

DESCRIPTION DES PROCÉDÉS DE PROJECTION, DE CARACTÉRISATION DES MATÉRIAUX DE DÉPART ET DES DÉPÔTS

Ce chapitre présente tout d'abord le banc de projection thermique, utilisé pour réaliser les revêtements, et les différents dispositifs d'analyse et de caractérisation. Les matériaux de départ, ainsi que les paramètres d'élaboration des dépôts sont ensuite présentés.

Les poudres utilisées comme matière première ont été caractérisées afin d'optimiser les paramètres de projection pour réaliser les dépôts avec les caractéristiques appropriées pour l'étude des propriétés mécaniques en utilisant des méthodes d'indentation conventionnelles et la méthode du perçage.

II.1) Le dispositif de projection thermique

Les dépôts ont été élaborés par projection thermique avec un banc de projection Sulzer Metco MultiCoat® équipé d'une torche à plasma à pression atmosphérique de type F4 MB, alimenté d'une source électrique TriStar IPS-1000 et muni d'un bureau de contrôle du procédé (gaz, échanges thermiques, puissance électrique) Spray Controller MultiCoat® Operator's Desk (cf. **Figure 23**).

La torche est constituée de deux électrodes (une cathode en cuivre munie d'une pointe en tungstène thorié et une anode en cuivre en forme de tuyère de 7 mm de diamètre interne). Elle est refroidie par circulation d'eau à haute pression. Un courant électrique est appliqué entre les électrodes par la source électrique et le débit des gaz plasmagènes est régulé par le centre de contrôle des gaz. Les paramètres de projection sont fournis au système en utilisant le bureau de contrôle de la projection.

La torche est montée sur un système de rails permettant un déplacement vertical et horizontal assuré par des moteurs « brushless ».

- | | | |
|---------------------------|--|-------------------------------|
| 1. Bureau du contrôle | 2. Centre de contrôle de la projection | 3. Centre de contrôle des gaz |
| 4. Source électrique | 5. Échangeur de chaleur | 6. Compresseur d'air |
| 7. Distributeur de poudre | 8. Torche à plasma à pression | 9. Porte-échantillon |



Figure 23. Schéma du système de projection plasma MultiCoat® de Sulzer Metco utilisé pour l'élaboration des dépôts.

Les poudres sont introduites dans le jet plasma à l'aide d'un injecteur de 1,8 mm de diamètre interne alimenté par un distributeur à bol vibrante utilisant de l'argon comme gaz porteur. L'injecteur est situé à 3 mm de la sortie de la tuyère dans la direction axiale et à 8 mm dans la direction radiale de l'axe d'écoulement du plasma. Les particules entrent dans le jet de plasma en un point proche de la sortie de la tuyère. Les particules pénètrent radialement dans le jet plasma jusqu'à une profondeur qui dépend des caractéristiques physiques des particules (taille, forme et densité) et du débit du gaz porteur.

Afin de pouvoir réguler la température de l'ensemble substrat-dépôt, le dispositif est pourvu d'un système de refroidissement à air comprimé placé à 20 mm des échantillons et du côté opposé à la torche plasma.

Les températures des substrats et des dépôts en construction sont mesurées par un pyromètre infrarouge monochromatique Iacon minIRT permettant des mesures de températures comprises entre 0 et 600 °C.

Les échantillons sont disposés sur un porte-échantillon cylindrique, pouvant en recevoir huit. Le porte-échantillon est mis en rotation à 164 tours/min correspondant à une vitesse linéaire de 1 m/s et effectue un mouvement en translation de va-et-vient à une vitesse de 24 mm/s devant le jet plasma afin d'uniformiser l'épaisseur du dépôt et de diminuer les contraintes résiduelles dans les dépôts.

II.2) Les dispositifs de préparation et de caractérisation des matériaux

II.2.1 Préparation des échantillons

Pour caractériser les dépôts, ceux-ci ont été tronçonnés pour adapter la taille des échantillons aux dimensions requises par les appareils d'analyse, et pour certaines caractérisations comme l'observation microscopique ou la mesure de dureté, les échantillons ont été enrobés dans une résine et polis selon la norme ASTM E1920-03 [101].

Le tronçonnage a été effectué avec une tronçonneuse de précision de type Buëhler IsoMet 5000TM munie d'une lame diamantée Buëhler 15 HC. La vitesse de rotation de la coupe a été fixée à 3000 tours/min avec une avance de coupe de 6 mm/min pour les échantillons étudiés. Afin de minimiser les contraintes, les échantillons ont été tronçonnés en compression.

L'enrobage des échantillons coupés a été réalisé dans une résine Buëhler EpoThinTM sous un vide partiel de 25 mm Hg. La durée de la polymérisation de la résine était de 9 h à température ambiante.

Le pré-polissage et le polissage des échantillons enrobés dans la résine ont été réalisés avec une polisseuse du type Presi Mecatech 364TM. Le pré-polissage a été fait avec une vitesse de rotation de 300 tours/min à l'aide de papier SiC de différentes tailles de grains selon la séquence de grades P320, P600, P1000 et P2000. Puis le polissage a été effectué avec une vitesse de rotation de 200 tours/min en utilisant des particules diamantées dont la taille était de 6, 3 et 1 μm , déposées sur un feutre. Le pré-polissage était réalisé sous eau et le polissage avec un lubrifiant liquide.

II.2.2 Caractérisation chimique des matériaux : composition et phases

La composition chimique des poudres de départ a été déterminée par spectrométrie à Fluorescence de Rayons X (FRX) à dispersion en longueur d'onde, en utilisant un spectromètre Thermo Scientific ARL OPTIM'X™. Celui-ci est pourvu d'un tube à rayons X avec une anticathode de Rhodium (Rh), où est appliquée une tension comprise entre 20 et 50 kV et un courant électrique allant de 1 à 1,67 mA selon l'élément à détecter. Cet appareil détecte des éléments chimiques dont les numéros atomiques sont compris entre celui du Fluor (F) et celui de l'Uranium (U), avec une sensibilité de détection de 10 parties par million (ppm).

La composition chimique des substrats a été déterminée par spectrométrie d'émission optique en utilisant un spectromètre Shimadzu PDA 7000, en appliquant une tension de 20 kV.

La composition chimique de la tête des forets utilisés pour le perçage de verre ou carrelage ainsi que ceux pour les bétons et la maçonnerie a été déterminée par micro-analyse chimique par l'analyse dispersive en énergie en utilisant un microscope électronique à balayage de type JEOL JSM-7400F équipé d'un Spectromètre à Dispersion d'Énergie (EDS pour « energy dispersive spectrometry ») de type PGT (Princeton Gamma Tech). Pour les forets de type HSS, la composition chimique a été déterminée de la même manière que pour les substrats par spectroscopie d'émission optique.

Les phases présentes dans les poudres de départ et les dépôts réalisés ont été détectées par Diffraction des Rayons X (DRX), pour des angles de Bragg 2θ compris entre 20 et 70°, avec un appareil de type SIEMENS D5000™ équipé d'un tube à rayons X, avec une anticathode de cuivre et en appliquant une tension d'accélération de 40 kV et un courant de 30 mA. L'identification des phases a été faite avec le logiciel X'Pert HighScore qui compare les raies des diagrammes de diffraction des rayons X avec des fiches PDF (de l'anglais « Powder Diffraction File »). Le pourcentage des phases identifiées a été ensuite quantifié par la méthode de Rietveld en utilisant le logiciel MAUD (de l'anglais « Materials Analysis Using Diffraction ») avec des fiches standards COD (de l'anglais « Crystallography Open Database »).

Les analyses chimiques des dépôts ont été réalisées sur la surface brute des échantillons.

II.2.3 Caractérisation physique des matériaux

II.2.3.1 Distribution granulométrique des poudres de départ

La distribution en taille selon le volume des poudres de départ a été déterminée par diffraction laser en voie liquide en utilisant de l'eau comme dispersant dans un analyseur HORIBA Partica LA-950V2 Particle Size Distribution Analyzer. Les particules de poudre ont été préalablement dispersées par ultrasons dans un milieu liquide, puis ont été mises dans une cellule en verre éclairée par un faisceau laser. La lumière diffractée a été focalisée par des lentilles selon l'étendue de la gamme granulométrique couverte, sur un détecteur multiéléments constitué par d'anneaux concentriques.

II.2.3.2 Morphologie des grains de poudre, structure et épaisseur des dépôts

La morphologie des matériaux de départ et la structure de la coupe et de la surface des dépôts ont été observées avec un Microscope Électronique à Balayage (MEB) du type Jeol JSM-6490LV. La tension d'accélération utilisée pour l'observation était de 20 kV. Pour cette analyse, les échantillons ont été préalablement métallisés à l'or pour faciliter la conduction des électrons ; les dépôts ayant été polis pour obtenir une surface polie miroir.

La porosité et l'épaisseur des dépôts ont été mesurées sur la section transversale polie.

La porosité a été quantifiée par analyse d'images prises par microscopie optique en accord avec la méthode B de la norme ASTM E2109. Une quinzaine de photos ont été prises avec un microscope optique de type Carl Zeiss Axiovert 40 MATTM avec des grossissements de 200X et 500X avec l'aide du logiciel d'acquisition d'images Axiovision LE 4.8TM. Les images étaient ensuite analysées avec le logiciel Image J.

L'analyse de la structure, et donc de la porosité, des dépôts a également été déterminée sur leur surface polie, de rugosité résiduelle moyenne Ra de l'ordre de 0,1 μm .

L'état de surface des dépôts bruts et polis a été mesuré en utilisant un profilomètre de type Mitutoyo SJ-201 ou un profilomètre du type Taylor Hobson Surtronic 25 et la rugosité a été déterminée à partir d'une dizaine de mesures avec l'aide du logiciel Mountain Surface 3D selon le procédé décrit par le standard ASTM D7127 [102].

II.2.4 Caractérisation mécanique des matériaux

II.2.4.1 Essais d'indentation

Les propriétés mécaniques ont été mesurées par les méthodes classiques d'indentation à la fois sur la coupe et sur la surface des dépôts, préalablement polis, afin d'évaluer les variations dues à l'anisotropie.

Des indentations à l'échelle micrométrique ont été réalisées sur la coupe et sur la surface des dépôts pour mesurer les propriétés mécaniques de dureté et évaluer le module d'Young.

Les essais de micro indentation réalisés pour déterminer la dureté, le module d'Young et la ténacité à la fracture, à partir de l'empreinte résiduelle, ont été réalisés avec un appareil de type Wilson Instruments Hardness Tester 401MVDTM, équipé d'une pointe Vickers et d'une pointe Knoop.

Une vingtaine d'indentations Vickers ont été réalisées pour la mesure de la dureté, en appliquant une charge de 3 N durant 15 secondes selon la norme ASTM C1327-08 [1]. La dureté a été calculée (cf. équation 5) à partir des empreintes résiduelles de caractéristiques physiques acceptables selon cette norme. Des essais préliminaires ont été réalisés afin d'établir la charge, pour laquelle les empreintes n'étaient pas affectées ni par la récupération élastique, ni par des fissures ou des détachements de matériau du dépôt excessives, et qui produiraient des changements significatifs dans les dimensions de l'empreinte obtenue.

Le module d'Young des dépôts a été déterminé par la méthode de Marshall en micro indentation Knoop à partir d'une vingtaine d'indentations en appliquant une charge de 5 N durant 15 secondes (cf. équation 14). Des essais préliminaires ont permis d'établir la charge pour laquelle la grandeur de l'empreinte était facilement mesurable par microscopie optique.

La ténacité à la fracture a été mesurée à partir d'une vingtaine d'indentations Vickers, en appliquant une charge de 5 N durant 15 secondes pour générer une fissure. La valeur a été calculée à partir de l'équation 23 étant donné que les fissures produites étaient de type radial – médian avec un rapport $c/a \geq 3$.

Par ailleurs, des essais de macro indentation Vickers ont été menés à la surface des dépôts avec un appareil de type Heckert en appliquant une charge de 50 N durant 20 secondes afin de comparer leur dureté aux échelles macrométrique et micrométrique. La dureté a été calculée à partir des empreintes résiduelles selon l'équation 5.

D'autre part, la dureté des têtes des forets a été déterminée par micro indentation Vickers avec un appareil Buöhler Micromet 6040 équipé du logiciel OmiMet® HMS, en appliquant une charge de 3N pendant 15 secondes.

II.2.4.2 Essais de perforation

Les essais de résistance à la pénétration par un foret ont été effectués avec une perceuse à colonne instrumentée pour les besoins de la thèse et présentée sur la **Figure 24**. Cette perceuse permet d'effectuer des essais statiques (sans rotation du foret) et des essais dynamiques (avec rotation du foret). Elle est équipée :

- d'un servomoteur pour appliquer la charge à vitesse contrôlée,
- d'une cellule de charge pour mesurer la charge appliquée,
- d'un indicateur digital qui affiche en temps réel la profondeur de pénétration du foret, sur la pièce ou l'échantillon, avec une sensibilité de 1 μm ,
- d'un porte-échantillon,
- d'un mandrin pour serrer le foret
- et d'un système d'acquisition des données.

La durée de l'essai est mesurée par un capteur couplé à la cellule de charge. L'ensemble des capteurs sont reliés et pilotés par ordinateur. Le réglage des paramètres d'essai se fait à l'aide d'un logiciel conçu pour ce dispositif, il permet entre autres de choisir le mode d'essai (test statique ou test dynamique), la charge à appliquer, la vitesse d'application de la charge et la vitesse de rotation du foret (dans le cas des tests dynamiques).

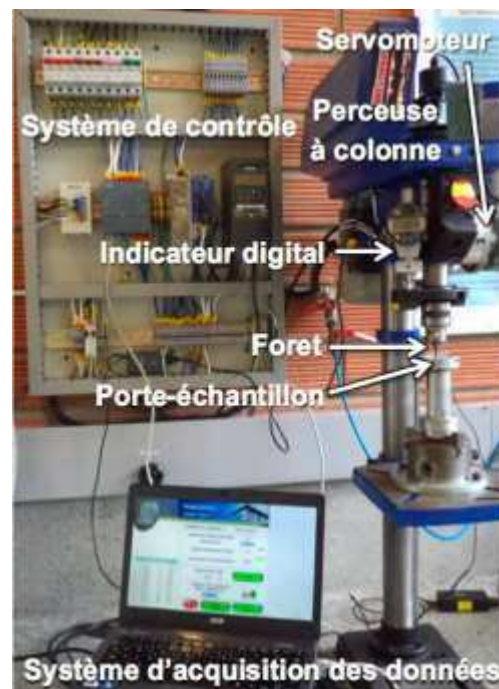


Figure 24. Perceuse à colonne instrumentée pour la détermination des propriétés mécaniques d'un revêtement sur une pièce.

Pour cette étude, trois types de forets commerciaux ont été utilisés comme indentateur pour appliquer la charge sur la surface des dépôts :

- un foret à tête d'ogive en carbure de tungstène¹ utilisés pour la perforation des verres et des carrelages (de diamètre 6,3 mm),
- un foret à tête en carbure de tungstène¹ utilisé pour le perçage des bétons et en maçonnerie (de diamètre 8,3 mm),
- et un foret HSS en acier trempé dit 'acier rapide' destiné à la découpe à haute vitesse - de l'anglais « High Speed Steel » - utilisé pour le perçage d'acier (de diamètre 8,3 mm).

¹ Les carbures utilisés sur les pointes des forets pour le perçage de verre ou de carrelage ainsi que pour les bétons et la maçonnerie sont un mélange de carbure de tungstène, de cobalt et des additifs naturels.

Les tests en mode statique sont basés sur le concept de dureté des matériaux qui peut se déterminer par l'application d'une charge (P) sur un indenteur et la mesure de la profondeur de pénétration (h) de l'indenteur² sur l'échantillon, mesure réalisée soit lors de l'application de la charge soit à partir de l'aire (A) de l'empreinte résiduelle obtenue sur la surface d'essai après retrait de l'indenteur. Les charges maximales appliquées avec la perceuse, pour le mode statique, étaient 150 N, 215 N et 275 N. Ces charges, ont été appliquées par pas de 22 N toutes les 15 secondes pour les charges maximales de 150 N et 215 N, et avec un pas de 45 N pour la charge maximale de 275 N. Après l'application de la charge maximale sur l'échantillon, elle est retirée de la même façon qu'elle a été appliquée par pas avec une durée des pas de 15 secondes, afin d'obtenir une courbe de charge et décharge et une empreinte résiduelle sur l'échantillon (cf. **Figure 25**), similaires à celles de la méthode d'Oliver et Pharr.

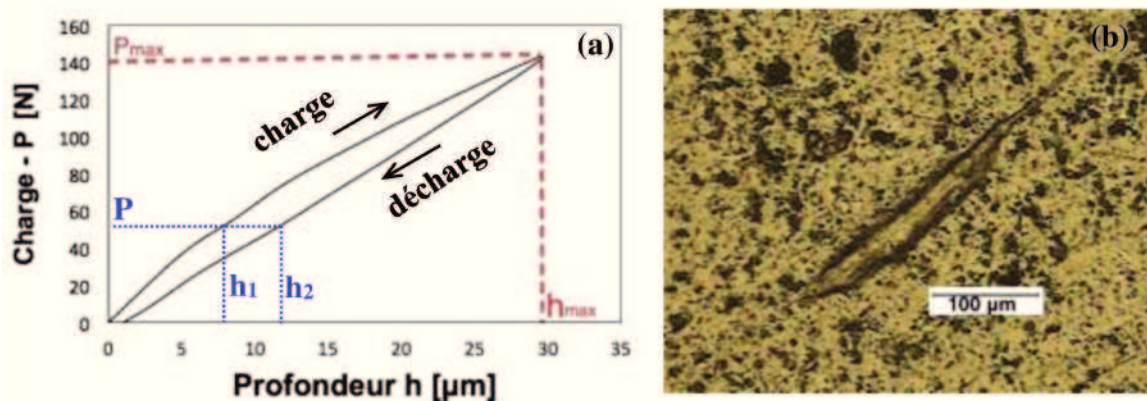


Figure 25. Essai statique d'indentation avec un foret utilisé pour la perforation des verres, sur la surface d'un dépôt d' Al_2O_3 -13wt % TiO_2 élaboré par projection plasma :
(a) Courbe de charge-décharge, (b) Empreinte résiduelle.

La composante dynamique de la perceuse à colonne instrumentée est obtenue par rotation du foret sur la surface d'essai en appliquant une charge de test permettant de construire un graphique de la profondeur de perforation en fonction de la durée de l'essai. La courbe met en évidence le comportement des corps en contact : foret et dépôt (cf. **Figure 26**) et montre des zones distinctes pouvant être reliées au comportement du système: (i) une première zone correspondant à l'indentation initiale produite par le contact statique entre le foret et la surface d'essai avant que le foret démarre sa rotation,

² Dans le cas de la perceuse à colonne instrumentée, l'indenteur correspond au foret, sur lequel est appliquée la charge. Pour cette étude, on a sélectionné un foret utilisé pour la perforation des verres. Compte tenu de la haute dureté de sa pointe, il permet d'obtenir des résultats fiables et reproductibles.

(ii) une deuxième zone, due au démarrage de la rotation du foret et qui est la conséquence de la découpe du matériau que produit le foret sur la surface d'essai, (iii) une troisième zone montrant un comportement asymptotique de la profondeur de perçage et mettant en évidence le contact abrasif par le mouvement relatif entre le foret et la surface d'essai, (iv) une quatrième zone dont la profondeur de perforation décroît sous l'effet des débris produits par l'usure du foret et du dépôt et qui a donné naissance à la formation d'une couche sur les parois du trou produit. Compte tenu du mouvement relatif entre les surfaces du foret et du matériau étudié, la découpe du matériau se produit avec, en même temps, des phénomènes d'abrasion ont lieu.

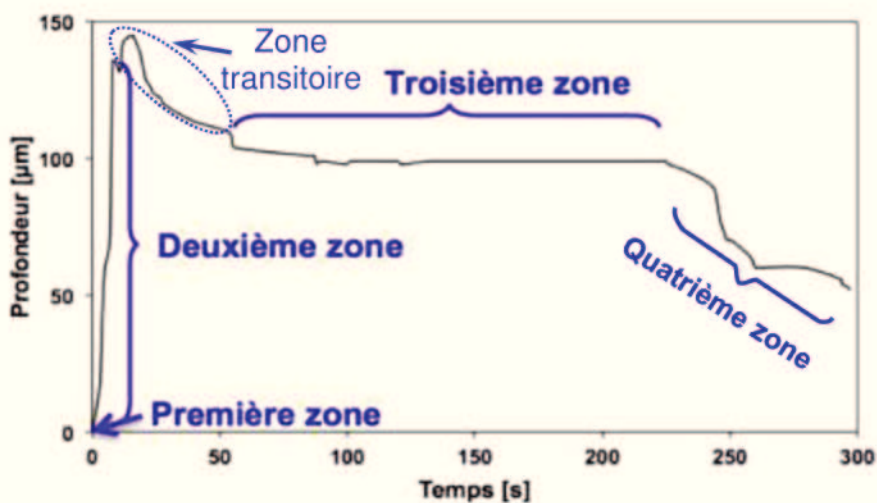


Figure 26. Comportement de la profondeur de perforation pendant le temps *d'essai* pour un dépôt d' $Al_2O_3 - 13wt\% TiO_2$ élaboré par projection plasma à pression atmosphérique.

Les essais dynamiques ont été réalisés avec un foret HSS d'acier rapide et un foret pour bétons pendant 300 secondes en appliquant des charges, fixées dès le début de l'essai, de 200, 300 et 400 N pour le foret HSS et 400 N pour le foret pour béton pour une vitesse de rotation du foret de 360 rpm. La profondeur de perforation du dépôt a été mesurée avec un capteur digital de sensibilité 1 μm . Pour réduire l'effet des débris, ces derniers ont été soufflés de la zone d'essai par un jet d'air comprimé.

II.3) Matériaux de départ et forets

Afin d'obtenir des dépôts céramiques contenant différentes phases et différentes structures dans le but de corréliser leurs propriétés mécaniques et leur résistance au

perçage (soit par des essais statiques soit par des essais dynamiques), cinq poudres de compositions chimiques différentes ont été choisis comme matériaux de départ. Une poudre d'alumine, une poudre d'oxyde de titane, deux poudres d'alumine/oxyde de titane avec des taux en oxyde de titane différents, et une poudre de zircone yttrée.

La dénomination commerciale et la température de fusion des poudres sont reportées dans le **Tableau 2**.

II.3.1 Caractérisation des poudres de départ

Les résultats de l'analyse granulométrique des particules des poudres de départ sont présentés dans le **Tableau 2**. Les cinq poudres sont de taille micrométrique avec un diamètre moyen allant de 15 μm pour la poudre Al_2O_3 - 43wt % TiO_2 (SG-109), à 35 μm pour la poudre d'alumine Medipure.

Tableau 2. Distribution en taille des poudres de départ.

Reference des poudres de départ	Taille des particules [μm]				Température de fusion des particules [$^{\circ}\text{C}$]
	d10%	d50%	d90%	d _{moyen}	
Medicoat Medipure TM	21	33	51	35	2 072
Amperit 782.054 TM	17	26	39	27	1 843
SG-106 TM	13	29	41	28	1 980
SG-109 TM	9	16	22	15	1 840
Amperit 828.003 TM	4	11	64	27	2 715

La **Figure 27** montre la morphologie des particules des poudres de départ utilisées dans cette étude. Les particules des poudres d' Al_2O_3 , TiO_2 et Al_2O_3 - 43wt % TiO_2 , présentent une morphologie compacte avec des plans de fracture indiquant que ces poudres ont été obtenues par fusion et broyage. La poudre Al_2O_3 -15wt % TiO_2 présente également des plans de fracture à la surface des particules mais avec une structure moins dense voire poreuse indiquant que cette poudre a été fabriquée par frittage et broyage. Tandis que la poudre ZrO_2 - Y_2O_3 présente un mélange de deux types de particules de morphologies différentes, des particules micrométriques denses avec des plans de fracture et des particules micrométriques à tendance sphérique constituées de particules nanométriques agglomérées.

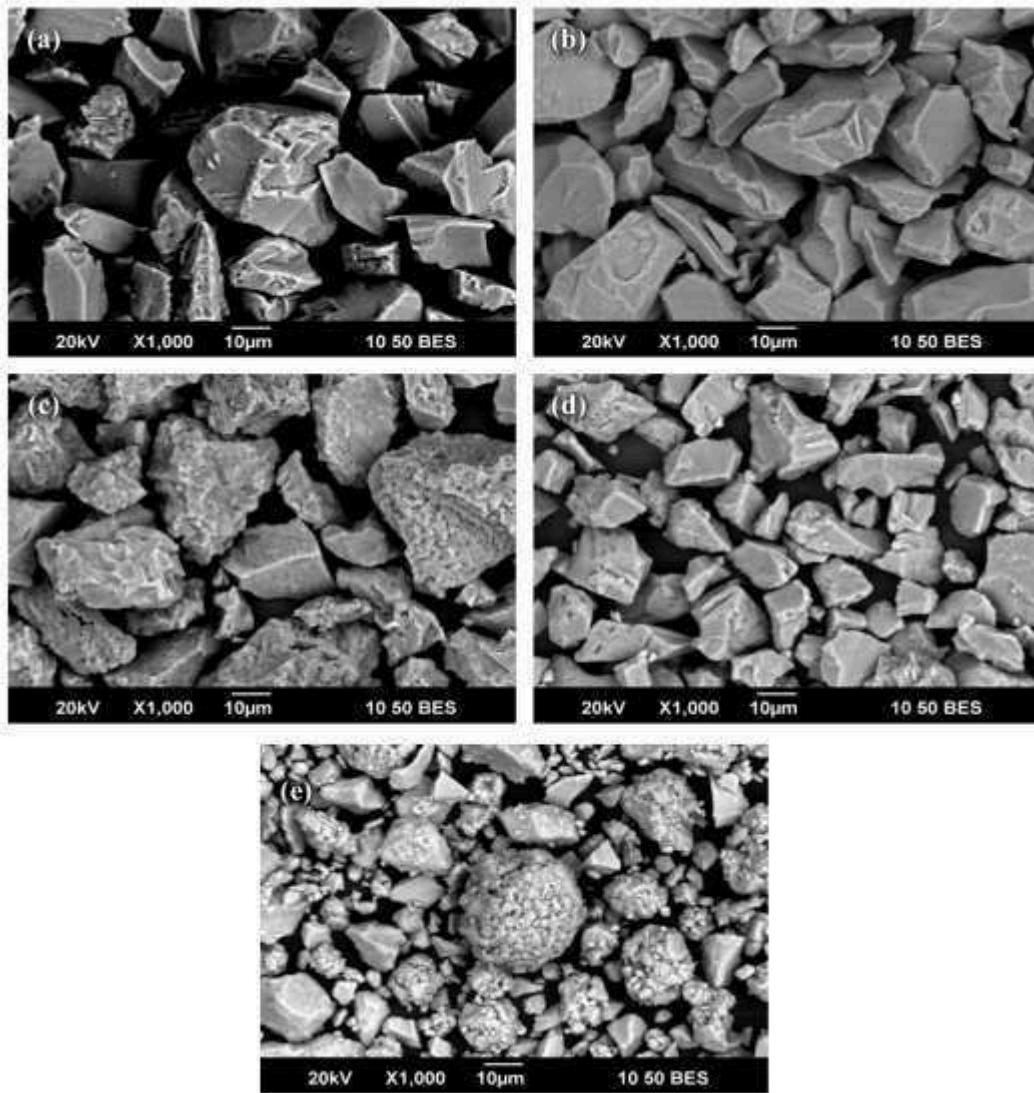


Figure 27. Morphologie des poudres de départ: (a) Medipure™, (b) Amperit 782™, (c) SG-106™, (d) SG-109™, (e) Amperit 828™.

Les résultats de la caractérisation physico-chimique des poudres de départ correspondent aux spécifications des fournisseurs, pour lesquelles ces matériaux ont été choisis pour l'élaboration de dépôts afin d'étudier les propriétés mécaniques et la résistance au perçage. En outre, les résultats de l'analyse des rayons X indiquent que ces poudres sont constituées par des phases différentes selon leur composition chimique ce qui permettra d'obtenir des dépôts avec des propriétés mécaniques différentes.

Le **Tableau 3** présente les résultats de l'analyse chimique et la composition des phases, réalisées respectivement, par fluorescence et diffraction des rayons X des cinq poudres de départ. Les phases ont été identifiées et quantifiées à partir des diagrammes de diffraction des rayons X de la **Figure 28** par comparaison des raies avec les standards PDF et COD présentés dans l'Annexe 2.

Tableau 3. Composition chimique et des phases des poudres de départ.

Poudre	Composition chimique [% massique]	Phases	% phases [massique]
Medicoat Medipure™	99,5 % Al ₂ O ₃ 0,5 % autres*	Al ₂ O ₃ -alpha	100 ± 0,0
H.C. Starck AMPERIT-782.054™	98,9 % TiO ₂ 1,1 % autres*	TiO ₂ -anatase	88,4 ± 0,6
		TiO ₂ -rutile	11,6 ± 0,3
Saint Gobain SG-106™	83,9 % Al ₂ O ₃ 15,3 % TiO ₂ 0,8 % autres*	Al ₂ O ₃ -alpha	79,7 ± 3,2
		Al ₂ TiO ₅	19,5 ± 1,2
		Al ₆ Ti ₂ O ₁₃	0,9 ± 0,6
Saint Gobain SG-109™	55,2 % Al ₂ O ₃ 43,1 % TiO ₂ 1,7 % autres*	Al ₆ Ti ₂ O ₁₃	63,2 ± 2,4
		Al ₂ TiO ₅	33,1 ± 1,8
		Al ₂ O ₃ -alpha	2,8 ± 0,4
		TiO ₂ -rutile	0,9 ± 0,2
H.C. Starck AMPERIT-828.003™	91,4 % ZrO ₂ 6,8 % Y ₂ O ₃ 1,2 % HfO ₂ 0,6 % autres*	Zr _{0.88} Y _{0.12} O _{1.94}	9,6 ± 0,9
		ZrO ₂ -monoclinique	30,9 ± 3,9
		ZrO ₂ -Tetragonal	59,5 ± 0,0

* le terme « autres » correspond principalement aux oxydes SiO₂, V₂O₅, CaO, Fe₂O₃, Cr₂O₃ en quantités inférieures à 0,5 % massique.

Notons que l'alumine contenue dans les poudres de départ est de type alpha. Pour les poudres Al₂O₃/TiO₂ de Saint Gobain, les phases Al₂TiO₅ et Al₆Ti₂O₁₃ ont été identifiées en plus des phases alpha de l'alumine et rutile de l'oxyde de titane. La poudre de TiO₂ pure contient les deux phases anatase et rutile (avec l'anatase comme phase majoritaire). La poudre de zircon ytriée contient les phases monoclinique et tétragonale de la zircon avec une phase minoritaire de Zr_{0.88}Y_{0.12}O_{1.94}.

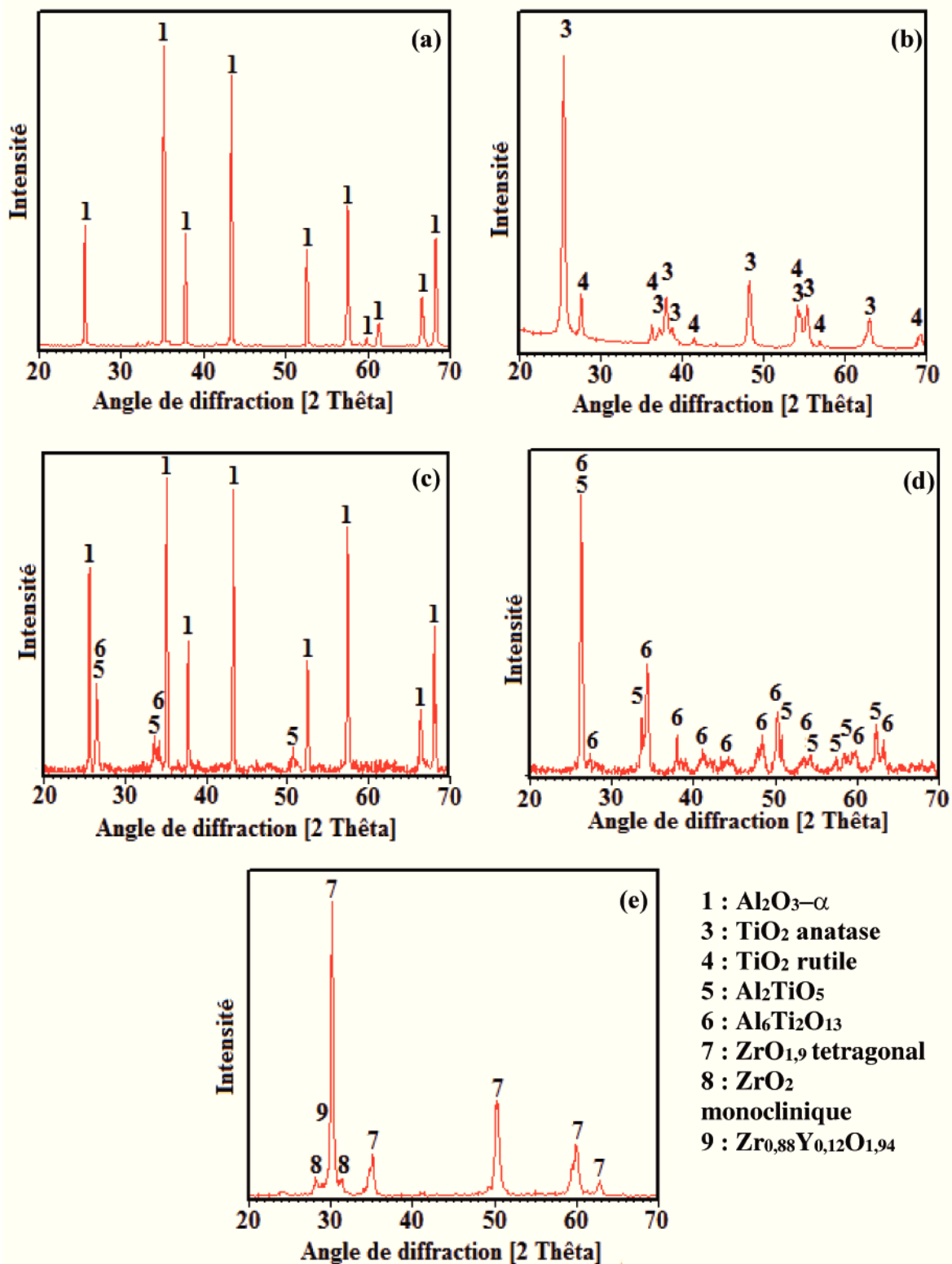


Figure 28. Diagrammes de diffraction des rayons X des poudres de départ : (a) Medipure™ (b) AMPERIT-782.054™ (c) SG-106™, (d) SG-109™, (e) AMPERIT-828.003™.

II.3.2 Caractérisation et préparation des substrats

Les substrats utilisés pour réaliser les dépôts étaient en acier doux XC-38 avec une géométrie de disque d'épaisseur 6 mm et de diamètre 25 mm et 50 mm.

La composition chimique de l'acier doux XC38 est présentée dans le **Tableau 4**, les teneurs déterminées correspondent à celles indiquées dans la littérature.

Tableau 4. Composition chimique de l'acier XC38 utilisé pour les substrats.

Elements	Fe	C	Mn	Cr	Ni	Si	Cu	S	P	Mo	Al
Teneurs [% massique]	bilan	0,38	0,66	0,21	0,02	0,27	0,22	0,02	0,015	0,02	0,06

Avant la projection plasma, les substrats d'acier doux XC-38 ont été sablés avec du corindon de 425 à 600 μm de diamètre afin d'obtenir une rugosité moyenne (Ra) de surface comprise entre 5 et 6 μm et permettre un accrochage mécanique du dépôt.

Puis, ils ont été nettoyés dans un bain d'acétone sous ultrasons pour éliminer les résidus de sablage.

II.3.3 Composition chimique et dureté des forets

Les analyses EDS réalisées sur les têtes des forets utilisés pour le perçage de verre ou de carrelage ainsi que ceux utilisés pour les bétons et la maçonnerie ont mis en évidence les éléments chimiques C, W et Co permettant d'indiquer que les pointes des forets sont constituées principalement d'un mélange de carbure de tungstène et de cobalt. La mesure de la micro dureté Vickers des pointes des forets est de $17,6 \pm 0,4$ GPa (pour les forets de perçage de verre ou de carrelage) et $13,6 \pm 0,7$ GPa (pour les forets pour les bétons et la maçonnerie).

Les résultats de spectrométrie d'émission optique indiquent que le foret HSS en acier rapide a été fabriqué avec un acier allié principalement avec 4,01 % massique de tungstène, 3,98 % de chrome, 3,0 % de molybdène et 0,99 % de vanadium. Sa dureté Vickers est de $8,0 \pm 0,2$ GPa.

II.4) Élaboration des dépôts

Le gaz plasmagène utilisé pour l'élaboration des dépôts était un mélange d'argon et d'hydrogène avec un débit de 45/15 L/min. L'intensité de courant utilisé était comprise entre 500 et 650 ampères selon les températures de fusion de chaque poudre, conduisant à une tension variant de 77 à 80 volts et une puissance électrique entre 39 et 51 kW.

Avant la projection, les substrats ont été préchauffés par le jet de plasma jusqu'à une température de surface de 300 °C, afin d'éliminer les adsorbats et condensats, et permettre une meilleure adhérence des dépôts sur les substrats. Cette température de 300 °C a été maintenue pendant la construction du dépôt pour obtenir une meilleure cohésion des lamelles des poudres. L'ensemble des dépôts élaborés a été réalisé avec un débit de poudre d'environ 30 g/min (22 à 37 g/min) injecté dans le jet plasma à la sortie de la tuyère. Le gaz porteur utilisé était l'argon avec un débit de 6 L/min. La distance de tir entre la sortie de tuyère et le substrat était fixée à 100 mm.

Les dépôts élaborés ont été codifiés en fonction des constituants chimiques majoritaires de la poudre de départ (cf. **Tableau 5**). L'appellation des échantillons est suivie d'un exposant représentant l'épaisseur du dépôt telle que :

- E : pour les dépôts épais ($> 700 \mu\text{m}$),
- M : pour les dépôts d'épaisseur moyenne ($350 \mu\text{m} < \text{épaisseur} < 700 \mu\text{m}$),
- F : pour les dépôts de faible épaisseur ($< 350 \mu\text{m}$).

Pour la réalisation, l'épaisseur des dépôts souhaitée a été évaluée en fonction du débit de poudre, du temps de projection et du taux de dépôt des poudres.

Au total huit échantillons ont été élaborés et étudiés. Les cinq poudres sélectionnées ont été utilisées pour élaborer les dépôts, ce qui a conduit à l'obtention de cinq échantillons. De plus, trois échantillons supplémentaires ont été élaborés:

- deux dépôts supplémentaires ont été élaborés à partir de la poudre Al_2O_3 -15wt % TiO_2 (SG-106) avec des temps de projection différents pour obtenir différentes épaisseurs et évaluer l'effet de l'épaisseur et de la composition chimique sur les propriétés mécaniques,
- un troisième dépôt supplémentaire a été élaboré par co-projection en quantités égales de poudres d'alumine Medipure et de zicône ytriée Amperit 828.003 pour

évaluer l'effet de la composition obtenue à partir d'un mélange physique de deux poudres différentes pendant la projection sur les propriétés mécaniques.

La nomenclature finale des dépôts et leurs conditions d'élaboration sont résumées dans le **Tableau 5**.

Tableau 5. Codification et conditions de projection des dépôts élaborés.

Poudre	Principaux constituants chimiques [% massique]	Temps de tir [min]	Débit de poudre [g/min]		Intensité de courant [A]	Codification des dépôts
			A	Z		
Medicoat Medipure™	99,5 % Al ₂ O ₃	5		34	600	A ^E
H.C. Starck AMPERIT-782.054™	98,9 % TiO ₂	5		27	500	T ^E
Saint Gobain SG-106™	83,9 % Al ₂ O ₃ 15,3 % TiO ₂	5		34	600	AT15 ^E
		3		36		AT15 ^M
		1		37		AT15 ^F
Saint Gobain SG - 109™	55,2 % Al ₂ O ₃ 43,1 % TiO ₂	5		28	500	AT43 ^E
H.C. Starck AMPERIT-828.003™	91,4 % ZrO ₂ 6,8 % Y ₂ O ₃	6		22	650	Z ^F
Mélange Medicoat Medipure™ + AMPERIT-828.003™	Mélange 50/50 en masse des deux poudres	3	A	22	650	AZ ^F
			Z	28		