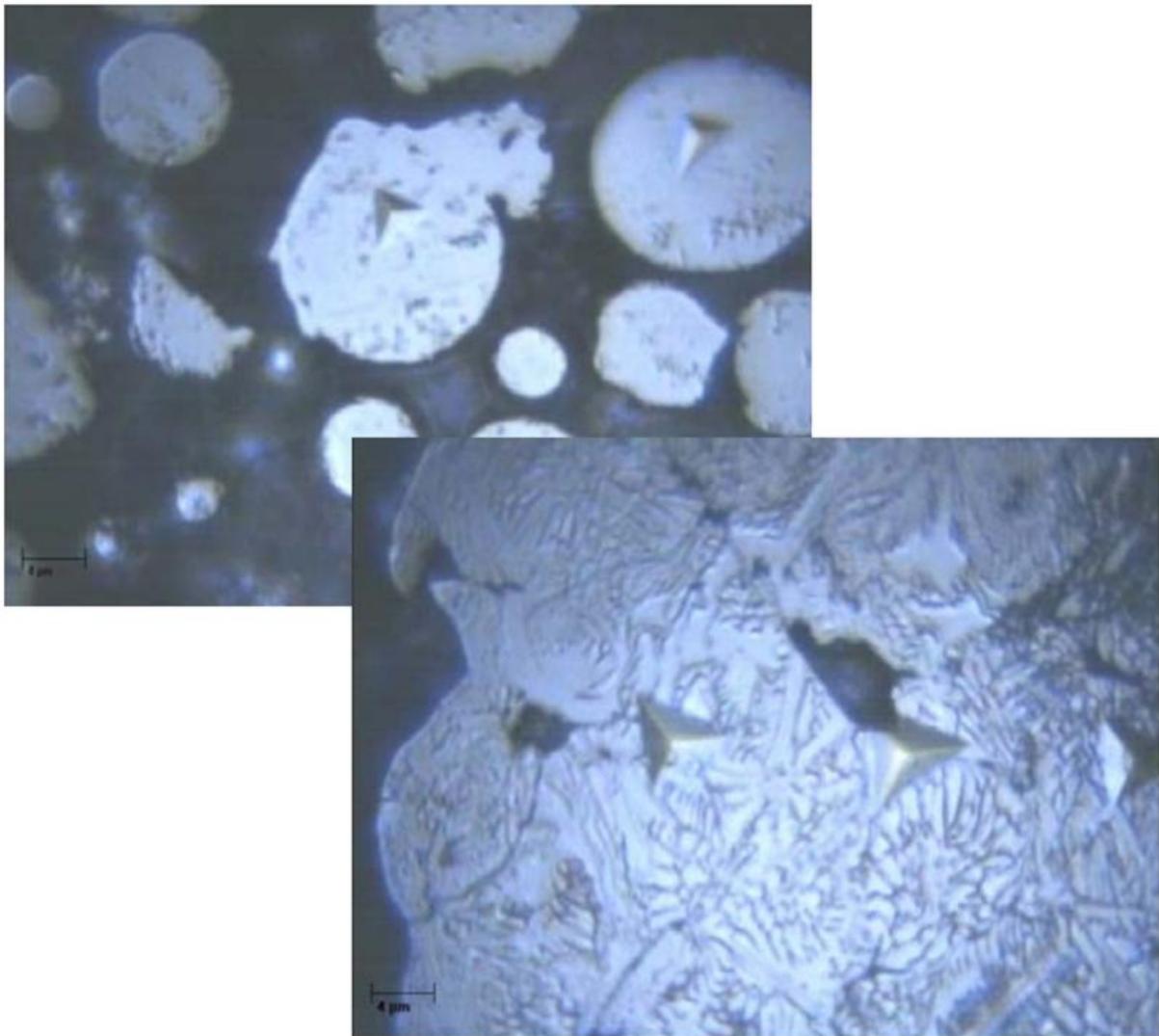
Les résultats obtenus sont tout à fait cohérents avec ceux de la modélisation. La théorie isentropique unidimensionnelle permet d'obtenir des résultats extrêmement proches des mesures si l'azote est utilisé comme gaz propulseur. Avec l'hélium, la concordance des résultats est moins bonne (quoique satisfaisante) du fait que l'équation utilisée a été développée à partir de résultats obtenus à l'azote. Une légère correction de la constante contenue dans l'équation permet de corriger ce problème.

Le système de mesure de vitesse peut également être employé pour déterminer la vitesse critique des particules. La diminution du nombre de rebonds sur le substrat permet de détecter le passage de la vitesse de certaines particules au-delà de la valeur critique. La mesure de la vitesse des particules à cet instant est rendue difficile par la petite taille des particules qui adhèrent et donc leur faible luminosité par rapport aux plus grosses (plus lentes). Il en résulte que les vitesses mesurées sont plus faibles que celles attendues. La mesure de la taille des particules ayant adhéré et le calcul de la vitesse d'impact de ces particules (grâce à la théorie isentropique unidimensionnelle) permet d'obtenir des résultats cohérents. Cette technique est utilisée avec succès pour déterminer les vitesses critiques du cuivre, du nickel et du CoNiCrAlY.

Les équations isentropiques unidimensionnelles peuvent également être utilisées seules pour calculer la vitesse critique des particules uniquement en mesurant le rendement de dépôt du matériau. Les résultats obtenus sont extrêmement proches de ceux de la mesure précédente.



## V Propriétés des dépôts



Nano indentations dans des poudres et dépôts d'hastelloy C



La maîtrise et la connaissance des vitesses de particules, nous amène à étudier l'influence de la vitesse d'impact des particules sur leur déformation à l'impact et sur la morphologie du dépôt obtenu. L'effet d'une variation de la vitesse moyenne des particules et de la dureté du substrat sur la compacité du dépôt est ensuite présenté. Quelques propriétés mécaniques (dureté, module d'Young) sont finalement mesurées sur les poudres et les revêtements correspondants. Tous ces dépôts sont réalisés en une seule passe.

## V.1 Influence de la vitesse des particules de nickel sur leur morphologie après impact sur le substrat

Afin d'étudier l'impact d'une particule isolée (nickel) sur un substrat, des essais ont été réalisés à faible débit de poudre et haute vitesse de déplacement du pistolet de projection. Le débit de poudre est d'environ 8 g/mn et la vitesse de translation de la tuyère de 200 mm/s. Les projections sont réalisées sur des échantillons cylindriques en acier inoxydable 304L d'épaisseur 4 mm et de diamètre 25 mm. Compte tenu des paramètres de projection utilisés, environ 17 mg de poudre se déposent sur le substrat en une passe (au maximum). Les échantillons sont polis à l'aide de suspensions diamantées puis d'une suspension de silice colloïdale (taille de grain 0,04  $\mu\text{m}$ ) jusqu'à ce que leur rugosité puisse être considérée comme nulle.

Nous faisons varier la nature du gaz propulseur, sa température et sa pression afin de modifier la vitesse moyenne des particules et d'observer l'évolution morphologique de celles qui ont adhéré. Cette observation est faite en surface sur l'échantillon brut et sur des coupes polies qui permettent de visualiser l'interface avec le substrat.

### V.1.1 Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne varie de 540 à 560 m/s

Dans cette gamme de vitesse, le rendement de dépôt est inférieur à 10 %. Sur les images en microscopie électronique à balayage, cela se traduit par la présence de très nombreux cratères sur la surface du substrat (Figure V-1). Les impacts des particules qui ont rebondi sans adhérer sont évidemment responsables de ce phénomène. Les déformations subies par le substrat semblent assez localisées et se limitent à la zone d'impact.

Celles qui ont créé des liaisons avec le substrat semblent avoir conservé une forme assez sphérique correspondant à leur aspect initial. La déformation engendrée par l'impact semble assez faible.

En coupe (Figure V-2), il apparaît que les particules de nickel ne sont effectivement pas très déformées. La partie supérieure a conservé sa morphologie sphéroïdale alors que l'interface substrat-particule s'est aplatie sans pénétrer profondément le substrat. On peut noter que l'énergie d'adhésion est faible car le polissage a induit un décollement au niveau de l'interface. La zone de la particule qui frappe le substrat en premier semble avoir adhéré plus solidement car le décollement y est plus faible voir inexistant. Cela vient du temps de contact entre la particule et le substrat qui est plus long dans cette zone (puisque c'est celle qui touche la surface en premier).

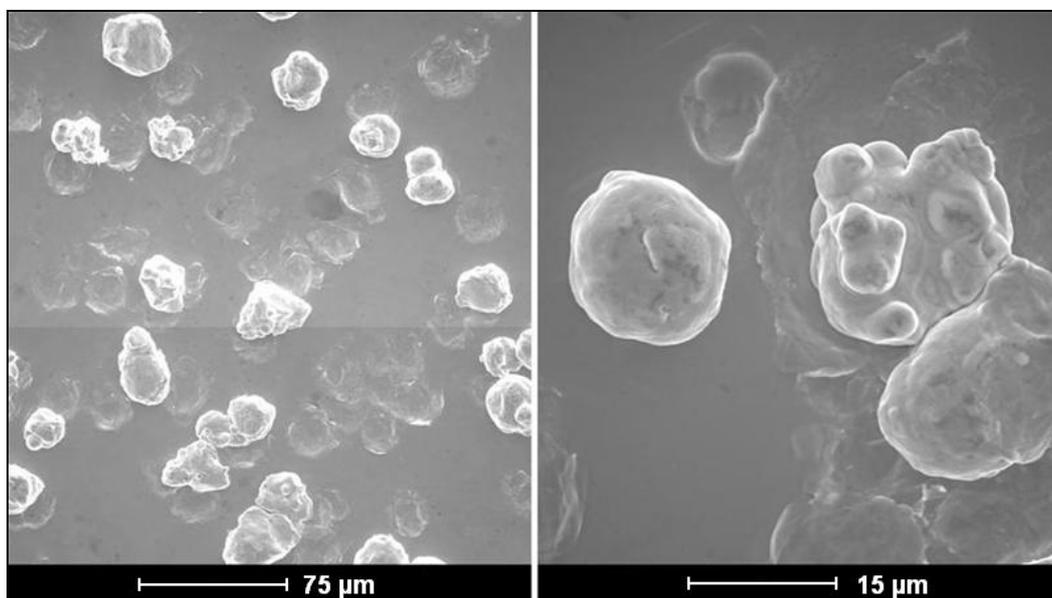


Figure V-1 : Images MEB de particules de nickel sur la surface d'un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 540-560 m/s)

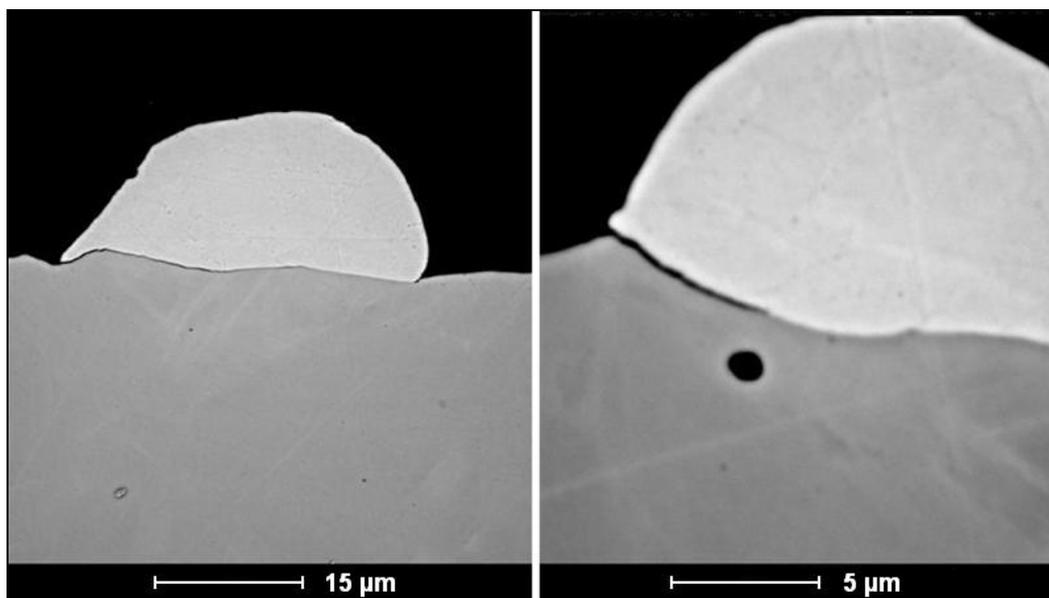


Figure V-2 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 540-560 m/s)

L'image en microscopie interférométrique (Figure V-3) confirme que les particules ont été peu déformées. On remarque aussi que les traces d'impacts sont peu profondes (à gauche) et que la zone autour des particules qui ont adhéré n'a pas été perturbée à longue distance (la déformation du substrat est assez localisée).

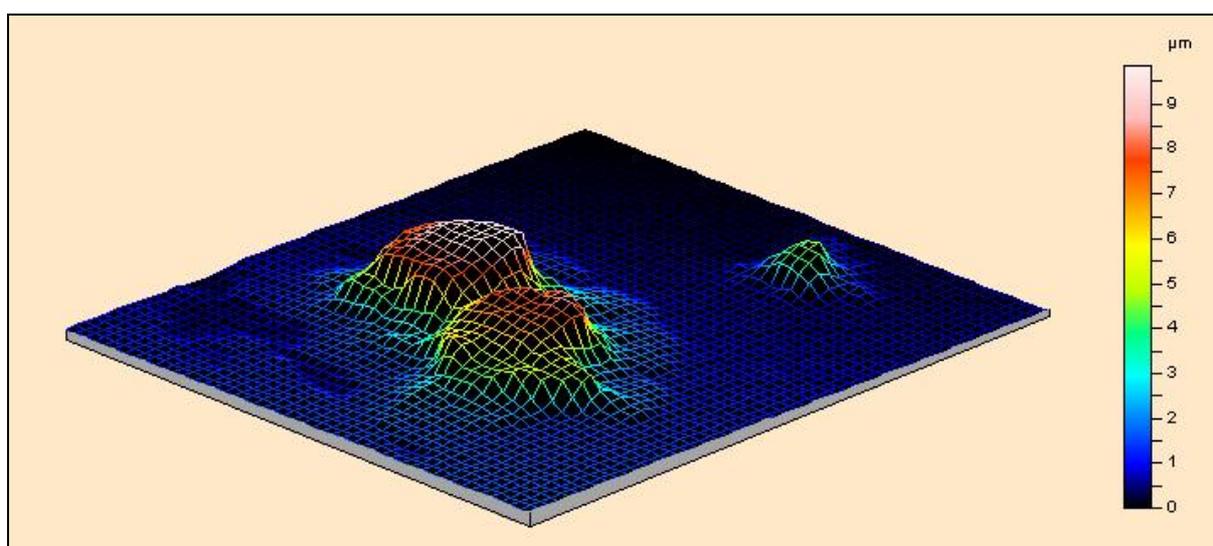


Figure V-3 : Image en microscopie interférométrique de l'impact de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 540-560 m/s)

A relativement faible vitesse les particules se déforment peu et ne pénètrent pas profondément le substrat. Cela n'empêche pas l'adhésion d'avoir lieu, même si l'énergie nécessaire au décollement de la particule semble assez faible.

### V.1.2 Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne est de l'ordre de 580 m/s

Comme dans le cas précédent, la déformation des particules semble assez limitée quand on observe la surface de l'échantillon (Figure V-4). En coupe, il apparaît que, bien que conservant une forme arrondie, les particules s'étalent plus à l'impact sans pour autant pénétrer très profondément le substrat.

Un phénomène nouveau fait son apparition au niveau de certaines particules. L'impact provoque une éjection de matière au niveau du substrat (périphérie de la particule de la Figure V-5). Cela ne permet cependant pas d'éviter la décohésion au niveau de l'interface. Il est même notable que la qualité de cette interface est bien plus mauvaise que dans le cas où le substrat est moins déformé (Figure V-5).

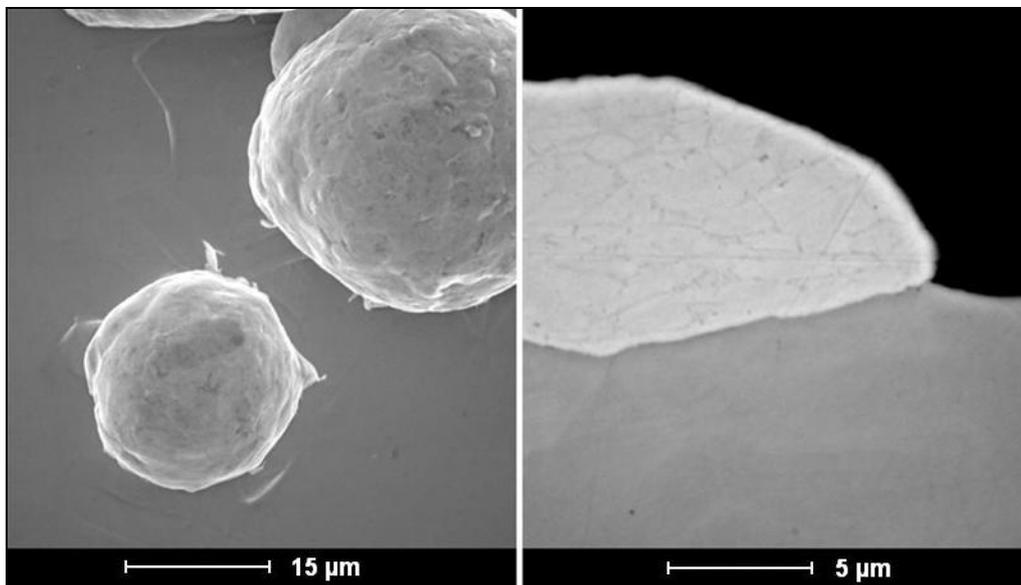


Figure V-4 : Images MEB de la surface et de coupes polies de particules de nickel sur un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 580 m/s)

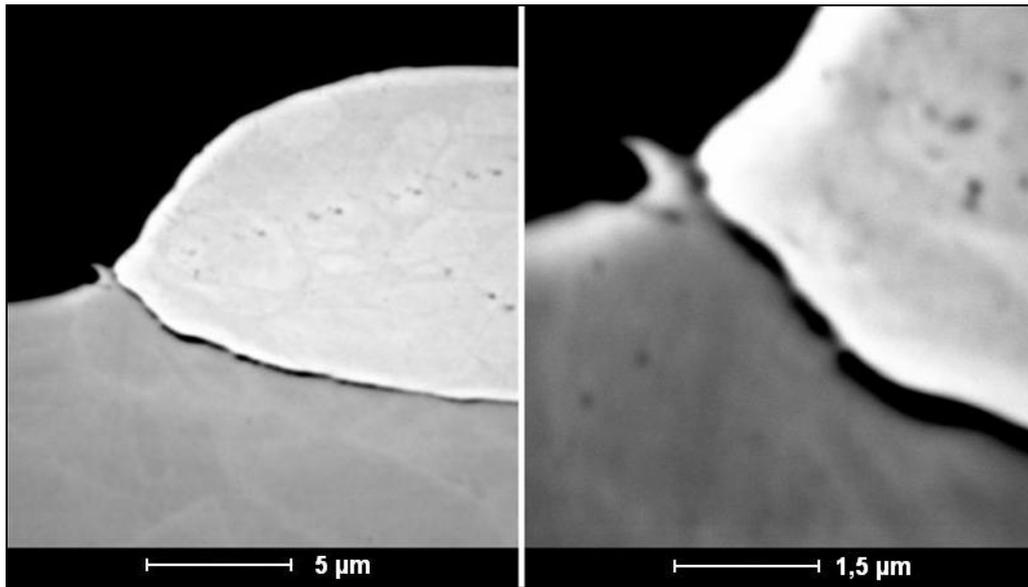


Figure V-5 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 580 m/s)

### V.1.3 Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne est de l'ordre de 600 m/s

A cette vitesse les particules commencent à se déformer de plus en plus au niveau de leur zone d'impact (Figure V-6). Le sommet de la particule conserve son aspect initial mais sa base s'étale maintenant plus au niveau du substrat. On observe un bourrelet de matière en périphérie de la particule qui correspond à une fraction de matière (nickel) cisailée lors de l'impact.

A présent l'interface particule-substrat est parfaitement cohérente (Figure V-7) ce qui montre que la force d'adhésion est en augmentation.

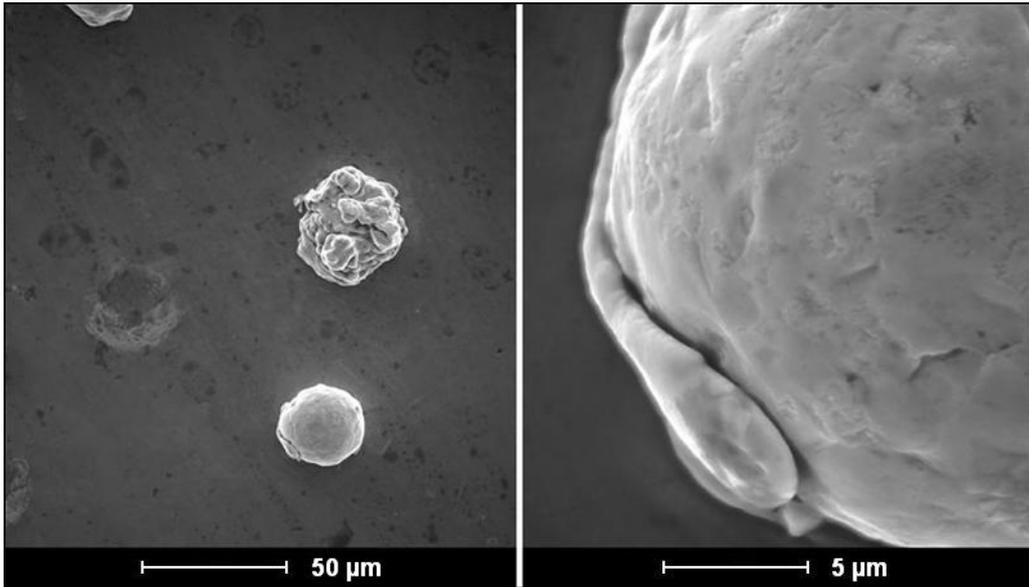


Figure V-6 : Images MEB de la surface de particules de nickel sur un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 600 m/s)

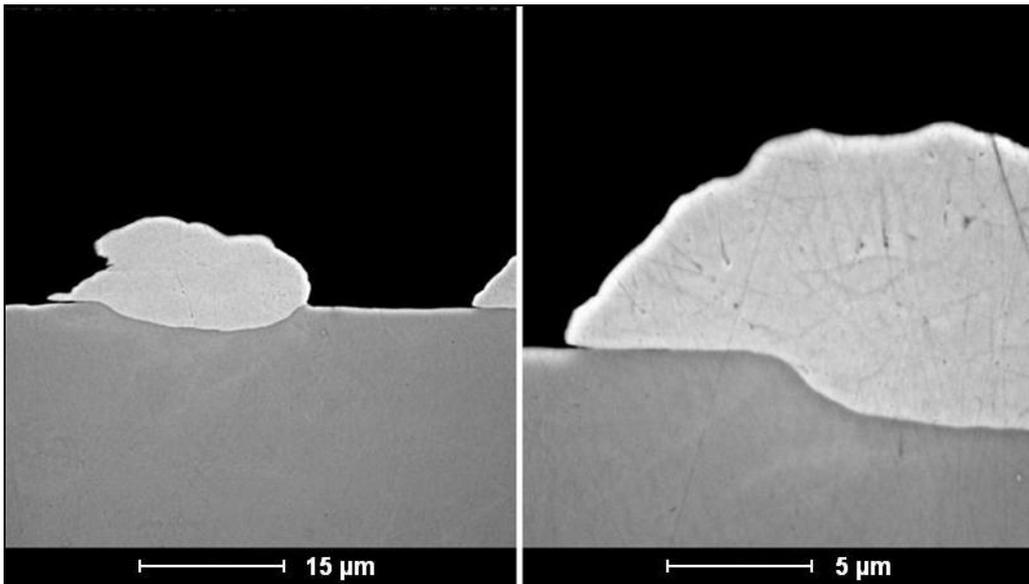


Figure V-7 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 600 m/s)

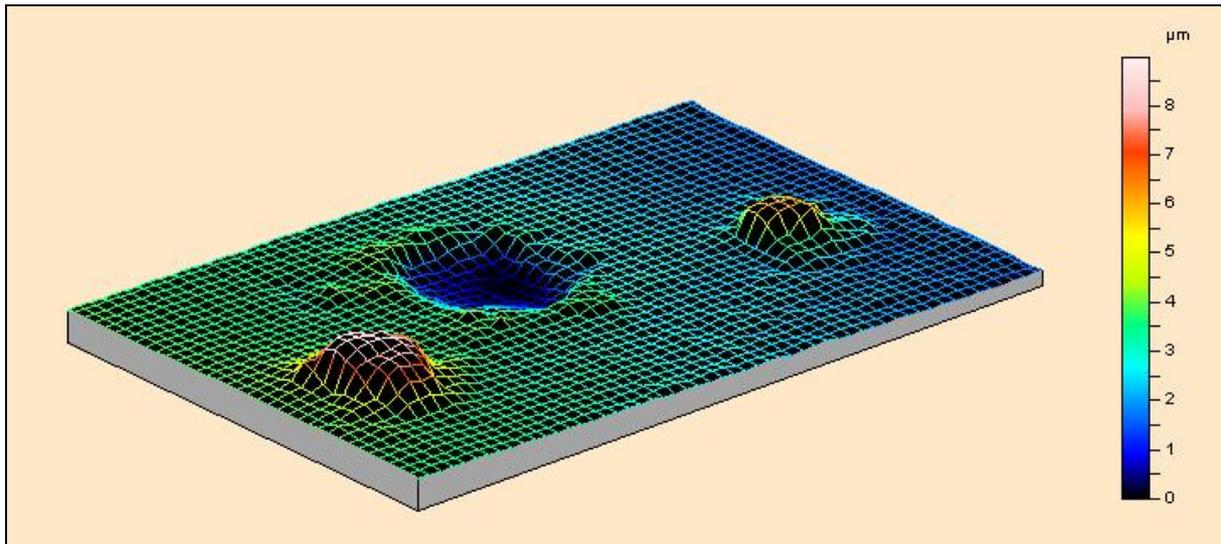


Figure V–8 : Image en microscopie interférométrique de l'impact de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 600 m/s)

L'image en microscopie interférométrique (Figure V–8) montre que les particules conservent un aspect encore assez compact, proche de leur morphologie originelle. On notera que l'énergie d'impact est en augmentation car le cratère laissé par le rebond d'une particule est maintenant nettement visible et sa profondeur est devenue significative (environ 4  $\mu\text{m}$ ).

### V.1.4 Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne est de l'ordre de 700 m/s

L'utilisation d'hélium comme gaz propulseur permet d'augmenter substantiellement la vitesse moyenne des particules. Le changement au niveau de la morphologie des particules ayant adhéré est radical (Figure V–9).

Ici la majorité des particules présentent des jets de matière en périphérie. Leur forme semble être celle d'un disque fortement encre dans le substrat. Celui-ci a subi des déformations importantes et on voit clairement que le matériau a accommodé ses contraintes en se déformant à plus longue distance.

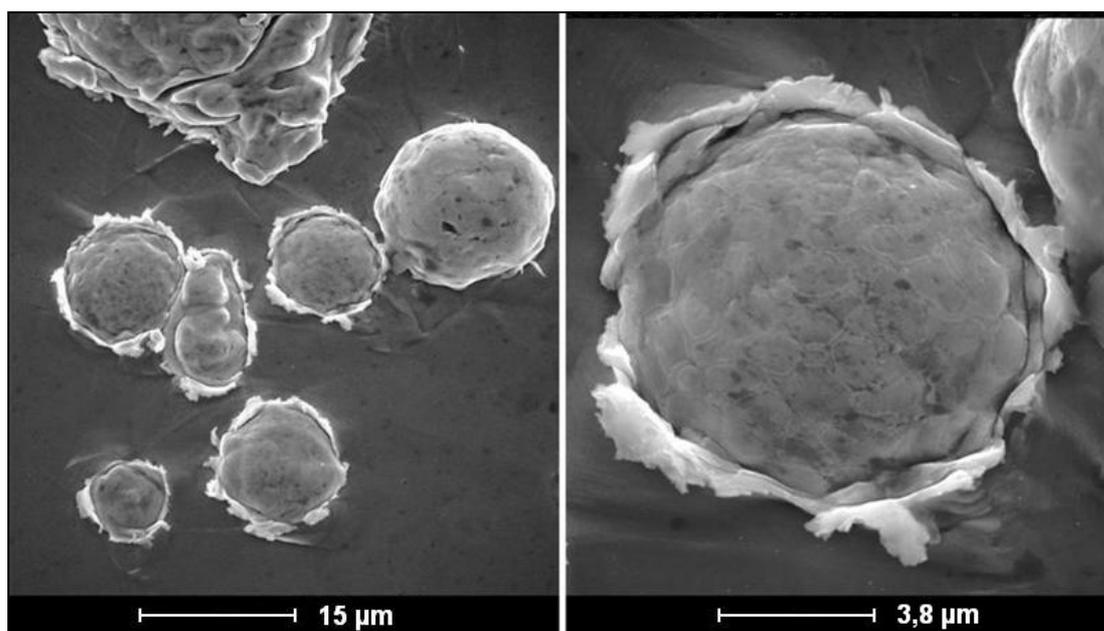


Figure V-9 : Images MEB de particules de nickel sur la surface d'un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 700 m/s)

L'analyse E.D.S. des éjections périphériques (Tableau V-1) révèle que leur composition est équivalente à celle du substrat. C'est donc le matériau de base qui a été éjecté lors de l'impact de la particule.

	Pourcentage atomique		Pourcentage massique	
	Substrat	Éjections périphériques	Substrat	Éjections périphériques
<b>Si</b>	1,37	1,51	0,70	0,77
<b>Cr</b>	18,23	17,11	17,22	16,18
<b>Mn</b>	1,17	2,42	1,17	2,42
<b>Fe</b>	68,25	70,99	69,22	72,12
<b>Ni</b>	10,96	7,96	11,69	8,50

Tableau V-1 : Composition chimique du substrat et des éjections en périphérie de particule

Sur les observations en coupe (Figure V-10), il apparaît clairement que la particule pénètre très profondément le substrat. Plus de 50% de son volume se situe à présent dans l'acier. Ici la particule s'est tellement étalée que sa partie inférieure (interface particule-substrat) apparaît maintenant comme ayant le rayon de courbure le plus faible.

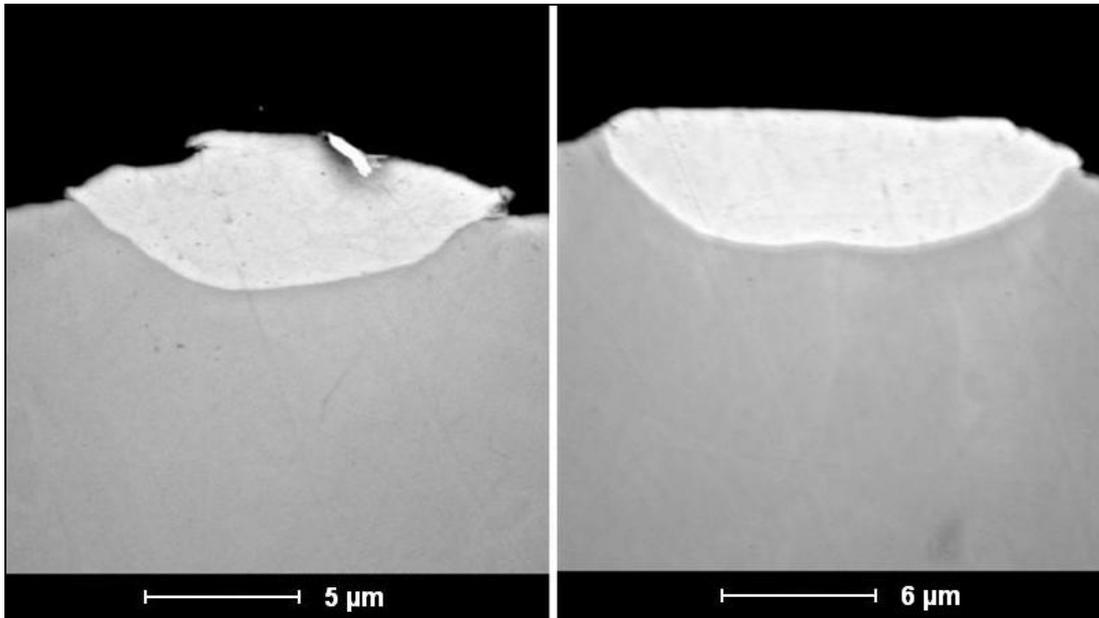


Figure V-10 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 700 m/s)

L'image en microscopie interférométrique (Figure V-11) montre que l'impact de la particule provoque autour d'elle une déformation du substrat dont la profondeur peut atteindre 1 µm. La particule est maintenant largement étalée et son altitude par rapport à l'interface initial substrat-particule est ici inférieure à 3 µm.

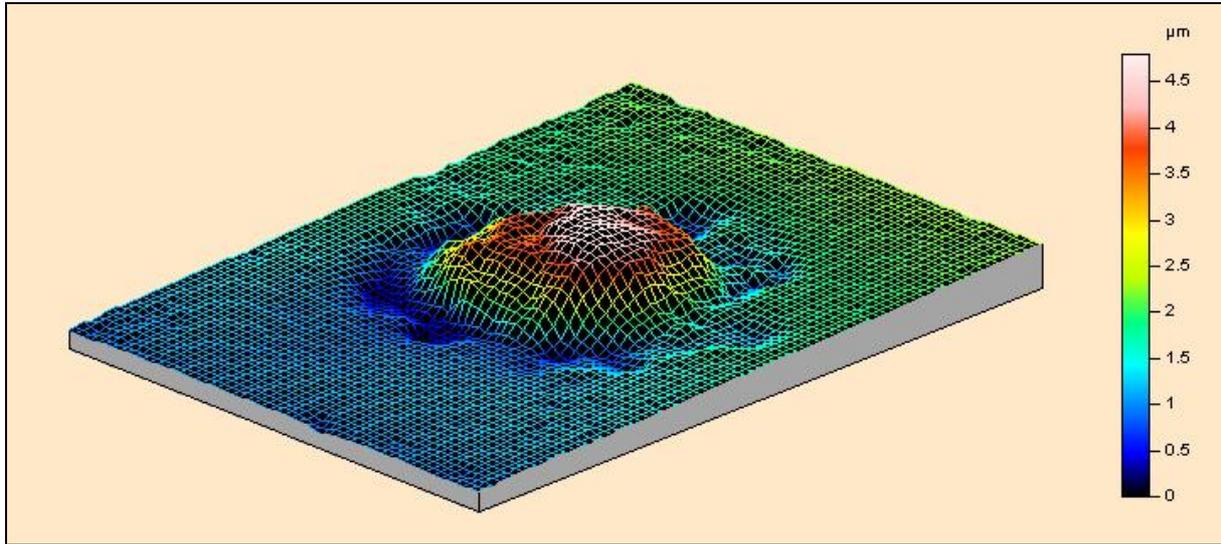


Figure V-11 : Image en microscopie interférométrique de l'impact de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 700 m/s)

### V.1.5 Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne varie de 720 à 740 m/s

La surface de l'échantillon ne contient quasiment plus que des particules présentant des jets de matière en périphérie (Figure V-12). Le substrat présente nettement des dégradations linéaires qui traduisent les plans de glissement utilisés pour accommoder les déformations.

En coupe, les particules pénètrent toujours profondément dans le substrat en provoquant des éjections de matière. Celles-ci issues uniquement du substrat ou, et c'est nouveau, d'une projection simultanée des deux matériaux. Dans ce cas, on notera que l'interface entre le substrat et la particule au niveau de cette « lèvre » est parfaitement cohérente. Dans tous les cas les interfaces sont parfaites et ne montrent aucun signe de rupture (Figure V-13).

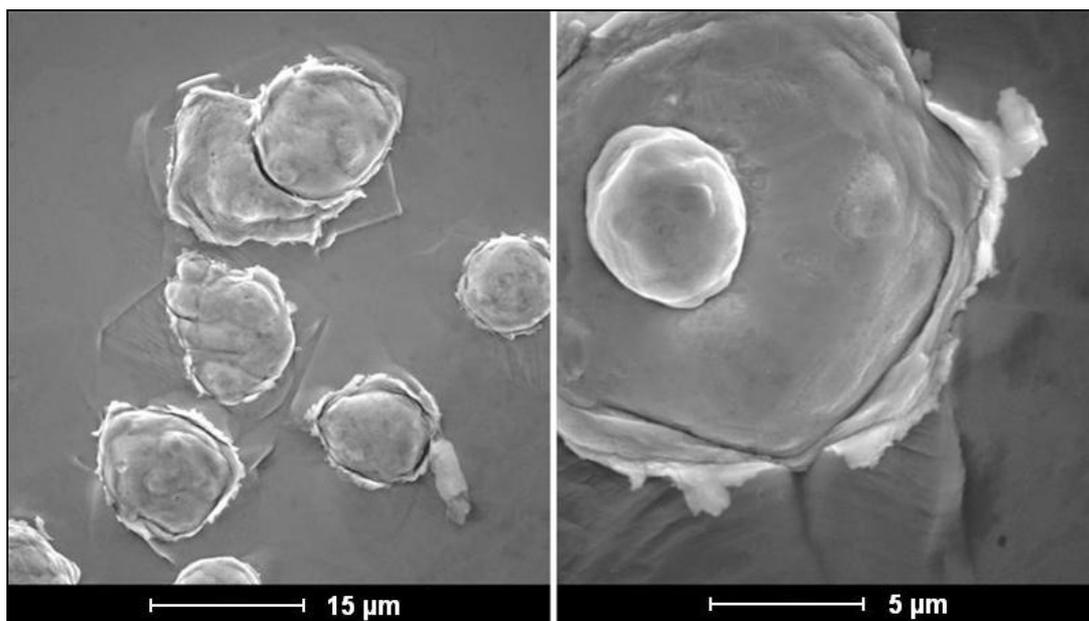


Figure V-12 : Images MEB de particules de nickel sur la surface d'un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 720-740 m/s)

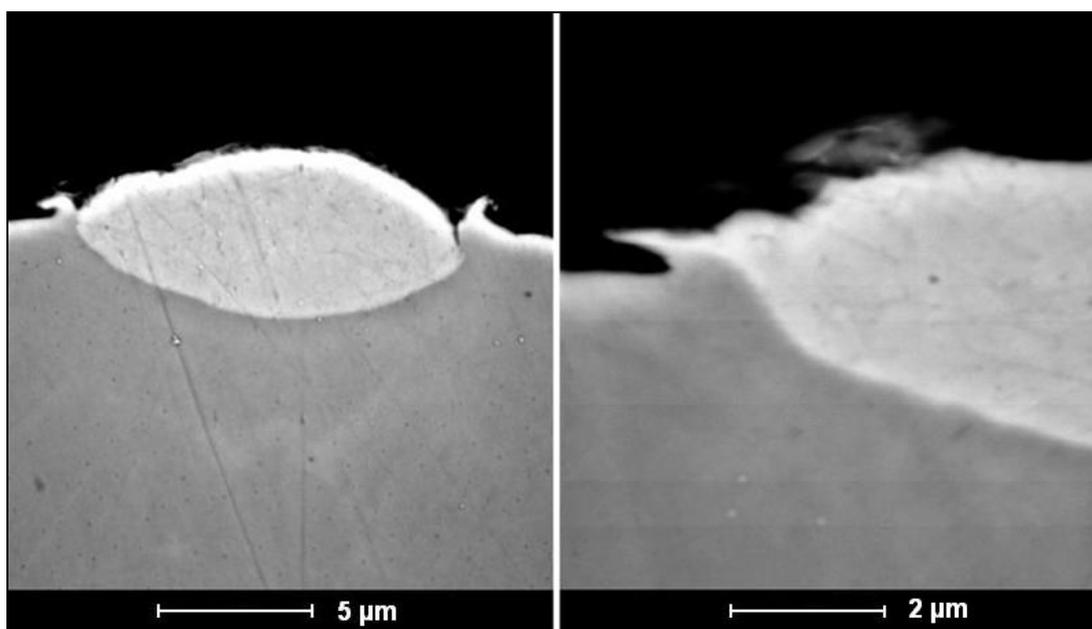


Figure V-13 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 720-740 m/s)

## V.1.6 Aspect des impacts de particules de nickel dont la vitesse moyenne varie de 760 à 780 m/s

Le cas de particules projetées à ces vitesses moyennes est similaire au cas précédent. Les observations issues des images MEB (Figure V-14 et Figure V-15) sont les mêmes : particules très étalées présentant des éjections de matière en périphérie, pénétration profonde dans le substrat.

L'image en microscopie interférométrique (Figure V-16) montre une particule assez plate dont l'impact a perturbé topographiquement le substrat sur une distance assez grande.

Il semble que l'évolution morphologique des particules devienne très faible au-delà d'une vitesse moyenne de 720 m/s. Les particules ont alors certainement atteint leur degré maximum de déformation. La dissipation de l'énergie d'impact doit alors se faire majoritairement par l'intermédiaire du substrat dont le volume relatif est très supérieur à celui de la particule (si elle est isolée). C'est pour cela que la zone affectée mécaniquement par l'impact augmente alors que la particule semble conserver un taux de déformation stable.

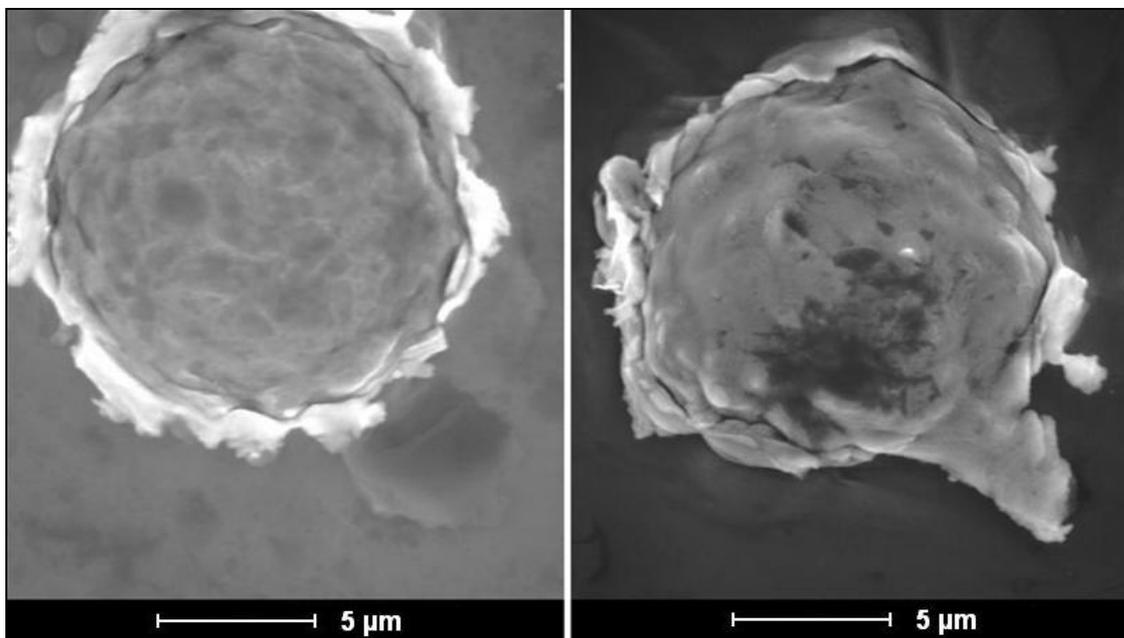


Figure V-14 : Images MEB de particules de nickel sur la surface d'un substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 760-780 m/s)

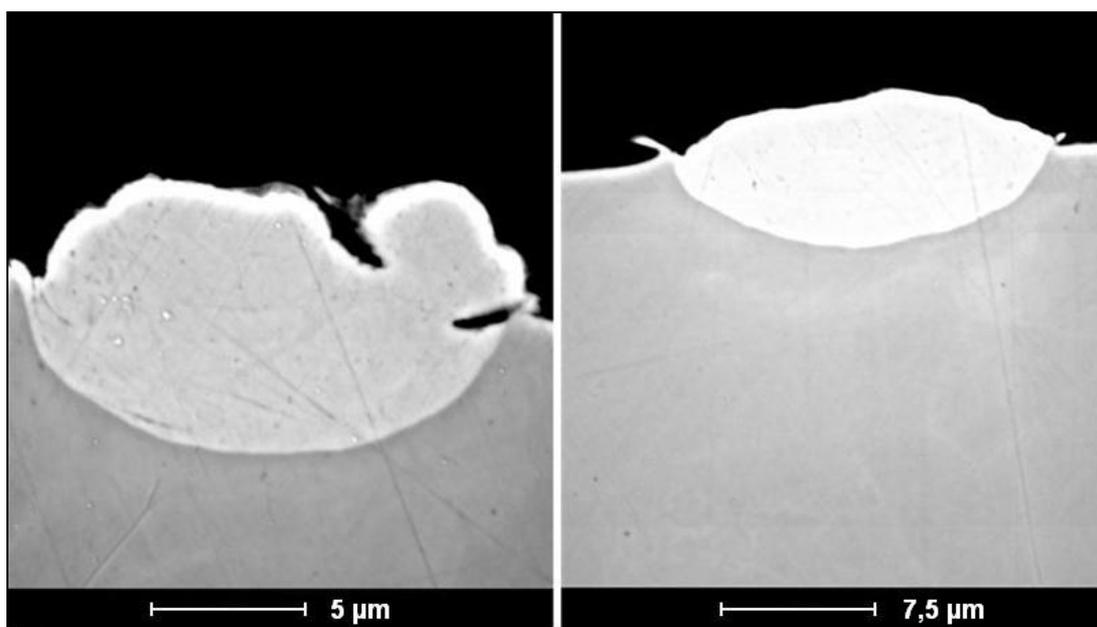


Figure V-15 : Images MEB de coupes polies de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 760-780 m/s)

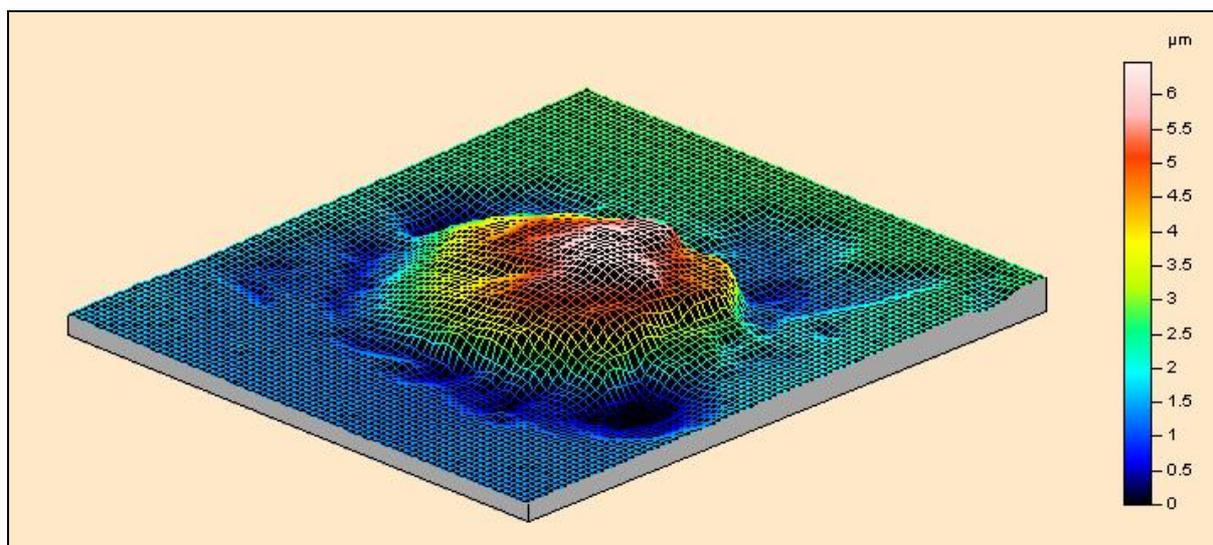


Figure V-16 : Image en microscopie interférométrique de l'impact de particules de nickel sur substrat en acier 304L (vitesse moyenne des particules 760-780 m/s)

## V.2 Caractéristiques des dépôts obtenus

### V.2.1 Rendement de dépôt

#### V.2.1.1 Influence de la vitesse des particules sur le rendement

Les différentes publications soulignent l'importance de certains paramètres (géométrie de la tuyère, nature, température et pression d'introduction du gaz) sur les caractéristiques des dépôts obtenus. Tous ces facteurs ont une influence directe sur la vitesse d'écoulement du flux gazeux et donc sur celle des particules. Mais au final, c'est bien le facteur « vitesse des particules » qui va majoritairement conditionner l'état du revêtement obtenu.

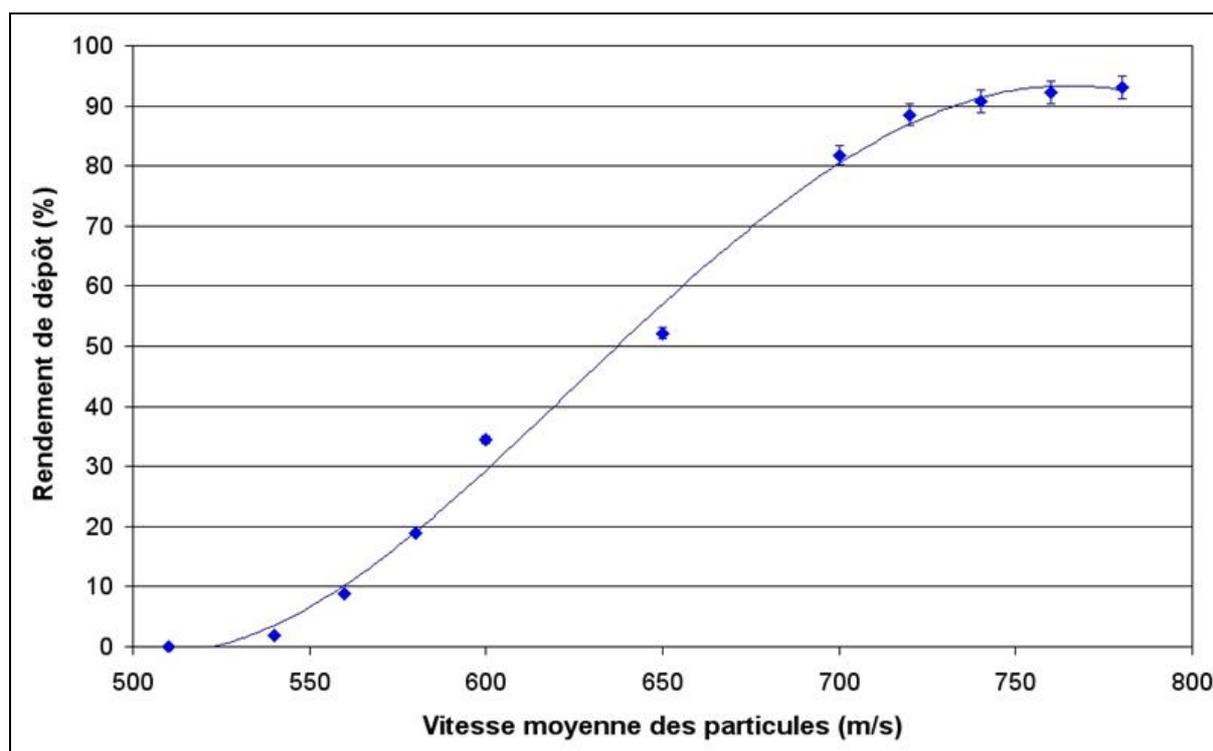


Figure V-17 : Rendement de dépôt du Nickel en fonction de la vitesse d'impact des particules (substrat acier inoxydable 304L)

La Figure V-17 présente donc l'évolution du rendement de dépôt du nickel en fonction de la vitesse des particules lors de l'impact (dépôts réalisés en une seule passe). On peut diviser

cette courbe en trois parties dont l'évolution est assez différente. A la base de la courbe (500-550 m/s), l'augmentation du rendement est assez lente. Puis, jusqu'à 700 m/s, elle devient brutale. L'addition de ces deux segments forme une courbe dont la nature est assez proche de celle d'une hyperbole. Finalement l'augmentation du rendement redevient assez lente dans la troisième partie (au-delà de 700 m/s). On s'approche alors d'un palier ou le rendement devrait continuer de s'accroître très lentement jusqu'à tangenter les cent pour cent. Les capacités de l'installation de projection ne permettent malheureusement pas d'obtenir les vitesses qui permettraient de vérifier cela expérimentalement.

L'évolution du rendement du nickel s'explique aisément si l'on observe la courbe de la granulométrie des particules (Figure V-18). Celle-ci est volontairement amputée des valeurs supérieures à 95 % pour rendre la comparaison plus aisée.

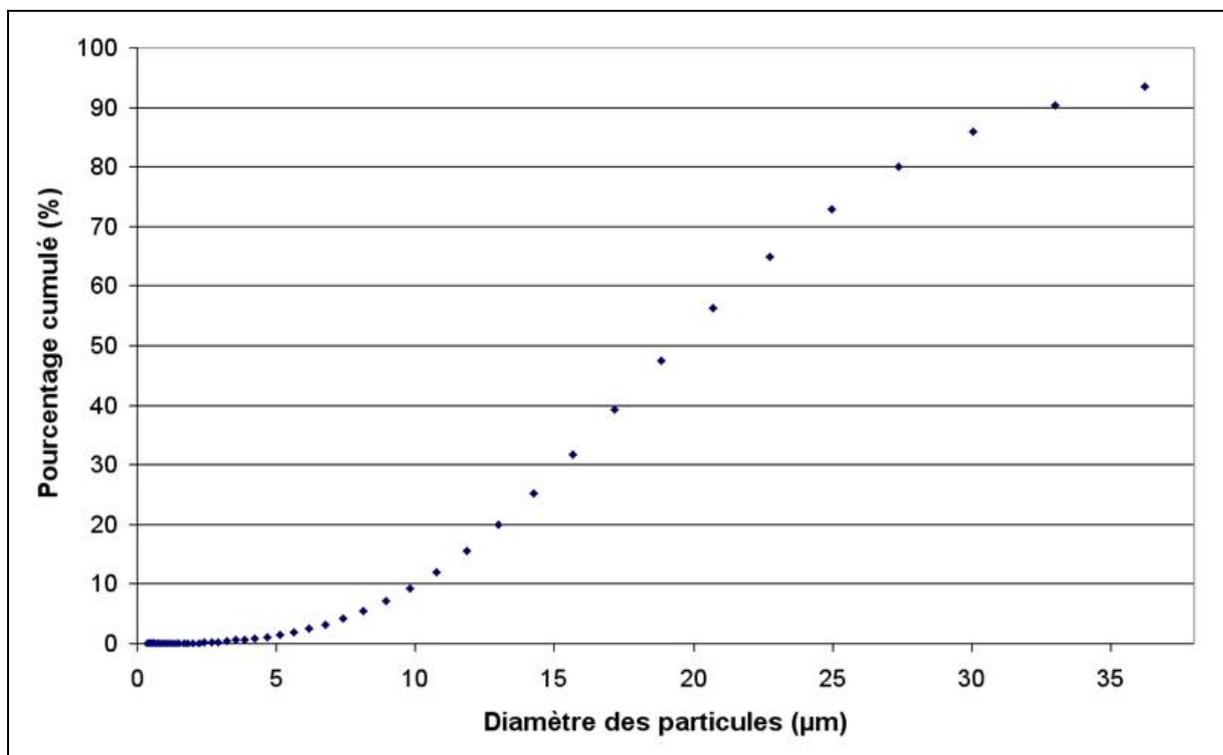


Figure V-18 : Granulométrie (cumulée) de la poudre de nickel utilisée

La forme des deux courbes est assez similaire. Cela peut s'expliquer simplement : il a été montré, dans la partie concernant la méthode de détermination des vitesses critiques par imagerie, que la vitesse mesurée correspond approximativement à celle de la particule de diamètre moyen. Les particules qui adhèrent les premières sont les plus fines et leur vitesse est très supérieure à la vitesse moyenne mesurée. Ici la vitesse critique n'est donc évidemment pas de 510 m/s.

Au début des expérimentations, seules ces particules très fines vont pouvoir dépasser la vitesse seuil. La courbe granulométrique montre très clairement que les particules de ce diamètre sont ultra minoritaires dans le lot utilisé. L'accroissement de rendement va donc se faire très lentement au départ car un nombre très limité de particules possèdent les caractéristiques requises pour dépasser la vitesse critique dans ces conditions de projection. A mesure que la vitesse du gaz augmente, il va devenir possible d'entraîner des particules assez volumineuses au-delà de la vitesse critique. On se trouve ici dans la zone granulométrique proche de la valeur moyenne, il y a donc un nombre maximum de particules dont la taille est comprise dans cette gamme. Le rendement va augmenter brutalement et son accélération d'accroissement est maximale quand les particules de taille moyenne atteignent la vitesse critique.

Une fois la zone des particules proches de la granulométrie moyenne franchie, on se retrouve dans un cas similaire à celui du pied de la courbe. Ici seules les particules les plus grossières n'atteignent pas la vitesse critique. Comme dans le cas des fines, elles sont suffisamment minoritaires en nombre pour que leur adhésion influence peu la valeur du rendement. Leur masse devrait leur permettre de participer plus significativement à l'augmentation de celle du dépôt. Mais, pour transporter efficacement des particules d'un tel volume, le gaz doit posséder une quantité de mouvement très supérieure à celle nécessaire au transport des particules moyennes. Finalement le fait qu'elles soient peu nombreuses et difficiles à accélérer efficacement rend leur contribution au dépôt assez faible. Cela explique le palier qui semble se dessiner en fin de courbe.

Le rendement de dépôt du nickel évolue donc de la même façon que la distribution granulométrique de la poudre utilisée. Il en résulte qu'une poudre dont la gamme granulométrique serait centrée sur 15  $\mu\text{m}$  avec une dispersion de taille très limitée ( $\pm 2 \mu\text{m}$ ) pourrait certainement être projetée à l'azote (vitesse et coût modéré) avec un rendement supérieur à 90%.

Il a été précédemment démontré que la connaissance du rendement et des paramètres de projection pouvait permettre de calculer la vitesse critique du matériau. En retour, cela implique également que le fait de connaître la vitesse critique et les paramètres de projection doit permettre d'estimer le rendement de dépôt.

Pour les paramètres de projection utilisés, il est facile de calculer la taille de la particule la plus volumineuse capable d'atteindre la vitesse critique. Dans l'équation isentropique

unidimensionnelle (Équation I-36,  $u_p = \frac{u_g}{1 + 0,85 \sqrt{\frac{d_p}{x} \sqrt{\rho_p \frac{u_g^2}{p_0}}}}$ ),  $u_p$  est une vitesse

quelconque. On peut donc choisir la vitesse critique comme valeur de  $u_p$ . La vitesse du gaz ( $u_g$ ), sa pression ( $p_0$ ) ainsi que la densité de la particule ( $\rho_p$ ) et la distance qu'elle parcourt dans la tuyère ( $x$ ) sont connues. On peut alors aisément calculer le diamètre de la particule ( $D$ ) se déplaçant à la vitesse critique.

Sur la courbe de la distribution granulométrique cumulée de la poudre utilisée (Figure V-19), on peut alors lire directement la fraction de particules dont la taille est inférieure à celle calculée. Toutes ces particules ont une vitesse potentiellement supérieure à la vitesse critique et peuvent donc adhérer. Cette fraction de la masse de poudre est équivalente au rendement pondéral de dépôt.

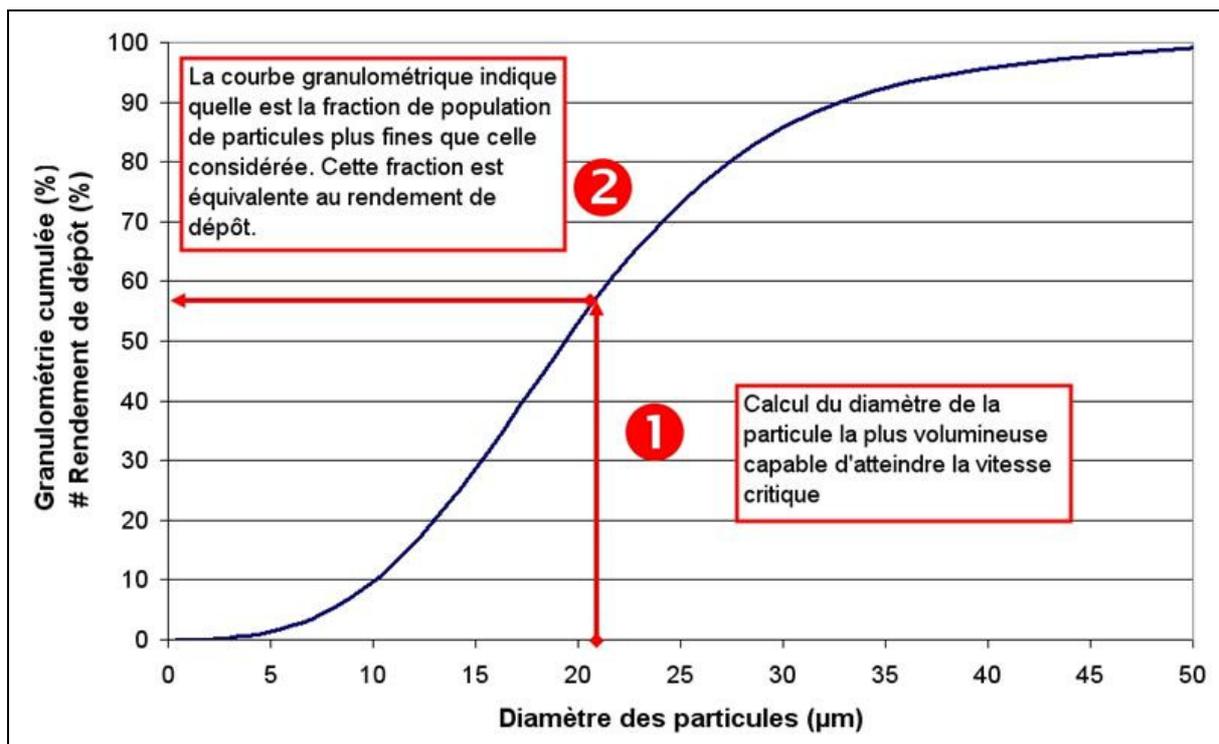


Figure V-19 : Calcul du rendement de dépôt pour des paramètres de projection connus

La Figure V-20 compare les valeurs de rendement calculées par cette méthode avec les valeurs mesurées précédemment.

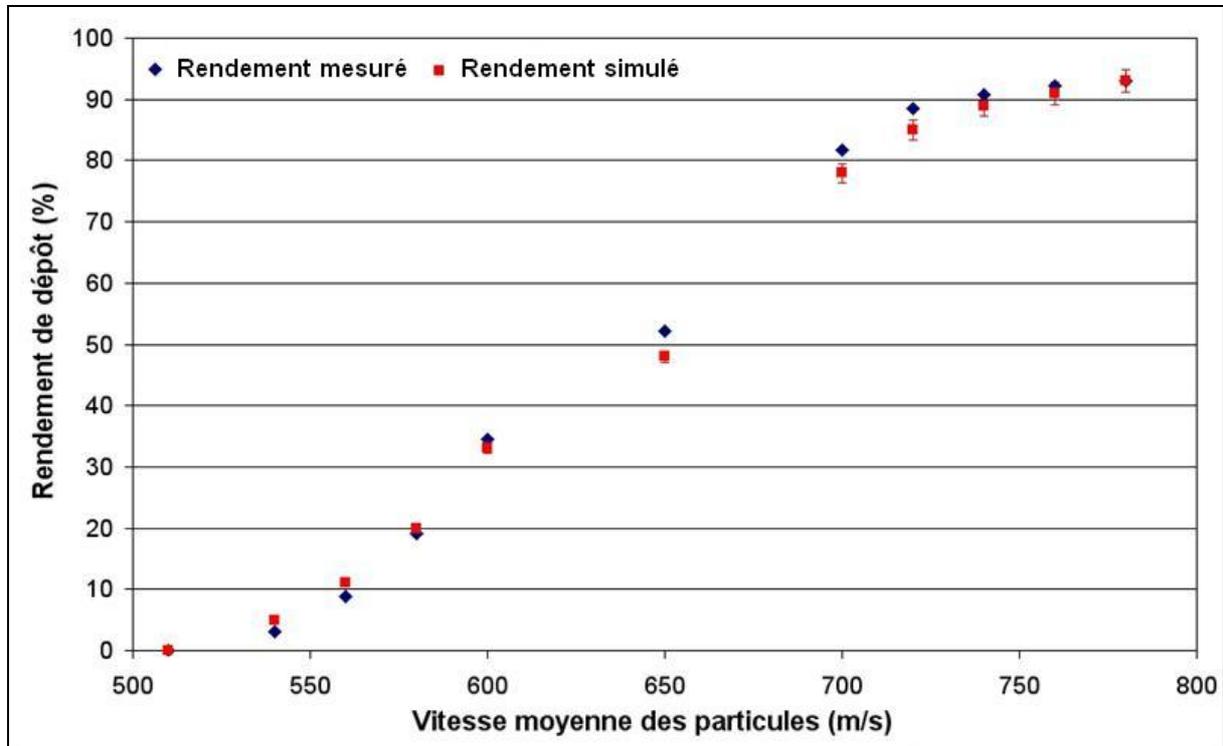


Figure V-20 : Comparaison rendement de dépôt mesuré, rendement calculé

Comme dans le cas de la vitesse critique, le rendement peut être approximé de façon assez précise (erreur moyenne inférieur à 6%). C'est la preuve que, pour une poudre, le rendement n'est bien fonction que de sa répartition granulométrique. Cela montre également que la vitesse critique n'est pas fonction de la taille des particules projetées (dans la gamme granulométrique utilisée).

Ce type de calcul permet aussi d'approximer le rendement aux limites de fonctionnement du matériel de projection. Dans notre cas le diamètre maximum déposable (nickel) devrait être de l'ordre de 40,5  $\mu\text{m}$ , soit un rendement maximum proche de 96%.

### V.2.1.2 Influence de la dureté du substrat sur le rendement

Parce que des réactions peuvent avoir lieu entre le substrat et les particules (fusion locale), la composition chimique de chaque échantillon doit être la même quelle que soit sa dureté. Pour obtenir une gamme de substrat identique chimiquement mais de dureté différente, il suffit de réaliser une trempe sur un matériau métallique approprié puis de lui faire subir des

revenus à différentes températures. Un acier possédant de bonnes caractéristiques de trempabilité est choisi, il s'agit du 42CrMo4 (0,42% C, 0,4% Si, 0,75% Mn, 0,035% P, 0,035% S, 1,05 Cr, 0,2 Mo). Il subit deux trempes à l'huile à 860°C puis cinq revenus à différentes températures (350 à 720°C).

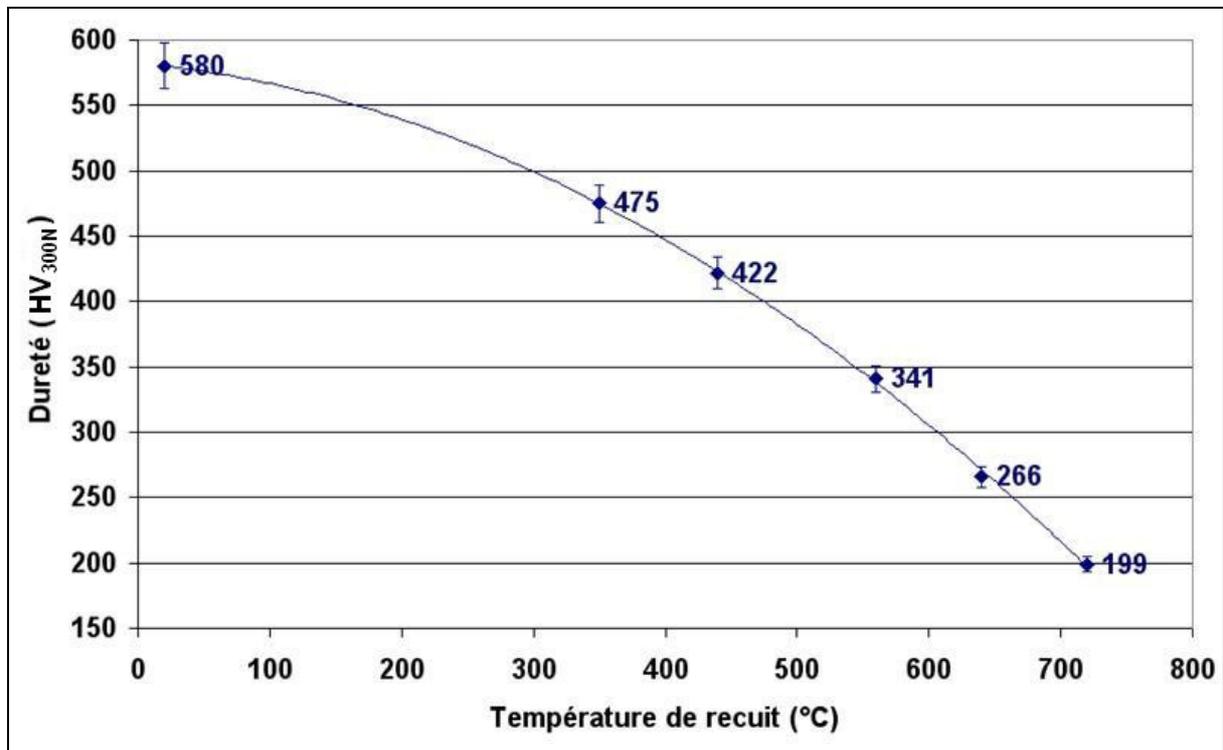


Figure V-21 : Évolution de la dureté de l'acier 42CrMo4 en fonction de la température de revenu

Finalement on obtient six échantillons (Figure V-21) dont la dureté varie de 199 à 580 HV<sub>300N</sub> que l'on recouvre de nickel et de NiCrAlY en conservant les mêmes conditions opératoires (gaz propulseur hélium, 2,4 MPa, 500°C). Les résultats des mesures de rendement sont présentés sur la Figure V-22.

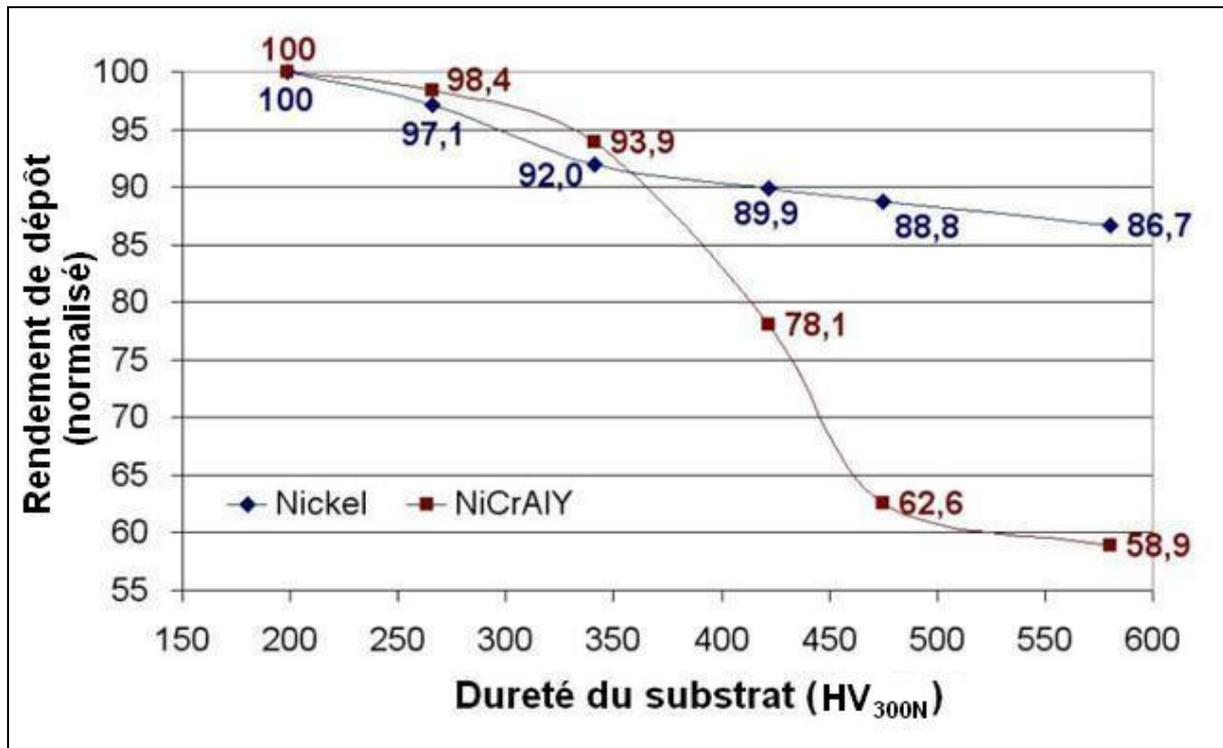


Figure V-22 : Évolution du rendement en fonction de la dureté du substrat

Le rendement de dépôt maximum a toujours été mesuré avec le substrat le plus tendre (199 HV<sub>300N</sub>) et ce quel que soit le matériau projeté. Avec ce substrat le rendement est de 92% avec le nickel et seulement 6% avec le NiCrAlY. Afin de faciliter sa lisibilité, le graphique présente des rendements relatifs (rendement/rendement maximum).

Globalement, même si les formes de courbes sont assez différentes, on peut noter que le rendement diminue toujours avec l'augmentation de la dureté du substrat. Dans le cas du nickel le rendement perd environ 14% de sa valeur maximum lorsque la dureté du substrat devient maximum. Dans les mêmes conditions la valeur du rendement du NiCrAlY s'effondre de plus de 40%. L'effet de la dureté du substrat est donc nettement plus visible sur le NiCrAlY. Si le rendement diminue c'est parce que l'accroissement de la différence de dureté entre le substrat et les particules favorise les rebonds. Sur la Figure V-22, on peut observer que le rendement commence par diminuer lentement puis cette diminution s'accélère brutalement avant de se stabiliser. C'est particulièrement vrai pour la courbe du NiCrAlY. Entre le premier et le troisième point, le rendement baisse d'environ 6%. En revanche, il chute de 16% entre le troisième et le quatrième point, puis encore de 15% entre les deux

suyvants. Entre le troisi me et le quatri me  chantillon, la duret  du substrat est pass e de 341   422 HV<sub>300N</sub> (rappelons que la poudre de NiCrAlY a une duret  de 367 HV<sub>0,025N</sub>). Dans le cas du nickel, l'acc l ration de la diminution de rendement a lieu entre le deuxi me et le troisi me substrat. Cette zone (266-341 HV<sub>300N</sub>) correspond  galement au passage vers des valeurs tr s sup rieures   la duret  de la poudre de nickel (261 HV<sub>0,025N</sub>). Le fait de d passer la duret  de la poudre semble donc  tre le facteur aggravant la baisse de rendement.

Le rendement maximum du nickel est quinze fois plus  lev  que celui du NiCrAlY. On peut donc noter que la duret  du substrat affecte beaucoup plus les mat riaux d j  galement d posables. Cela s'explique par la nature r elle du substrat   consid rer.

Dans le cas du mat riau ais ment d posable (nickel) l' paisseur de la premi re couche ne repr sente jamais plus de 1% de l' paisseur totale du d p t. Si la formation de la premi re couche peut  tre perturb e par la diff rence de duret  entre la poudre et le substrat, les particules suivantes impactent sur un substrat de m me nature qu'elles. La suite de cette  tude montre que la duret  des couches de nickel est comparable   celle de la poudre et assez constante en valeur. La construction du d p t se poursuit donc sur un substrat de duret  favorable. L' tape de construction de la premi re couche est donc n gligeable par rapport   la construction du d p t nickel sur nickel ; elle affecte peu le rendement.

Le cas du NiCrAlY est assez diff rent. La faible  paisseur de d p t accessible fait que la premi re couche peut repr senter jusqu'  10% de l' paisseur finale. Cela vient du fait que le d p t de NiCrAlY est beaucoup plus dur que la poudre projet e (858 HV<sub>0,5N</sub> contre 367 HV<sub>0,025N</sub>). Les conditions de construction du d p t ne sont pas favorables quelle que soit la nature du substrat (acier ou NiCrAlY). La construction de la premi re couche est donc une  tape d cisive avec ce type de mat riau puisque c'est le moment o  le diff rentiel de duret  entre le substrat et la poudre est le plus faible. La perturber induit de grandes cons quences sur l' volution du rendement.

Finalement la duret  du substrat n'influence le rendement que dans les tout premiers instants de la construction du d p t. Le rendement final ne sera r ellement affect  que si les premi res couches du d p t repr sentent une part significative de l' paisseur finale de celui-ci (cas du NiCrAlY).

Les vitesses critiques correspondant aux rendements mesurés ont également été calculées (Figure V-23 et Figure V-24). Tant que la dureté du substrat est inférieure à celle des particules, la vitesse critique évolue très peu (c'est particulièrement vrai pour le NiCrAlY qui est plus dur). Cette vitesse est augmentée brutalement par un substrat plus dur que la poudre, puis se stabilise finalement.

Comme expliqué précédemment, cette transition vient du fait que seule la création de la première couche est perturbée par la dureté du substrat. La construction des couches suivantes n'est pas perturbée puisqu'elle a lieu sur un matériau de même nature que celui projeté.

La différence de dureté n'influence donc la vitesse critique que durant la première étape de construction du dépôt. Même si la dureté du substrat est très supérieure à celle de la particule, il en résulte que la vitesse critique évolue peu car la majorité des impacts ont finalement lieu entre particules incidentes et particules ayant déjà adhéré.

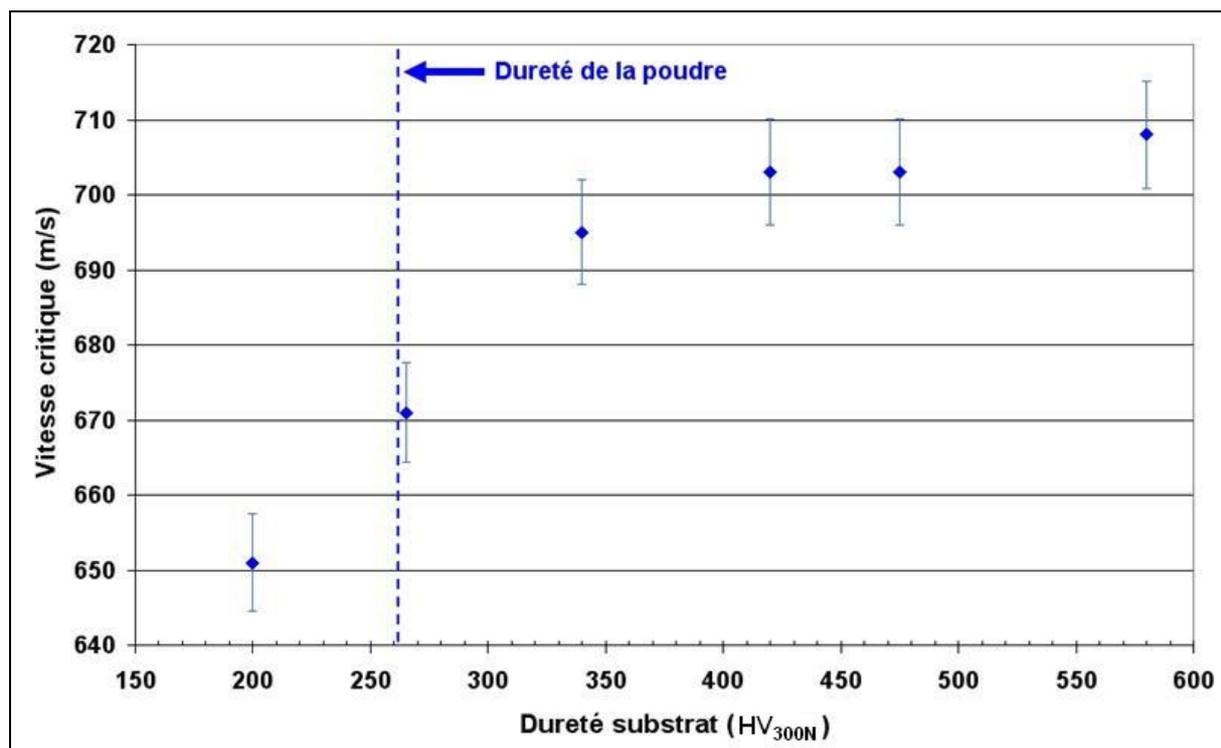


Figure V-23 : Influence de la dureté du substrat sur la vitesse critique des particules de nickel

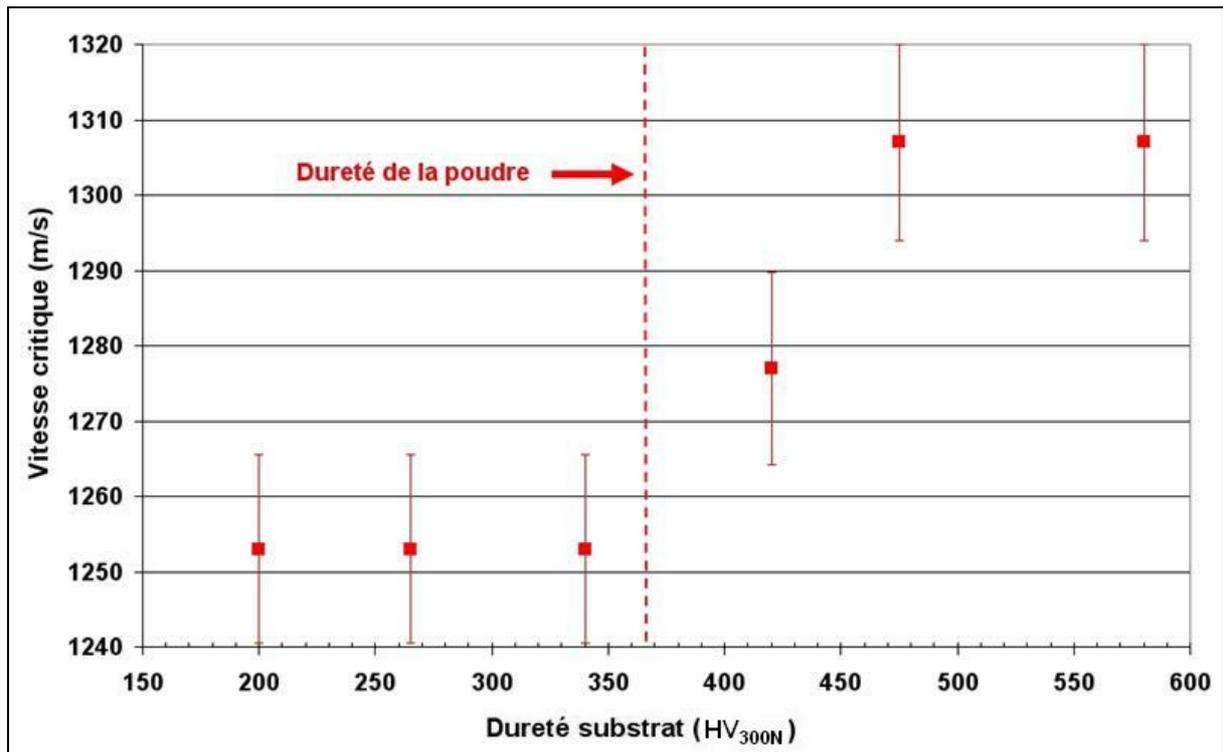


Figure V-24 : Influence de la dureté du substrat sur la vitesse critique des particules de NiCrAlY

Le faible rendement de dépôt du NiCrAlY s'explique aisément par la valeur extrêmement élevée de sa vitesse critique. Le caractère extrêmement brutal des évolutions de vitesse est dû au fait que très peu de particules ont une taille correspondant à celles qui ont adhéré (rendement inférieur à 7%). Ici la taille des particules capables d'adhérer varie de moins de un micron dans la gamme de dureté étudiée. Leur vitesse varie donc peu et par paliers correspondant à la distribution granulométrique.

## V.2.2 Compacité des dépôts

### V.2.2.1 Influence de la vitesse des particules sur la compacité du dépôt

La Figure V–25 présente des micrographies de coupes polies de dépôts de nickel réalisés en faisant varier la vitesse des particules.

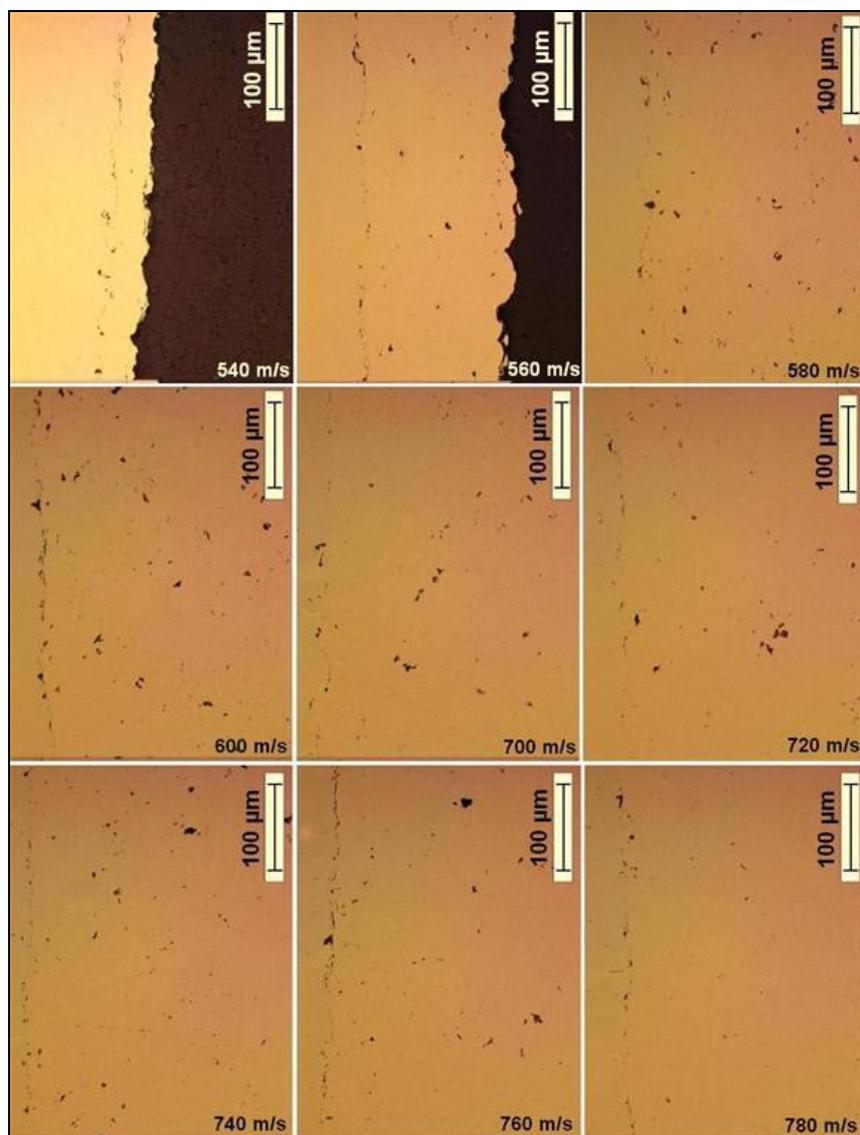


Figure V–25 : Aspect des dépôts de nickel en fonction de la vitesse des particules

Le taux de porosité des dépôts est mesuré par analyse d'images. Cette technique est basée sur l'évaluation du niveau de gris des différents pixels constituant l'image. Les porosités étant beaucoup plus sombres que le dépôt de nickel, il suffit de fixer le seuil de détection de luminosité au niveau de la partie la plus claire des porosités et le logiciel calcule le pourcentage de pixels plus sombres (équivalent au pourcentage de porosité).

Les résultats de cette analyse sur les images de la Figure V-25 se trouvent dans le Tableau V-2 :

<b>Vitesse des particules (m/s)</b>	540	560	580	600	700	720	740	760	780
<b>Taux de porosité (%)</b>	1,1	1,7	1,9	2,1	1,8	1,6	1,8	1,6	0,9

Tableau V-2 : Évolution du taux de porosité du dépôt de nickel en fonction de la vitesse des particules

Les résultats montrent qu'à deux exceptions près, le taux de porosité des dépôts est de deux pour cent environ. La première exception correspond au dépôt réalisé avec la plus basse vitesse de particules. Compte tenu de l'épaisseur relativement faible de ce dépôt, il est évident que la valeur ne saurait être considérée comme significative et ne peut être sérieusement comparée aux autres. La deuxième exception correspond à la vitesse de 780 m/s. Cette légère diminution peut avoir deux explications. La vitesse d'impact supérieure permet une déformation plus importante et limite le risque de formation de porosité. Elle permet aussi une augmentation de la gamme (en taille) des particules qui peuvent adhérer (dépasser la vitesse critique). Hors, en compaction de poudre, une augmentation de la dispersion de la taille des grains est un facteur qui améliore la compacité.

Ailleurs, les valeurs du taux de porosité sont légèrement supérieures (de un pour cent). La température du gaz propulseur ne semble pas avoir d'influence sur la déformation des particules (par ramollissement). En effet le taux de porosité est le même pour les vitesses 700 et 720 m/s. Pour augmenter la vitesse des particules de 20 m/s, la température du gaz propulseur avait pourtant été élevée de 200°C.

Il n'y a donc pas de diminution du taux de porosité avec l'augmentation de la vitesse d'impact comme on aurait pu l'imaginer. La compacité semble être assez constante quelle que soit sa valeur. L'étude de la morphologie de particules isolées, après impact sur le substrat, (V.1) a montré que le taux de déformation dépend de la vitesse d'impact. Cela laisse supposer que les premières particules qui entrent en collision avec celles qui ont déjà

adhéré leur permettent d'atteindre un taux de déformation maximal et ce quelle que soit leur vitesse ou leur capacité à adhérer. Ce taux de déformation n'évolue ensuite que très peu et ne permet pas une compaction supplémentaire.

### V.2.2.2 Influence de la dureté du substrat

La Figure V-26 présente les micrographies des coupes correspondant aux dépôts de nickel réalisés sur les substrats en 42CrMo4 de différentes duretés allant de 580 HV<sub>300N</sub> à 200 HV<sub>300N</sub>. Pour réaliser les dépôts, l'hélium est utilisé comme gaz propulseur à une pression de 2,4 MPa et à une température de 500°C. Les échantillons ont été coupés, enrobés et polis avec des suspensions diamantées (jusqu'à une taille de grain de 1 µm).

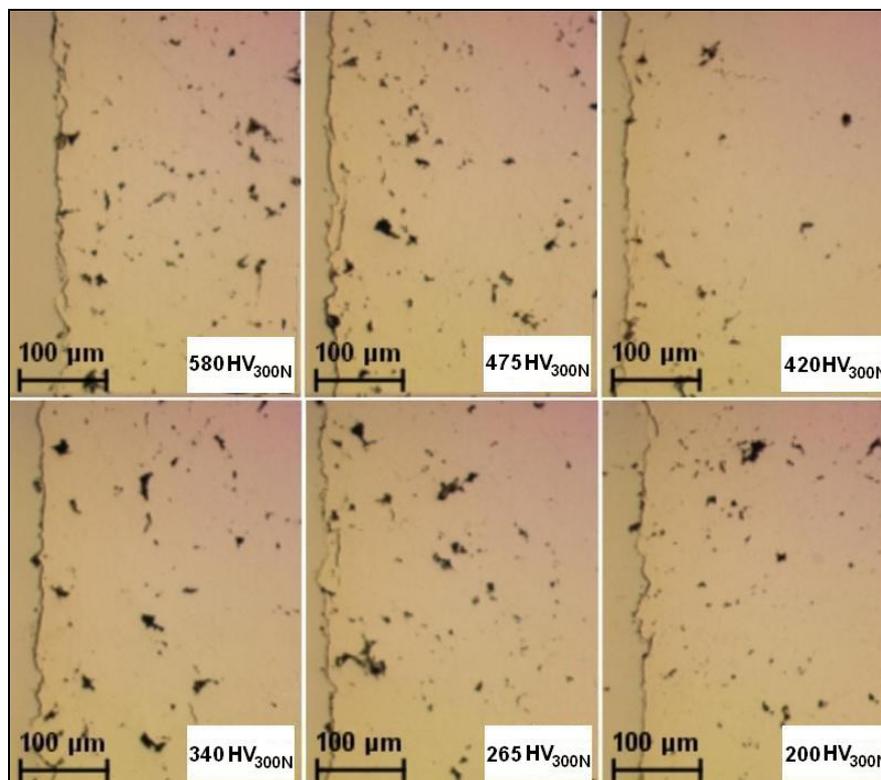


Figure V-26 : Micrographies optiques de coupes de dépôts de nickel sur acier 42CrMo4 dont la dureté varie de 580 HV<sub>300N</sub> à 200 HV<sub>300N</sub> (Hélium, 2,4 MPa, 500°C)

L'interface substrat-dépôt de nickel est correcte quelle que soit la dureté du substrat.

Le taux de porosité a été mesuré par analyse d'image. Comme précédemment, le niveau de gris correspondant à la partie la plus claire des porosités est défini et le logiciel mesure le pourcentage de pixels de l'image plus sombres que ce seuil de luminosité. L'ensemble des dépôts a un taux de porosité variant entre trois et cinq pour cent. La valeur moyenne de la

porosité est de quatre pour cent à plus ou moins un pour cent près. Les variations du taux de porosité ne suivent aucune règle en rapport avec la dureté du substrat et semblent évoluer d'une façon assez aléatoire. Il est d'ailleurs surprenant de noter que le taux de porosité du dépôt réalisé sur le substrat le plus dur est plus faible que celui du substrat le plus tendre.

La Figure V-27 présente les micrographies des coupes correspondantes aux dépôts de NiCrAlY.

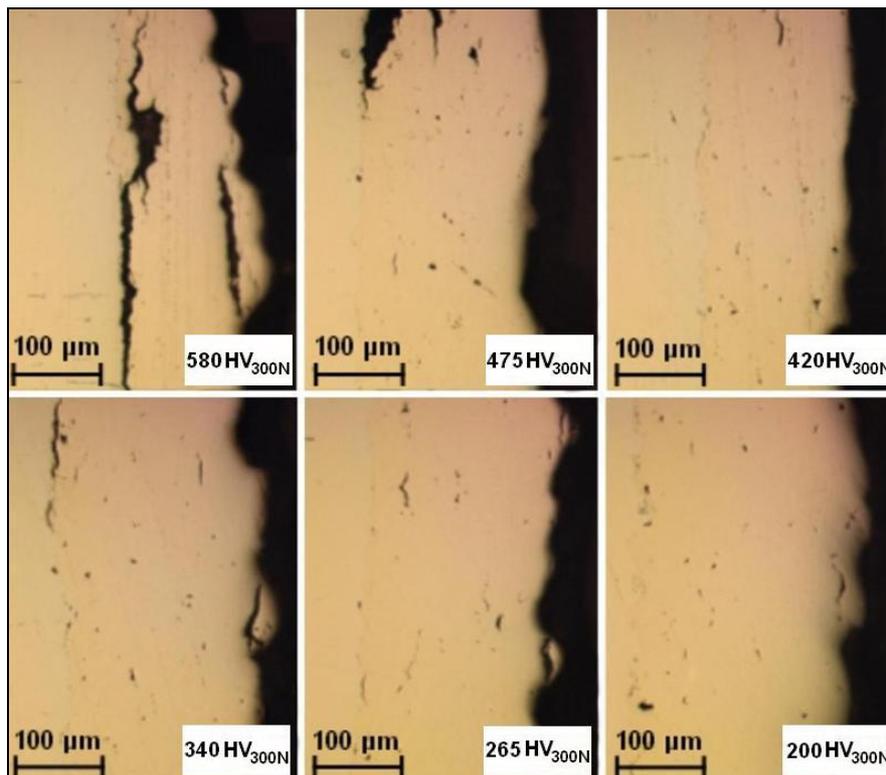


Figure V-27 : Micrographies optiques de coupes de dépôts de NiCrAlY sur acier 42CrMo4 dont la dureté varie de 580 HV<sub>300N</sub> à 200 HV<sub>300N</sub> (Hélium, 2,4 MPa, 500°C)

Ici la qualité de l'interface est clairement influencée par la dureté du substrat. Dans le cas des deux substrats les plus durs, le dépôt est nettement décollé de la surface de l'échantillon ce qui prouve que l'adhérence n'est pas bonne. On peut tout de même noter que la fissure de l'échantillon possédant le substrat le plus dur se propage non seulement à l'interface mais aussi dans le dépôt. La cohésion du dépôt n'est donc pas excellente. Les autres dépôts sont denses (plus que ceux de nickel) et leur adhérence au substrat est correcte.

L'épaisseur des dépôts varie de 92  $\mu\text{m}$  avec le substrat le plus dur, jusqu'à 206  $\mu\text{m}$  avec le plus tendre. Cela représente une augmentation de plus de 120%. Ces images illustrent les effets désastreux, décrits précédemment, que peut avoir l'utilisation d'un substrat trop dur.

Exactement comme dans le cas du nickel, le taux de porosité semble varier sans relation directe avec la dureté du substrat. Ici la porosité moyenne est de trois pour cent et ne s'écarte jamais de cette valeur de plus de un pour cent. Le cas du dépôt réalisé sur le substrat le plus dur (580  $\text{HV}_{300\text{N}}$ ) est le seul qui fasse exception du fait des fissures qui perturbent la mesure du taux de porosité.

Les propriétés des dépôts présentés sur la Figure V-26 et la Figure V-27 sont résumées dans le Tableau V-3.

Dureté du substrat ( $\text{HV}_{300\text{N}}$ )	Nickel		NiCrAlY	
	Épaisseur du dépôt ( $\mu\text{m}$ )	Taux de porosité (%)	Épaisseur du dépôt ( $\mu\text{m}$ )	Taux de porosité (%)
580	1755	3,2	92	6,1
475	1850	4,7	119	3,7
420	1898	3,5	177	2,4
340	1912	4,4	202	2,2
265	2074	3,4	204	2,8
200	2127	4,6	206	2,5

Tableau V-3 : Caractéristiques des dépôts réalisés sur les substrats de différentes duretés

Contrairement au rendement pondéral de dépôt, le taux de porosité est indépendant de la dureté du substrat. Pour les deux matériaux étudiés, il évolue autour d'une valeur moyenne ( $\pm 1\%$ ) sans que ces variations puissent être liées à la dureté du substrat. La porosité dépend seulement du niveau de déformation des particules. Cette déformation provient de leur impact puis de celui des particules qui arrivent après elles (qu'elles adhèrent ou non). On peut sérieusement penser que le plus faible taux de porosité du NiCrAlY est lié aux particules qui frappent la surface sans adhérer et qui provoquent une densification (et un écrouissage) du dépôt par martèlement. Elles représentent plus de 90% des particules de NiCrAlY projetées alors qu'elles sont au maximum 20% dans le cas du nickel. En revanche les légères variations de leur nombre (4 à 12 %) pour un même matériau n'a pas d'effet sur la densité du dépôt.

## V.3 Propriétés mécaniques

### V.3.1 Dureté des dépôts

Afin d'obtenir des dépôts suffisamment denses et épais pour que les valeurs de dureté mesurées puissent être considérées comme correctes, l'hélium a été employé comme gaz propulseur. La pression d'introduction du gaz dans la tuyère a été fixée à 2,4 MPa et sa température à 500°C.

Les dépôts réalisés sont constitués de nickel, CoNiCrAlY, Hastelloy C et NiCrAlY (2 fournitures). Le substrat est un acier inoxydable type 304L préalablement sablé (dureté 176 HV<sub>300N</sub>). La vitesse de translation de la tuyère est de 25 mm/s avec une largeur de recouvrement de la passe précédente de 2 mm. La distance tuyère-substrat est de l'ordre de 30 mm.

Tous les matériaux se sont révélés déposables à l'exception notoire de la poudre de NiCrAlY n°1 (une explication sera donnée au paragraphe V.3.2). Les caractéristiques des dépôts obtenus se trouvent dans le Tableau V-4.

Matériau	Nickel	CoNiCrAlY	Hastelloy C	NiCrAlY 1	NiCrAlY 2
Épaisseur du dépôt (µm)	1072	773	756	<<10	253
Taux de porosité (%)	2	4	7		<1
Rendement de dépôt (%)	92	19	23	≅ 0	6

Tableau V-4 : Caractéristiques des dépôts réalisés

On notera au passage qu'un faible rendement de dépôt n'est pas synonyme de mauvaise qualité du dépôt en terme de taux de porosité (NiCrAlY 2).

La Figure V-28 présente des images en microscopie optique des dépôts (grossissement 200 à l'exception du NiCrAlY 1 qui est moins épais et qui est donc observé à X2000).

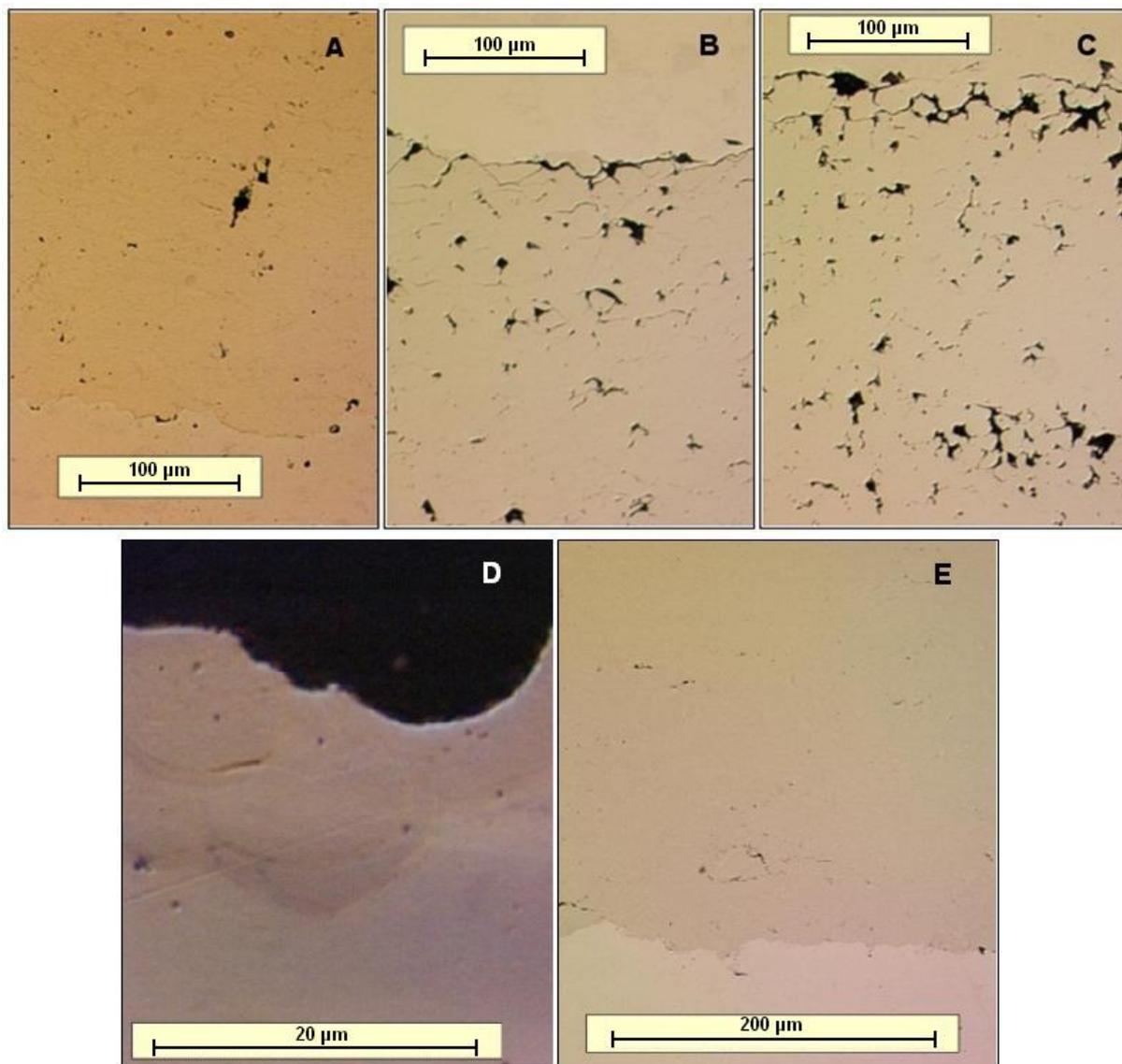


Figure V-28 : Observation en microscopie optique de coupes des dépôts réalisés  
 A : nickel, B : CoNiCrAlY, C : Hastelloy C, D : NiCrAlY1, E : NiCrAlY2

### V.3.1.1 Évolution de la dureté dans la globalité des dépôts

Les micros indentations dans les dépôts sont réalisées avec une charge de 50 grammes. Les courbes montrant l'évolution de la dureté dans les dépôts, se trouvent sur la Figure V-29.

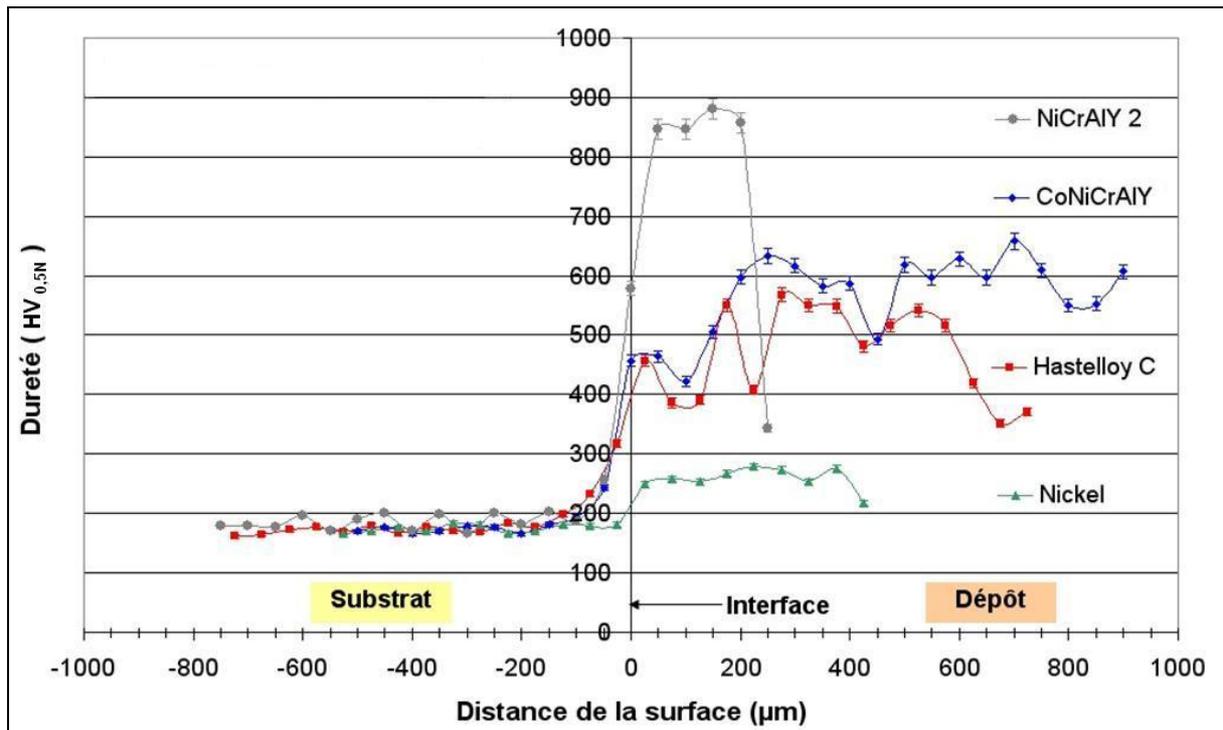


Figure V-29 : Évolution de la dureté dans des dépôts P.D.F.

On notera d'abord qu'il n'y a aucune constance dans l'évolution de la dureté dans les dépôts. Cette dernière semble osciller autour d'une valeur moyenne (Tableau V-5), celle-ci étant fonction de la distance séparant l'indentation de porosités ou de zones de contact entre deux grains qui sont des zones de faible résistance mécanique.

Cependant on peut remarquer que la dureté est faible au niveau de la surface du dépôt et de l'interface dépôt-substrat. Les raisons de cette diminution de dureté sont différentes. En surface, l'indentation se fait sur des grains qui n'ont pas (ou peu) été écrouis par l'impact des particules suivantes. Leur dureté est donc moindre et il ne faut pas non plus négliger la présence de l'enrobage (résine polymérique). Celui-ci est plus tendre que le dépôt et ne maintient pas les grains de la même façon lorsque la charge est appliquée. Au niveau de l'interface avec le substrat, c'est aussi l'influence de ce dernier qui fait diminuer la dureté. Comme dans le cas de la résine, les particules formant le dépôt vont pouvoir se déformer plus facilement au contact de l'indenteur car le substrat n'offre pas la même résistance que le dépôt.

	Nickel	CoNiCrAlY	Hastelloy C	NiCrAlY 2
Dureté moyenne (HV <sub>0,5N</sub> )	263	551	460	858

Tableau V-5 : Valeurs moyennes des duretés des dépôts

Si on peut supposer que la dureté en surface des dépôts est réellement plus faible que la dureté moyenne, les valeurs plus faibles observées au niveau de l'interface avec le substrat ne peuvent représenter la réalité. En effet, elles ont subi les impacts des particules qui ont formé les couches suivantes et doivent être au moins aussi écrouies que le reste du dépôt. Afin de mesurer réellement la dureté des particules proches du substrat, il faut diminuer la charge appliquée pour s'affranchir de la contribution du milieu environnant.

### V.3.1.2 Évolution de la dureté dans les premières couches des dépôts

La difficulté majeure de cette opération consiste à trouver un bon compromis entre une profondeur d'indentation importante (bonne précision de mesure) et une surface d'indentation faible afin de s'affranchir au maximum des perturbations liées à l'environnement de la particule considérée. Dans le cas des dépôts de nickel, avec une charge de 25 mN la profondeur de pénétration de l'indenteur est de 600 nm (dans le cas du CoNiCrAlY et de l'hastelloy C la même profondeur est atteinte avec une charge de 100 mN). La distance minimale à respecter entre deux indentations étant au minimum 20 fois leur profondeur, celles ci seront donc espacées de 15 µm. Nous mesurerons l'évolution de la dureté dans les 60 premiers micromètres du dépôt. Afin de mieux distinguer les limites des particules formant le dépôt celui ci sera attaqué chimiquement avec un mélange d'acide chlorhydrique et d'acide nitrique (eau régale).

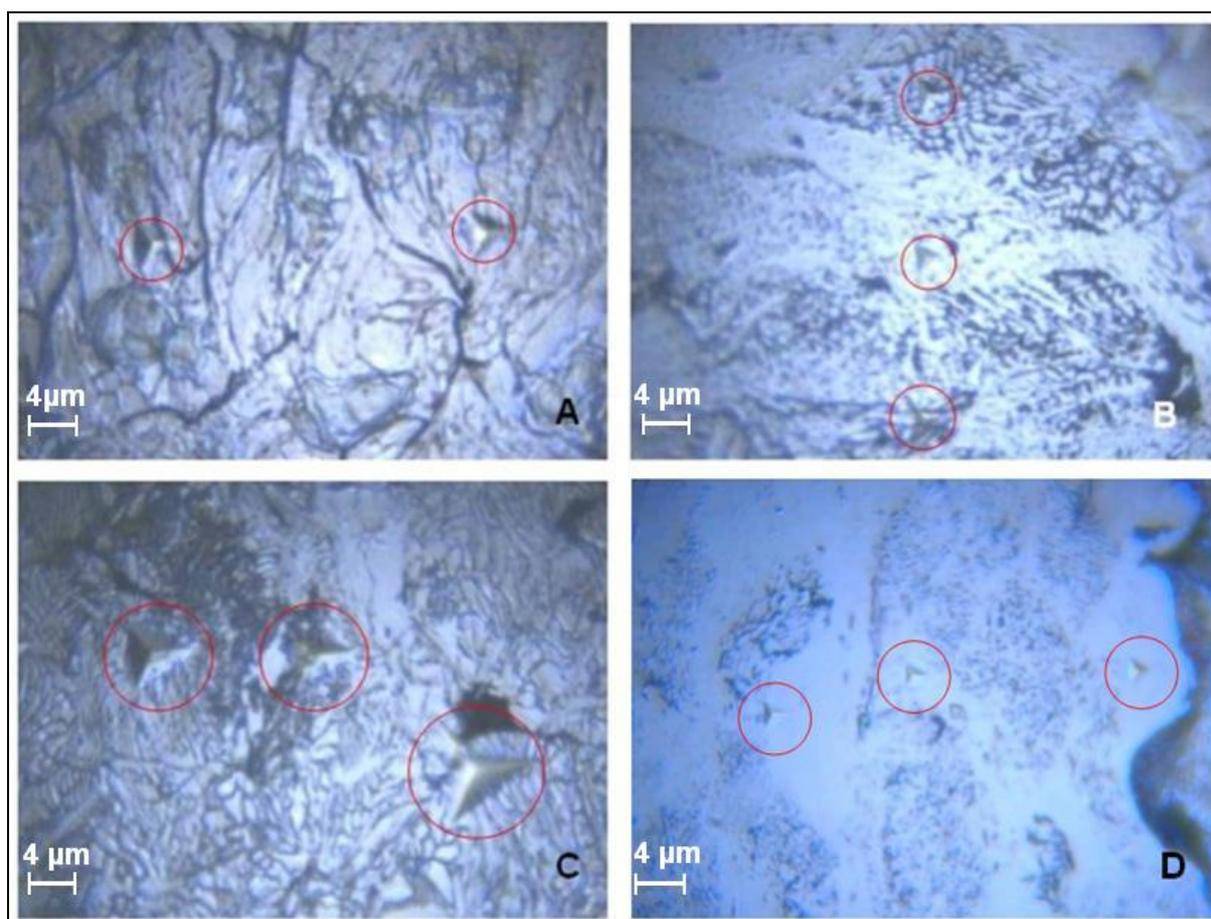


Figure V-30 : Nano indentations dans des dépôts P.D.F. attaqués à l'eau régale  
 (A : nickel, B : CoNiCrAlY, C : Hastelloy C, D : NiCrAlY)

La taille des indentations (Figure V-30) permet de hiérarchiser rapidement la dureté des dépôts (NiCrAlY plus dur que le CoNiCrAlY lui même plus dur que l'hastelloy C). Le dépôt de nickel est, lui, tellement tendre comparativement aux deux autres qu'il a fallu limiter la charge appliquée.

Cette technique de nano indentation est elle aussi sensible à la qualité de la zone du dépôt où est appliqué l'indenteur. La présence de porosités, de zones où l'attaque chimique a créé un relief ou de joints de grains perturbe la qualité de la mesure. C'est pourquoi seuls les échantillons de nickel et NiCrAlY (qui sont les moins poreux) ont permis d'obtenir une valeur de dureté cohérente pour chaque indentation réalisée. La courbe issue de ces résultats est présentée sur la Figure V-31.

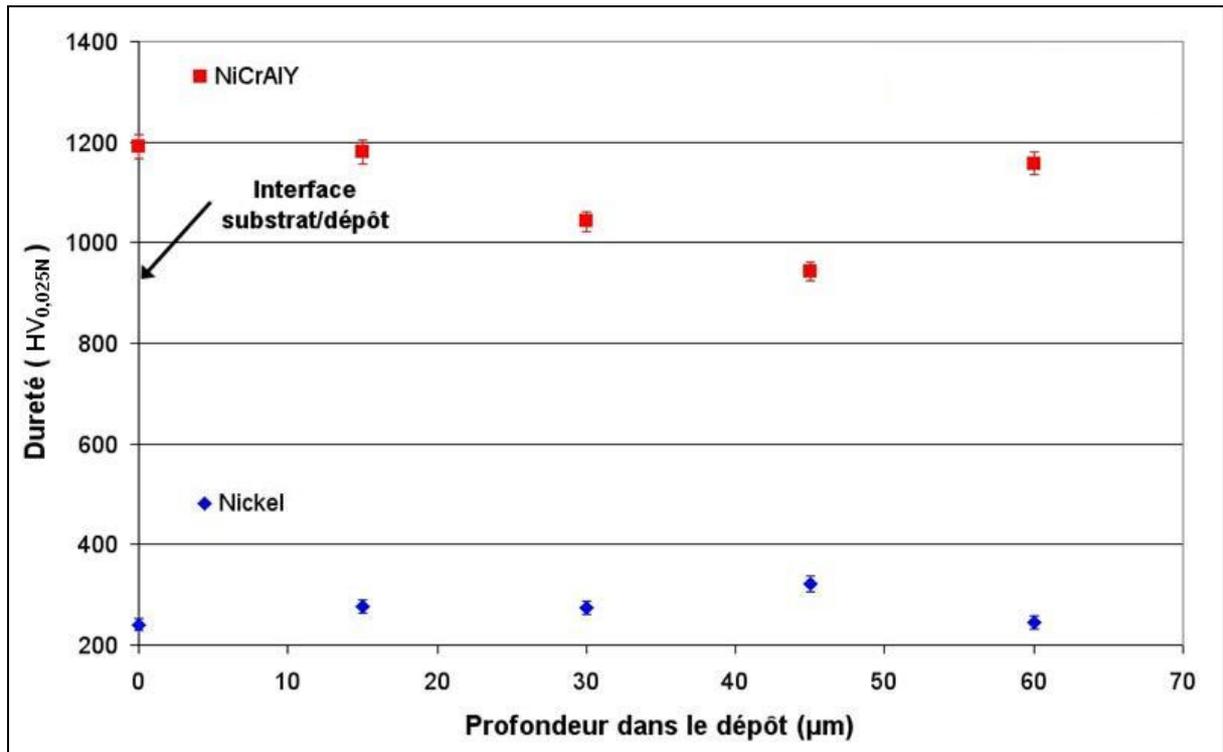


Figure V-31 : Évolution de la dureté dans les 60 premiers micromètres des dépôts

Le Tableau V-6 présente les valeurs moyennes de nano dureté des dépôts dans les soixante premiers micromètres des revêtements.

	Nickel	CoNiCrAlY	Hastelloy C	NiCrAlY 2
Dureté moyenne	279 HV <sub>0,025N</sub>	547 HV <sub>0,1N</sub>	455 HV <sub>0,1N</sub>	1103 HV <sub>0,1N</sub>

Tableau V-6 : Valeurs moyennes de la dureté des dépôts (zones 0-80 μm)

En observant les valeurs de dureté dans les premières couches du dépôt, on s'aperçoit qu'il n'y a aucune cohérence dans leur évolution et que les premières particules ne semblent pas plus dures que celles qui les suivent. La comparaison des deux courbes montre bien que les variations de dureté sont assez aléatoires et ne correspondent pas à la position de l'indentation dans le dépôt.

Sur la Figure V-31, on voit que les valeurs oscillent autour des duretés moyennes (279 HV<sub>0,025N</sub> pour le nickel et 1103 HV<sub>0,025N</sub> pour le NiCrAlY) avec une amplitude maximum de 120 HV<sub>0,025N</sub>. On aurait pu s'attendre à une décroissance de la dureté à mesure que l'on

s'éloigne du substrat mais ce n'est pas le cas. Sur la courbe du nickel, on note la présence d'un pic de dureté à 45  $\mu\text{m}$  qui correspond à une particule plus dure que les autres parce que plus éloignée d'une porosité ou simplement plus dure initialement.

La dureté semble donc être une valeur qui dépend plus des caractéristiques intrinsèques de la particule considérée (vitesse d'impact, taille, densité, dureté de base) que de sa localisation dans l'épaisseur du dépôt. Si l'on compare les valeurs de nano et de micro dureté il est évident que la dureté peut être considérée comme statistiquement constante dans toute l'épaisseur du dépôt excepté pour le NiCrAlY. En effet les valeurs sont quasi identiques quelle que soit la méthode de mesure employée. La spécificité du NiCrAlY peut s'expliquer par une épaisseur de dépôt relativement faible qui favorise un durcissement des couches les plus proches du substrat (distance zone d'impact-interface courte) et par le fait que 94% des particules qui impactent rebondissent (écrouissage).

### V.3.1.3 Comparaison duretés des poudres et duretés des dépôts

L'utilisation de la technique de nano indentation permet de mesurer la dureté de grains de poudre dans la gamme granulométrique utilisée (5-25  $\mu\text{m}$ ). Afin de réaliser les mesures, la poudre est au préalable enrobée dans une résine (acrylique) et polie pour pouvoir observer les coupes transversales des grains (Figure V-32).

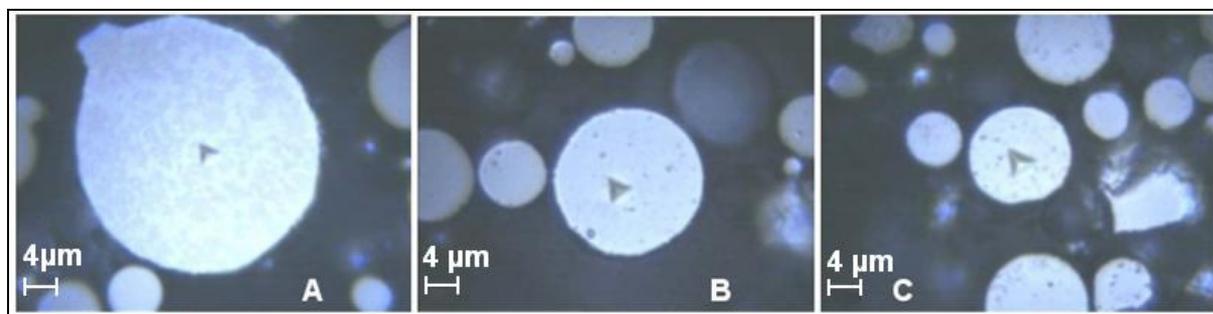


Figure V-32 : Exemples d'indentations dans des grains de poudre enrobée  
(A : nickel, B : CoNiCrAlY, C : Hastelloy C)

On notera que la géométrie des poudres ne diffère que par leur granulométrie. Elles sont toutes denses (atomisées) et de forme quasi sphérique en majorité. La poudre de nickel est un peu plus grossière que les deux autres qui sont de granulométrie semblable.

Afin de limiter la taille de l'empreinte et d'éviter les influences mécaniques de la résine, la charge utilisée est de 25 mN.

	Nickel	CoNiCrAlY	Hastelloy C	NiCrAlY 1	NiCrAlY 2
Dureté moyenne de la poudre	261 HV <sub>0,025N</sub>	202 HV <sub>0,025N</sub>	137 HV <sub>0,025N</sub>	140 HV <sub>0,025N</sub>	367 HV <sub>0,025N</sub>
Dureté moyenne du dépôt	279 HV <sub>0,025N</sub>	547 HV <sub>0,1N</sub>	455 HV <sub>0,1N</sub>	/	1103 HV <sub>0,1N</sub>

Tableau V-7 : Valeurs moyennes de duretés des poudres et dépôts

La dureté des poudres varie quasiment du simple au triple si l'on considère le NiCrAlY et l'Hastelloy C. Cependant l'évolution la plus significative concerne la variation de dureté entre le matériau de base et le dépôt correspondant.

Avec le nickel l'augmentation de dureté est extrêmement faible ce qui n'est pas le cas des autres matériaux. La dureté est multipliée par 2,7 dans le cas du CoNiCrAlY, 3 pour le NiCrAlY et même 3,3 pour l'hastelloy C. Cette différence peut en partie s'expliquer par une vitesse d'impact des particules supérieure pour ces trois matériaux (granulométrie plus fine) mais cela ne peut être la seule raison.

Si on observe les rendements de projection on s'aperçoit que ceux du CoNiCrAlY et de l'hastelloy C sont d'environ 20 % contre 90 % pour le nickel. Le cas du NiCrAlY est encore plus critique puisqu'on ne dépose que 6% de la poudre projetée. Il faut considérer l'évolution du substrat sur lequel le dépôt est fait. Au départ (cas d'un substrat d'acier inoxydable à 180 HV<sub>300N</sub> environ) les particules s'écrasent sur un matériau de dureté comparable à la leur ce qui favorise un bon accrochage. Cependant un nombre important de particules n'adhèrent pas et les déformations subies font que la première couche possède une dureté très supérieure au matériau massif (jusqu'à plus de 1000 Vickers pour le NiCrAlY). Le substrat est alors beaucoup plus dur que les particules incidentes, l'adhésion devient plus difficile et le rendement va baisser rapidement. Les particules qui rebondissent martèlent le revêtement en formation ce qui le rend encore plus dur car plus écroui.

Le faible rendement de projection favorise le martelage du dépôt par les particules incidentes (qui rebondissent) ce qui génère une augmentation importante de la dureté du substrat et fait diminuer le rendement pondéral de dépôt.

Dans le cas du nickel, très peu de particules n'adhèrent pas au substrat. La dureté augmente faiblement, les particules impactent sur un substrat de dureté comparable à la leur et le rendement reste important. Le phénomène de martèlement par les particules qui

rebondissent n'a pas lieu ce qui permet au dépôt de se construire sans que sa dureté ne s'élève de manière excessive.

La dureté d'un dépôt P.D.F. ne semble pas totalement liée à la dureté de la poudre utilisée mais plutôt à sa capacité à se déformer en impactant sur le substrat. C'est uniquement la capacité des particules à s'écrouir à ces vitesses de déformations qui détermine la dureté du dépôt. La suite de l'étude montrera d'ailleurs que, dans le cas de la projection de nickel, le faible rendement de dépôt obtenu avec les plus petites vitesses moyennes de particules n'augmente pas la dureté du revêtement.

Une dureté de particule faible ne favorise donc pas forcément une bonne capacité d'adhésion. Le comportement des deux poudres de NiCrAlY, dont la dureté est différente, vérifie cette théorie. Une première poudre (NiCrAlY 1) présente une dureté moyenne de 140 HV<sub>0,025N</sub> et ne permet pas de créer un dépôt au delà de la première couche (dureté supérieure à 1000 HV<sub>0,1N</sub>). La liaison a donc pu se faire entre le substrat et les particules mais pas entre les particules entre elles. La dureté de la première couche est trop importante pour permettre l'adhésion. Si on utilise une poudre plus dure (NiCrAlY 2, 367 HV<sub>0,025N</sub>), le rendement de dépôt s'élève alors à environ 6%. En effet la différence de dureté entre les particules et la couche en formation est atténuée et les particules peuvent adhérer.

Il faut noter que la dureté de la première poudre de NiCrAlY (non déposable) est supérieure à celle de la poudre d'hastelloy C (déposable). Cela signifie que la dureté n'est pas la seule propriété qui influence la capacité d'une poudre à adhérer.

### V.3.1.4 Influence de la vitesse des particules sur la dureté des dépôts de nickel

En faisant varier les paramètres de projection (nature du gaz propulseur, température et pression), on peut faire varier la vitesse d'impact des particules. Il a été montré que cela influence énormément le rendement de dépôt. Le fait de modifier l'énergie cinétique moyenne des particules peut également avoir une influence sur la dureté des dépôts obtenus. Pour vérifier cela, des particules de nickel sont projetées sur un substrat en acier inoxydable à différentes vitesses moyennes. La dureté des revêtements obtenus est alors mesurée grâce à un microduromètre (charge 50 grammes). Les résultats de cette étude sont résumés dans le Tableau V-8.

<b>Vitesse moyenne (m/s)</b>	540	560	580	600	700	720	740	760	780
<b>Dureté moyenne (HV<sub>0,5N</sub>)</b>	212	251	243	247	243	255	246	257	248

Tableau V-8 : Dureté de dépôts de nickel en fonction de la vitesse moyenne d'impact des particules

La dureté moyenne des dépôts oscille autour d'une valeur de 250 HV<sub>0,5N</sub> à l'exception de celui réalisé à la vitesse la plus faible. Dans ce cas précis, l'épaisseur du dépôt est assez faible (50 µm) du fait d'un faible rendement pondéral de dépôt. Il en résulte que la taille des indentations est trop importante pour éviter l'influence du substrat, de la résine d'enrobage ou d'une porosité voisine. Le résultat se trouve alors faussé, il est plus faible que la réalité. Les variations de dureté ne semblent avoir aucune relation avec la vitesse d'impact. La hiérarchie des valeurs de dureté ne suit en aucune façon celle des vitesses. Le supplément d'énergie cinétique ne provoque pas une augmentation du taux de déformation suffisante pour écrouir la particule. On peut noter que la dureté du dépôt est très proche de celle des particules (260 HV<sub>0,025N</sub>).

Finalement, dans le cas du nickel, lorsque le rendement de dépôt est faible (<10%), les particules qui rebondissent n'écrouissent pas le dépôt par martelage de la surface. De plus, une grande vitesse d'impact n'écrouie pas les particules en augmentant leur taux de déformation. La dureté d'un dépôt de nickel est toujours proche d'une valeur moyenne qui ne dépend que des propriétés des particules projetées. Cette valeur est comparable à celle de la dureté de la poudre.

### V.3.1.5 Influence de la dureté du substrat sur celle du dépôt

Afin d'étudier l'influence de la dureté du substrat sur le dépôt il convient, comme pour l'étude du rendement et du taux de porosité, de réaliser des échantillons de même nature mais de duretés différentes. Les substrats utilisés ici sont donc les mêmes que ceux utilisés dans les travaux cités ci-dessus. Ils sont, ici aussi, recouverts de nickel et de NiCrAlY dans les mêmes conditions. Les valeurs de dureté mesurées se trouvent dans les Figure V-33 et Figure V-34.

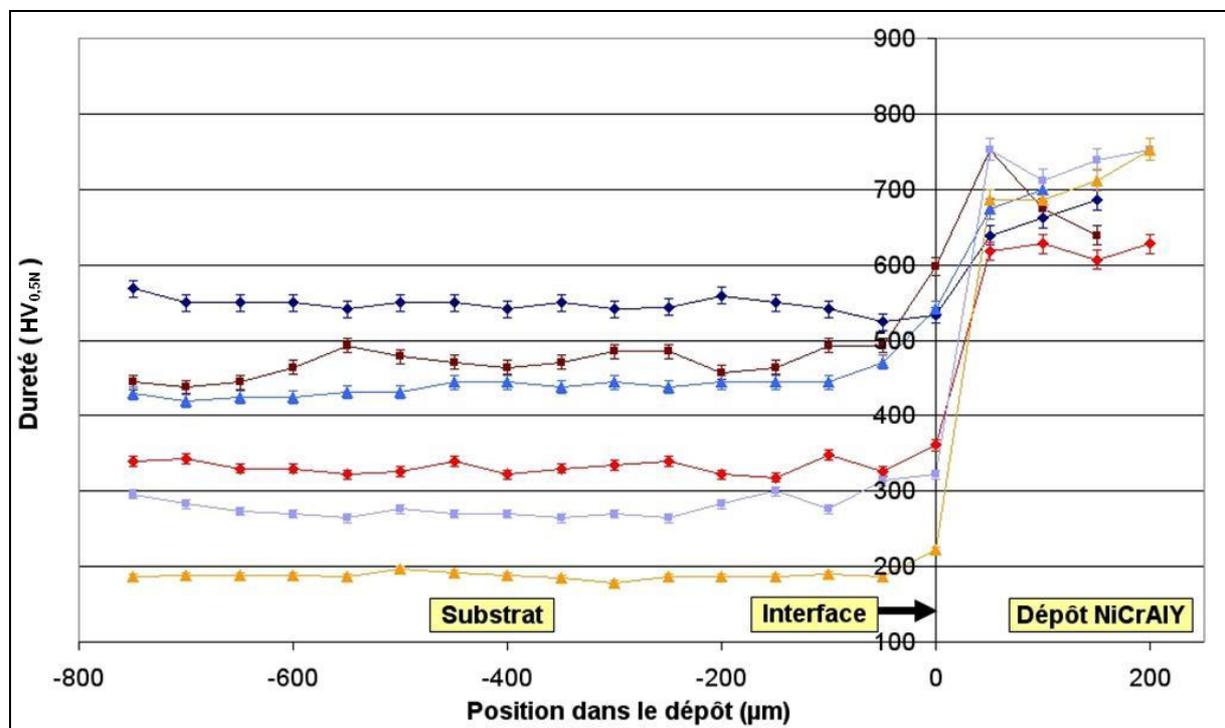


Figure V-33 : Évolution de la dureté dans le dépôt (NiCrAlY) et le substrat en fonction de la dureté de ce dernier

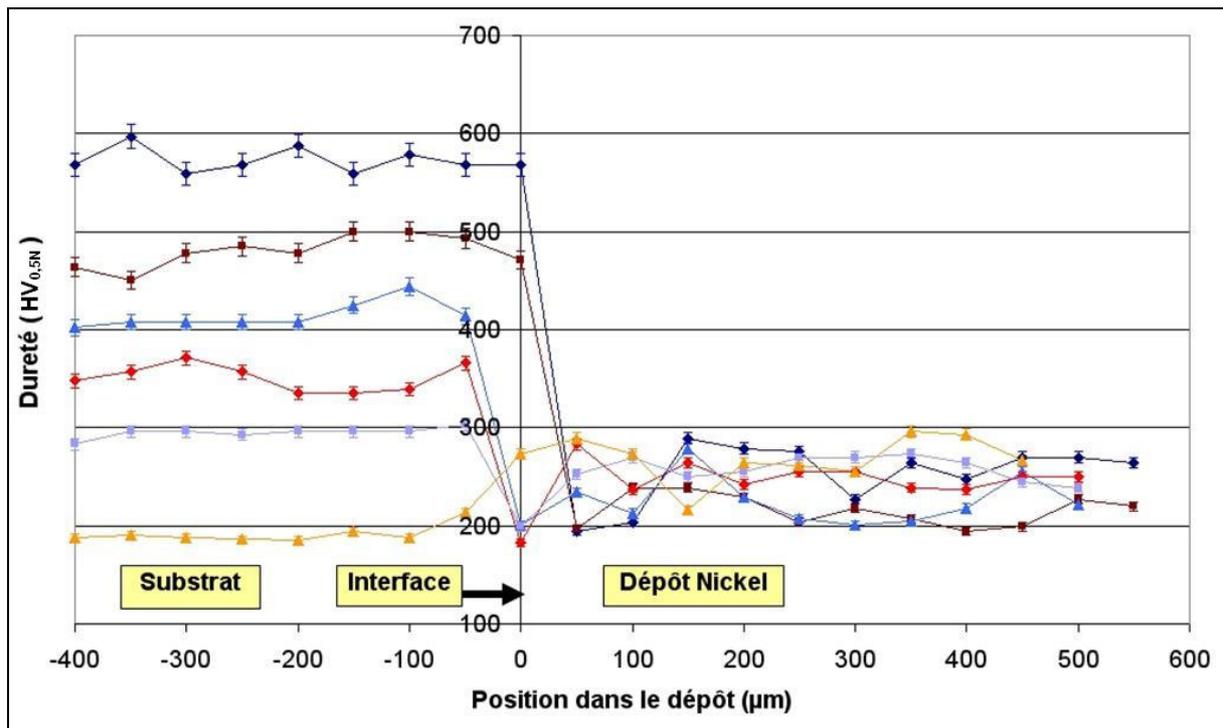


Figure V-34 : Évolution de la dureté dans le dépôt (nickel) et le substrat en fonction de la dureté de ce dernier

La Figure V-33 et la Figure V-34 montrent clairement qu'il n'y a pas de relation entre la dureté du substrat et celle du dépôt. Dès que l'interface substrat-dépôt est franchie, la dureté du dépôt se rapproche alors d'une valeur ( $\pm 100$  à  $150$  HV) où il n'existe pas réellement de hiérarchie stricte concernant le positionnement des points. Cette valeur ne semble dépendre que des propriétés du matériau projeté et de celles du dépôt (porosité, joint de grain...). La dispersion des valeurs dépend alors principalement des caractéristiques de la méthode de mesure elle-même (indentations). On notera que le dépôt de NiCrAlY est donc beaucoup plus dur que le nickel et même que le substrat le plus dur.

La Figure V-35 présente les valeurs moyennes de dureté de dépôt classées en fonction de la dureté du substrat.

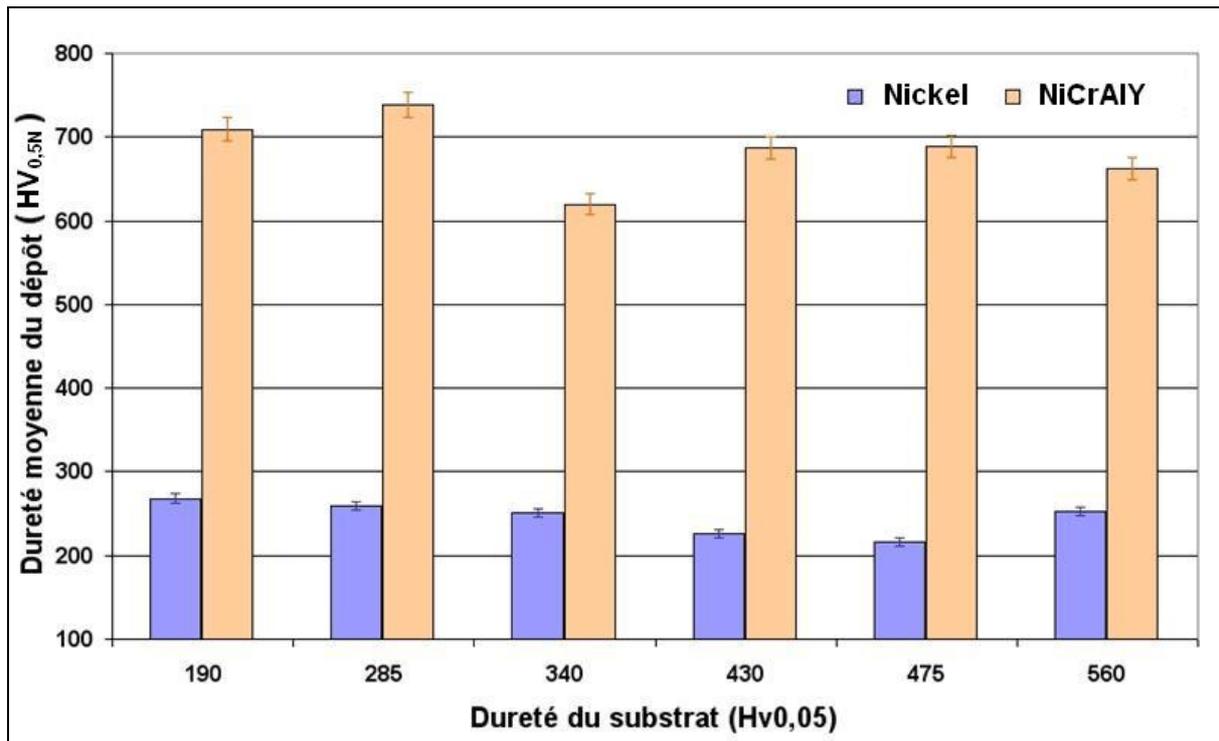


Figure V-35 : Dureté moyenne des dépôts de nickel et NiCrAlY en fonction de celle du substrat

Comme observé précédemment, ces valeurs moyennes ne dépendent absolument pas de la dureté du substrat et ne peuvent être classées suivant une logique liée à cette propriété.

La dureté d'un dépôt réalisé par la méthode P.D.F. ne semble pas être conditionnée par la dureté du matériau sur lequel la projection est réalisée. Seules les propriétés intrinsèques au matériau semblent l'influencer (« écrouabilité » de la matière).

Le fait que le rendement pondéral de dépôt du nickel soit beaucoup plus élevé (environ 14 fois) que celui du NiCrAlY évite l'effet de martelage de la surface par les particules qui n'adhèrent pas mais n'explique le fait qu'il soit moins dur. Comme expliqué précédemment, seule la capacité à s'écrouir du NiCrAlY est responsable de la valeur élevée de la dureté du dépôt. Pour preuve, la diminution drastique du rendement due à l'augmentation de la dureté du substrat (et donc l'augmentation du nombre de rebonds) ne semble pas affecter la dureté du dépôt. En effet on ne remarque pas de décroissance de la dureté à mesure que le substrat devient plus tendre.

### V.3.2 Module d'Young

Le module d'Young caractérise la faculté d'un matériau à se déformer sous une contrainte (rapport entre la contrainte appliquée et l'allongement). Expérimentalement il correspond à la pente de la droite qui lie la contrainte à l'allongement.

Dans le cas d'une mesure par indentation, durant le processus de décharge la forme de la courbe de relaxation permet de calculer le module d'Young [RAN 02].

Les valeurs mesurées se trouvent dans le Tableau V-9.

	Nickel	NiCrAlY 1	NiCrAlY 2	CoNiCrAlY	Hastelloy C
Module d'Young de la poudre (GPa)	39	16	43	41	30
Module d'Young du dépôt (GPa)	178		158	98	142

Tableau V-9 : Valeurs moyennes du module d'Young des poudres et dépôts

Contrairement à la dureté, propriété pour laquelle une différence d'évolution différencie le nickel des alliages, il n'y a pas ici de corrélation entre la variation du module d'Young et le rendement de dépôt. En effet le nickel, comme l'hastelloy C, voit leur module d'Young augmenter de manière importante (facteur supérieur à 4,5) alors qu'il évolue plus faiblement dans le cas du CoNiCrAlY (facteur 2,4).

Pour des valeurs proches, le module d'Young des différentes poudres ne semble pas influencer sur leur capacité à adhérer (le nickel et le CoNiCrAlY ont des valeurs proches mais des comportements très différents). Cependant l'étude des deux poudres de NiCrAlY montre qu'il semble exister, dans ce cas, une valeur minimale du module d'Young en dessous de laquelle le dépôt devient impossible.

La poudre de NiCrAlY non déposable (n°1) possède un module d'Young faible en comparaison de la poudre n°2. Leur composition chimique est très différente en ce qui concerne le taux de chrome qu'elles contiennent. La poudre n°1 contient 31% de chrome contre environ 22% pour la poudre n°2. Cette différence se traduit majoritairement par une variation du taux de nickel qui évolue en conséquence. Le taux d'aluminium reste, lui, quasiment identique pour les deux poudres (environ 11%).

La Figure V-36 illustre la transition ductile-fragile pour des NiCrAlY de compositions proches de ceux utilisés dans cette étude [DAV 00].

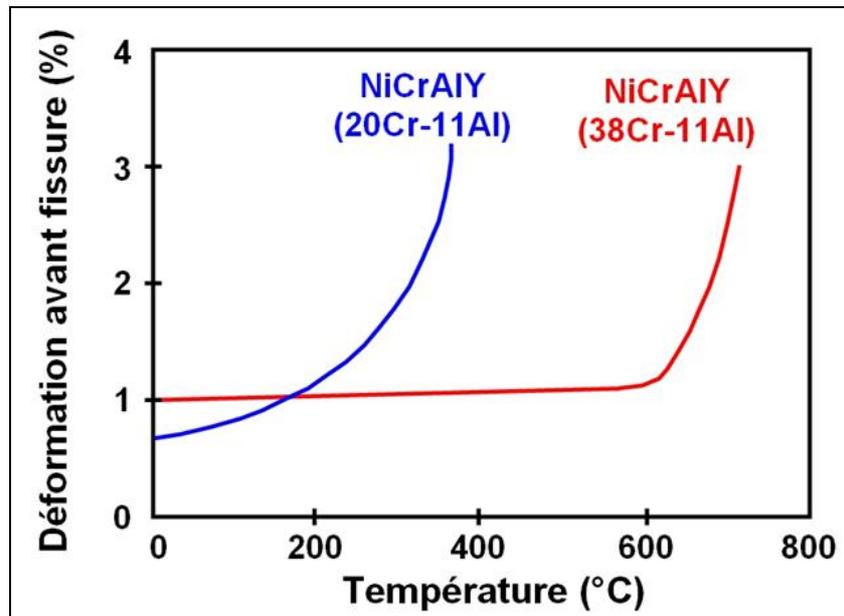


Figure V-36 : Température de transition ductile-fragile pour des dépôts de NiCrAlY [DAV 00]

La température de transition ductile-fragile s'élève avec l'augmentation du taux de chrome dans le NiCrAlY. Cependant on notera que le NiCrAlY contenant le taux le plus élevé reste le plus ductile jusqu'à une température d'environ 180°C. Dans les conditions où ont été menés les essais d'indentations des poudres (20°C) le NiCrAlY n°1 (31% Cr) doit donc être le plus ductile, son module d'Young doit donc être plus faible.

Finalement, c'est le taux important de chrome contenu par la poudre n°1 de NiCrAlY qui favorise sa ductilité aux basses températures. La poudre n°1 se différencie donc des autres poudres utilisées par un module d'Young significativement plus faible que la moyenne.

En revanche la deuxième poudre de NiCrAlY se trouve dans la même gamme de valeur que le reste des alliages en terme de module d'Young. Contrairement à la première, cette poudre est projetable. Son rendement de dépôt, bien que faible (6%), n'est pas nul. Un module plus élevé semble donc meilleur pour la réalisation de dépôt.

Si on compare les courbes de décharge des deux poudres de NiCrAlY (Figure V-37) une différence majeure apparaît. En effet la valeur supérieure de module d'Young (NiCrAlY 2) se traduit par une déformation moins importante de la particule (pénétration plus faible de l'indenteur). Ainsi pour la poudre de NiCrAlY n°2 la profondeur maximale d'indentation n'est

que de 540 nm alors qu'elle est de plus de 800 nm pour la poudre 1. En revanche lorsque la charge est retirée, la relaxation du matériau est beaucoup plus importante pour la poudre 1.

La profondeur rémanente d'indentation est finalement assez comparable pour les deux échantillons (375 nm pour le n°1 et 330 pour le n°2).

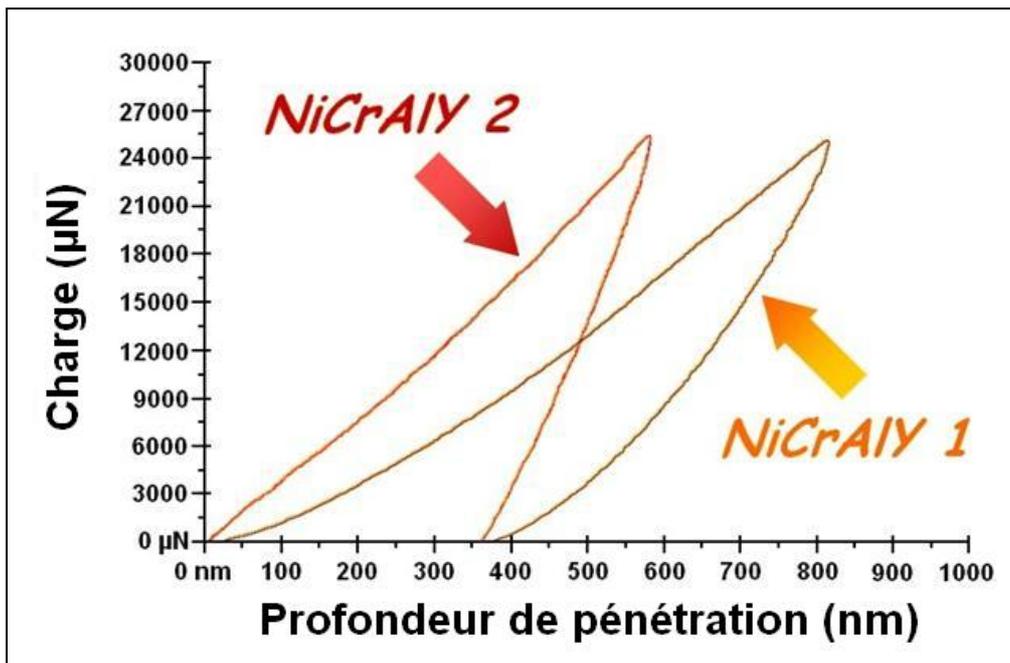


Figure V-37 : Formes moyennes des courbes d'indentation des poudres de NiCrAlY (1 & 2)

En conclusion la faculté d'une poudre à se déformer facilement n'est pas une caractéristique intéressante, pour réaliser un dépôt P.D.F. si elle n'est pas capable de conserver la forme qu'elle acquiert à l'impact. La poudre de NiCrAlY 1 a des caractéristiques qui se rapprochent de celles d'un caoutchouc : très facilement déformable mais reprenant sa forme originelle une fois la charge retirée. Il est clair que ce type de comportement favorise les rebonds de particule et rend cette poudre difficilement utilisable en P.D.F.

Le module d'Young du matériau projeté augmente toujours après impact et ce d'une manière plus ou moins importante (sans qu'il y ait de règle liée à sa valeur initiale). Il doit être suffisamment élevé pour limiter les phénomènes de rebond mais pas trop pour permettre la déformation plastique. Dans le cas des bases nickel une valeur comprise entre 30 et 45 GPa semble correcte.

## V.4 Conclusion

Pour le nickel utilisé, l'aspect des impacts de particules sur le substrat dépend fortement de leur vitesse moyenne. L'augmentation de cette dernière se traduit par une diminution du nombre de cratères laissés sur le substrat par les particules qui rebondissent. Le taux de déformation des particules qui ont adhéré est également lié à cette vitesse.

Le rendement de dépôt dépend de la fraction de particules capables d'atteindre ou de dépasser la vitesse critique. C'est pourquoi l'augmentation de la vitesse moyenne des particules provoque une augmentation du rendement de dépôt. L'augmentation de la dureté du substrat augmente la valeur de la vitesse critique et diminue donc la proportion de particules dont la vitesse est supérieure à la valeur critique. Le rendement diminue plus ou moins rapidement dès que la dureté du substrat devient supérieure à celle des particules projetées.

Le taux de porosité et la dureté du dépôt ne semblent, eux, pas liés à la vitesse des particules ou à la dureté du substrat. En moyenne ces deux valeurs restent toujours constantes quelles que soient les conditions de projection. Il n'y a pas non plus de graduation de la dureté entre les premières et dernières couches de dépôts de nickel. Dans le cas du nickel cette valeur est quasiment la même que celle de la poudre initiale. A contrario, pour les autres matériaux testés, le dépôt est deux à trois fois plus dur que la poudre. Cela explique le plus haut rendement de dépôt (plus faible vitesse critique) du nickel. Une poudre pas assez dure se dépose assez difficilement sur un substrat ou une première couche de dépôt trop dur.

Un faible module d'Young de la poudre projetée ne semble pas être une propriété favorable à une bonne « projetabilité » d'un matériau. Pour obtenir un bon rendement de dépôt, une particule doit être capable de se déformer facilement mais également de conserver cette déformation après impact.



## VI Modification du système de projection



Photographie des tuyères utilisées



Les études précédentes présentaient le fonctionnement du système standard de projection P.D.F. Ce chapitre propose deux méthodes susceptibles d'améliorer les performances du matériel (notamment augmenter le rendement de dépôt). Dans un premier temps, l'adjonction d'un système de chauffage des particules sur les caractéristiques des dépôts est testée. Puis une modification de la géométrie de la tuyère, afin d'augmenter la vitesse moyenne des particules, est proposée pour améliorer le rendement de dépôt.

## VI.1 Modification de la température d'introduction des particules dans l'écoulement

### VI.1.1 Transferts de quantité de mouvement et de chaleur aux particules dans le solénoïde

#### VI.1.1.1 Vitesse des particules dans le tube

En ne considérant que la force de traînée principale :

$$\text{Équation VI-1 : } m_p \frac{du_p}{dt} = F_D$$

Avec :  $m_p$  la masse de la particule (kg),  $u_p$  la vitesse de la particule (m/s),  $F_D$  la force de traînée (N) donnée par [VAR 87] :

$$\text{Équation VI-2 : } F_D = \frac{1}{2} C_D \rho_g A_p (u_g - u_p)^2$$

Où  $\rho_g$  est la masse volumique du gaz (kg/m<sup>3</sup>),  $A_p$  l'aire de la particule perpendiculaire à l'écoulement (m<sup>2</sup>),  $u_g$  la vitesse du gaz (m/s) et  $C_D$  le coefficient de traînée.

$$C_D = \frac{24}{\text{Re}} \text{ où (Équation I-33) } \text{Re} = \frac{\rho_g d_p (u_g - u_p)}{\mu_g}$$

Avec :  $d_p$  le diamètre de la particule (m) et  $\mu_g$  la viscosité dynamique du plasma (kg/m.s).

Finalement, on trouve :

$$\frac{du_p}{dt} = \frac{18\mu_g}{\rho_p d_p^2} (u_g - u_p)$$

$$\ln(u_p - u_g) = -\frac{18\mu_g}{\rho_p d_p^2} t + C1$$

En introduisant les conditions initiales :

$$\ln(u_p - u_g) = -\frac{18\mu_g}{\rho_p d_p^2} t + \ln(u_{p0} - u_{g0})$$

$$u_p = u_g + (u_{p0} - u_{g0}) \exp\left(-\frac{18\mu_g}{\rho_p d_p^2} t\right)$$

En considérant la vitesse du gaz comme constante dans le tube la vitesse des particules est donnée par [VAR 87] :

$$\text{Équation VI-3 : } u_p = u_g \left(1 - \exp\left(-\frac{18\mu_g}{\rho_p d_p^2} t\right)\right) + (u_{p0}) \exp\left(-\frac{18\mu_g}{\rho_p d_p^2} t\right)$$

### VI.1.1.2 Température des particules dans le tube

La température est calculée à partir du bilan thermique dans la couche limite entourant la particule suivant la relation :

$$\text{Équation VI-4 : } m_p c_p \frac{dT_p}{dt} = h\pi d_p^2 (T_g - T_p) - \varepsilon\sigma\pi d_p^2 (T_p^4 - T_a^4)$$

Où  $c_p$  est la capacité calorifique massique du matériau,  $h$  : le coefficient de transfert thermique du plasma ( $W/(m^2K)$ ),  $\varepsilon$  : l'émissivité de la particule,  $\sigma$  : la constante de Stefan-Boltzmann et  $T_a$  : la température ambiante (300K) [VAR 87].

$$\text{Les pertes radiatives pouvant être négligées : } m_p c_p \frac{dT_p}{dt} = h\pi d_p^2 (T_g - T_p)$$

Le coefficient de transfert thermique,  $h$  ( $W/m^2.K$ ), dépend des propriétés du fluide et des conditions d'écoulement. Il est calculé à partir du nombre de Nusselt (corrélation de Ranz-Marshall) qui compare le transfert convectif au transfert conductif :

$$h = \frac{Nu\kappa_g}{d_p} \text{ (Équation I-45) avec :}$$

$$Nu = 2 + 0,6 Re^{1/2} Pr^{1/3} = \frac{hd_p}{\kappa_g} \text{ (Équation I-43)}$$

Où :  $\kappa_g$  est la conductivité thermique (W/m.K), Pr est le nombre de Prandtl, qui compare la diffusion de quantité de mouvement à la conduction thermique :

$$\text{Équation VI-5 : } Pr = \frac{\mu_g c_{pg}}{\kappa_g}$$

Et Re, le nombre de Reynolds relatif à la particule, qui compare les forces d'inerties aux forces visqueuses [VAR 87] :

$$Re = \frac{\rho_g d_p (u_g - u_p)}{\mu_g} \quad (\text{Équation I-33})$$

$$m_p c_p \frac{dT_p}{dt} = Nu \kappa_g \pi d_p (T_g - T_p)$$

$$-\frac{dT_p}{(T_p - T_g)} = \frac{Nu \kappa_g \pi d_p}{m_p c_p} dt$$

$$\ln(T_p - T_g) = -\frac{Nu \kappa_g \pi d_p}{m_p c_p} t + C1$$

$$T_p = T_g + \exp\left(-\frac{Nu \kappa_g \pi d_p}{m_p c_p} t + C1\right)$$

Les conditions initiales donnent :

$$T_p = T_g + \exp\left(-\frac{Nu \kappa_g \pi d_p}{m_p c_p} t + \ln(T_{p0} - T_g)\right)$$

$$T_p = T_g + (T_{p0} - T_g) \exp\left(-\frac{Nu \kappa_g \pi d_p}{m_p c_p} t\right)$$

$$\text{Comme : } m_p = \frac{\rho_p}{6} \pi d_p^3$$

Finalement :

$$\text{Équation VI-6 : } T_p = T_g + (T_{p0} - T_g) \exp\left(-\frac{6Nu\kappa_g}{\rho_p d_p^2 c_p} t\right)$$

### VI.1.1.3 Calcul de la température des particules à la sortie du solénoïde

Afin d'appliquer les équations précédentes au cas considéré, les hypothèses simplificatrices suivantes sont utilisées :

- La vitesse du gaz est la même dans toute la section du tube, elle est égale au rapport du débit volumique par l'aire de la section du tube.
- Le solénoïde est considéré comme étant un tube parfaitement droit.
- La température du gaz est constante dans toute la longueur du tube.
- Les particules transitent dans la veine gazeuse sans jamais toucher les parois du tube.
- Le gaz est suffisamment peu chargé en particules pour que celles-ci n'influencent pas sa température.

Ces hypothèses conduisent globalement à maximiser la vitesse des particules et à minimiser leur température.

Les calculs sont effectués en considérant des particules parfaitement sphériques et denses de nickel dont le diamètre est de 58  $\mu\text{m}$  (diamètre maximum du lot de poudre utilisé). Le gaz utilisé est l'azote.

La Figure VI-1 montre, que quelle que soit la température du gaz, la température des particules finit toujours par être équivalente à celle du gaz propulseur en sortie de réchauffeur.

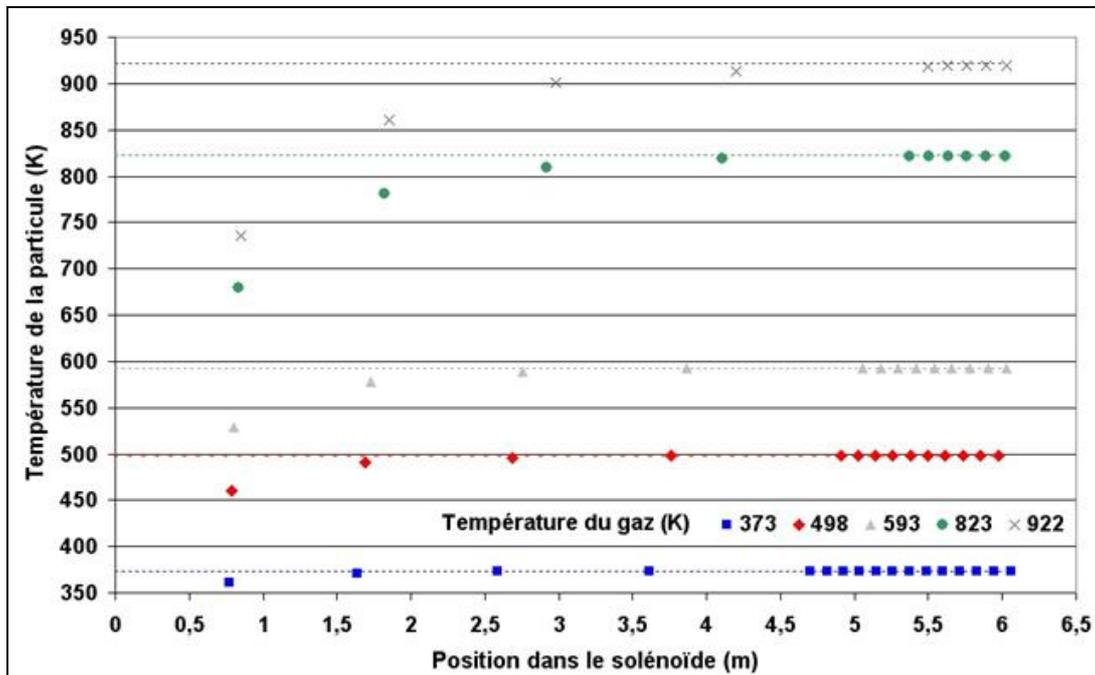


Figure VI-1 : Évolution de la température d'une particule de nickel dans le réchauffeur (Gaz azote, débit 4 m<sup>3</sup>/h)

Température du gaz (K)	373	498	593	823	922
Température finale des particules (K) Débit gaz 3 m <sup>3</sup> /h	373	498	593	822	920
Température finale des particules (K) Débit gaz 4 m <sup>3</sup> /h	373	498	592,9	822	919,6

Tableau VI-1 : Différence entre la température du gaz et celle des particules en sortie du réchauffeur

Au vu des résultats (Tableau VI-1), il apparaît évident que la température des particules en sortie de réchauffeur est la même que celle du gaz porteur. Dans la suite de cette étude, la température des particules et celle du gaz porteur seront donc confondues.

## VI.1.2 Influence de la température des particules sur le rendement de dépôt

Les projections sont effectuées dans des conditions similaires à celles précédemment réalisées avec en plus un système de chauffage des particules. Une augmentation de température et/ou de pression du gaz propulseur permet d'augmenter la vitesse moyenne des particules. Les essais sont réalisés pour trois températures de gaz porteur différentes : 20°C, 225°C et 550°C. Les rendements sont ensuite calculés en comparant les masses théoriques et réelles des échantillons revêtus. La Figure VI-2 présente une synthèse des résultats obtenus.

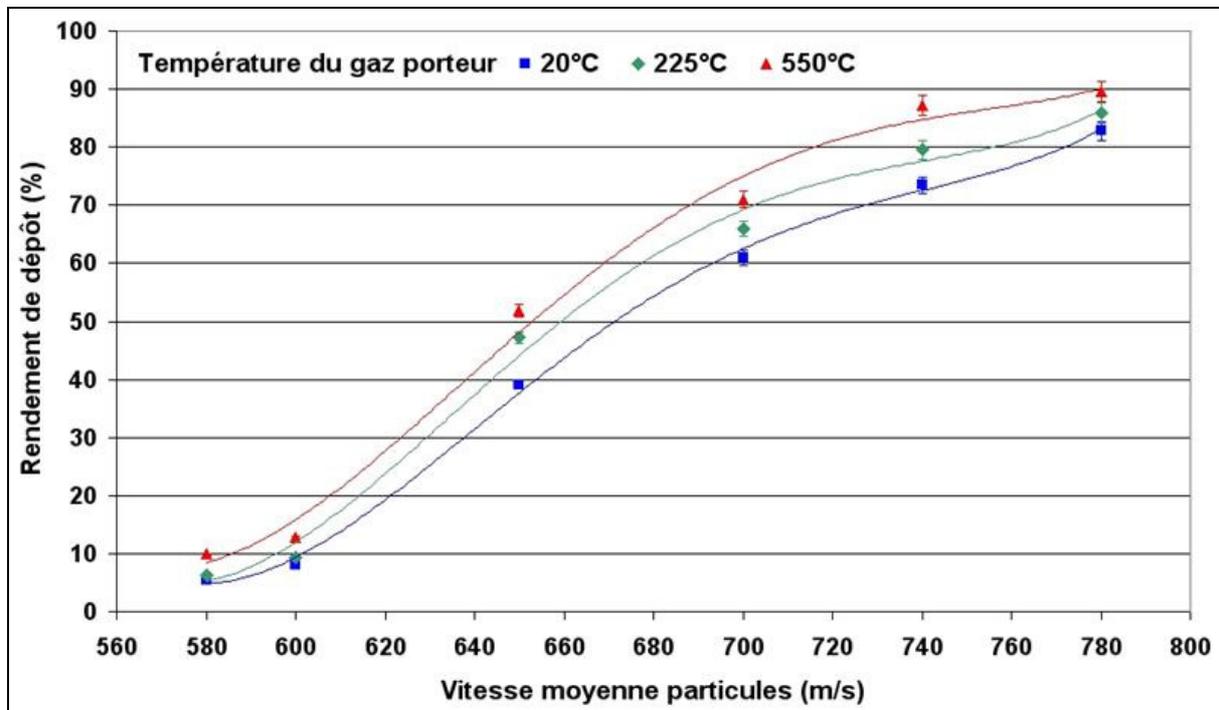


Figure VI-2 : Influence de la température du gaz porteur sur le rendement de dépôt

Quelle que soit la température du gaz porteur (égale à celle des particules), le rendement évolue dans le même sens et suit une évolution comparable à celle de la distribution granulométrique de la poudre utilisée. En revanche, la différence de rendement entre les dépôts correspondant aux différentes températures de gaz porteur n'est jamais constante (Tableau VI-2).

Vitesse particules (m/s)	Température gaz porteur (°C)			Différence de rendement (%)	
	20	225	550	Delta 20-225	Delta 20-550
580	5	6	10	1	4
600	8	9	13	1	5
650	39	47	52	8	13
700	61	66	71	5	10
740	73	80	87	6	14
780	83	86	90	3	7

Tableau VI-2 : Rendement de dépôt en fonction de la température du gaz porteur

Il semble que l'augmentation de rendement soit assez sensible pour les vitesses intermédiaires (650-740 m/s) et plutôt faible à hautes ou basses vitesses.

Par comparaison avec la courbe de distribution granulométrique, on peut estimer les vitesses critiques des particules qui permettent d'obtenir de tels rendements (chapitre IV.7.3). Elles sont représentées sur la Figure VI-3.

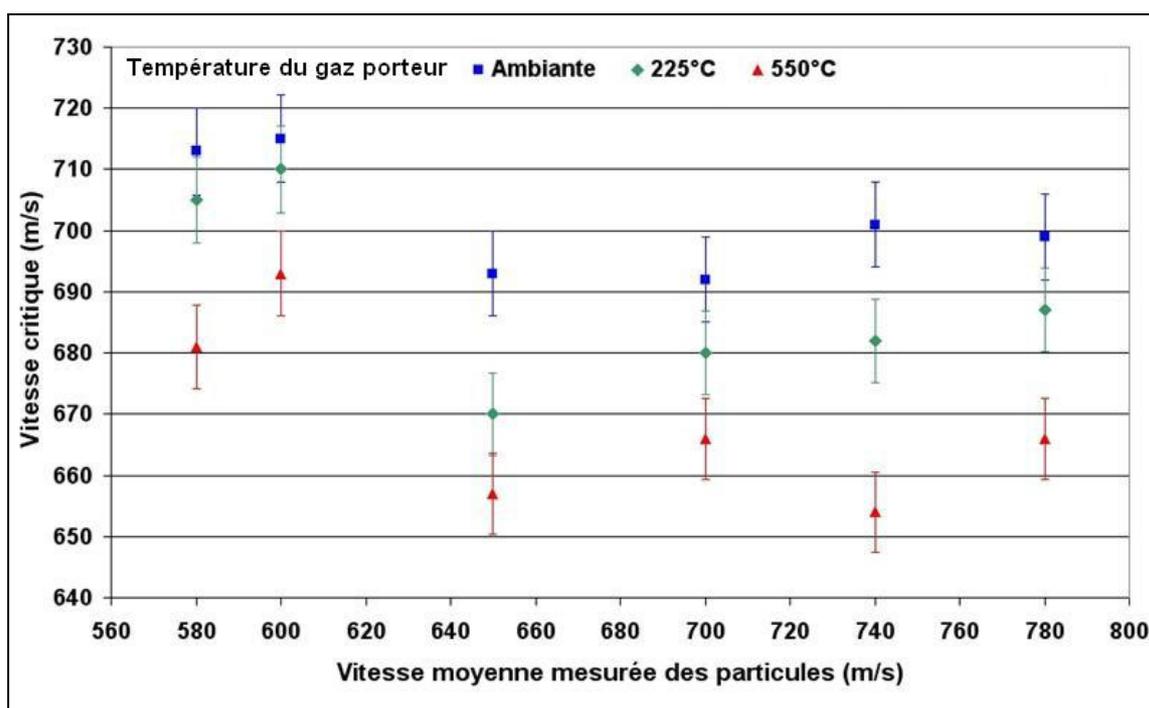


Figure VI-3 : Influence de la température des particules sur la vitesse critique des particules

On peut noter que la vitesse critique est relativement constante d'une condition d'essai à l'autre. Ceci est confirmé par la formule empirique décrivant l'évolution de la vitesse critique [GAR 03, ASS 03, ASS(1) 03] :  $u_c = 667 - 14\rho + 0,08T_m + 0,1\sigma_u - 0,4T_i$  (Équation I-72) où il

semble évident que les seuls facteurs influents sont la température de la particule ( $T_i$ ) et sa résistance à la rupture ( $\sigma_u$  qui dépend de la température du matériau). La température de fusion ( $T_m$ ) et la masse volumique ( $\rho$ ) sont, elles, des valeurs constantes dans cette gamme de température.

L'augmentation de la température de la particule a donc une incidence directe sur sa vitesse critique qui va diminuer. La taille maximale des particules qui vont pouvoir adhérer va donc augmenter. La courbe de distribution granulométrique de la poudre n'étant absolument pas linéaire, cette augmentation de « taille critique » va se traduire par une augmentation plus ou moins importante du rendement.

Pour les rendements faibles, un décalage de la vitesse critique laisse le « diamètre maximum projetable » dans une zone où les particules de cette taille représentent une proportion négligeable dans le lot. Une augmentation de 1 micron de la taille critique représente en moyenne une augmentation de seulement un pour cent du rendement. Il en va de même pour les rendements élevés (0,7% par micron).

En revanche, pour les rendements compris entre 10 et 80 %, le rendement augmente rapidement car sur cette partie de la courbe granulométrique les grains ont une distribution en taille assez peu dispersée (comprise entre 10 et 27 microns). Ici, une augmentation de un micron de la taille critique représente en moyenne une augmentation de 4,2% du rendement. Les variations de vitesse critique ont alors un effet plus visible sur l'évolution du rendement. Tout ceci explique que l'augmentation de rendement ne soit pas constante pour les différentes conditions de projection expérimentées.

Il semble donc évident que la variation de température des particules influence la vitesse critique des particules. On obtient alors une nouvelle valeur de vitesse critique qui est toujours indépendante de la vitesse moyenne des particules (et donc des conditions de projection). On notera que l'utilisation d'un substrat en acier inoxydable plus dur (247 HV<sub>300N</sub> contre 177 HV<sub>300N</sub> précédemment) a conduit à une augmentation de la vitesse critique (particules non chauffées).

En utilisant les mêmes paramètres de projection (vitesse moyenne 650 m/s), une étude plus détaillée est effectuée en faisant varier plus finement la température des particules. Les rendements sont mesurés pour chacune de ces nouvelles conditions et sont alors convertis en leur équivalent vitesse critique.

La Figure VI-4 présente les résultats de cette étude.

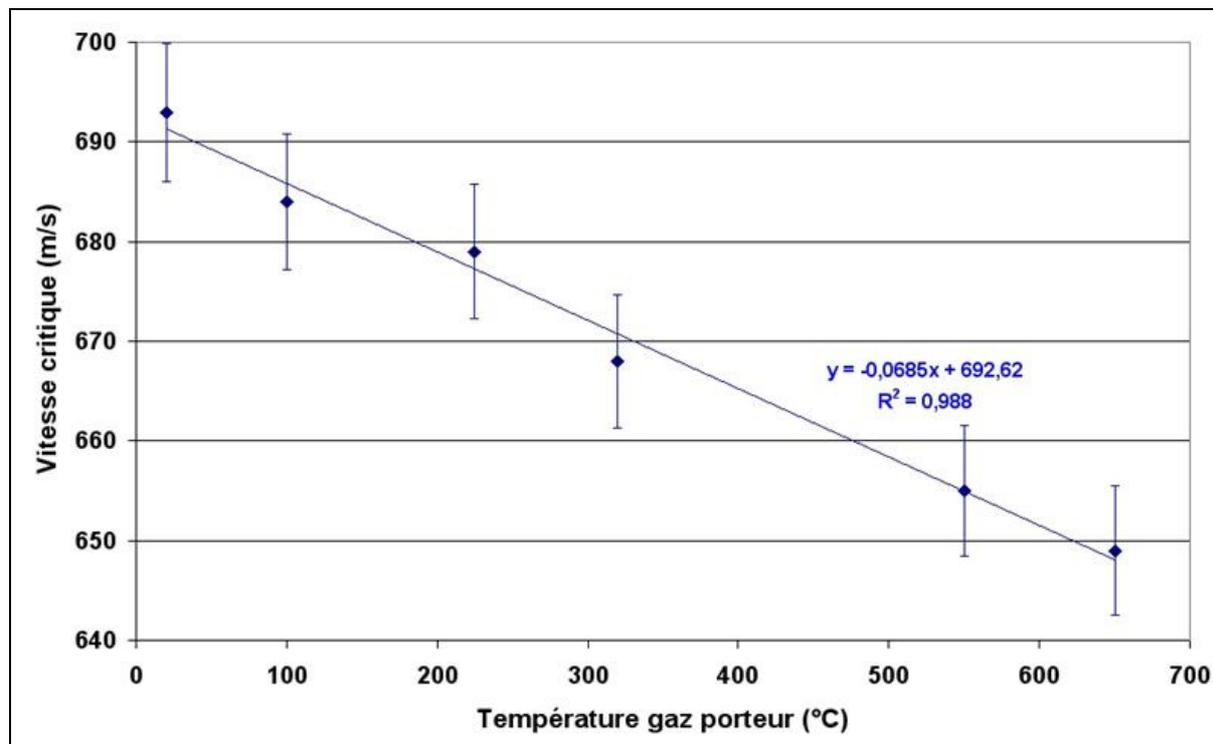


Figure VI-4 : Influence de la température des particules sur la vitesse critique des particules  
(Exemple : vitesse moyenne des particules 650 m/s)

L'évolution de la vitesse critique semble suivre une droite décroissante. A partir de l'équation :  $u_c = 667 - 14\rho + 0,08T_m + 0,1\sigma_u - 0,4T_i$  (Équation I-72), on peut estimer cette vitesse critique et vérifier que le résultat précédent est en accord avec la théorie. Il faut noter que cette équation n'utilise pas les unités du système international puisque que les températures s'expriment en degrés Celsius, la masse volumique en  $\text{g/cm}^3$  et la résistance à la rupture en MPa. Dans notre cas la masse volumique du cuivre est d'environ  $8900 \text{ kg/m}^3$  et sa température de fusion  $1454^\circ\text{C}$ . Sa résistance à la rupture (tension) évolue, elle, avec la température. Le Tableau VI-3 présente ces valeurs [DAV 00].

Température (°C)	20	93	149	204	260	316	371	427	482	538	593	649
Résistance à la rupture en tension (MPa)	403	387	372	372	372	362	325	284	259	228	186	153

Tableau VI-3 : Résistance à la rupture en tension du nickel en fonction de sa température [DAV 00]

La Figure VI-5 présente une comparaison des résultats obtenus avec les deux méthodes.

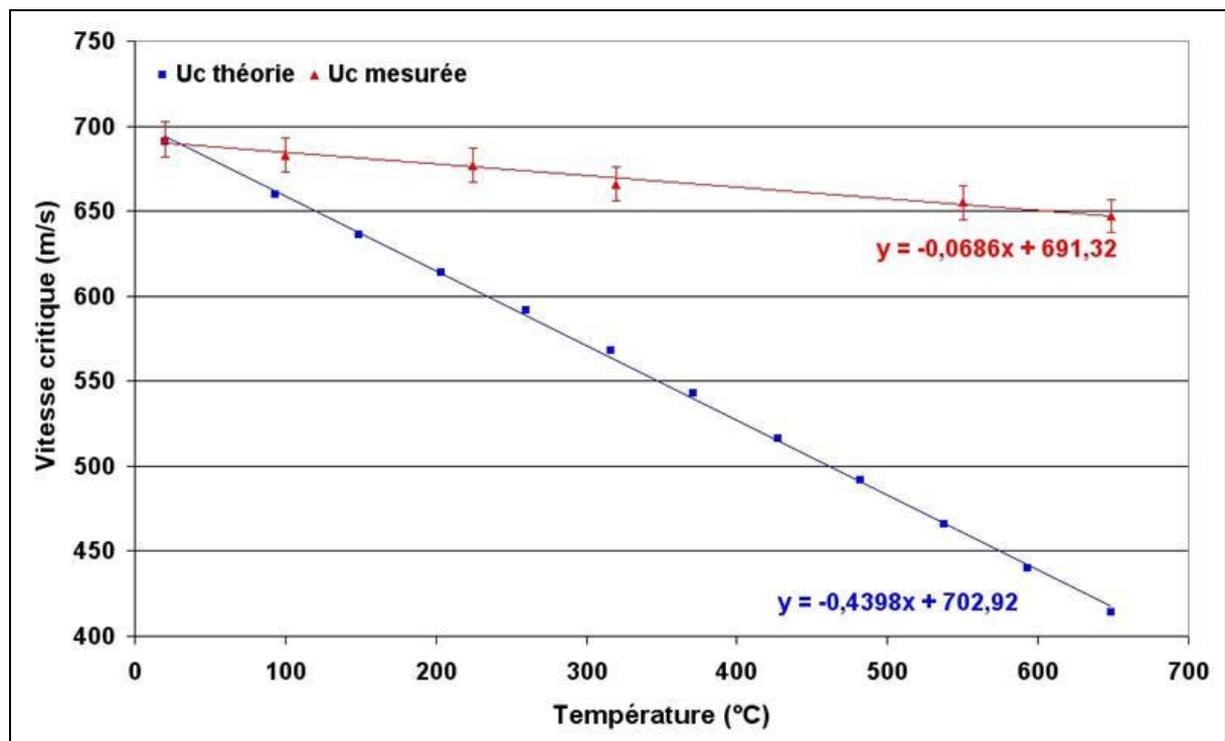


Figure VI-5 : Comparaison entre l'évolution théorique de la vitesse critique des particules de nickel et son évolution mesurée

On remarque immédiatement que la théorie décrit l'évolution de la vitesse critique comme une décroissance linéaire à mesure que la température augmente. On voit également que les valeurs trouvées à température ambiante (20°C) s'accordent parfaitement (à 1 m/s près). Si les valeurs à l'origine sont relativement proches, les coefficients directeurs des deux droites sont eux très différents.

Il est possible de déterminer théoriquement la température d'impact des particules en admettant que l'équation décrivant la vitesse critique en fonction de celle-ci est exacte. Il suffit de lire sur la courbe théorique  $u_c = f(t_p)$  à quelles températures correspondent les valeurs de vitesses critiques mesurées. On peut alors comparer ces températures avec celles des

particules en sortie du réchauffeur (valeurs mesurées). Il en résulte les résultats contenus dans le Tableau VI-4.

<b>T<sub>particule</sub> sortie réchauffeur (°C)</b>	20	100	225	320	550	649
<b>T<sub>particule</sub> impact théorique (°C)</b>	25	45	59	84	109	127

Tableau VI-4 : Comparaison entre les températures des particules en sortie de réchauffeur (mesurées) et à l'impact (théorique)

Il apparaît nettement que les valeurs de vitesses critiques déterminées correspondent à des températures de particules beaucoup plus faibles que celles mesurées lors de leur injection dans le gaz propulseur.

A température ambiante, les valeurs de vitesses théoriques s'accordent parfaitement. La forme de la courbe  $V_c=f(T_p)$  est la même que la courbe théorique (deux droites). Il semble donc peu probable que l'équation trouvée dans la littérature soit fautive. Il est plus pertinent de s'interroger sur les phénomènes thermiques qui ont lieu entre la sortie du réchauffeur et l'impact sur le substrat.

Les particules traversent d'abord la partie divergente de la tuyère puis la zone qui sépare la sortie de la tuyère du substrat. Estimer les échanges thermiques qui ont lieu entre les particules et le milieu extérieur dans cette zone thermodynamiquement perturbée (ondes de choc, zones de haute pression) est extrêmement difficile. En effet les propriétés du gaz y évoluent en permanence et sont difficiles à déterminer.

L'évolution de la température des particules dans le divergent de la tuyère peut être estimée grâce à l'équation décrivant le transfert de chaleur entre la particule et le milieu extérieur :

$$m_p c_p \frac{dT_p}{dt} = h \pi d_p^2 (T_g - T_p) \quad (\text{Équation VI-4})$$

$c_p$  est la capacité calorifique massique du matériau,  $m_p$  sa masse,  $d_p$  le diamètre de la particule,  $h$  : le coefficient de transfert thermique ( $W/m^2.K$ ).

Il dépend des propriétés du fluide et des conditions d'écoulement suivant :

$$\frac{T_0}{T_g} = 1 + \frac{\gamma - 1}{2} M^2 \quad (\text{Équation I-27})$$

Avec  $T_0$  : température d'introduction du gaz propulseur dans la tuyère,  $\gamma$  : le rapport des chaleurs spécifiques et  $M$  : le nombre de Mach.

$$h = \left(2 + 0,6 \text{Re}^{1/2} \text{Pr}^{1/3}\right) \frac{\kappa_g}{d_p} \quad (\text{Équation I-43})$$

Ici,  $\kappa_g$  est la conductivité thermique (W/m.K), Pr est le nombre de Prandtl, qui compare la diffusion de quantité de mouvement à la conduction thermique et Re, le nombre de Reynolds relatif à la particule, qui compare les forces d'inerties aux forces visqueuses. Ces nombres se calculent avec :

$$\text{Re}_p = \frac{(u_g - u_p) \rho_g d_p}{\mu_g} \quad (\text{Équation I-33}) \quad \text{et} \quad \text{Pr} = \frac{\mu_g c_{pg}}{\kappa_g} \quad (\text{Équation VI-5}).$$

Suivant les équations unidimensionnelles isentropiques, les vitesses de gaz et de particules peuvent être déterminées avec :

$$u_g = M \sqrt{\gamma R T_g} \quad (\text{Équation I-29}) \quad \text{et} \quad u_p = \frac{u_g}{1 + 0,85 \sqrt{\frac{d_p}{x}} \sqrt{\rho_p \frac{u_g^2}{p_0}}} \quad (\text{Équation I-36})$$

Du fait de son expansion dans le divergent, la température du gaz chute dans la tuyère. Il en résulte une baisse de la température des particules comme illustré sur la Figure VI-6.

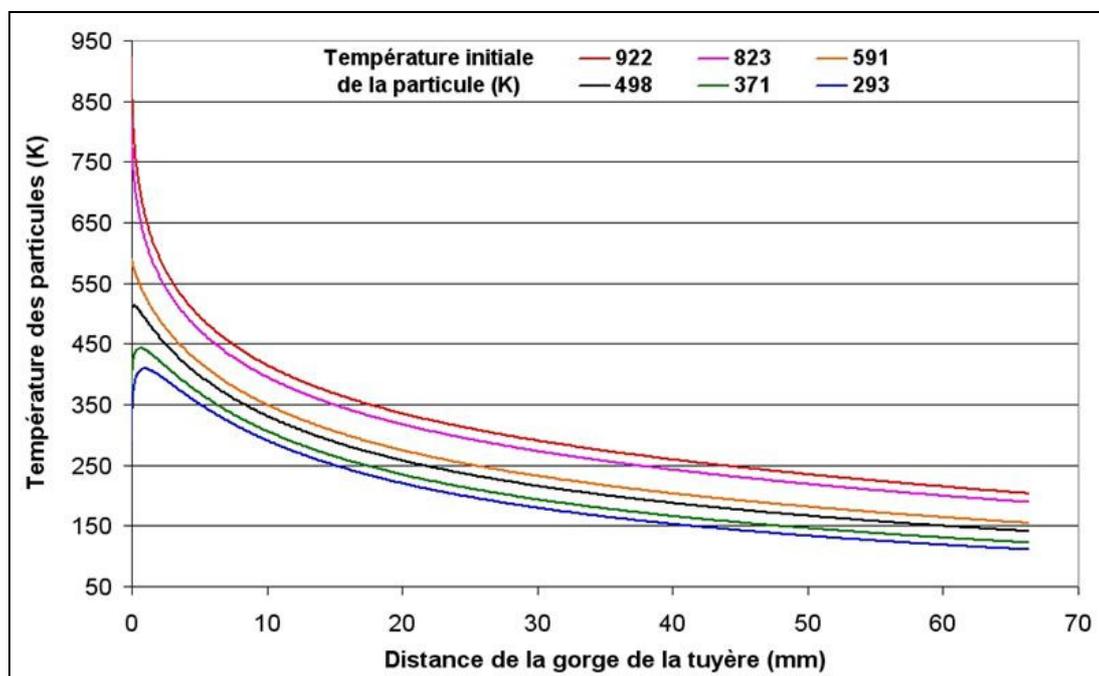


Figure VI-6 : Évolution de la température d'une particule de nickel (19 µm) dans le divergent de la tuyère, gaz propulseur hélium (1,4 MPa, 500°C)

La température moyenne des particules en sortie de tuyère semble être extrêmement faible. Les pertes calorifiques dues au passage dans le gaz froid sont énormes. En revanche, on peut noter que les particules n'ont pas le temps d'atteindre la température du gaz. Il en résulte qu'un écart de température demeure entre les particules suivant leur température d'introduction dans la tuyère.

Compte tenu du faible écart de température, on peut estimer que l'augmentation de température qui a lieu entre la sortie de la tuyère et l'impact sera à peu près la même quelle que soit la température initiale de la particule. Si cela est exact, le différentiel entre les différentes températures des particules sera le même en sortie de tuyère et à l'impact.

Le Tableau VI-5 présente une comparaison entre les températures d'impact calculées et les températures des particules en sortie de tuyère:

<b><math>T_{\text{particule}}</math> impact théorique (K)</b>	298	318	332	357	382	400
<b><math>T_{\text{particule}}</math> sortie tuyère (K)</b>	111	122	141	155	189	203
<b><math>T_{\text{impact}} - T_{\text{sortie de tuyère}}</math> (K)</b>	187	196	191	202	193	197

Tableau VI-5 : Températures de particules en sortie de tuyère et à l'impact

Les résultats montrent que les écarts de température entre les particules sont globalement entre la sortie de tuyère et l'impact, et ce, quelle que soit leur température initiale. Le gain de température oscille autour d'une valeur moyenne de 194 K. Cela signifie que les particules se refroidissent uniquement dans la tuyère puis leur température re-augmente d'une façon uniforme avant impact.

C'est cela qui explique que les vitesses critiques soient plus importantes que ce qui est prévu par la théorie. En effet la température d'impact des particules est très inférieure à celle qu'elles ont lors de leur introduction dans la tuyère.

Finalement le système de chauffage des particules semble techniquement fonctionner parfaitement. La faible température d'impact est due au refroidissement des particules dans la partie divergent de la tuyère. Le fait d'introduire axialement les particules en amont du divergent ne permet pas de conserver efficacement les calories apportées par leur passage dans le réchauffeur.

### VI.1.3 Influence de la température des particules sur la compacité des dépôts

La Figure VI-7 présente des coupes polies des dépôts réalisés dans les conditions décrites dans le paragraphe précédent.

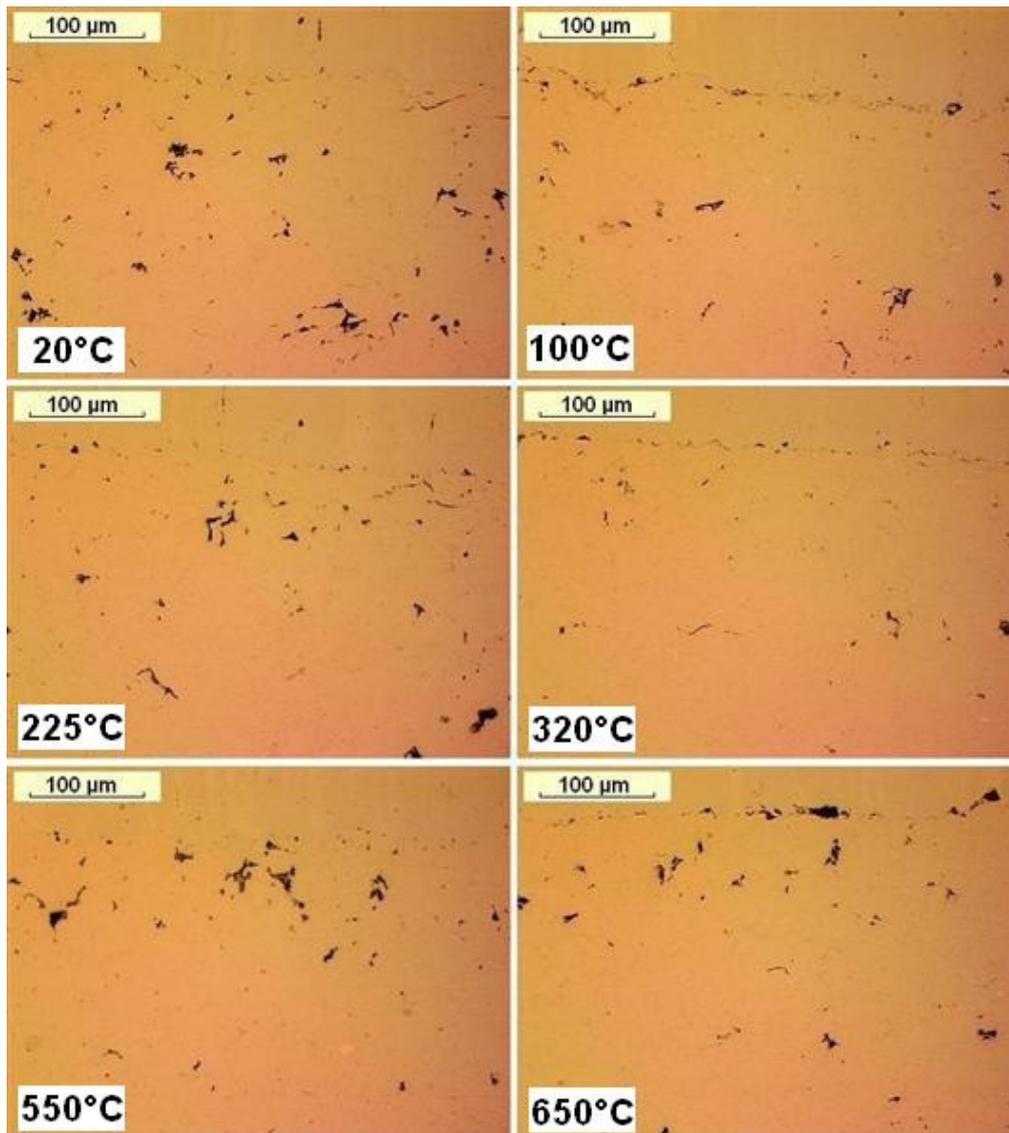


Figure VI-7 : Observation en microscopie optique de coupes des dépôts réalisés (Hélium, 1,4 MPa, 500°C) en fonction de la température d'introduction des particules dans la tuyère

Au vu des micrographies de la Figure VI-7, il semble impossible de dégager une véritable tendance dans l'évolution de l'aspect des dépôts réalisés. Le taux de porosité varie

légèrement d'un échantillon à l'autre sans que cela semble suivre une logique liée à la température des particules. Le Tableau VI-6 présente les taux de porosité mesurés par imagerie dans les dépôts.

<b>Température gaz porteur (°C)</b>	20	100	225	320	550	650
<b>Taux de porosité (%)</b>	1,97	1,28	1,96	1,12	2,22	1,97

Tableau VI-6 : Influence de la température du gaz porteur sur le taux de porosité du dépôt

Le taux de porosité varie entre un et deux pour cent sans lien apparent avec la température des particules. On peut même remarquer que le résultat le plus mauvais est obtenu avec une température élevée (550°C).

Finalement les conclusions de cette mesure sont les mêmes que lors de celle liée à l'influence de la vitesse des particules sur le taux de porosité : la qualité d'un dépôt ne dépend pas de la température des particules. A partir du moment où elles sont capables de dépasser la vitesse critique, les particules se déforment suffisamment à l'impact pour former un dépôt de densité proche de ce qu'on peut attendre de mieux pour le couple particule-substrat considéré.

Il faut cependant noter que la température réelle d'impact (température d'injection des particules minorée des pertes calorifiques dues au refroidissement dans le divergent) semble comprise entre 25 et 130°C, ce qui n'a pas d'influence significative en terme de « plastification » de la particule.

## VI.1.4 Influence de la température des particules sur la dureté des dépôts

Un dépôt réalisé sans chauffer les particules a subi plusieurs traitements thermiques de revenu (temps de maintien en température : 1 heure) pour quantifier l'effet de l'augmentation de température sur la dureté du revêtement. La dureté du dépôt étant identique à celle des particules, cela donne une idée de l'évolution potentielle de la dureté des particules dans le réchauffeur. La Figure VI-8 présente cette évolution.

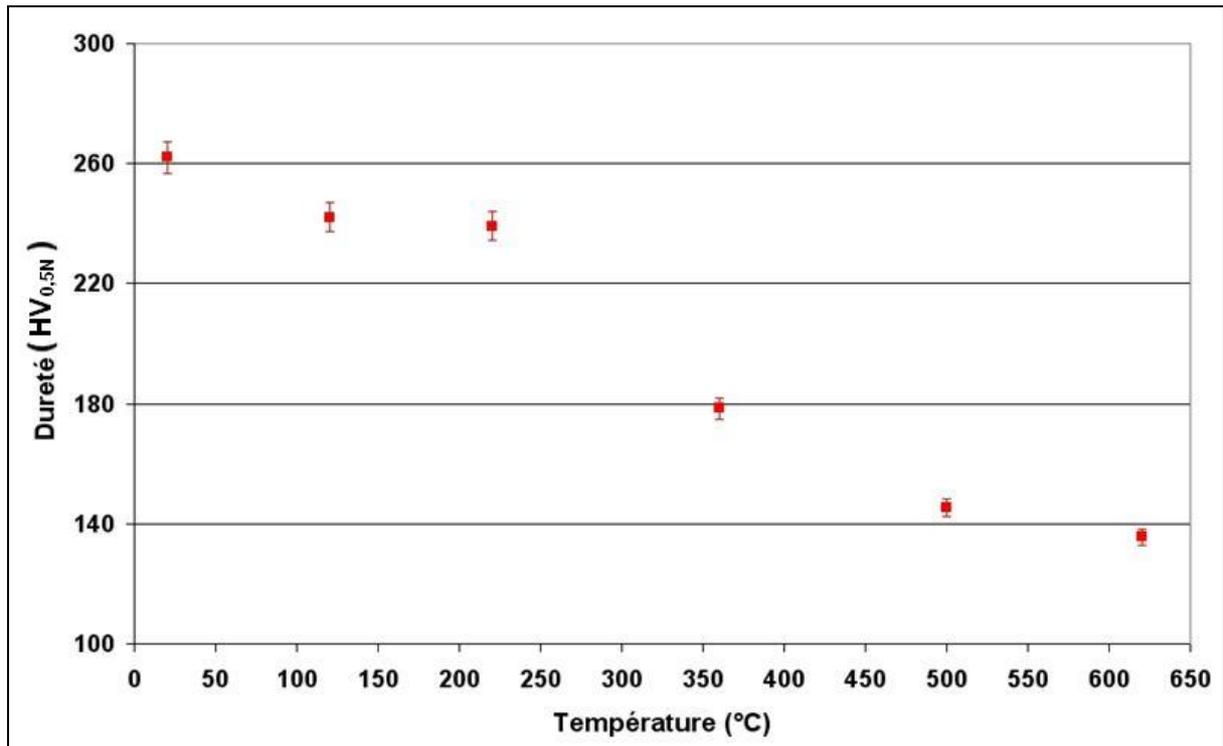


Figure VI-8 : Dureté d'un dépôt de nickel après plusieurs revenus (1 heure)

La baisse de dureté liée à l'augmentation de température est assez sensible et a lieu à des températures compatibles avec celles atteintes par les particules lors de leur passage dans le réchauffeur de poudre.

Les coupes d'échantillons polis présentées précédemment (gaz propulseur hélium, température 500°C, pression 1,4 MPa) ont été analysé en microdureté. Les résultats se trouvent dans le Tableau VI-7.

<b>Température gaz porteur (°C)</b>	20	100	225	320	550	650
<b>Dureté (HV<sub>0,5N</sub>)</b>	254	249	253	258	265	260

Tableau VI-7 : Influence de la température des particules sur la dureté du dépôt

Les résultats sont identiques à ceux concernant le taux de porosité. La dureté des dépôts reste quasiment constante quelle que soit la température des particules projetées. Elle ne diminue en tout cas jamais significativement.

Comme dans le cas de l'étude de la dureté en fonction de la vitesse d'impact, il semble qu'une particule ayant dépassé la vitesse critique atteigne un degré de déformation quasi maximal qui varie peu même si sa température avant impact s'élève. La dureté qui en découle reste donc constante, sa valeur étant comparable à la dureté des particules initiales.

Le fait de chauffer les particules ne permet pas un apport calorifique qui adoucirait le dépôt en permettant le relâchement de leurs contraintes internes. Le très bref échauffement des particules dans le réchauffeur puis leur refroidissement dans la tuyère n'apporte donc rien en terme de modification des propriétés mécaniques du dépôt. Durant leur séjour dans le réchauffeur, les particules atteignent bien des températures comparables à celles des revenus mais la cinétique de la chauffe est bien trop rapide pour permettre une modification des propriétés mécaniques. Les revenus effectués sur les dépôts ont duré une heure alors que les particules ne restent pas plus d'un dixième de seconde à la température du gaz dans le réchauffeur.

Au final, à l'impact les particules ont quasiment la même température et c'est seulement leur déformation lors de l'impact qui conditionne la dureté finale du dépôt. Dans le cas du nickel, la dureté du dépôt est donc indépendante de la température des particules.

## VI.1.5 Conclusion

Afin d'étudier l'influence de la température des particules sur le procédé P.D.F., celles-ci ont été chauffées par le gaz porteur avant d'être introduites dans la tuyère.

Les résultats montrent que, pour une même condition de projection, le rendement de dépôt augmente avec la température d'introduction des particules. Cela signifie qu'une augmentation de température des particules permet de diminuer leur vitesse critique.

En comparant ces résultats avec l'équation théorique qui lie la vitesse critique à la température des particules, on s'aperçoit que la diminution de la vitesse critique ne correspond pas à celle attendue à de telles températures. Le calcul de la température des particules à la sortie de l'injecteur de poudre montre qu'elle est bien équivalente à celle du gaz. D'autres calculs permettent d'estimer la température des particules qui diminue très fortement dans la partie divergente de la tuyère du fait de l'expansion du gaz. Finalement, quasiment toute l'énergie calorifique fournie aux particules par le réchauffeur de poudre est dissipée dans la tuyère. Cela montre que réchauffer des poudres avant leur introduction dans un gaz froid est très peu efficace. Pour conserver une température élevée après

passage dans la tuyère, il faudrait injecter les particules à des températures bien plus élevées (proches de la température de fusion de certains matériaux). La technique P.D.F., qui est un procédé dit « froid », perdrait alors beaucoup de son intérêt. On pourrait aussi injecter les particules dans la partie plus chaude du jet (après les ondes de choc), mais le transfert de quantité de mouvement du gaz aux particules serait alors très limité.

Le taux de porosité et la dureté des dépôts réalisés ne sont pas liés à la température des particules projetées. Les valeurs sont, en moyenne, les mêmes que dans le cas des dépôts réalisés sans chauffer les particules. Dureté et taux de porosité semblent donc être des caractéristiques propres au matériau déposé.

## VI.2 Modification de la géométrie de la tuyère

Les chapitres précédents montrent l'influence prépondérante de la vitesse des particules sur le rendement de dépôt. Pour augmenter ce rendement il faut diminuer la vitesse critique des particules (en les chauffant) et/ou augmenter leur vitesse moyenne pour permettre à une plus grande fraction de la population de dépasser la valeur critique. Un moyen d'obtenir de plus hautes vitesses est de modifier la géométrie de la tuyère.

### VI.2.1 Description des tuyères utilisées

Dans cette étude, trois tuyères sont comparées. La première est le modèle précédemment employé dans le reste du document (appelée ici standard).

La deuxième tuyère provient du même fournisseur (CGT GmbH) que la première. Il s'agit d'un modèle optimisé pour le cuivre (MOC). Elle a été conçue pour permettre la projection de ce dernier en utilisant l'azote comme gaz propulseur, tout en conservant un haut rendement de dépôt. Elle se différencie de la première par un plus faible rapport d'expansion (aire de sortie/aire de la gorge) mais une longueur de divergent presque deux fois plus élevée.

La troisième a été spécialement conçue pour que des particules de nickel, d'un diamètre de 40  $\mu\text{m}$ , puissent atteindre la vitesse critique du matériau (environ 650 m/s) en utilisant l'azote comme gaz propulseur. Le modèle mathématique développé lors de la collaboration avec l'Université d'Ottawa a servi pour concevoir sa géométrie. Pour une pression et une température de gaz porteur définies, les caractéristiques principales de la tuyère (longueur du divergent, diamètre de la sortie) sont modifiées progressivement jusqu'à ce que la vitesse désirée soit atteinte sans que le premier choc diamant ait lieu dans le divergent. Au final, son rapport d'expansion et la longueur de son divergent sont supérieurs à celui des deux autres modèles (très supérieure dans le cas de la longueur du divergent). Elle sera, dans la suite de l'étude, dénommée tuyère CRITT.

Les deux tuyères précédentes ont pour point commun d'avoir été conçues pour être utilisées avec de l'azote comme gaz propulseur. Dans la suite de ce chapitre, l'hélium ne sera donc pas employé.

Le Tableau VI–8 présente un récapitulatif des caractéristiques des tuyères utilisées.

Modèle	Diamètre de la gorge (mm)	Diamètre de la sortie (mm)	Rapport d'expansion	Longueur du convergent (mm)
Standard	2,6	8,4	10,44	66,4
MOC	2,7	6,6	5,98	130
CRITT	2	7,5	14,06	372

Tableau VI–8 : Caractéristiques des tuyères utilisées

## VI.2.2 Vitesses de particules obtenues en utilisant ces tuyères

### VI.2.2.1 Mesures de vitesses

La vitesse des particules de nickel est mesurée, comme au chapitre IV, par un système SprayWatch associant une caméra rapide et un laser pulsé.

#### VI.2.2.1.a Tuyère standard

La tuyère standard a déjà fait l'objet d'une étude complète (chapitre IV). Ses résultats, illustrés sur la Figure VI–9, serviront de référence.

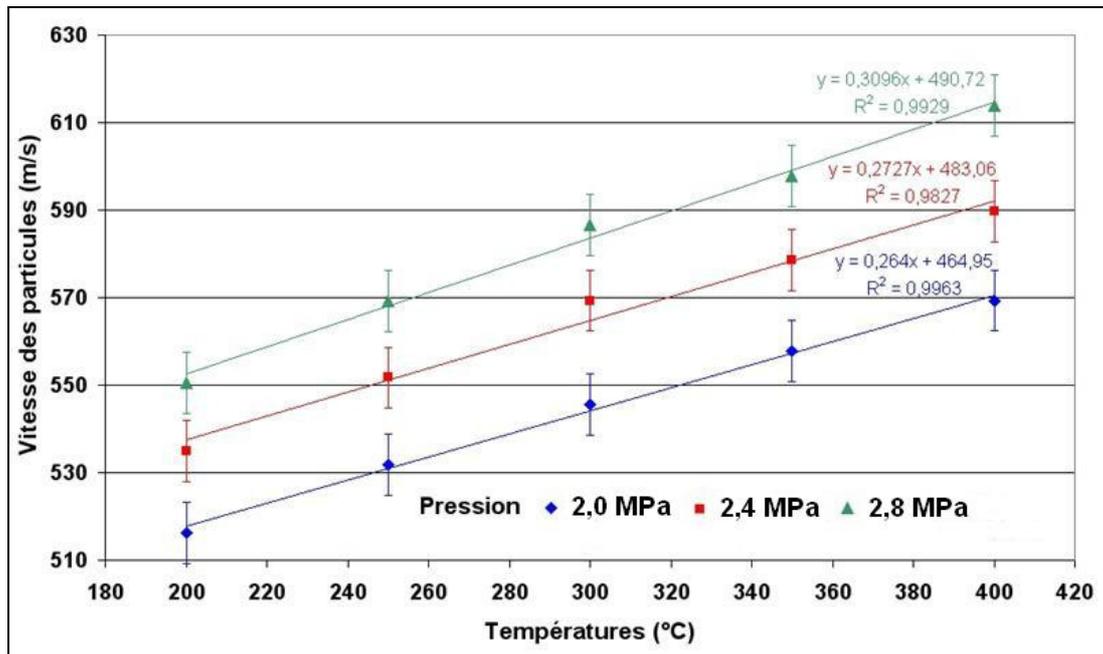


Figure VI-9 : Évolution des vitesses moyennes de particules de nickel (tuyère standard) en fonction de la température et de la pression du gaz propulseur (azote, zone 0-16 mm après la sortie)

### VI.2.2.1.b Tuyère MOC

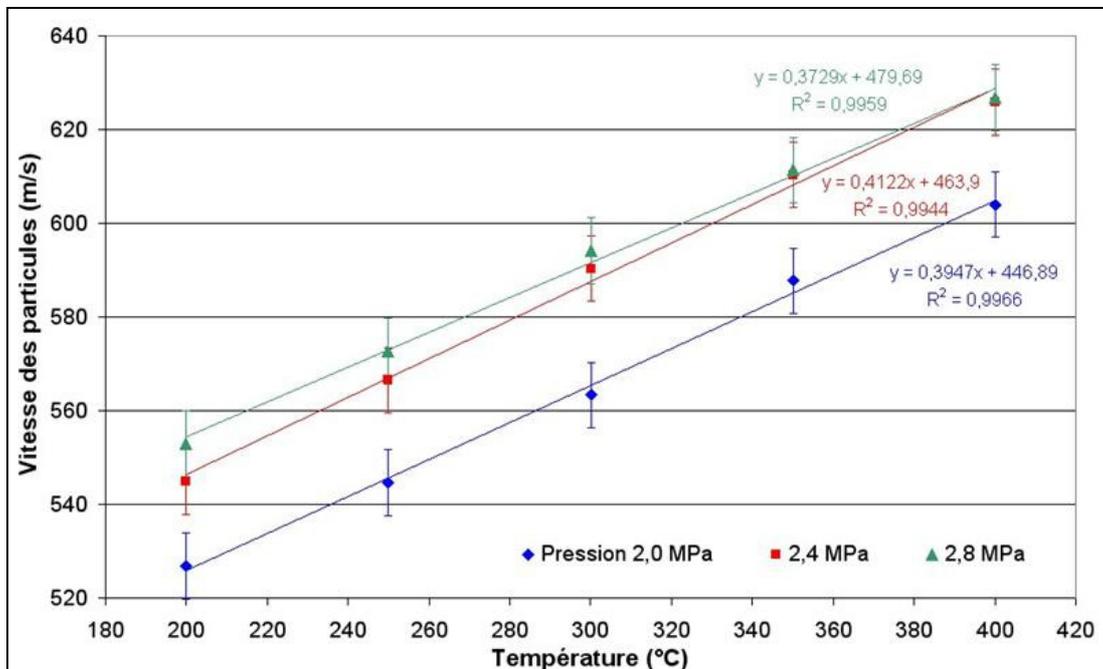


Figure VI-10 : Évolution des vitesses moyennes de particules de nickel (tuyère MOC) en fonction de la température et de la pression du gaz propulseur (azote, zone 0-16 mm après la sortie)

Sur la Figure VI-10, à 2 et 2,4 MPa de pression de gaz propulseur, l'aspect des courbes de vitesses des particules est similaire à celui obtenu avec la tuyère standard. Les valeurs sont tout de même plus élevées et leur accroissement un peu plus rapide. Globalement, le gain de vitesse pour les différentes températures est constant quelque soit la pression utilisée (Tableau VI-9).

Température du gaz propulseur (°C)	u <sub>MOC</sub> -u <sub>standard</sub> (m/s)		
	2 MPa	2,4 MPa	2,8 MPa
200	10,55	9,77	2,31
250	12,79	14,77	3,35
300	17,78	21,00	7,54
350	29,98	31,78	13,68
400	34,63	36,14	12,99

Tableau VI-9 : Différences entre les valeurs de vitesses obtenues avec une tuyère standard et une tuyère MOC

En revanche, la courbe issue des vitesses à 2,8 MPa a un aspect assez différent. Même si il s'agit d'une quasi droite comme les deux autres, celle-ci a une pente moins affirmée et surtout les écarts de valeurs avec la courbe précédente sont faibles. L'addition de ces deux phénomènes fait que les valeurs de vitesse à 400°C, pour une pression de 2,4 ou 2,8 MPa, sont les mêmes (aux erreurs de mesure près).

Cette tuyère ne fonctionne donc pas de manière optimale à 2,8 MPa. Cela peut s'expliquer par la création d'une onde de choc à l'intérieur de la tuyère. Cette onde de choc va s'amplifier à mesure que la densité du gaz va diminuer (augmentation de sa température). L'écoulement gazeux est perturbé à haute pression et haute température. Le résultat est une diminution du gain de vitesse par rapport à la tuyère standard.

### VI.2.2.1.c Tuyère CRITT

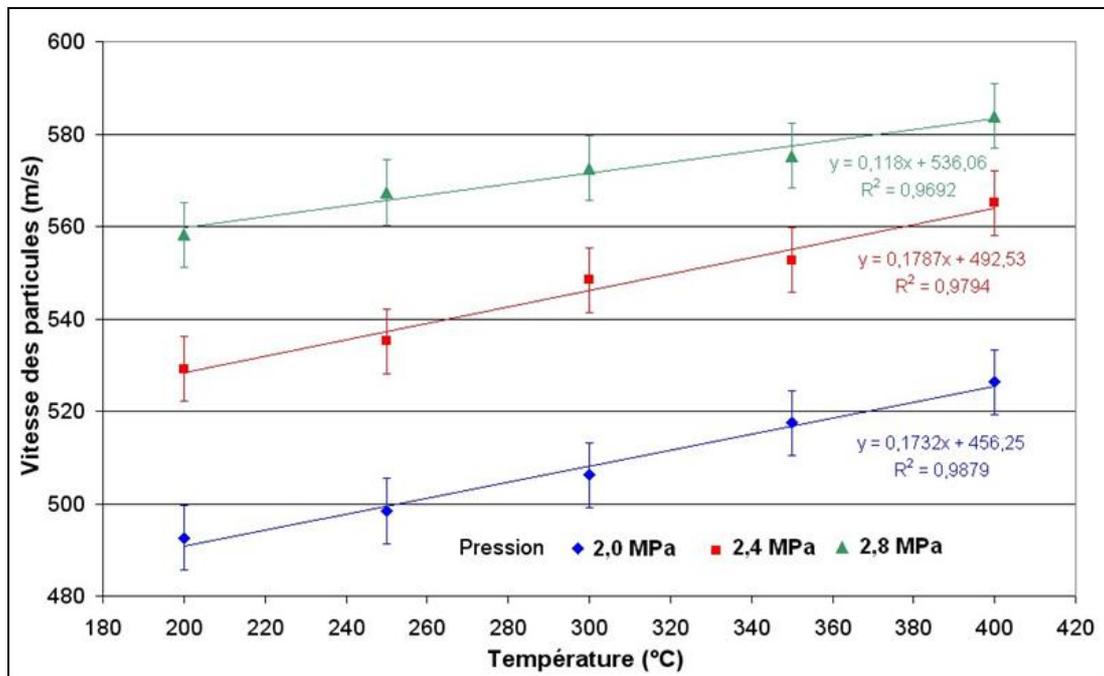


Figure VI-11 : Évolution des vitesses moyennes de particules de nickel (tuyère CRITT) en fonction de la température et de la pression du gaz propulseur (azote, zone 0-16 mm après la sortie)

Au vu de la Figure VI-11, la tuyère CRITT semble être un intermédiaire entre les deux cas précédant. En effet, les deux premières droites décrivant la vitesse des particules sont plutôt parallèles alors que la troisième a un coefficient directeur plus faible. Les écarts de valeurs entre 2,4 et 2,8 MPa sont moins importants que dans le cas de la comparaison entre 2 et 2,4 MPa. Même si les valeurs à 400 °C ne sont, cette fois ci, pas les mêmes, les deux dernières droites ont tendance à se rapprocher.

Comparés aux deux cas précédents, on note également que les coefficients directeurs des droites sont plus faibles. Le gain de vitesse lors de l'augmentation de la température n'est donc pas aussi élevé qu'auparavant.

Température du gaz propulseur (°C)	$u_{\text{CRITT}} - u_{\text{standard}}$ (m/s)		
	2 MPa	2,4 MPa	2,8 MPa
200	-23,73	-5,81	7,67
250	-33,39	-16,49	-1,94
300	-39,39	-20,91	-14,03
350	-40,18	-24,64	-22,42
400	-43,04	-25,85	-29,99

Tableau VI-10 : Différences entre les valeurs de vitesses obtenues avec une tuyère standard et une tuyère CRITT

Par rapport à la tuyère standard, il y a ici (Tableau VI-10) un déficit en terme de vitesse. A toutes les pressions, ce déficit va en s'accroissant à mesure que la température augmente. On peut noter que les résultats obtenus à 2,8 MPa font exception à double titre. Tout d'abord, à basse température (200°C) on trouve la seule valeur supérieure aux vitesses obtenues avec la tuyère standard. Ensuite, à haute température (400°C), pour la première fois l'écart de vitesse à température constante ne diminue pas avec l'augmentation de la pression (2,4 et 2,8 MPa).

Toutes ces valeurs sont très éloignées des vitesses recherchées lors de la conception de cette tuyère. Compte tenu de la régularité et de l'importance de l'écart avec la théorie, il apparaît que la perturbation de l'écoulement ne peut être uniquement lié à un phénomène d'onde de choc interne à la tuyère. Une observation de l'état de surface interne du divergent révèle de nombreuses stries issues de l'usinage par érosion fil. Ces défauts sont des sites privilégiés d'accrochage de particules d'autant plus néfaste avec un divergent d'une telle longueur. Après seulement quelques instants, la paroi du divergent est recouverte d'une fine couche de particules (Figure VI-12) dont la présence perturbe fortement l'écoulement. Cette modification de la géométrie explique la lenteur relative des particules.

Le fait que la vitesse des particules semble se rapprocher à haute pression de celle obtenue avec la tuyère standard est cohérent avec les calculs concernant l'existence d'une onde de choc interne. Ces derniers montrent qu'une onde de choc existe dans cette tuyère à toute les pressions mais que celle-ci se décale vers la sortie de tuyère quand la pression augmente. Pour transférer cette onde de choc à l'extérieur du divergent, la pression d'introduction du gaz propulseur devrait être supérieure à 3,5 MPa.

Le flux est donc moins ralenti à haute pression, mais la perturbation la plus néfaste reste tout de même la modification de la géométrie interne par adhésion des particules projetées.

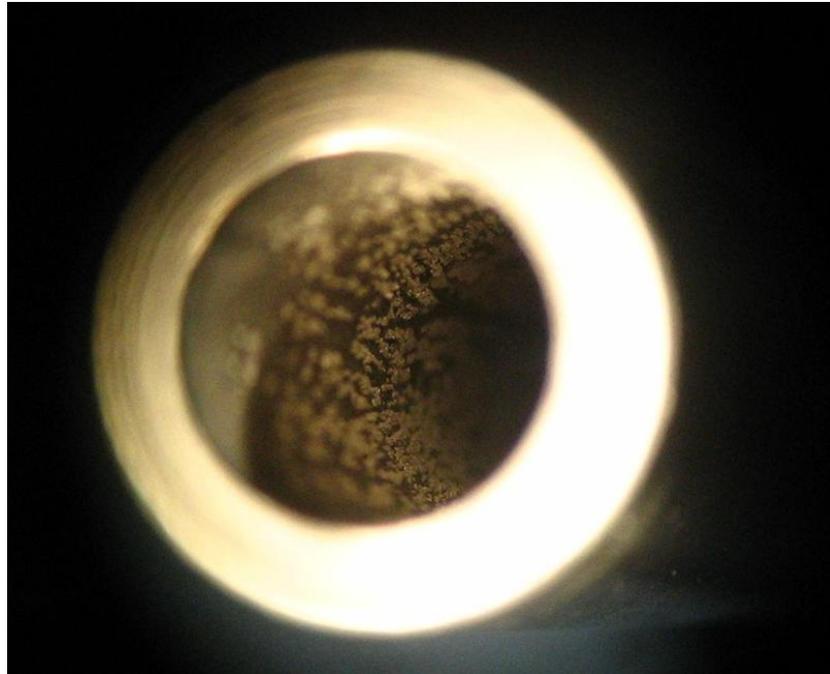


Figure VI-12 : Accrochage des particules de nickel dans le divergent de la tuyère

### VI.2.2.2 Comparaison avec les valeurs théoriques

La théorie isentropique unidimensionnelle (présentée au chapitre III.2.3) permet de modéliser le comportement de particules dans un écoulement supersonique. Les résultats de l'étude complète de la tuyère standard (chapitre IV.4) ont montré que, par rapport à la théorie, les valeurs de vitesses mesurées ne divergeaient que de moins de 1% en moyenne. Cet excellent résultat prouve que l'on peut estimer assez précisément la vitesse des particules en sortie de tuyère. Appliquons maintenant ces équations au cas des nouvelles tuyères pour savoir si, malgré les défauts constatés, leurs performances sont proches de celles attendues. Pour les calculs, des particules de nickel de diamètre 19,4  $\mu\text{m}$  sont considérées.

#### VI.2.2.2.a Tuyère MOC

Le Tableau VI-11 présente les pourcentages d'erreur séparant les valeurs de vitesses calculées avec la tuyère MOC de celles qui ont été mesurées.

Température du gaz propulseur (°C)	% Écart mesure-théorie isentropique (m/s)		
	2 MPa	2,4 MPa	2,8 MPa
200	-2,7	-2,4	-3,3
250	-2,6	-1,9	-3,2
300	-2,2	-0,8	-2,7
350	-0,6	-0,2	-2,6
400	-0,3	-0,1	-2,7

Tableau VI-11 : Pourcentage d'erreur entre les valeurs de vitesses calculées et mesurées (tuyère MOC, poudre nickel, gaz azote)

Les vitesses de particules mesurées sont toutes légèrement plus lentes que celles données par la théorie. Si le pourcentage d'erreur est plus important que dans le cas de la tuyère standard, il reste néanmoins plutôt faible. Il est en moyenne de 1 à 2 % dans le cas de pressions de gaz propulseur de 2 et 2,4 MPa, ce qui prouve que la méthode de modélisation de l'écoulement est fiable. En revanche, il atteint près de 3% à 2,8 MPa (ce qui reste assez correct).

La cohérence des calculs par rapport à la mesure s'améliore toujours avec la température du gaz propulseur. La seule exception vient des températures les plus élevées (350-400°C) du cas où la pression de gaz propulseur est de 2,8 MPa. Ici l'erreur se stabilise puis augmente à nouveau. Cette observation est en adéquation avec la Figure VI-10. L'apparition du choc interne à la tuyère (à une température d'environ 350°C) provoque une perturbation de l'écoulement et donc une diminution de la vitesse des particules qui éloigne sa valeur de la théorie.

#### VI.2.2.2.b Tuyère CRITT

Le Tableau VI-12 présente les pourcentages d'erreur séparant les valeurs de vitesses calculées avec la tuyère CRITT de celles qui ont été mesurées.

Température du gaz propulseur (°C)	% Écart mesure-théorie isentropique (m/s)		
	2 MPa	2,4 MPa	2,8 MPa
200	-24,7	-20,9	-18,1
250	-26,6	-23,0	-19,9
300	-27,9	-23,7	-21,9
350	-28,5	-25,5	-24,0
400	-29,2	-25,9	-25,0

Tableau VI-12 : Pourcentage d'erreur entre les valeurs de vitesses calculées et mesurées (tuyère CRITT, poudre nickel, gaz azote)

Dans les cas de la tuyère CRITT, les vitesses mesurées sont extrêmement éloignées des valeurs théoriques. Contrairement à la tuyère précédente, le différentiel théorie isentropique-mesure augmente systématiquement avec la température. En revanche il diminue avec l'incrémentation de pression. C'est la conséquence du décalage de l'onde de choc vers la sortie de la tuyère.

La relative constance de l'erreur constatée entre la théorie et la réalité corrobore parfaitement la théorie d'un « encrassement » de la tuyère couplé avec une onde de choc interne. L'écoulement semble perturbé en permanence mais plus particulièrement à haute température et basse pression (conditions favorisant la création de l'onde de choc assez tôt dans le divergent). On ne retrouve pas ici d'augmentation très localisée du différentiel théorie isentropique-mesure mais une vitesse globalement beaucoup plus faible quels que soient les paramètres de projections utilisés. Cela montre bien que, comparée à la création d'une onde de choc, l'influence de la modification de la géométrie interne de la tuyère est ici le phénomène ayant l'effet le plus désastreux sur l'écoulement du flux de particules.

## VI.2.3 Influence sur les dépôts

### VI.2.3.1 Rendement de dépôt

Les rendements de dépôt obtenus avec les trois tuyères dans différentes conditions de projection ont été mesurés et sont illustrés sur la Figure VI-13.

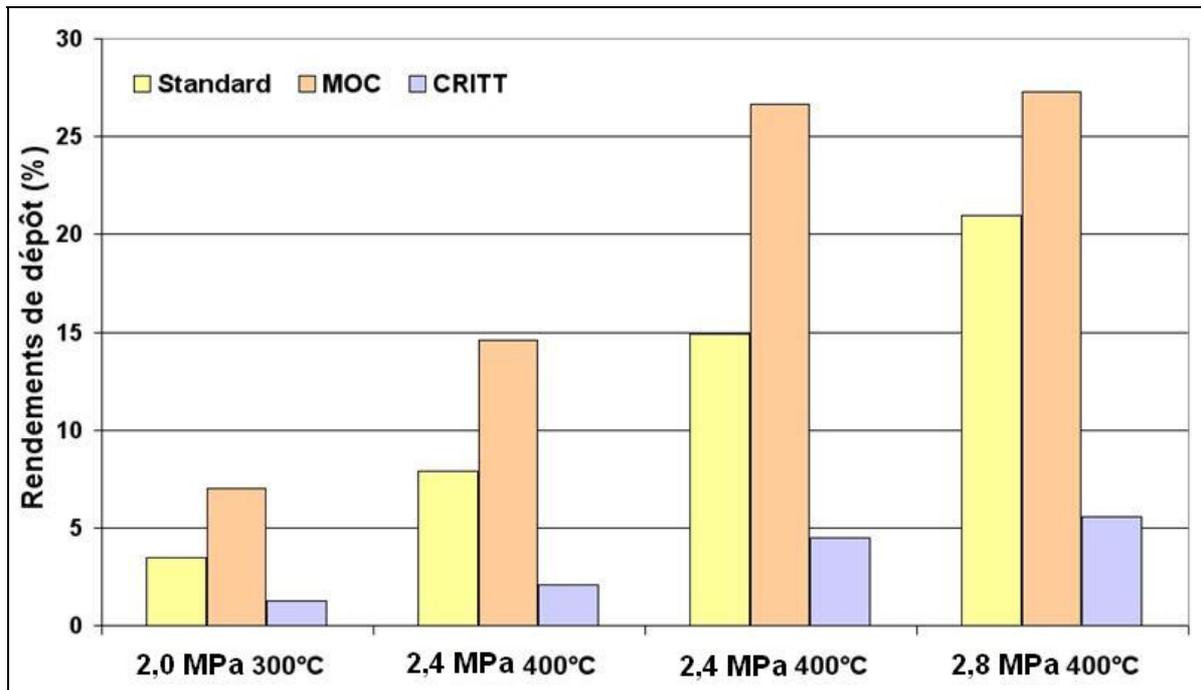


Figure VI-13 : Évolution du rendement de dépôt en fonction des paramètres de projection et de la tuyère utilisée (gaz azote, poudre nickel)

L'évolution du rendement de dépôt du nickel évolue conformément à ce que laissait prévoir la mesure de vitesse des particules. Le rendement de dépôt, comme la vitesse des particules, est toujours plus élevé dans le cas de la tuyère MOC. Le rendement de dépôt obtenu avec la tuyère CRITT est, lui, toujours beaucoup plus faible qu'avec les autres modèles.

L'effet de l'onde de choc, qui a lieu à haute température et pression (2,8 MPa, 400°C) avec la tuyère MOC, est ici clairement visible. Le rendement de dépôt, qui augmentait constamment, stagne à une valeur égale à celle de la condition de projection précédente (2,4 MPa, 400°C). Cette mesure confirme que l'observation faite durant la mesure de vitesse n'était pas une erreur.

Le rendement de dépôt correspondant à la tuyère CRITT augmente lentement mais constamment sans qu'apparaisse de palier comme dans le cas précédent. Cela montre également que l'hypothèse d'une perturbation permanente (par adhésion de particules sur les parois) de l'écoulement est plausible.

La Figure VI-14 présente l'évolution du rendement en fonction, cette fois ci, de la vitesse moyenne des particules. La courbe « rendement théorique » est tracée en faisant

l'hypothèse que, sur le type de substrat utilisé (304L), la vitesse critique du nickel est de l'ordre de 690 m/s.

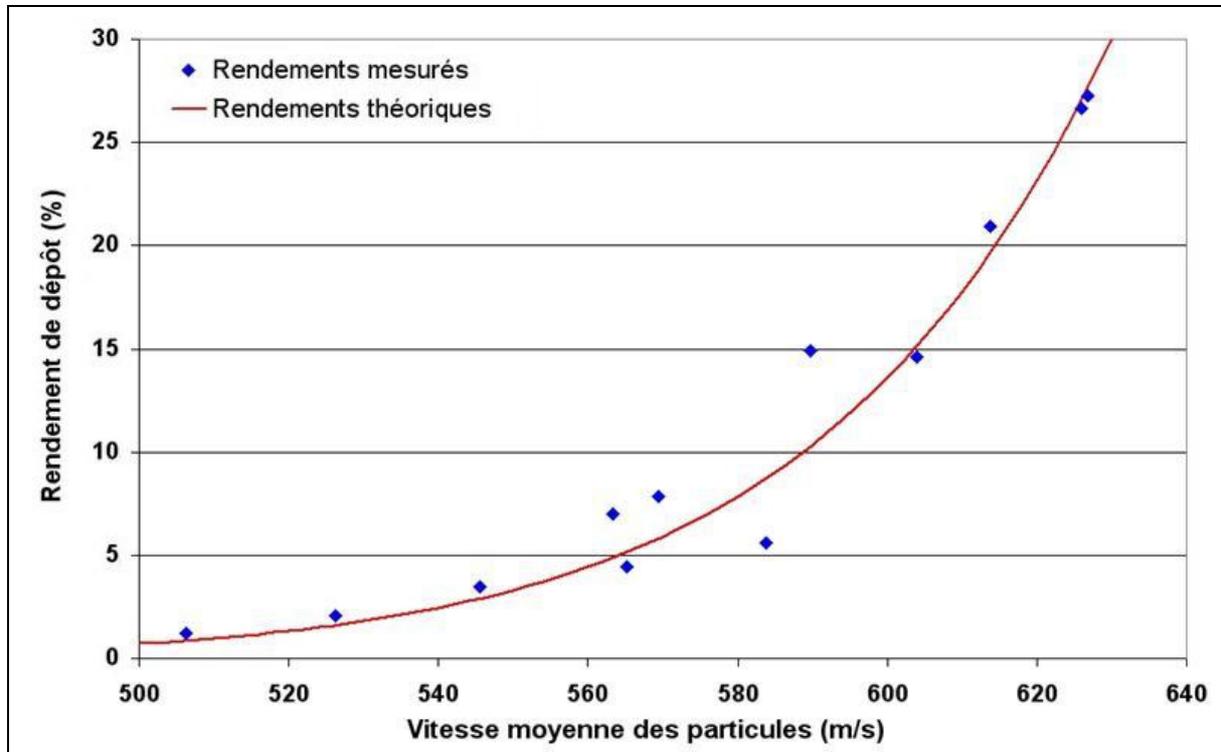


Figure VI-14 : Évolution du rendement de dépôt en fonction de la vitesse moyenne des particules

Les rendements mesurés correspondent globalement aux valeurs théoriques attendues. Les points les plus éloignés de la théorie correspondent aux valeurs issues de l'utilisation de la tuyère CRITT. Du fait des perturbations que subit l'écoulement aux parois, le comportement des particules semble être moins prévisible que dans le cas des autres tuyères.

Finalement, l'utilisation d'une autre géométrie de tuyère permet d'atteindre de plus hautes vitesses pour de mêmes paramètres de projection. Cela a une influence directe sur le rendement de dépôt. En considérant uniquement la vitesse moyenne des particules, on peut constater que le rendement de dépôt ne dépend que de la fraction de particules capables de dépasser la vitesse critique. Les paramètres de projection utilisés (pression, températures) ne semblent pas avoir d'influence sur ce dernier.

### VI.2.3.2 Taux de porosité

Les études précédentes (chapitre V.2.2) ont montré que le taux de porosité des dépôts de nickel ne dépend pas de la vitesse d'impact des particules. Il est en moyenne de deux pour cent environ lorsque l'on utilise la tuyère standard.

Afin de déterminer leur taux de porosité, les revêtements réalisés lors de la mesure du rendement de dépôt sont coupés, enrobés et polis pour pouvoir être observés avec un analyseur d'image. Seuls les taux de porosité des dépôts issus des essais avec la tuyère MOC sont présentés dans le Tableau VI-13. Le faible rendement de dépôt de ceux réalisés avec la tuyère CRITT rend l'épaisseur des revêtements trop faible pour être représentative.

<b>Vitesse moyenne des particules (m/s)</b>	564	604	626	627
<b>Taux de porosité (%)</b>	2,7	1,3	1,9	0,6

Tableau VI-13 : Taux de porosité de dépôt de nickel réalisés avec la tuyère MOC

Les résultats de l'étude semblent confirmer que le taux de porosité ne dépend pas de la vitesse moyenne des particules. Comme dans l'étude précédente, sa valeur évolue autour d'un taux moyen d'environ deux pour cent (1,7%). En effet pour une même vitesse moyenne de particules (627 m/s obtenues à 400°C et 2,4 ou 2,8 MPa de pression de gaz propulseur), le taux de porosité varie du simple au triple.

Le taux de porosité semble donc être d'avantage influencé par la localisation du plan de coupe observé (nécessairement arbitraire) que par la vitesse des particules. Afin de vérifier cette hypothèse, un nouveau plan de coupe (500 µm plus profond) a été observé sur les deux échantillons ayant la même vitesse moyenne de particules. Cette fois, les taux de porosité mesurés sont 1,4% (626m/s) et 1,3% (627 m/s). Cela montre bien que la répartition de la porosité est aléatoire et que la mesure de son taux est influencée par la localisation de la surface observée.

## VI.2.4 Conclusion

L'influence de la géométrie de la tuyère sur la vitesse des particules a été clairement démontrée. Ces variations de vitesse provoquent des modifications importantes au niveau de la fraction de particules capables d'atteindre la vitesse critique. Il s'agit donc d'un facteur primordial dans l'obtention d'un rendement optimal de dépôt.

Pour tout matériau, on peut concevoir une tuyère permettant à un maximum de particules d'atteindre la vitesse critique sans utiliser de trop hautes pressions, hautes températures ou encore gaz onéreux.

L'étude a également montré que la conception d'une tuyère est un travail délicat où deux problèmes majeurs peuvent apparaître. Tout d'abord, pour certaines conditions de projection, un choc interne à la tuyère peut se créer et perturber l'écoulement. C'est le cas de la tuyère MOC pour laquelle un choc apparaît à environ 350°C et 2,8 MPa avec l'azote (mais aussi de la tuyère CRITT). Cette perturbation est clairement visible sur les courbes de vitesses et de rendements de dépôt. Un autre problème peut rendre la tuyère inutilisable : c'est une mauvaise réalisation de l'usinage. Des cotes non respectées ou un état de surface présentant des défauts (cas de la tuyère CRITT) perturbe l'écoulement de façon permanente. Ainsi, la tuyère CRITT utilisée dans l'étude possède des caractéristiques très éloignées de celles prévues lors de sa conception. Du fait de la présence de défauts sur ses parois internes, les particules peuvent adhérer et former un dépôt qui fait chuter la vitesse des particules de 175 m/s en moyenne. L'existence d'un choc interne permanent rend également l'écoulement du flux gazeux dans cette tuyère plus sensible aux basses pressions et aux hautes températures.

La difficulté de conception réside donc dans le passage d'un schéma virtuel à un objet réel pouvant présenter des défauts rédhibitoires. L'utilisation de carbure pour réaliser les tuyères permet d'éviter le phénomène de dépôt interne mais rend l'usinage extrêmement compliqué. Comme constaté dans les parties précédentes de l'étude, le taux de porosité des dépôts de nickel est une valeur plutôt constante qui ne dépend pas de la vitesse moyenne des particules. Le type de tuyère utilisé n'a donc aucune influence sur le taux de porosité.



# Conclusion générale

L'objectif global de ce travail était l'étude de la formation de dépôts réalisés par projection dynamique à froid (P.D.F. ou Cold Spray). Compte tenu de la jeunesse de cette technologie et de sa diffusion très restreinte (l'appareil utilisé était le premier modèle industriel importé en France), cet objectif s'est affiné à mesure que la compréhension du fonctionnement du système de projection s'est améliorée.

Tout d'abord, l'étude a été centrée sur la projection de nickel et de ses alliages. Ceux-ci possèdent des propriétés anticorrosion intéressantes et présentent l'avantage de n'avoir pas été, contrairement au cuivre et à l'aluminium, l'objet de nombreux travaux. La mise en œuvre du matériel de projection a rapidement démontré l'importance prépondérante de la vitesse des particules dans ce procédé. En effet, pour qu'une particule adhère sur le substrat il suffit qu'elle dépasse la vitesse critique du matériau. Il est alors évident que l'optimisation du fonctionnement du système passe par une connaissance de l'influence des paramètres du procédé (température, pression et nature du gaz propulseur) sur la vitesse des particules. L'estimation de la vitesse critique du matériau (vitesse au-delà de laquelle les particules adhèrent au substrat) participe aussi à cette optimisation.

Le premier objectif de ce travail était de pouvoir estimer la vitesse des particules dans l'écoulement et de déterminer une méthode simple permettant de déterminer leur vitesse critique.

L'influence des conditions de projection a été étudiée en mesurant la vitesse des particules grâce à un système de caméra rapide associé à un laser pulsé (SprayWatch). Les résultats montrent que l'augmentation de la pression d'introduction du gaz dans la tuyère, l'augmentation de sa température et l'utilisation d'hélium comme gaz propulseur permettent d'augmenter la vitesse des particules. L'accroissement de vitesse le plus sensible se produit en changeant la nature du gaz propulseur (remplacer l'azote par l'hélium). L'effet d'une augmentation de la pression du gaz propulseur est plus visible avec l'hélium car cela influe sur la densité du gaz et donc sur le transfert de la quantité de mouvement. Avec l'azote, une augmentation de température du gaz permet un accroissement de la vitesse de l'écoulement tout en conservant une densité de gaz suffisante pour transférer efficacement cette quantité

de mouvement. L'étude de la répartition radiale des particules et des vitesses dans le jet montre que, pour la tuyère utilisée, la quasi-totalité des particules circulent dans sa zone centrale (axe  $\pm 3,7$  mm). Les vitesses de particules sont, elles assez constantes et varient peu suivant leur localisation radiale dans le jet. L'écoulement des particules en P.D.F. est donc très directif.

L'utilisation d'équations issues de la théorie isentropique unidimensionnelle ainsi que celles d'un modèle mathématique 2D spécialement développé ont montré que la vitesse des particules pouvait être calculée facilement avec précision. L'erreur entre ces calculs et les mesures de vitesses de particules est en effet restée inférieure à 5%. Cette comparaison entre la théorie et la réalité des mesures a également permis de montrer que le coefficient utilisé dans l'équation d'Alkhimov était mal adapté au cas de l'utilisation d'hélium. Les résultats des mesures ont permis de corriger ce coefficient .

La vitesse critique des particules est habituellement calculée en mesurant leur vitesse lorsque le rendement de dépôt est de 50%. Cette étude a montré que l'observation de l'évolution du taux de rebond sur le substrat permet de détecter le passage de certaines particules au-delà de la vitesse critique. L'accroissement de l'amplitude du flux de particules (mesuré par imagerie) jusqu'à une certaine valeur (0,9) est le critère qui permet de déterminer si certaines particules dépassent la vitesse critique. La mesure de la vitesse des particules les plus rapides à cet instant précis doit permettre de déterminer directement la valeur critique. Malheureusement, les particules les plus rapides sont difficilement détectables avec le système de mesure utilisé ici. La mesure de la taille des particules qui ont adhéré dans ces conditions permet de calculer leur vitesse d'impact (et donc la vitesse critique) en introduisant cette valeur dans l'équation isentropique unidimensionnelle. Les résultats obtenus sont tout à fait cohérents par rapport aux données que l'on trouve dans la littérature, ce qui prouve que la méthode fonctionne correctement.

L'autre méthode utilisée pour déterminer la vitesse critique est basée sur le calcul de la vitesse de la particule la plus volumineuse capable d'adhérer. Cette taille de particule est extraite de la courbe de distribution granulométrique de la poudre utilisée à partir de la valeur du rendement de dépôt. Cette méthode de mesure donne des résultats comparables à la précédente à condition que le rendement soit représentatif ou que plusieurs essais puissent être réalisés.

La suite de l'étude présente les caractéristiques et les quelques propriétés mécaniques des dépôts réalisés. L'observation des impacts de particules sur le substrat a montré que

l'étalement et la pénétration des particules sur le substrat augmentent avec la vitesse d'impact. Des cas d'éjections radiales de matière, en périphérie des impacts, ont été observés.

Il a été montré que la vitesse des particules influence énormément le rendement de dépôt. L'augmentation de cette vitesse permet d'accroître la proportion de particules du lot de poudre capables de dépasser la vitesse critique. L'évolution du rendement présente une physionomie équivalente à celle de la distribution granulométrique de la poudre. On peut d'ailleurs, en connaissant cette distribution et la valeur de la vitesse critique, estimer le rendement de dépôt.

Contrairement à ce dernier, la compacité du dépôt et sa dureté ne semblent pas être influencées par la vitesse des particules pour les poudres utilisées. Le taux de porosité évolue autour d'une valeur moyenne (2%) qui n'a pas de relation avec les conditions de projection. La dureté est une valeur constante qui n'évolue pas lorsque l'on se déplace des premières particules ayant adhéré vers les couches extérieures. Dans le cas du nickel pur cette dureté est équivalente à celle des particules projetées. Les dépôts d'alliages de nickel étudiés ici ont une dureté très supérieure à celle de la poudre initiale. Cet écart en terme de dureté explique que le rendement de dépôt des alliages soit beaucoup plus faible que celui du nickel. En effet une étude de l'influence de la dureté du substrat montre que le rendement diminue toujours lorsque cette dernière devient plus grande que celle de la poudre. La compacité et la porosité du dépôt sont, elles, indépendantes de la dureté du substrat.

Le module d'Young des dépôts réalisés est beaucoup plus élevé que celui des particules. Ce travail montre qu'un module d'Young trop faible pour une poudre pourrait favoriser la probabilité de rebond sur la surface (exemple du NiCrAlY).

Des tentatives de modification du système de projection pour atteindre des rendements de dépôt plus élevés ont été effectuées. Pour cela, il faut modifier la proportion de particules capables de dépasser la vitesse critique. On peut le faire en agissant sur deux paramètres : augmenter la vitesse moyenne des particules ou diminuer la vitesse critique.

La vitesse moyenne des particules dépend des paramètres de projection utilisés. Pour pouvoir dépasser les limitations du matériel il faut changer la géométrie de la tuyère employée. Dans ce travail, deux nouvelles géométries sont comparées à celle utilisée initialement. Les résultats montrent que la vitesse moyenne des particules, et donc le rendement, peut augmenter significativement en accroissant la longueur du divergent. En revanche, ces tuyères « optimisées » sont assez sensibles au phénomène de création de

chocs internes (à haute température et haute ou basse pression) ou à un état de surface interne trop rugueux. Une des tuyères étudiées (dite CRITT) s'est ainsi révélée inutilisable parce qu'un dépôt se formait dans le divergent.

Diminuer la vitesse critique peut être fait en augmentant la température d'injection des particules. Pour cela, un système de chauffage du gaz porteur est introduit entre le distributeur de poudre et l'injecteur. Les résultats montrent une légère diminution de la vitesse critique, bien plus faible que la baisse escomptée. Techniquement le système de chauffage fonctionne parfaitement mais la très faible température du gaz propulseur dans le divergent fait perdre aux particules quasiment tout l'apport calorifique du chauffage.

La qualité des dépôts (faible porosité) semble suffisante pour envisager les applications anticorrosion envisagées au début de l'étude. Ce travail montre que le nickel et ses alliages peuvent être déposés, de façon relativement économique, avec la technique P.D.F. en modélisant une géométrie de tuyère spécifiquement adaptée à leur cas (et en soignant la qualité de sa réalisation).

Cependant les meilleurs résultats, en terme de rendement de dépôt, restent ceux obtenus en utilisant l'hélium comme gaz propulseur. Obtenir des revêtements équivalents en remplaçant l'hélium par l'azote est la perspective la plus intéressante de cette étude. Pour atteindre cet objectif, il apparaît évident que la géométrie de la tuyère doit être améliorée. Celle qui a été présentée (CRITT) dans la sixième partie de l'étude est une première ébauche qui doit être légèrement modifiée pour obtenir les performances recherchées. Mais en P.D.F., la qualité du dépôt dépend de celle de la poudre projetée. Ainsi, réduire le spectre granulométrique des poudres utilisées et centrer celle-ci sur une valeur optimale (10-15  $\mu\text{m}$ ) doit permettre d'optimiser le rendement de dépôt. L'approvisionnement en poudre de qualité doit pouvoir être maîtrisé d'une façon plus efficace car c'est une clef du bon fonctionnement de ce procédé.

Après avoir étudié la projection de nickel, la poursuite naturelle de ce travail serait son extension à d'autres matériaux dont la mise en forme par projection à froid présente un intérêt.

# Bibliographie

- [AHM 02] : Ahmed ; Contact fatigue failure modes of HVOF coatings ; *Wear* ; 253 ; mai 2002 ; p 473-487.
- [ALK 01] : Alkhimov, Kosarev, Klinkov ; The feature of Cold Spray nozzle design. ; *Journal of Thermal Spray Technology*; 10 (2); juin 2001; p 375-381.
- [ALK 94] : Alkhimov, Kosarev, Papyrin & al. ; Gas dynamic method for applying coating ; *Brevet US* ; 12/04/1994 ; 5 302 414.
- [ALK 95] : Alkhimov, Papyrin, Kosarev & Al ; Method and device for coating; *Brevet européen* ; 25/01/1995 ; 0 484 533.
- [ASS 03] : Assadi, Gärtner, Stoltenhoff, Kreye ; Application of analytical methods for understanding and optimization of the cold spray process ; *6th HVOF Colloquium* ; Erding ; 27-28 novembre 2003 ; p 49-59.
- [ASS(1) 03] : Assadi, Gärtner, Stoltenhoff, Kreye ; Bonding mechanism in cold gas spraying ; *Acta Materiala* ; 51(15); septembre 2003; p 4379-4394.
- [BAR 03] : Bartuly, Bemporad, Tului & Al ; A parametric study of an HVOF process for the deposition of a nanostructured WC-Co coating ; *International Thermal Spray Conference; Orlando, USA* ; 5-8 mai 2003 ; p 283-290.
- [BHA 97] : Bhagat, Amateau, Papyrin & Al ; Deposition of Nickel-Aluminum Bronze Powder by Cold Gas-Dynamic Spray Method on 2618 Al for Developing Wear Resistant Coating ; *Thermal Spray: A United Forum for Scientific and Technological Advances ; Indianapolis, USA* ; 15-18 septembre 1997 ; p 361-367.
- [BOLE 01] : Bolesta, Fomin, Sharafutdinov, Tolochko ; Investigation of interface boundary occurring during cold gas-dynamic spraying of metallic particles ; *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research* ; A 470(1-2) ; septembre 2001 ; p 249-252.
- [BOLO 02] : Bolot, Klein, Coddet ; Influence of nozzle design on the structure of a plasma jet under vacuum conditions ; *International Thermal Spray Conference & Exposition, Essen* ; 4-6 mars 2002 ; p 938-943.
- [BOR 03] : Borchers, Gärtner, Stoltenhoff & Al ; Microstructural and macroscopic properties of cold sprayed copper coatings ; *Journal of applied physics* ; 93(12) ; 15 juin 2003 ; p 10064-10070.

- [BOR 04] : Borchers, Gärtner, Stoltenhoff & Al ; Microstructural bonding features of cold sprayed face centered cubic metals; *Journal of applied physics* ; 96(8) ; 15 octobre 2004 ; 4288-4291.
- [DAV 00] : Davis; Nickel, Cobalt, and their Alloys; *ASM Speciality Handbook*; décembre 2000, 1-406
- [DAV 04] : Davis, Handbook of thermal spray technology, ASM International, 2004, 338 p.
- [DEC 00] : Decker, Tran, Shen ; Mechanical properties of cold gas-dynamic spray nickel ; *Sandia report ; Sandia National Laboratories* ; novembre 2000 ; 127 pages.
- [DEC 01] : Decker, Neiser, Gilmore, Tran ; Microstructure and properties of cold spray nickel ; *Thermal Spray 2001: New Surfaces for a New Millennium; Singapour*, 28-30 mai 2001; p 433-439.
- [DOL 03] : Dolatabadi, Pershin, Mostaghimi ; Modeling and design of an attachment to the HVOF gun ; *International Thermal Spray Conference; Orlando, USA* ; 5-8 mai 2003 ; p 779-787.
- [DYK 03] : Dykhuizen, Neiser ; Optimizing of the cold spray process. ; *International Thermal Spray Conference; Orlando, USA*; 5-8 mai 2003; p 19-26.
- [DYK 98] : Dykhuizen, Smith ; Gas dynamic principles of Cold Spray. ; *Journal of Thermal Spray Technology*; 7 (2); juin 1998; p 205-212.
- [FAU 90] : Fauchais ; Plasmas thermiques : Production et applications ; *Techniques de l'ingénieur* ; D4 ; mars 1990 ; D2 820.
- [FIN 00] : Fincke ; Neiser; Advanced Diagnostics and modeling of spray processes ; *Material Research Society Bulletin* ; juillet 2000 ; p 26-31.
- [GAR 03] : Gärtner, Borschers, Assadi & Al ; Numerical and microstructural investigations of the bonding mechanisms in cold spray ; *International Thermal Spray Conference ; Orlando, USA* ; 5-8 mai 2003 ; p 1-8.
- [GIL 99] : Gilmore, Dykhuizen, Neiser & Al ; Particle velocity and deposition efficiency in the cold spray process. ; *Journal of Thermal Spray Technology*; 8 (4); décembre 1999; p 576-582.
- [GRU 03] : Grujicic, Saylor, Beasley & Al ; Computational analysis of the interfacial bonding between feed-powder particles and the substrate in the cold-gas dynamic-spray process ; *Applied Surface Sciences* ; 219 (3-4) ; décembre 2003 ; p 221-227.
- [GRU(1) 03] : Grujicic, Tong, Derosset, Helfritch ; Flow analysis and nozzle-shape optimization for the cold-gas dynamic-spray process ; *Proceedings of the I MECH E Part B Journal of Engineering Manufacture* ; 217 ; novembre 2003 ; p 1603-1613.

- [GRU 04] : Grujicic, Zhao, Tonga & Al ; Analysis of the impact velocity of powder particles in the cold-gas dynamic-spray process ; *Materials Science and Engineering A* ; 368(1-2) ; 15 mars 2004 ; p 222-230.
- [GRU(1) 04] : Grujicic, Zhao, DeRosset, Helfritsch; Adiabatic shear instability based mechanism for particles/substrate bonding in the cold-gas dynamic-spray process; *Materials and Design*; 25; décembre 2004; p 681–688.
- [GUB 03] : Gubarevich, Kitamura, Usaba & Al, Onion-like carbon deposition by plasma spraying of nanodiamonds, *Carbon*, 41(13), septembre 2003, p 2601-2606.
- [HAMA 02] : Hamatani, Crawford, Cappeli ; Optical measurements of plasma velocity and temperature in a low-rate, low-power LPPS system ; *Surface and coating technology* ; 162(1); octobre 2002 ; p 79-92.
- [HAME 97] : Hamed, Hadfield ; Rolling contact performance of detonation gun coated element ; *Tribology International* ; 30(2) ; février 1997 ; p 129-137.
- [HAN 04] : Han, Zhao, Gillispie, Smith ; A fundamental study of the kinetic spray process ; *International Thermal Spray Conference* ; Osaka, Japon ; 10-12 mai 2004.
- [HEI 00] : Heinrich, Meinass, Penszior ; Gases for thermal spray technology ; *5th HVOF Colloquium ; Erding Allemagne* ; 16-17 novembre 2000 ; p 65-77.
- [HEL 96] : Helali, Hashmi ; Production of free standing objects by high velocity oxy-fuel thermal (HVOF) spraying process ; *Journal of materials processing technology* ; 56(1-4) ; janvier 1996 ; p 431-438.
- [HON 98] : Honner, Cerveny, Franta, Cejka ; Heat transfer during HVOF deposition ; *Surface and coating technology* ; 106 ; mars 1998 ; p 94-99.
- [JAN 02] : Jandin, Lia, Feng, Coddet ; Correlation between operating conditions, microstructure, and mechanical properties of twin wire arc sprayed steel coatings ; *Materials science and engineering* ; A00 ; octobre 2002 ; p 1-8.
- [JAY 02] : Jaynes ; Helium recovery for cold spray systems ; *Cold spray : New horizons in surfacing technology ; Albuquerque USA* ; 9-10 septembre 2002.
- [JOD 01] : Jodoin ; Effects of sock waves on impact velocity of cold spray particles. ; *Thermal Spray 2001: New Surfaces for a New Millennium; Singapour*, 28-30 mai 2001; p 399-407.
- [JOD 02] : Jodoin ; Cold Spray nozzle mach number limitation. ; *Journal of Thermal Spray Technology*; 11 (4); décembre 2002; p 496-507.
- [JOD 05] : Jodoin, Raletz, Vardelle ; Cold spray flow modelling and validation; *International Thermal Spray Conference; Bâle Suisse*; 2-4 mai 2005; p 165-169.

- [JOD(1) 05] : Jodoin, Raletz, Vardelle ; Cold spray modelling and validation using an optical diagnostic method; *Surface and Coatings Technology*, accepté le 25 février 2005 ;disponible en ligne sur le site <http://www.sciencedirect.com>; à paraître.
- [KAR 02] : Karthikeyan ; Cold spray processing of metals and alloys ; *Cold spray: New horizons in surfacing technology; Albuquerque USA*; 9-10 septembre 2002.
- [KIM 03] : Kim, Kim, Park ; Evaluation of functionally graded thermal barrier coatings fabricated by detonation gun technique ; *Surface and coating technology* ; 168(2-3); mai 2003 ; p 275-280.
- [KIT 03] : Kitamura, Usaba, Kukadate & Ai ; Formation of boron carbide coating by electromagnetically accelerated plasma spraying ; *Surface and coating technology* ; p 169-170 ; juin 2003 ; p 324-327.
- [KIT(1) 03] : Kitamura, Usaba, Kukadate & Ai ; Structure and mechanical properties of boron carbide coatings formed by electromagnetically accelerated plasma spraying ; *Diamond and Related Materials* ; 12(10-11) ; octobre 2003 ; p 1891-1896.
- [KOS 03] : Kosarev, Klinkov, Alkhimov, Papyrin ; On some aspects of gas dynamic of the Cold Spray process. ; *Journal of Thermal Spray Technology*; 12 (2); juin 2003; p 265-281.
- [KRE 00] : Kreye, Stoltenhoff ; Cold Spraying-A study of Process and Coating Characteristics ; *1st Thermal Spray conference ; Montréal, Canada* ; 8-11 mai 2000 ; p 419-422.
- [LAR 03] : Larjo, Hämäläinen, Kriikka ; In-flight particle imaging in thermal spraying with diode laser illumination ; *International Thermal Spray Conference ; Orlando, USA* ; 5-8 mai 2003 ; p 1113-1116.
- [LI 02] : Li, Wang, Xian ; Bonding mechanisms of HVOF sprayed coatings ; *International Thermal Spray Conference & Exposition, Essen* ; 4-6 mars 2002 ; p 965-971.
- [LI 03] : Chang-Jui Li, Wen-Ya Li ; Deposition characteristics of titanium coating in cold spray ; *Surface and Coatings Technology* ; 167(2-3) ; 22 avril 2003 ; p 278-283.
- [LI(1) 03] : Li, Christofides ; Modeling and analysis of HVOF thermal spray process accounting for powder size distribution. ; *Chemical engineering science*; 58(3-6); février 2003 ; p 849-857.
- [LI(2) 03] : Li, Li, Wang, Fukanuma ; Effect of spray angle on deposition characteristics in cold spraying ; *International Thermal Spray Conference ; Orlando, USA* ; 5-8 mai 2003 ; p 91-96.

- [LIU 03] : Liu, Fisher, Dent ; Comparison of HVOF and plasma sprayed alumina/titania coatings - Microstructure, mechanical properties and abrasion behavior; *Surface and coating technology*; 167(1); avril 2003; p 68-76.
- [MCU(1) 00] : McCune, Donlon, Papoola, Cartwright ; Characterization of copper layers produced by cold gas-dynamic spraying ; *Journal of Thermal Spray Technology* ; 9 (1) ; 01 mars 2000 ; p 73-82.
- [MCU(2) 00] : McCune, Cooper, Papoola ; Post-Processing of cold spray deposits of copper and iron. ; *1st Thermal Spray conference ; Montréal, Canada* ; 8-11 mai 2000 ; p 905-908.
- [MCU 95] : McCune, Papyrin, Hall & Al, An Exploration of the Cold Gas Dynamic Spray Method for several Materials Systems, *Proceedings of the 8th National Spray Conference, Houston, USA, 11-15 septembre 1995*, p 1-5.
- [MCU 96] : McCune, Papyrin, Rybicki & Al ; Characterization of copper and steel Coatings made by Cold Gas-Dynamic Spray Method ; *Thermal Spray: Practical Solutions for Engineering Problems ; Cincinnati, USA* ; 7-11 octobre 1996 ; p 397-403.
- [NEI 02] : Neiser ; Experimental overview of cold spray research at Sandia national Laboratories. ; *Cold spray: New horizons in surfacing technology; Albuquerque USA*; 9-10 septembre 2002.
- [OUZ 01] : Ouziaux, Perrier ; *Mécaniques des fluides appliquée* ; Dunod ; 2001 ; 448 p.
- [PAPY 01] : Papyrin, Kosarev, Klinkov, Alkhimov ; Experimental study of interaction of supersonic gas jet with a substrate under cold spray process. ; *Thermal Spray 2001: New Surfaces for a New Millennium; Singapour*; 28-30 mai 2001; p 423-431.
- [PAPY(1) 02] : Papyrin, Kosarev, Klinkov, Alkhimov ; On the interaction of high speed particles with a substrate under the cold spray ; *International Thermal Spray Conference & Exposition ; Essen Allemagne* ; 4-6 mars 2002 ; p 380-384.
- [PAPY(2) 02] : Papyrin ; Origins and new developments of the cold spray process ; *Cold spray: New horizons in surfacing technology; Albuquerque USA*; 9-10 septembre 2002.
- [PAPY 03] : Papyrin, Klinkov, Kosarev ; Modeling of particle substrate adhesive interaction under the cold spray process ; *International Thermal Spray Conference ; Orlando, USA* ; 5-8 mai 2003 ; p 27-36.
- [PAPY 05] : Papyrin, Klinkov, Kosarev; Effect of the substrate surface activation on the process of cold spray coating formation; *International Thermal Spray Conference & Exposition; Bâle, Suisse*; 2-4 mai 2005; p 145-150.
- [PAR 03] : Park, Krömmmer, Heinrich ; Modern gas supply systems for thermal spraying ; *International Thermal Spray Conference; Orlando, USA* ; 5-8 mai 2003 ; p 1157-1164.

- [PRO 99] : Proner ; Revêtement par projection thermique ; *Techniques de l'ingénieur* ; MD3 ; septembre 1999 ; M1 645.
- [RAN 02] : Randall; Overview of Mechanical Testing Standards; CSM instruments Applications bulletin; n°18; septembre 2002, <http://www.csm-instruments.com/frames/bullet/app18/appbull18.pdf>.
- [REF 03] : Refke, Barbezat, Dorier & Al ; Characterization of LPPS processes under various spray conditions for potential applications ; *International Thermal Spray Conference Orlando, USA* ; 5-8 mai 2003 ; p 581-588.
- [RIC 02] : Richter, Krömmer, Heinrich ; Equipment engineering and process control for cold spraying; *International Thermal Spray Conference & Exposition ; Essen Allemagne* ; 4-6 mars 2002 ; p 375-379.
- [SAA 95] : Saada ; L'état métallique: Déformation plastique ; *Techniques de l'ingénieur* ; MB1 ; octobre 1995 ; M45-1.
- [SAK 00] : Sakaki, Shimizu ; Effect of increase in entrance convergent section length of gun nozzle on HVOF. ; *1st Thermal Spray conference; Montréal, Canada*; 8-11 mai 2000; p 551-559.
- [SAK 01] : Sakaki, Shimizu ; Improvement in wire arc spray by super sonic cold gas jet. ; *Thermal Spray 2001: New Surfaces for a New Millennium; Singapour*; 28-30 mai 2001; p 441-445.
- [SAK 02] : Sakaki, Huruhashi, Tamaki, Shimizu ; Effect of nozzle geometry on cold spray process. ; *International Thermal Spray Conference & Exposition; Essen Allemagne*; 4-6 mars 2002; p 385-389.
- [SAR 00] : Saravanan, Selvarajan, Rao & Al ; Influence of process variables on the quality of detonation gun sprayed alumina coatings ; *Surface and coating technology* ; 123(1) ; 10 janvier 2000 ; p 44-54.
- [SCHM 03] : Schmidt, Gärtner, Kreye ; High strain rate deformation phenomena in explosive powder compaction and cold gas spraying ; *International Thermal Spray Conference ; Orlando, USA* ; 5-8 mai 2003 ; 9-18.
- [SCHM 05] : Schmidt, Gärtner, Stoltenhoff & Al.; High velocity impact phenomena and coating quality in cold spraying; *International Thermal Spray Conference & Exposition; Bâle, Suisse*; 2-4 mai 2005; p 232-238.
- [SHU 01] : Shukla, Elliott, Kear, McCandlish ; Hyperkinetic deposition of nanopowders by supersonic rectangular jet impingement. ; *Scripta materialia*; 44(8-9) ; 18 mai 2001; p 2179-2182.

- [SMI 02] : Smith ; Introduction to cold spray and opportunities it offers. ; *Cold spray: New horizons in surfacing technology; Albuquerque USA*; 9-10 septembre 2002.
- [SMI 99] : Smith, Brodmann, Dykhuizen & al ; Cold spray direct fabrication - high rate, solid state, material consolidation ; *Material Research Society Symposium Proc.* ; 542 ; 1999 ; p 65-76.
- [SOB 02] : Sobolev, Fagoaga ; Warm spray : A new promising technology of the coating deposition ; *International Thermal Spray Conference & Exposition, Essen* ; 4-6 mars 2002 ; p 529-533.
- [SOB 95] : Sobolev, Guilemany ; Formation of chemical inhomogeneity in the coating structure during high velocity oxy-fuel (HVOF) spraying ; *Materials Letter* ; 25(5-6) ; décembre 1995 ; p 285-289.
- [SOB 99] : Sobolev, Guilemany, Calero ; Heat transfer during the formation of an HVOF sprayed WC-Co coating on a copper substrate ; *Journal of materials processing technology* ; 96(1-3) ; novembre 1999 ; p 1-8.
- [STOK 01] : Stokes, Looney ; HVOF system definition to maximize the thickness of formed component ; *Surface and coating technology* ; 148 ; avril 2001 ; p 18-24.
- [STOL 00] : Stoltenhoff, Krömmer, Richter ; Cold Spraying - from thermal spraying to high kinetic energy spraying. ; *5th HVOF Colloquium; Erding*; 16-17 novembre 2000; p 29-38.
- [STOL 01]: Stoltenhoff, Kreye, Richter, Assadi; Optimization of the cold spray process. ; *Thermal Spray 2001: New Surfaces for a New Millennium; Singapour*; 28-30 mai 2001; p 409-416.
- [STOL 02] : Stoltenhoff, Voyer, Kreye ; Cold Spraying - State of the art and applicability. ; *International Thermal Spray Conference & Exposition; Essen Allemagne*; 4-6 mars 2002; p 366-374.
- [TAY 05]: Taylor, Jodoin, Karov, Richer; Particle loading effect in cold spray; *International Thermal Spray Conference & Exposition; Bâle, Suisse*; 2-4 mai 2005; p 186-190.
- [TRO 02] : Trompetter, Markwitz, Hyland ; Role of oxides in high velocity thermal spray coating ; *Nuclear instruments and methods in physics research* ; B 190(1-4) ; mai 2002 ; p 518-523.
- [VAR 87] : Vardelle A. ; Étude numérique des transferts de chaleur, de quantité de mouvement et de masse entre un plasma d'arc à la pression atmosphérique et des particules solides ; *Thèse d'état*, Université de Limoges ; n° 29-87 ; juillet 1987.

- [VAT 01] : Vattulainen, Hämäläinen, Hernberg & Al; Novel method for in-flight particle temperature and velocity measurements in plasma spraying using a single CCD camera; *Journal of Thermal Spray Technology*; 10(1); mars 2001, p 94-110.
- [VLC 01] : Vlcek, Fischer, Hallen & Al. ; Kinetic powder compaction applying the cold spray process. A study on parameters ; *Thermal Spray 2001: New Surfaces for a New Millennium* ; Singapour ; 28-30 mai 2001 ; p 417-422.
- [VLC 03] : Vlcek, Gimenaou, Lugscheider & Al. ; A systematic approach to material eligibility for the cold spray process ; *International Thermal Spray Conference* ; Orlando, USA ; 5-8 mai 2003 ; p 37-44.
- [VOY 03] : Voyer, Stoltenhoff, Kreye ; Development of cold gas sprayed coatings ; *International Thermal Spray Conference* ; Orlando, USA ; 5-8 mai 2003 ; p 71-78.
- [VOY(1) 03] : Voyer, Stoltenhoff, Schmidt, Kreye ; Method and potential of the cold spray process ; *6th HVOF Colloquium* ; Erding ; 27-28 novembre 2003 ; p 39-47.
- [VST 01] : Van Steenkiste ; Kinetic spray : a new coating process ; *Key Engineering Materials* ; 197 ; 2001 ; p 59-86.
- [VST 02] : Van Steenkiste, Smith, Teets ; Aluminium coatings via kinetic spray with relatively large powder particles. ; *Surface and Coatings Technology*; 154(2-3); 15 mai 2002; p 237-252.
- [VST 03] : Van Steenkiste, Smith ; Evaluation of coatings produced via kinetic and cold spray processes ; *International Thermal Spray Conference* ; Orlando, USA ; 5-8 mai 2003 ; p 53-62.
- [VST 99] : Van Steenkiste, Smith, Teets & al. ; Kinetic spray coating. *Surface and Coatings Technology*; 111(1); 10 janvier 1999; p 62-70.
- [WAN 03] : Wang, Zha, Su ; High velocity oxygen/air fuel spray ; *International Thermal Spray Conference*; Orlando, USA ; 5-8 mai 2003 ; p 789-791.
- [WAT 02] : Watanabe, Stao, Nezu ; Electrode phenomena investigation in wire arc spraying for preparation of Ti-Al intermetallic compounds ; *Thin solid film* ; 407(1-2) ; mars 2002 ; p 98-103.
- [WAT 98] : Watanabe, Wang, Pfender, Heberlein ; Correlation between electrode phenomena and coating properties in wire arc spraying ; *Thin solid film* ; 316(1-2) ; mars 1998 ; p 169-173.
- [ZHA 03] : Zhang, Shipway, McCartney ; Particle-substrate interactions in cold gas-dynamic spraying ; *International Thermal Spray Conference* ; Orlando, USA ; 5-8 mai 2003 ; p 45-52.

[ZHU 03]: Zhu, Liao, Coddet, Xu ; Characterization via image analysis of cross-over trajectories and inhomogeneity in twin wire arc spraying ; *Surface and coating technology* ; 162(2-3) ; janvier 2003 ; p 301-308.

[ZOW(1) 03]: Zowarka ; Electromagnetic powder deposition ; <http://www.utexas.edu/research/cem/publications/PDF/PN241.pdf> ; 25 juin 2003.

[ZOW(2) 03]: Zowarka, Uglum, Bacon & Al ; Electromagnetic powder deposition experiments ; <http://www.utexas.edu/research/cem/publications/PDF/PR249.pdf> ; 25 juin 2003.



## Annexes : Nomenclature

Nomenclature (sauf mention explicite dans le texte)			
$\sigma$	Contrainte mécanique, Pa	G	Module de cisaillement, Pa
$\varepsilon$	Taux de déformation	h	Coefficient de transfert de chaleur, W/m <sup>2</sup> /K
$\rho$	Masse volumique, kg/m <sup>3</sup>	H	Dureté dynamique
$\eta$	Viscosité cinématique, m <sup>2</sup> .s	k	Constante de Boltzmann
$\nu$	Volume spécifique des gaz, m <sup>3</sup> /kg	K	Module de compression
$\kappa$	Conductivité thermique, W/m/K	m	Masse, kg
$\mu$	Viscosité dynamique, Pa.s	$\dot{m}$	Flux massique, kg/s
$\gamma$	Rapport de chaleur spécifique des gaz	M	Nombre de Mach
a	Vitesse du son, m/s	Nu	Nombre de Nusselt
$a_m$	Paramètre de maille, A	p	Pression des gaz, Pa
A	Aire de la section de tuyère, m <sup>2</sup>	$p_a$	Pression atmosphérique, Pa
$C_D$	Coefficient de traînée	$p_e$	Pression extérieure à la tuyère, Pa
$C_f$	Coefficient de friction	$p_s$	Pression limite de choc interne, Pa
$c_p$	Capacité calorifique massique (à pression constante), J/K/kg	Pr	Nombre de Prandtl
$c_v$	Capacité calorifique massique (à volume constant), J/K/kg	Re	Nombre de Reynolds
d	Diamètre interne de tuyère, m	r	Rayon, m
$d_p$	Diamètre initial de particule, m	R	Constante spécifique des gaz
D	Diamètre de particule écrasée, m	t	Temps, s
$D_p$	Force d'entraînement exercée par le gaz sur la particule, N	T	Température, K
E	Module d'Young, Pa	$T_m$	Température de fusion, K
$E_A$	Énergie d'activation, J	u	Vitesse, m/s
$E_{adh}$	Énergie d'adhésion, J	U	Périmètre de la section de tuyère, m
$E_c$	Énergie cinétique, J	V	Volume, m <sup>3</sup>
g	Gravité, N/kg	x	Distance parcourue dans la tuyère, m
Indices			
e	Sortie de la tuyère	p	Particule
g	Gaz	s	Substrat
i	Entrée de la tuyère	t	Col sonique de la tuyère

## Résumé :

---

Ce travail de recherche présente une étude de la formation de dépôts de nickel réalisés par projection dynamique à froid (P.D.F. ou Cold Spray). Il s'agit d'un procédé où les particules métalliques à projeter sont introduites dans un écoulement gazeux supersonique. Au-delà d'une vitesse spécifique à chaque matériau, appelée vitesse critique, les particules peuvent adhérer sur le substrat. Les résultats de cette étude montrent que le rendement pondéral de dépôt est uniquement conditionné par la proportion de particules capables de dépasser la vitesse critique. L'augmentation de la vitesse moyenne des particules (par accroissement de la température du gaz propulseur, de sa température ou l'utilisation d'hélium en remplacement de l'azote) accroît donc le rendement. Les vitesses de particules ont été calculées par deux méthodes (application de la théorie isentropique unidimensionnelle et modélisation 2D). Le comparatif avec les vitesses mesurées montre que la précision de ces modèles est très satisfaisante. Deux techniques de détermination de la vitesse critiques, dont les résultats sont cohérents par rapport aux valeurs trouvées dans la littérature, ont été développées. Contrairement au rendement de dépôt, la compacité et la dureté des revêtements ne sont pas liées à la vitesse des particules. La modification du système de projection, par adjonction d'un système de chauffage des particules, permet d'améliorer légèrement le rendement de dépôt. L'utilisation d'une tuyère possédant une géométrie appropriée peut également améliorer significativement ce dernier.

### **Mots clés :**

Projection dynamique à froid, Cold Spray, Projection de nickel, Vitesse critique, Propriétés mécaniques, Tuyère de De Laval.

## Abstract:

---

*Contribution to the development of a Cold Gas Dynamic Spray System (C.G.D.S.) for the realization of nickel coatings*

This Ph.D. work deals with the study of the formation of cold sprayed nickel coatings. In this process, powder grains are introduced in a supersonic gas stream. For each material, beyond a specific velocity called the critical velocity, particles start to bind onto the substrate. The results of this study show that, for a powder batch, the deposition efficiency is only linked to the rate of particles that can exceed the critical velocity. An increase of the particles mean velocity (obtained by an increase of the propellant gas temperature, pressure or by the use of helium) raises the deposition efficiency. The particle velocity has been calculated with two methods (the one-dimensional isentropic theory and a 2D model). Comparison of the results with measured velocity shows that the mathematical models are consistent and accurate. Two techniques for the critical velocity determination have been developed. Values obtain with them appear to be consistent with those found in the literature. Contrary to deposition efficiency, the porosity level and hardness of the coatings are not linked to the impact velocity. The addition of a particle heater to the spraying system allows to increase slightly the deposition efficiency. Using a well adapted nozzle design can also improve it significantly.

### **Keywords:**

Cold gas-dynamic-spray method, Cold spray, Nickel spraying, Critical velocity, Mechanical properties, De Laval nozzle.