



Jean-Paul CHOBOUT
Directeur Critt METALL 2T



Guillaume EZO'O
Expert cold Spray
Critt METALL 2T

Etude et mise au point par Cold Spray de revêtements de substitution (poteyages) pour la protection des outillages de fonderie d'alliages légers

Introduction

Dans le cadre de trois projets de recherche collaborative engagés sur la période 2010/2015 et cofinancés par les investissements d'avenir (Europe, Etat, collectivités) avec labellisation par les pôles de compétitivité, deux innovations technologiques ont été mises en œuvre pour la profession de la fonderie aluminium sous pression, à savoir (1) :

- la coulée de pièces en aluminium dans un nouveau type de moule métallique obtenu par strato-conception® à performance thermique améliorée,
- la coulée de pièces en aluminium en moule conventionnel mais disposant d'un nouveau poteyage permanent (couche de protection) obtenu par revêtement *cold spray*.

Compte tenu des compétences technologiques complémentaires des deux centres lorrains CIRTES (strato-conception,

prototypage) et le Critt Metall2T (CM2T) pour la métallurgie et les traitements, deux consortiums recherche/industrie ont permis de réaliser des outillages tests pour l'industrie automobile, en priorité, de façon à définir une nouvelle offre dans le domaine de l'outillage de fonderie aluminium (sous pression et gravité).

De ce fait, il est possible d'envisager la fabrication de pièces techniques, allégées (grâce à l'optimisation de la thermique) avec des états de surface maîtrisés et une productivité accrue. Les deux consortiums ont permis d'identifier en plus de trois fonderies pilotes, un forgeron fournisseur d'aciers, deux outilleurs, et l'appui de la recherche avec le laboratoire ERMEP, le CIRTES, le CTIF et CM2T.

Les aspects simulation, calcul de remplissage, solidification ont été traités par le laboratoire ERMEP et le CTIF (1).

Le CIRTES a apporté ses moyens en prototypage rapide-strato-conception et CM2T a mis en œuvre les trois compétences suivantes :

- assemblage des éléments métalliques par brasage (2), caractérisation métallurgique des outillages,
- traitement thermique des moules et de la surface des empreintes (poteyage) par procédé *cold spray*,
- suivi d'essais en fonderie, caractérisation des surfaces et contrôle de la qualité métallurgique des pièces en alliage d'aluminium obtenues (structures, D.A.S, porosité, etc.).

Outillages de fonderie en moules métalliques

Pour rappel, la coulée d'alliages légers et notamment d'aluminium en moule métallique entraîne les trois principaux modes de dégradation suivants :

- la fatigue thermique (*thermal stress*),
- l'érosion (*wash-out*),
- l'étamage (*Soldering*).

Ces trois modes de dégradation sont généralement couplés, ce qui provoque

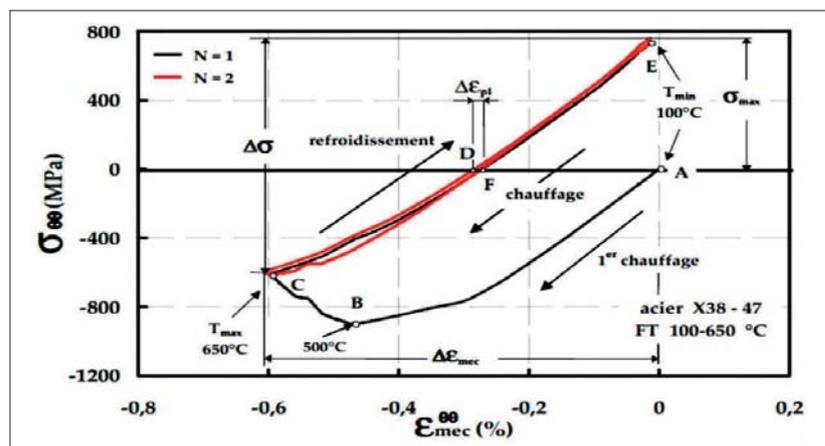


Fig. 1 : Illustration du phénomène de fatigue thermique

une accélération de l'endommagement des outillages par rapport aux cycles de production estimés.

La fatigue thermique

Elle est liée à la succession de phases de chauffage (mise en contact de l'outillage avec le métal liquide) et de refroidissement (aspersion d'eau, canaux internes) conduisant à des sollicitations thermomécaniques alternées (figure 1, page précédente).

Le plus souvent, la fatigue thermique se traduit par une oxydation de la surface moulante et apparition de réseaux de fissures à plus ou moins long terme (figure 2), pouvant conduire à la perte de morceaux de moules.

Actuellement, il existe trois solutions permettant de retarder le phénomène de fatigue thermique, à savoir :

- traitements thermochimiques (nitrations) sur des nuances d'aciers à outils pour travail à chaud,
- utilisation de nuances d'aciers à haute résistance à l'adoucissement cyclique (du type X38CrMoV5, 20CoCrWMo 10-10-6-2, 55NiCrMoV7),

- optimisation de la thermique du moule (canaux et nappes de refroidissement).

Bien entendu, ces trois solutions peuvent être associées en fonction des conditions de fabrication (*process* de coulée) de la typologie des pièces, donc des moules et des coûts acceptables pour le client.

L'érosion

Le processus d'érosion est lié à l'abrasion des surfaces moulantes lors du passage de l'aluminium liquide et notamment les zones situées près des points d'introduction de l'aluminium dans le moule. Ce phénomène est accentué dans les zones « chaudes » c'est-à-dire là où les concentrations de chaleur peuvent être importantes. Les solutions utilisées actuellement pour retarder le phénomène sont :

- traitements thermochimiques (nitrations),
- couches minces (type PVD),
- inserts ou broches en matériaux massifs (type bases Mo, Ti ou W).

L'étamage

Ce processus de dégradation s'explique par une grande affinité chimique de l'aluminium liquide vis-à-vis du fer (présent dans l'acier d'outillage). Cela se traduit par une dissolution du fer et la création d'un dépôt très adhérent à la surface des outillages (figure 3, page suivante).

Du point de vue industriel, l'étamage est probablement le processus physico-chimique le plus pénalisant pour la fabrication de pièces aluminium en moule métallique car il induit :

1. une difficulté/impossibilité de démoulage, modification d'aspect,
2. des nettoyages fréquents,
3. des pertes de productivité,
4. l'utilisation de produits chimiques pour nettoyer les empreintes (solutions de soude par exemple).

Certes, des solutions existent et sont appliquées couramment, notamment la mise en œuvre d'un poteyage au trempé, par pulvérisation (FSP), à la brosse ou en four plasma couches minces PVD (CrN, TiAlN, TiAlCrN) avec cependant deux inconvénients majeurs :

- les solutions de poteyage actuelles ne permettent pas toujours d'obtenir des durées de vie satisfaisantes,

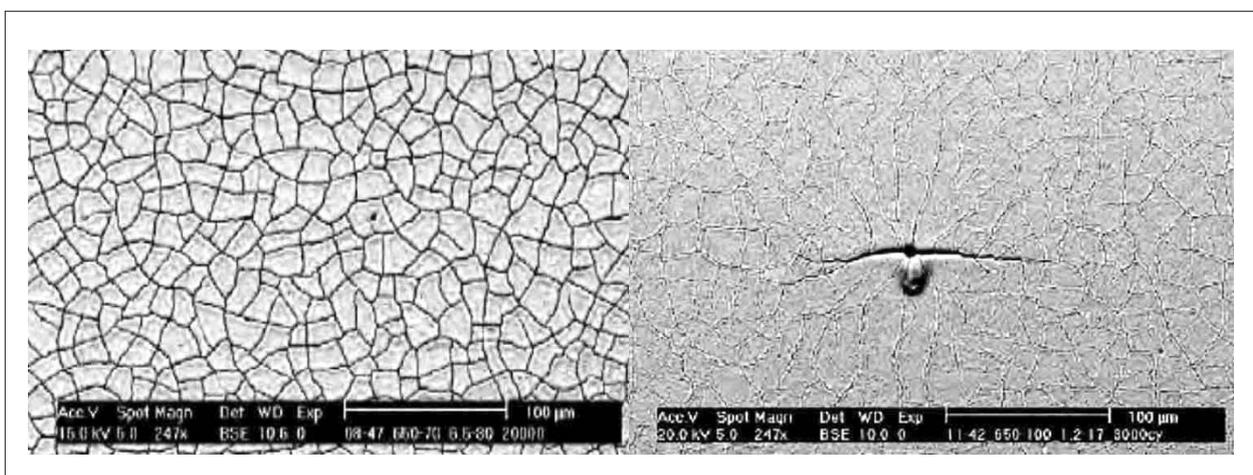


Fig. 2 : Réseau de microfissures (gauche) et formation de macrofissures (droite).

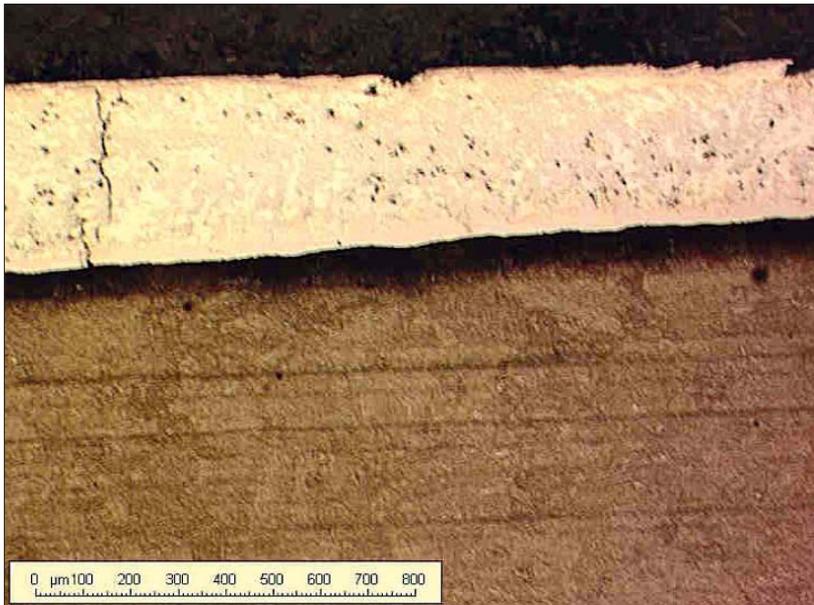


Fig. 3 : Couche d'alliage d'aluminium sur la surface de l'acier

• un renouvellement rapide de la couche de protection est nécessaire (couches peu adhérentes ou coûteuses -PVD-).

Nos travaux ont donc consisté à développer des couches de poteyage stables sous cyclage thermomécanique, par projection dynamique à froid, haute vitesse Cold Spray.

Méthodologie d'essais et de mise au point du poteyage

Le programme de recherche collaborative qui a été mis en œuvre a permis de cibler les quatre axes prioritaires suivants (figure 4) :

- identification des nuances d'aciers d'outillages,
- mise en œuvre des revêtements per-

manents *Cold Spray*,

- mise en œuvre du poteyage éphémère appelé *top coat*,
- test sur banc avec éprouvette normalisée puis contrôle.

Matériaux retenus pour le revêtement « poteyage permanent »

- Titane et alliages de Titane,
- composites et alliages base molybdène, couche d'alliage d'aluminium sur la surface de l'acier,
- tungstène et carbure de tungstène nanométrique,
- mélanges mis en œuvre par projection *cold spray*.

Le revêtement *Cold Spray*

Pour rappel, ce procédé d'origine russe, consiste à projeter des poudres métalliques de petite taille (5 à 30 µm) à grande vitesse (600 à 1200 m/s) sur le substrat à traiter grâce à une torche spéciale permettant d'effectuer le mélange « poudres-gaz » qui sera propulsé. L'innovation réside dans le couplage des trois paramètres suivants :

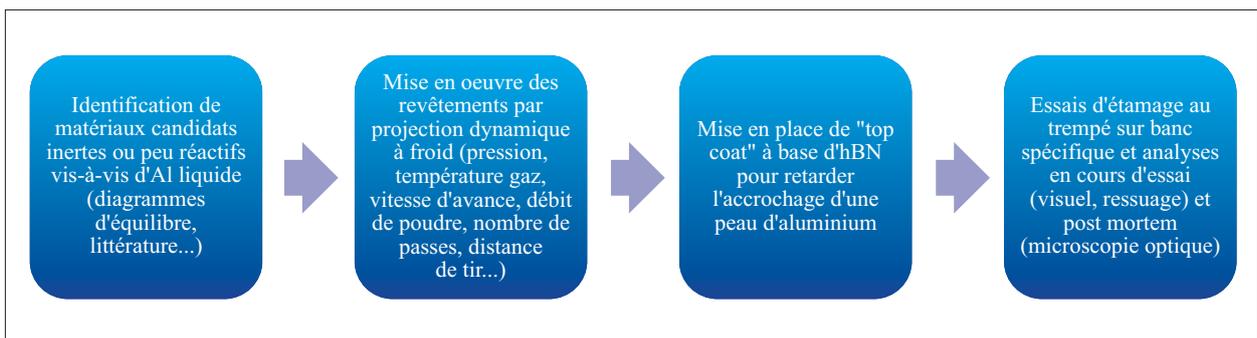


Fig. 4 : Schéma directeur retenu pour l'étude

- matériaux projetables (tout type de métaux, alliages, composites),
- gaz de projection (hélium, azote, argon, air),
- substrats : aciers pour outillages, fontes, alliages, matériaux non métalliques.

Avantages du Cold Spray

Les particules projetées restent à l'état solide, il n'y a donc pas de fusion, ni d'oxydation en vol des particules éventuellement sensibles à ce phénomène (Titane, Molybdène, Tungstène) et pas de

changement de phase 4 (formation de carbures). Le revêtement présente un taux de porosité très faible, d'où une excellente résistance à la corrosion et une bonne conductivité thermique, comparés à d'autres revêtements (4) (5).

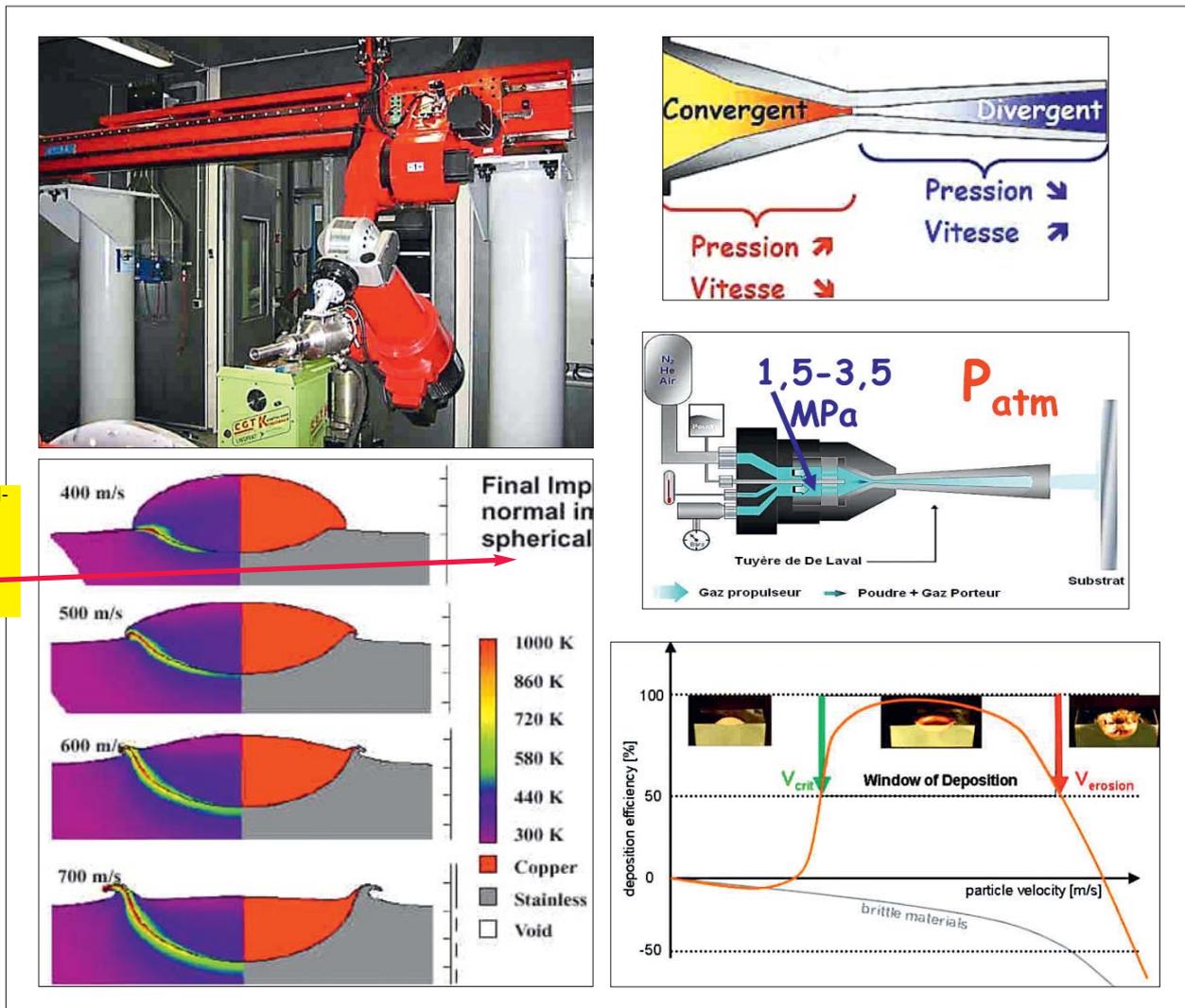
Le substrat ne subit pas d'échauffement au-delà de 150 °C, préservant ainsi la métallurgie de base et les épaisseurs de revêtements sont modulables selon la fonctionnalité de surface recherchée (quelques dizaines de microns à plusieurs millimètres).

Le procédé Cold Spray par projection

hypersonique se fait préférentiellement en cabine insonorisée mais ne nécessite pas d'enceinte sous vide coûteuse (exemples des procédés VPS et PVD), d'où un niveau d'investissement plus faible que pour les procédés de projection thermique et les fours plasma sous vide, bien connus dans le métier du traitement des matériaux métalliques.

Mécanismes de formation du revêtement Cold Spray

Les poudres métalliques projetées (5 à 30 µm) se déforment plastiquement à



L'IMAGE ORIGINALE EST COUPÉE

Fig. 5 : Principe du revêtement Cold Spray : Robot, Torche, Vitesse critique, Incrustation des poudres.

l'impact sur le substrat-acier et le dépôt se forme au-delà de la vitesse critique (V_c) qui est fonction de la température du gaz de propulsion, de la pression du gaz en sortie de torche et bien entendu de la nature et de la granulométrie de la poudre (figure 5, page précédente).

Le savoir-faire *cold spray* va donc résulter de la maîtrise « process-matériau » selon le type d'application visée ; de ce fait, la caractérisation métallurgique et mécanique du revêtement est indispensable (6) (7). Il y a donc un phénomène d'accroche mécanique sur un substrat capable de supporter l'impact des particules et sans échauffement ($< 150\text{ °C}$). Le plus souvent une bonne adhérence va nécessiter un sablage de la surface à traiter.

La formation du revêtement se fait couche par couche grâce à un balayage XY de la surface (installation robotisée) et le nombre de passes est fonction de l'épaisseur demandée.

Dans le cas du poteyage de moules métalliques, l'épaisseur peut dépasser la centaine de microns. Il est à noter que ce mécanisme d'empilement de couches peut atteindre des épaisseurs de plusieurs millimètres, ce qui permet à la technologie *Cold Spray* d'être retenue parmi les procédés de fabrication additive (exemples aux Etats-Unis et Canada).

Essais de simulation de la tenue des poteyages

Les essais réalisés à ce jour ont surtout permis d'étudier la faisabilité sur des échantillons de moules et sur des éprouvettes normalisées. De ce fait, toute une démarche comparative a été effectuée afin de se rapprocher des conditions de fonctionnement en fonderie d'aluminium. Nous avons réalisé des tests avec un banc spécifique (figure 6). Nous avons simulé le cyclage thermique et les interactions entre un alliage d'alumi-

nium liquide (Al-Si pour nos essais) et le poteyage (revêtement cold spray sur un substrat acier). L'éprouvette creuse de Wallace sur laquelle est appliqué le revêtement *cold spray* va donc être soumise à une alternance de cycles avec chauffage dans le bain d'aluminium et refroidissement en sortie de l'éprouvette par jet d'air comprimé. Chaque cycle, de l'ordre de la minute, induit une contrainte sur l'éprouvette poteyée et, de ce fait, le test peut aller jusqu'aux limites de la tenue, c'est-à-dire jusqu'à l'écaillage du poteyage.

Les prélèvements pour contrôles peuvent se faire à différents stades du processus de cyclage, de façon à caractériser en laboratoire les performances des revêtements.

Résultats obtenus

La synthèse des résultats après cyclage thermique sur éprouvettes de wallace et avec différentes configurations de « revêtement-poteyage » est illustrée sur la figure 7 (7) (8), page suivante. Nous avons indiqué le nombre de cycles correspondant à l'apparition des premiers collages adhérents sur le poteyage et cela de façon comparative avec la réf-

rence figure 6 : Banc de simulation et de test des éprouvettes poteyées « poteyage classique ». Les points clés sont les suivants :

1. absence d'oxydation des matériaux projetés et adhérence élevée. Résistance à l'étamage supérieure par rapport aux autres poteyages,
2. retardement des premiers signes de collage par la mise en œuvre de revêtements à base d'hBN (nitride de bore hexagonal),
3. revêtement toujours présent à l'issue des cycles de trempage dans l'alliage d'aluminium,
4. tenue à la fatigue thermique des revêtements sous chargement thermomécanique globalement élevée (sauf WC-Co) : les couches formées sont en compression,
5. réduction significative de l'encrassement des éprouvettes de Wa figure 6 : Banc de simulation et de test des éprouvettes poteyéesllace.

Les observations macrographiques des éprouvettes permettent de mettre en évidence les phénomènes de fissuration transversale et de délamination. Le tableau page suivante illustre le niveau de ces endommagements pour les différents essais.

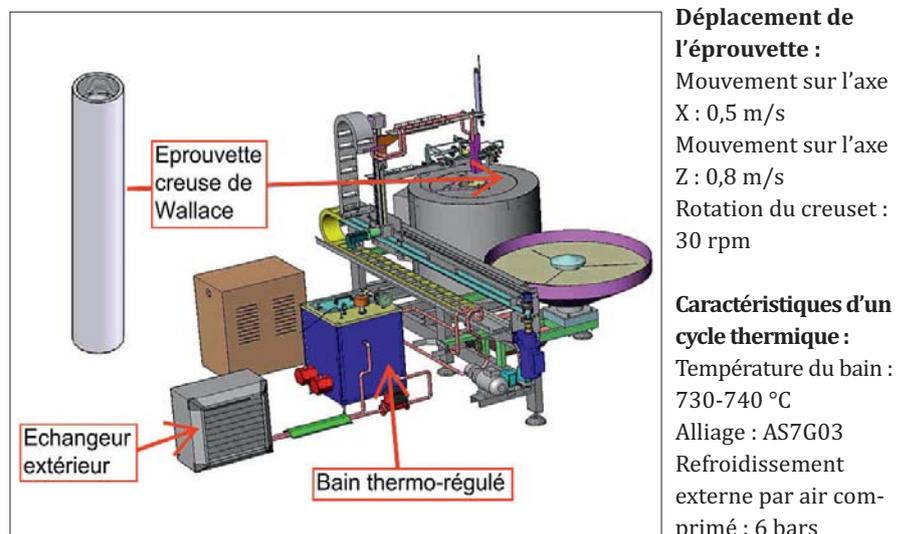


Fig. 6 : Banc de simulation et de test des éprouvettes poteyées

	Poteyage classique	T1 TiMo CS	T2 Ti pur CS	T3 TiMoW	T4 CS sous couche +carbure (88/12)	HVOF (triballoy)
Fissuration transversale		Moyenne	Modérée	Très faible	Importante	Moyenne
Délamination	Très importante	Modérée	Moyenne	Très faible	Modérée	Modérée

On peut signaler l'effet positif du dépôt final hBN appelé *Top Coat* qui est appliqué sous forme de spray. Il se comporte comme agent démolant, sachant que d'autres produits commercialisés actuellement agissent également dans le même sens et doivent être appliqués à chaque coulée.

Nous avons indiqué à titre comparatif les performances du revêtement HVOF, déjà pratiqué industriellement, d'un niveau supérieur au poteyage classique.

Conclusion et perspectives

Cette étude de faisabilité réalisée sur éprouvettes représentative a permis de démontrer que la mise en œuvre d'un poteyage par *Cold Spray* pourrait apporter une solution « poteyage permanent » à la surface d'un outillage en retardant nettement l'étamage de celui-ci. Les essais sur éprouvettes sont concluants et les performances métallurgiques-mécaniques obtenues sont conformes à nos attentes. Cela a également permis de comprendre les phénomènes de dégradation à chaud et à l'usure, ainsi que d'étudier les interfaces « substrat acier/poteyage » et « poteyage/aluminium liquide ».

Les points clés qui doivent être approfondis sont les suivants :

- mise au point d'autres compositions chimiques/optimisation des compositions actuelles et développement de revêtements réactifs diffusés offrant une résistance à l'écaillage supérieure,

- étudier l'influence de l'épaisseur du dépôt et du taux de porosité,
- étudier le comportement des poteyages vis-à-vis de plusieurs nuances d'alliages d'aluminium,
- identifier des partenaires industriels (fondeurs) et mettre en place des essais sur des démonstrateurs destinés à la fabrication de pièces de fonderie à l'échelle industrielle (des nuances d'alliage automobile type « Aluminium-Silicium » seront privilégiées),
- développer de nouvelles techniques de nettoyage des moules, sans rejets (Azote supercritique et à très haute pression par exemple).

Pour cela, CM2T engage une suite dans le cadre de l'Institut Carnot ICEEL. Les outillages métalliques avec traitement *Cold Spray* seront étudiés et réalisés sur la nouvelle plate-forme SURFO 3M (Critt T]FU-Bar-le-Duc) à partir de début 2017 (8) (9).

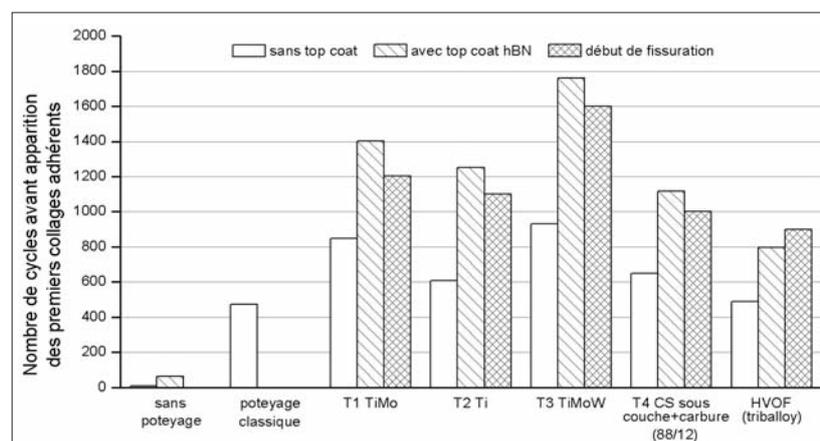


Fig. 6 : Performance des différents revêtements étudiés : nombre de cycles avant apparitions du collage adhérent sur la surface de l'éprouvette.

Dans ce contexte favorable, nous pourrions alors disposer de données technico-économiques indispensables pour le transfert industriel de la technologie (10) en complémentarité/substitution des solutions actuelles.

Remerciements

Cette étude a été réalisée par CM2T avec les moyens *Cold Spray* localisés sur sa plate-forme Lorius (Longwy) et les moyens de laboratoire IJL (Université de Lorraine).

Nous remercions les co-financeurs Europe (Fond Feder), Etat (FUI, DRIRE et DRRT), le Conseil Régional de Lorraine, l'Institut Carnot ICEEL et bien entendu le consortium d'industriels ayant apportés leur contribution.

Références sur les travaux antérieurs

1. programme R&D Promapal - FUI 2011/2015
2. programme R&D Zircospray - FUI 2008/2011
3. conférence Ecole des Mines Albi - journée A3TS - JP. Chobaut - octobre 2011
4. thèse Cifre - François Raletz - CM2T/SPCTS - 2006

5. conférence A3TS Pau - JP.Chobaut-décembre 2012
6. conférence journée technique Materialia - Ensam Metz - G. Ezo'o-juillet 2013
7. séminaire innovation dans les outillages - Issoire - septembre 2014
8. ateliers Carnot ICEEL- ENSIC Nancy - mai 2016
9. conférence congrès A3TS - forum technique Nancy - G. Ezo'o- juin 2016
10. Programme Surfo3M 2016-2018, en lien avec Critt TFJU, l'appui de M. Ducos Consultant et la société Impact Innovation



Cold gas spraying high velocity (1200m/s), is the most recent method in the field of thermal spraying. In comparison to conventional thermal spray processes, cold gas spraying offers special advantages, because the spraying material is neither fused during the treatment. Thus, the thermal influence on the coating and the substrate material is kept low. There are mainly metallic coatings produced such as tools and molds for aluminium casting to increase the properties (wear, corrosion, thermal conductivity) and increase service life of the molds. In case aluminium castings, the three mechanisms to damage the molding surface in contact aluminium liquid (750°C) are thermal stress, wash-out and soldering. The present results concern the feasibility on new coatings for different steel samples and simulation surface properties with a "Wallace furnace testing". The next studies to configure any spray on metallic molds with new powders, high velocity and high pressure on gas spray. This new coating technology contributes innovative solution for future tools foundry light alloys.

184 x 130 mm