UNIVERSITE DE LIMOGES ECOLE DOCTORALE Science – Technologie - Santé Faculté des Sciences et Techniques

2005

Thèse N°64-2005

THESE Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE LIMOGES

Discipline/Spécialité : Matériaux Céramiques et Traitements de Surface

Présentée et soutenue par

Julien PATRU

Le 02 Décembre 2005

Modélisation du Développement des Contraintes Résiduelles au Sein de Dépôts Plasma de Zircone et d'Acier

Thèse dirigée par : P. Fauchais

JURY :

J. LU	Université de Technologie de Troyes
H. PEERHOSSAINI	Université de Nantes
B. CLYNE	Université de Cambridge – UK
P. FAUCHAIS	Université de Limoges
F. HUGOT	Université de Limoges
L. BIANCHI	CEA Le Ripault – Monts
S. ALEXANDRE	LPTh/CEA Le Ripault – Monts
M. EL GANAOUI	Université de Limoges

AVANT-PROPOS - REMERCIEMENTS

De nombreuses personnes ont contribué à la réalisation et à l'accompagnement de ces travaux. Nombreux furent sollicités pour des dépannages salvateurs, d'obscures directives et des instants... slaves.

Je remercie sincèrement tous les habitants du Laboratoire de Projection Thermique pour ces 40 mois passés parmi eux et spécialement Jérôme, Charles, Séchel, Seb, Vincent, PEF, David et Jean-Luc. Merci à tous ceux qui, à un moment ou un autre, m'ont apporté leur savoir faire (limage, tournage, polissage, UNIX, mécanique générale, Original[™], tennis de table, jogging, navigation, frag, électromagnétisme...).

Merci Cécile...

Table des matières

Chapitre 1 : Introduction générale		_13	
Chap	itre 2 : Le	es dépôts plasma de zircone et d'acier. Bibliographie	_19
IN	FRODU	CTION	_21
1.	LA PR	OJECTION DE ZIRCONE YTTRIEE ET D'ACIER INOXYDABLE	_22
1.1.	. Fonc	ctionnement de la torche plasma	_22
	1.1.1.	Amorçage de l'arc électrique	_22
	1.1.2.	L'injection des gaz plasmagènes	_22
	1.1.3.	Fluctuations de l'arc	_23
	1.1.4.	Ecoulement du plasma	_25
	1.1.5.	Rôle de la nature des gaz plasmagènes	_27
1	.2. Int	teraction plasma-particules	_27
	1.2.1.	L'injection des particules.	_27
	1.2.2.	Dispersion du jet de poudre	_28
	1.2.3.	Transferts thermiques plasma-particules.	_31
	1.2.4.	Mesure et contrôle des températures et vitesses des particules dans le jet	de
	plasma	: DPV-2000	_33
2.	GENE	RATION DES DEPOTS ET DES CONTRAINTES	_34
2	2.1. Ec	helle des temps caractéristiques de la construction du dépôt	_34
2	2.2. Le	s lamelles	_36
	2.2.1.	Cas d'une surface métallique lisse (<i>Ra</i> <0,05µm)	_36
	2.2.2.	Cas d'une surface rugueuse ($Ra > 0,5\mu m$)	_43
	2.2.3.	Impact et accrochage	_44
2	2.3. Pr	ojection d'une passe	_46
	2.3.1.	Le cordon de projection	_46
	2.3.2.	Température moyenne de projection	_47
	2.3.3.	Rôle du dispositif cryogénique	_48
2	2.4. Dé	éveloppement des contraintes durant la projection.	_50
	2.4.1.	La contrainte de trempe	_50
	2.4.2.	La contrainte de gradient de température	_54
2	2.5. Fi	n de projection, refroidissement de la pièce revêtue	_55

a	•
Somt	naire

	2.5.1.	La contrainte thermique	55
	2.5.2.	Contrainte résiduelle	56
3.	MESU	RE DES CONTRAINTES	57
	3.1. M	esures post-projection	57
	3.1.1.	Etude de la propagation des ondes acoustiques.	57
	3.1.2.	Méthode magnétique (effet magnétique Barkhausen).	58
	3.1.3.	Technique de diffraction des rayons-X et des neutrons.	59
	3.1.4.	Méthode du trou incrémental	62
	3.2. M	esure in situ	63
	3.2.1.	Méthode de la flèche	63
	3.3. M	odélisation de la construction des dépôts plasma	69
	3.3.1.	Simulation numérique	70
4.	CONC	LUSION	73
	··		
Cnap	itre 3 : E	nvironnement experimental et numerique	75
IN'	TRODU	CTION	77
1.	MONT	AGE EXPERIMENTAL	78
]	1.1. D	escription générale	78
]	1.2. In	strumentation	79
	1.1.1.	Enregistrement de la flèche in situ : capteur de déplacement	79
	1.1.2.	Enregistrement de la température in situ : thermocouples	80
	1.1.3.	Enregistrement du flux thermique transféré au substrat : fluxmètre	81
	1.1.4.	Particularité remarquable du dispositif expérimental	82
	1.1.5.	Traitement du signal électrique des capteurs	83
]	1.2. Pr	éparation et fixation des échantillons	83
	1.2.1.	Sablage	83
	1.2.2.	Traitements de détente	84
	1.2.3.	Positionnement des échantillons	86
2.	REAL	ISATION DES DEPOTS DE ZIRCONE YTTRIEE	86
4	2.1. Cl	hoix de la poudre	87
	2.2. In	jection et conditions plasma et cryogéniques	90
2	2.3. Ci	nématiques et croissance des dépôts	91
-	2.4. Re	elevés de la température et de la flèche in situ	92

a	•
Somr	naire
NO1111	mane

EC	CHANTII	LONS	96
	3.1. Me	esures de chaleur spécifique	96
	3.1.1.	Principe de la mesure	96
	3.2.	Résultats	97
	3.2.1.	Chaleur spécifique de la zircone	99
	3.3. Me	esures de la diffusivité thermique	100
	3.3.1.	Principe de la mesure	100
	3.3.2.	Résultats	101
	3.3.3.	Conductivité thermique de la zircone	104
	3.4. Me	esure de la dilation thermique (SETARAM DHT 2400 K)	105
	3.4.1.	Principe de la mesure	105
	3.4.2.	Résultats	105
	3.5. Me	esure du module d'Young et du coefficient de Poisson par méthode vibr	atoire
(NORME	ASTM E 1876-01)	106
	3.5.1.	Principe de la mesure	106
	3.5.2.	Résultats	106
	3.5.3.	Propriétés mécaniques de la zircone	107
4.	CAST3	M : CODE DE CALCUL THERMOMECANIQUE	107
4	4.1. Pre	ésentation	107
	4.1.1.	Origine et développement de CAST3M	107
	4.1.2.	Moyens de calcul du centre	108
	4.1.3.	Modèles thermiques et mécaniques	109
5.	CONC	LUSION	112
Chap	itre 4 : M	odélisation thermomécanique de la construction des dépôts plasma	113
IN	TODUCI	TION	115
1.	DETER	RMINATION DES CONDITIONS LIMITES ET DES PROPRIET	ES
TH	IERMON	TECANIOUES DES MATERIAUX	117
	1.1. Tr	ansferts thermiques entre l'échantillon et son environnement.	117
	1.1.1.	Mesure des flux thermiques transférés du plasma à l'échantillon	117
	1.1.2.	Mesure des flux thermiques liés à la cryogénie	122
		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·	

1.2.	Détermination de la nature du contact entre l'échantillon et son support	124
1.3.	Intégration des mesures expérimentales au modèle numérique	126
1.3.1	Conditions limites thermiques	126
1.3.2	Conditions limites mécaniques	130
2. PHA	SE DE PRECHAUFFAGE	131
2.1.	Description du modèle	131
2.1.1	Hypothèses	131
2.1.2	Maillage et pas de temps.	132
2.1.3	Conditions initiales	133
2.2.	Validation du modèle thermique	133
2.2.1	Evolution qualitative des résultats	134
2.2.2.	Influence de la nature du substrat	134
2.2.3	Influence de la vitesse d'éclairement	136
2.2.4	Influence de la distance de projection	140
2.3.	Validation du modèle mécanique	143
2.3.1	Influence de la nature des substrats	144
2.3.2.	Influence de la vitesse d'éclairement	146
2.3.3	Influence de la distance de projection	149
3. MOI	DELISATION THERMOMECANIQUE DE LA CONSTRUCTION I	DES
DEPOTS	PLASMA	154
3.1.	Objectifs	154
3.1.1	Contrainte de trempe	154
3.1.2	Contrainte thermique	154
3.1.3	Contrainte résiduelle	154
3.2.	Description du modèle	154
3.2.1	Apport d'énergie thermique par les particules fondues	154
3.2.2	Hypothèses relatives à la modélisation	155
3.2.3	Construction numérique du dépôt	155
3.3.	Modélisation de la thermique	156
3.3.1	Présentation du modèle	156
3.3.2	Résultats	157
3.4.	Construction du dépôt complet : calcul de σ_R	159
3.4.1	Modèle simplifié : calcul de la contrainte de trempe	159

	3.4.2.	Calcul du refroidissement final	160
	3.4.3.	Contrainte résiduelle	166
4.	CONC	LUSION	176
Chap	oitre 5 : V	alidation du modèle : réalisation de dépôts d'acier	177
IN	TRODU	CTION	
1	ECUA	NCES THEDMIQUES ENTRE I A DI AQUETTE METALLIQU	I />
1. SC	ECNA)N FNVI	NGES THERWIQUES ENTRE LA PLAQUETTE METALLIQU RONNEMENT • DETERMINATION DES CONDITIONS I IMIT	ееі ГFS 181
BC	11 M	esure des flux plasma	181
	1.1. N	shanges thermiques avec l'air ambiant	181
	1.2. 1.	Pendant la projection	103 183
	1.2.1.	Après la projection (refroidissement final)	184
•			101
2.	VALII	DATION DES MESURES : PRECHAUFFAGE	184
	2.1. M	odele thermique	184
	2.1.1.	Influence de la nature du substrat	184
	2.1.2.	Influence de la vitesse d'éclairement	180 199
	2.1.3.		100
	2.2. IVI	Influence de le neture du substrat	192
	2.2.1.	Influence de la nature du substrat	192 104
	2.2.2.	Influence de la distance de projection	194
	2.2.3.	Phase de préchauffage : synthèse	197
	2.2.4.	Phase de prechauffage : synthèse.	200
3.	CONS	TRUCTION DU DEPOT.	200
	3.1. M	odélisation de la thermique de l'empilement	200
	3.2. Co	onstruction du dépôt : calcul des contraintes résiduelles	203
	3.2.1.	Développement de la contrainte de trempe	203
	3.2.2.	Calcul du refroidissement final	203
	3.2.3.	Contrainte résiduelle	207
4.	CONC	LUSION	215
CON	CLUSIO	N GENERALE	217
CO	ONCLUS	ION GENERALE :	219
Référ	rences bil	bliographiques	223

Chapitre 1 : Introduction générale

INTRODUCTION GENERALE

Le but de ces travaux de thèse est de réaliser un outil numérique de prédiction des contraintes résiduelles dans un dépôt plasma de zircone yttriée à l'aide du code de calcul CAST3M, développé par le Commissariat à l'Energie Atomique, afin de contrôler leur développement pendant la projection et lors du refroidissement. En effet, les contraintes dans les dépôts peuvent être à l'origine de déformations indésirables (cf. figure I-1 a. et b.) voire d'endommagements irréversibles, c'est pourquoi un intérêt croissant est porté à l'étude des contraintes résiduelles d'une manière générale.

Les dépôts plasma de zircone yttriée intéressent les milieux de la recherche et de l'industrie qui développent notamment des barrières thermiques (aubes de turbines et chambres de combustion pour l'aéronautique, pistons de moteur pour l'automobile) et des piles à combustible de type SOFC (Solid Oxyde Fuel Cell) (RENOUARD-VALLET, (2004)). Pour toutes les applications, l'endommagement du dépôt par fissuration induit une chute des propriétés (électriques, mécaniques, thermiques...) qui peuvent le rendre inutilisable.

L'ensemble des étapes de la réalisation d'un dépôt plasma (depuis la préparation du substrat jusqu'au refroidissement de la pièce revêtue) est susceptible de modifier l'équilibre mécanique du substrat et/ou de son dépôt. L'étude mécanique de la réalisation d'un dépôt plasma ne peut dissocier l'étude du revêtement de celle de son substrat. L'histoire thermique du bilame (ou du trilame – car il existe généralement une sous-couche) est intimement liée à son champ de contraintes résiduelles. Dans cette étude, ces contraintes seront évaluées in situ grâce à un montage spécifique, qui permet leur détermination à partir de la mesure des déflexions, dans le but de constituer une base de données du comportement thermomécanique des échantillons revêtus. Ces résultats expérimentaux permettront de valider un modèle numérique de calcul des contraintes résiduelles. C'est pourquoi cette étude prend en compte :

- les deux matériaux constituants du bilame,
- de façon la plus précise possible, les propriétés thermomécaniques de ces matériaux,
- l'environnement thermique de la pièce (flux thermiques du plasma et du refroidissement cryogénique, les phénomènes de convection)



Figure I-1 : Photographies de SOFCs réalisées par projection plasma déformées sous l'effet des contraintes résiduelles. Une pièce conforme plane est présentée pour comparaison. Les cellules a.) et b.) présentent des déformées inverses en raison d'une température de projection respectivement trop faible et trop élevée.

L'étude numérique s'appuie sur des relevés expérimentaux de température et de déformation de plaquettes métalliques pendant la réalisation du dépôt, seul moyen de suivre l'évolution des contraintes résiduelles in situ. Les travaux de BARADEL, (1999), qui nous ont servi de base, ont consisté en la mesure de la température et de la déflexion d'une plaquette métallique pendant le préchauffage et la projection de zircone yttriée. Ses enregistrements ont permis de calculer les contraintes résiduelles au sein des bilames et de comparer ces valeurs à celles obtenues par mesure par perçage (trou incrémental). Cette étude a mis en évidence la concordance des résultats issus de la mesure in situ et des mesures post projection. Parallèlement aux expérimentations, BARADEL, (1999) a développé un modèle numérique unidimensionnel de prédiction de la température et des déflexions dont les conditions limites et les résultats constituent un point de départ pour notre étude. Le développement du modèle s'est déroulé en plusieurs étapes. Les travaux réalisés par BARADEL, (1999) ont constitué une

base pour débuter le développement d'un premier modèle thermique de la phase de préchauffage. Il a, ensuite, été nécessaire de réaliser de nouvelles mesures (flux thermique, températures...) afin d'étoffer la base de données des enregistrements thermomécaniques et surtout d'entamer une campagne d'expérimentations visant à la détermination de l'environnement thermique de la pièce pendant la projection. Ces mesures constituent, finalement, la base expérimentale nécessaire à l'établissement des conditions limites du modèle.

L'ensemble du cheminement ayant conduit au modèle thermomécanique de prédiction des contraintes résiduelles dans le dépôt de zircone yttriée décrit ici, s'articule autour de quatre parties.

Le premier chapitre est une étude bibliographique traitant d'abord des principaux aspects de la projection plasma qui permettent la réalisation de dépôts de zircone yttriée. Elle est ensuite axée sur l'accrochage mécanique des particules et la construction des dépôts, mécanismes à l'origine du développement des contraintes résiduelles. Ensuite, sont précisées les différentes composantes de ces contraintes, leur contribution à la déformation et à l'endommagement des pièces ainsi que les phénomènes de relaxation inhérents. Les différentes techniques d'évaluation des contraintes résiduelles (in situ et post projection) sont répertoriées et détaillées.

Le deuxième chapitre décrit le montage expérimental de mesure de la flèche in situ. L'ensemble des étapes de la préparation des échantillons (sablage, traitement thermique de détente, fixation), de l'instrumentation (mesure des températures et de la flèche), des techniques de caractérisation (propriétés des substrats) y sont détaillées. Ce chapitre présente également les mesures des grandeurs physiques caractéristiques de l'environnement thermique des échantillons qui permettent d'établir les conditions limites des modèles de l'étape de préchauffage des échantillons et de la construction du dépôt. Une étape essentielle du développement du modèle fut de reproduire le comportement thermomécanique des substrats pendant leur préchauffage. Cette étape permet d'évaluer la justesse des conditions limites choisies et du modèle dans son ensemble (hypothèses, maillage).

Le troisième chapitre présente les moyens disponibles permettant l'investigation des différents types de contraintes dont les dépôts plasma sont le lieu. Ce dispositif de mesure est instrumenté de manière à quantifier les phénomènes thermiques subis par l'échantillon. Ces

mesures serviront à établir des conditions limites pour le modèle numérique, la modélisation de la phase de préchauffage de la plaquette permet alors la validation de ces conditions limites. Le modèle est ensuite modifié pour y inclure la construction du dépôt et le développement des contraintes résiduelles. Parallèlement, la mesure des contraintes effectuée par la méthode de la flèche est comparée, pour confirmer les résultats donnés par une technique de perçage incrémenté : la méthode du trou incrémental. Ces résultats expérimentaux constituent alors une base de données destinée à corroborer les résultats numériques de développement des contraintes résiduelles.

Dans un ultime souci de vérification et de validation du modèle, le chapitre quatre présente une étude similaire à celle développée durant cette thèse mais pour laquelle le choix du matériau projeté est reconsidéré. A la place d'une céramique réfractaire, un métal est déposé (acier inoxydable 316L), ce qui nécessite de modifier les conditions de projection (plasma, injection de la poudre). Les relevés expérimentaux (déformation et flèche) sont de nouveau comparés aux résultats issus du calcul. Les deux matériaux étudiés sont tout à fait complémentaires de par les disparités de leurs propriétés thermiques. Cette complémentarité permettra d'apprécier au mieux la réponse du code de calcul au changement de matériau du dépôt.

Chapitre 2 : Les dépôts plasma de zircone et d'acier. Bibliographie

INTRODUCTION

Le développement des contraintes résiduelles au sein d'un dépôt plasma est intimement lié aux conditions de réalisation de celui-ci. De nombreux paramètres ont une influence directe sur le niveau, le signe et la répartition de ces contraintes. La description des phénomènes hydrodynamiques, thermiques, mécaniques constituant l'environnement d'une projection plasma permet de mieux comprendre les différents processus de mise sous contraintes des matériaux concernés.

L'élément constituant du dépôt est la lamelle. Les contraintes au sein de cette lamelle sont affectées par son histoire thermique et mécanique : le traitement thermocinétique par le plasma, la trajectoire, l'étalement et le refroidissement de la particule ainsi la nature de la surface sur laquelle elle impacte ont chacun leur influence. C'est pourquoi, dans un premier temps, une description du plasma et de son écoulement dans l'atmosphère ambiante est présentée. Ensuite, les différentes interactions entre plasma et particules seront décrites, depuis l'injection de la poudre jusqu'à son étalement sur le substrat.

Les différents mécanismes de relaxation des contraintes (fissuration, fluage, glissement) qui réduisent le niveau des contraintes et peuvent modifier le comportement des dépôts seront évoqués. L'étalement et le refroidissement des lamelles, la qualité de leur contact avec le substrat, la cinématique de projection sont des paramètres qui influencent la relaxation des contraintes résiduelles et la qualité du dépôt. Chacun de ces mécanismes est décrit de manière à mieux appréhender la génération et l'évolution des contraintes résiduelles.

D'un point de vue plus macroscopique, le refroidissement du bilame (dépôt/substrat) est également présenté puisqu'il est à l'origine du développement de contraintes supplémentaires.

1. LA PROJECTION DE ZIRCONE YTTRIEE ET D'ACIER INOXYDABLE

1.1. Fonctionnement de la torche plasma

1.1.1. Amorçage de l'arc électrique

Un plasma peut-être généré en faisant passer dans un gaz plasmagène un arc électrique entre l'extrémité conique d'une cathode en tungstène thorié (2% en thorine, ce qui abaisse le potentiel d'extraction du métal de 4,5 à 2,5eV) de type tige et le revêtement de tungstène de l'anode en cuivre. L'initiation du transport de charges entre les deux électrodes dans un gaz à température ambiante (considéré comme un bon diélectrique) nécessite l'application d'une surtension (6 à 10kV) sous une fréquence de quelques MHz qui doit être supérieure à une valeur critique appelée tension de claquage pour rendre ce gaz conducteur (BOULOS ET AL, 1994). De l'argon est généralement utilisé pour cette étape d'amorçage de l'arc électrique, ce gaz monoatomique étant plus facile à ioniser que les autres gaz plasmagènes et la tension de démarrage plus faible, limitant ainsi le courant de démarrage. Le passage du courant s'effectue alors au travers du gaz ionisé.

1.1.2. L'injection des gaz plasmagènes

Les électrons émis par la cathode sont accélérés par le champ électrique et créent le plasma dont la rapide expansion pompe une partie des gaz plasmagènes. L'injection des gaz plasmagènes peut être

- axiale : parallèle à l'axe de la cathode,
- radiale : normale à l'axe de la cathode,
- ou en vortex : gaz injectés de manière radiale avec une composante de rotation.

L'énergie thermique issue de l'arc provoque la dissociation des molécules de gaz et l'ionisation partielle de ses atomes. L'ionisation des atomes produit un plasma qui s'échappe de la torche à grande vitesse (plus de 2200m.s⁻¹ au centre du jet pour un plasma d'argon/hydrogène et une tuyère de 6mm). Un plasma est donc composé de particules neutres du gaz plasmagène, d'électrons et d'ions. Une couche limite chaude où la température est supérieure à 5000 K se développe autour de la colonne d'arc alors qu'une couche limite froide (températures inférieures à 3000K) s'écoule le long de la paroi anodique. Cette couche limite froide est progressivement chauffée, rendant la colonne de plasma turbulente en périphérie et diminuant le champ de claquage, ce qui permet l'accrochage de l'arc à l'anode par l'intermédiaire d'une colonne de connexion (cf. figure II-1).

1.1.3. Fluctuations de l'arc

Cette colonne de connexion est sujette à un allongement le long de la paroi de l'anode sous l'effet de forces de traînée de la couche limite plus froide (donc plus dense) que le plasma et de forces electro-magnétiques complexes. Cet allongement dépend beaucoup du rayon moyen de la colonne d'arc r_c , qui, pour un gaz plasmagène donné et un débit donné, croit avec la racine carrée du courant, par rapport au rayon interne r_d de la tuyère-anode. Lorsque la longueur de la colonne de connexion est trop grande, l'arc s'accroche en un autre point où le claquage devient possible. La fréquence d'accrochage croit lorsque la différence $r_d - r_c$ diminue.

Il existe plusieurs modes de déplacement du pied d'arc. Les deux principaux modes sont appelés mode oscillant (take-over) et mode claquage-réamorçage (restrike) : ils sont liés à l'épaisseur de la couche limite froide gainant la paroi de l'anode. Avec des gaz diatomiques, sauf à des courants élevés, le mode est généralement le restrike ; pour les gaz monoatomiques, le mode take-over prédomine.

• Le mode claquage-réamorçage est caractérisé par des sauts successifs de l'arc sur la paroi de l'anode. L'arc s'allonge jusqu'à ce que sa tension atteigne une valeur limite et se raccroche en amont de la tuyère, provoquant une chute de tension importante (jusqu'à 40V pour un plasma d'argon/hydrogène 40Nl.mn⁻¹, un courant d'arc de 500A et une tension moyenne de 65V). La tension d'arc présente des fluctuations en dents de scie typiques (cf. figure II-2). En mode claquage-réamorçage, l'épaisseur de la couche limite est relativement épaisse.

• Le déplacement du pied d'arc pour le mode oscillant s'effectue de manière moins discontinue, un accrochage démarre alors que l'autre n'est pas fini. Le point d'attache est relativement large sur l'anode et la tension d'arc est presque sinusoïdale. Avant de disparaître, le pied se transfère en un autre point sur la paroi anodique. Ce cas de figure

est caractérisé par une épaisseur de couche limite beaucoup plus faible que pour le mode claquage.



Figure II-1 : Schéma d'une torche en fonctionnement : accrochage de l'arc (DUSSOUBS, 1998).

Ces phénomènes réduisent l'érosion de l'anode en limitant le temps de séjour du pied d'arc au même endroit à des durées inférieures à 160-180µs. Cette durée d'accrochage dépend essentiellement de l'épaisseur de la couche limite froide : plus elle est épaisse, plus cette durée est grande. Cependant, l'usure creuse progressivement la paroi anodique et après quelques dizaines d'heures de fonctionnement, la durée de vie des pieds d'arc augmente avec l'usure de l'anode rendant l'usure de plus en plus exponentielle.

Les fluctuations du pied d'arc ont un effet notoire sur le plasma, l'augmentation de la longueur de l'arc accélère et échauffe davantage les gaz jusqu'au réamorçage de l'arc en un autre point ; le plasma s'écoule par bouffées dont la fréquence est comprise entre 3 et 10 kHz. Ceci est d'autant plus important pour la projection de zircone car elle ne peut se faire qu'avec des gaz diatomiques (au moins pour les torches conventionnelles) pour lesquels les fluctuations de tension peuvent attendre $\pm 30\%$.



Figure II-2 : fluctuations de la tension de l'arc d'un plasma Ar/H_2 (36/12 Nl.min), 500A, 65V, mesurées à l'oscilloscope (GUENADOU ET AL, 2005).

1.1.4. Ecoulement du plasma

Les plasmas d'arc soufflé sont caractérisés par des profils de vitesse en sortie de torche paraboliques, typiques d'un écoulement laminaire (SPORES ET AL, 1987). Ils sont le lieu de gradients radiaux de température et de vitesse très élevés : supérieurs à 3000K.mm⁻¹ (BETOULE ET AL, 1995) et supérieurs à 500m.s⁻¹.mm⁻¹ (PLANCHE ET AL, 1994) en sortie de torche ; les températures le long de l'axe du jet varient de 13000-14000K à 8000K (FAUCHAIS AND VARDELLE, 1997). En decà de 8000K le gaz n'est plus conducteur électrique et on ne peut plus parler de plasma. Les vitesses et températures axiales des gaz chutent rapidement lorsqu'on s'éloigne de la sortie de tuyère. Si le cœur du jet est laminaire, sa périphérie est turbulente et l'air ambiant est alors entraîné par le plasma par un processus d'engouffrement à une vitesse estimée entre 2 et 3m.s⁻¹ perturbant l'air environnant jusque 40cm autour de l'axe de l'écoulement. Cet engouffrement d'air (cf. figure II-3) est du à d'importants phénomènes de cisaillement qui produisent des anneaux de vortex autour du jet (dans les dix premiers millimètres en aval de la sortie de tuyère). Ces anneaux s'écoulent, fusionnent et produisent des tourbillons de grande amplitude qui entraînent l'air ambiant et accroissent la turbulence du plasma (avec une composante turbulente environ dix fois plus grande que les deux autres), conduisant à une chute des vitesses et des températures du jet. L'écart de densité de plus d'un ordre de grandeur entre le plasma et l'air ambiant entraîné empêche l'homogénéisation du mélange mais favorise le niveau de turbulence. Ces tourbillons d'air se divisent continuellement en tourbillons de plus en plus petits. C'est seulement en aval, lorsque les inclusions d'air sont suffisamment chauffées, que la diffusion aux frontières de celles-ci produit un écoulement turbulent homogène. Cette turbulence peut participer aux transferts de chaleur du plasma vers les particules. Elle est à l'origine du niveau sonore des écoulements plasma (130 dB) (SPORES ET AL, 1987).

Le plasma est donc sujet à diverses instabilités dont les temps caractéristiques diffèrent de plusieurs ordres de grandeur. Le plasma peut être observé à deux échelles de temps différentes :

• Entre 10⁻³s et 10⁻⁴s, le jet est fluctuant, du fait des instabilités du pied d'arc. L'effet non négligeable de ces fluctuations sur le traitement thermocinétique des particules a été étudié par MOREAU ET AL, 1987.

• Entre 10⁻¹s et quelques secondes, le jet de plasma est globalement stable. C'est en général ce que l'on considère pour déterminer les transferts plasma-particules contrôlant la projection.



Figure II-3 : Schéma de l'écoulement du plasma, interactions avec l'air environnant : ① Ecoulement laminaire, ② Début du développement de la turbulence, ③ Ecoulement cisaillé turbulent, ④ Ecoulement pleinement développé. (DUSSOUBS, 1998).

1.1.5. Rôle de la nature des gaz plasmagènes

La nature des gaz plasmagènes influe directement sur les traitements thermiques et cinétiques des particules. Le choix de ces gaz dépend de la température et de la difficulté de fusion ainsi que de la densité de la matière à projeter. Les gaz les plus couramment employés sont l'argon, le diazote, le dihydrogène, l'hélium et l'oxygène. L'utilisation d'argon est courante car ce gaz lourd confère au gaz plasmagène une quantité de mouvement plus importante que les autres gaz : il pousse le pied d'arc et accélère les particules. L'apport de dihydrogène dans le mélange permet d'accroître la conductivité thermique du plasma et donc d'améliorer le transfert de chaleur plasma-particules. L'utilisation d'hélium accroît la conductivité thermique (de façon moindre que celle du dihydrogène à T<10000K) et augmente la viscosité au-delà de 10000K, ce qui retarde le refroidissement du plasma par diffusion des inclusions d'air (PATEYRON ET AL, 1992). Le choix du mélange plasmagène est donc l'objet d'un compromis entre transfert cinétique et transfert thermique plasma-particules. Il est déterminant pour une bonne fusion et accélération des particules. Il a également une influence sur le déplacement du pied d'arc à l'anode. L'ajout d'un gaz de masse élevée (Ar ou N₂) possédant une quantité de mouvement suffisante pour accroître les forces de traînée qui repoussent l'arc en aval de la tuyère permet de limiter l'érosion de l'anode et d'augmenter sa durée de fonctionnement.

1.2. Interaction plasma-particules

1.2.1. L'injection des particules.

Un gaz porteur (usuellement argon) achemine de fines poudres $(10\mu m < d_p < 100\mu m)$ à travers l'injecteur jusqu'au cœur du plasma où elles sont accélérées et fondues avant d'impacter à forte vitesse la pièce à revêtir. L'injecteur est d'ordinaire perpendiculaire au jet de plasma, de diamètre interne réduit (1,2mm à 2mm) afin de limiter la dispersion du jet de poudre. Il peut être incliné par rapport à la normale à l'axe du jet de manière à optimiser le temps de séjour des particules dans le plasma. La position de la sortie d'injecteur par rapport à la sortie de tuyère et à l'axe de la torche est également importante puisqu'elle va définir (avec le débit de gaz porteur) la trajectoire du jet de poudre et donc le traitement thermique des particules par le plasma. Le débit du gaz porteur contrôle la quantité de mouvement des particules en sortie d'injecteur et détermine la trajectoire moyenne des particules dans le plasma. Il doit être l'objet d'un réglage particulier en fonction de la granulométrie de la poudre, du diamètre de l'injecteur, de sa localisation (interne ou externe à l'anode, position par rapport à l'axe du jet plasma) et de la quantité de mouvement du jet de plasma, afin de permettre un séjour optimal des particules dans le plasma et d'obtenir le meilleur rendement de projection. A débit trop faible, la quantité de mouvement transférée aux grains de poudre est insuffisante pour qu'ils soient correctement traités et ils restent en périphérie du jet, dans les zones froides du plasma. A débit trop élevé, les grains de poudre traversent le plasma et poursuivent leur trajectoire dans les zones froides diamétralement opposées, sans être suffisamment chauffés et accélérés (cf. figure II-4). Pour la plupart des poudres, la trajectoire est optimale lorsque la déviation angulaire avec le jet de plasma est de l'ordre de 3° à 4° (FAUCHAIS ET AL, 2001).

1.2.2. Dispersion du jet de poudre

Le plasma ainsi que le gaz porteur joue un rôle important sur la distribution des particules en vol qui doivent être traitées par la zone centrale du plasma. La vitesse d'injection des particules doit être ajustée en fonction de la quantité de mouvement p imposée aux particules par le plasma.

 $p = s \cdot \rho \cdot v^2$ (II-1) Avec *s* la surface apparente de la particule (m²), ρ la masse spécifique du plasma (kg.m⁻³) et *v* sa vitesse (m.s⁻¹). $\rho \cdot v$ représente le flux de masse.

Ceci permet de s'assurer que le plus grand nombre possible de particules ait un temps de séjour optimal (accélération et chauffage) dans le plasma (DUSSOUBS ET AL, 2000 ; WANG ET AL, 2004). La vitesse des particules, pour un injecteur de diamètre 1,6mm et une granulométrie [+15 ; -21 μ m] est de 30m.s⁻¹ lorsque le débit du gaz porteur d'argon est de 4,5L.mn⁻¹, (VARDELLE, 1987), dans les même conditions, elle est de 23m.s⁻¹ pour une granulométrie [+45 ; -90 μ m].



Figure II-4 : injection et déviation du jet de poudre dans le plasma : trajectoires de particules de zircone yttriée (8% wt), [+8 ; -25μ m] en fonction du débit du gaz porteur d'argon (VARDELLE ET AL, 1993).

Bien que le flux de particules suive une trajectoire moyenne, la dispersion de la poudre dans le jet de plasma est inévitable : la distribution radiale du flux de particules dans le jet de plasma est gaussienne, plus ou moins excentrée par rapport à l'axe du jet (VARDELLE ET AL, 2000). Plusieurs phénomènes contribuent à cette dispersion. Il a été montré que les fines particules doivent être injectées beaucoup plus rapidement que les particules de masse plus élevée pour qu'elles suivent des trajectoires similaires (VARDELLE, 1980). De plus, la quantité de mouvement d'une particule dépend de sa masse (fonction de sa masse spécifique et de son volume d_p^{-3} avec d_p , diamètre de la particule), le traitement cinétique des particules évolue donc selon le cube leur diamètre. Ainsi, la classe granulométrique de la poudre utilisée doit être sufficient particules (d_p^{max}) a set un hon comprendie entre une distribution comé et te

être suffisamment resserrée ($\frac{d_p}{d_p}^{max} \approx 2$ est un bon compromis entre une distribution serrée et

le coût de la poudre) afin de limiter la dispersion. Les rapports de diamètres des classes granulométriques telles que [+22 ; -45µm] ou [+45 ; -90µm] sont de 2. D'autres classes telles que [+5 ; -25µm] sont moins favorables à un traitement cinétique homogène : le rapport des diamètres extrêmes étant de 5, le rapport des masses est de 125, ce qui favorise la dispersion du jet de poudre dans le plasma. De plus, la turbulence du gaz porteur dans l'injecteur conduit les particules à se heurter entre elles et à impacter les parois de l'injecteur (Re > 2000, en général), ce qui implique une trajectoire divergente et ce, d'autant plus que les particules sont petites et de masse spécifique faible (comme l'alumine). Ainsi, la dispersion angulaire du jet de poudre en sortie d'injecteur peut atteindre 30° (VARDELLE ET AL, 1993).



Figure II-5 : Injection et déviation du jet de poudre dans le plasma : modélisation de la trajectoire de particules d'alumine en fonction de la granulométrie (PFENDER, 1989).

Les poudres de zircone de faible granulométrie $[+5; -25\mu m]$ garantissent une bonne fusion des particules par le plasma et permettent d'obtenir des dépôts denses, ce qui est indispensable pour la réalisation d'électrolytes solides (RENOUARD-VALLET, 2004). Les poudres de classe supérieure $[+22; 45\mu m]$ sont un bon compromis entre une bonne coulabilité et une fusion homogène. (BIANCHI, 1995; BARADEL, 1999). Les poudres de granulométries élevées $[+45; -90\mu m]$ et $[+10; 110\mu m]$ sont couramment utilisées pour l'industrialisation des barrières thermiques en raison de leur moindre coût et de la nécessité d'avoir des dépôts relativement poreux pour cette application.

La forte turbulence de l'écoulement du plasma provoque également la dispersion des particules les plus fines (cf. figure II-5). Il est possible d'obtenir une dispersion réduite et axisymétrique et une trajectoire plus proche du centre du jet en utilisant deux injecteurs diamétralement opposés et de deux distributeurs (WANG ET AL, 2004). Mais cette technique reste cependant limitée et peut ne pas apporter entière satisfaction (DUSSOUBS ET AL, 2000). Le seul moyen de resserrer efficacement le jet de poudre est d'utiliser un injecteur à double flux (RENOUARD-VALLET, 2004). Ce nouveau type d'injecteur est basé sur un système de confinement du jet de particules par un gaz de collimation. La poudre est injectée dans un tube central et autour de ce tube, un gaz est injecté pour faire office de gaz de confinement.

De plus les fluctuations périodiques de la tension d'arc induisent des fluctuations de puissance (FINCKE ET AL, 1995) qui affectent la trajectoire des particules. En effet, le temps de séjour des particules dans le plasma est de l'ordre de la milliseconde (PAWLOWSKI, 1995 ;

DUSSOUBS, 1998). Les temps caractéristiques des fluctuations d'un plasma pendant une projection sont plus longs que ce temps de résidence, sauf pour les fluctuations du pied d'arc qui opèrent à une fréquence plus élevée et ont une influence sur le parcours des particules, entraînant de fortes dispersions de leur traitement par le plasma. Ce phénomène est principalement du aux variations de $\rho .v^2$ dans le plasma (DUSSOUBS ET AL, 2000). Lors de leur injection, les particules traversent plus ou moins le plasma. Leur quantité de mouvement est constante alors que celle du plasma varie : les trajectoires sont donc différentes puisque les traitements cinétiques sont différents. Le problème est alors l'inertie des particules qui atteignent le plasma. Selon leur vitesse, les particules voient de 2 à 10 " bouffées " de plasma chaud. La figure II-6 résume les temps caractéristiques de la projection.



Figure II-6 : Echelles de temps des instabilités du plasma par rapport à la durée de traitement thermocinétique des particules (DUSSOUBS, 1998).

1.2.3. Transferts thermiques plasma-particules.

Les particules sont fondues au sein du plasma par divers mécanismes de transfert de chaleur, un bon transfert thermique conduisant à un état de fusion complet de la particule est déterminant pour la réalisation de dépôts denses.

Dans le plasma, autour de chaque particule, apparaît une couche limite thermique, caractérisée par un important gradient de température de l'ordre de 3000K à 10000K, au sein de laquelle se développent des phénomènes de convection et conduction, mécanismes

principaux de l'échauffement de la particule. On introduit ici, le nombre de Nusselt, *Nu* (-), décrivant l'influence relative de ces deux mécanismes :

$$Nu = \frac{h.d_p}{\kappa} \tag{II-2}$$

Avec h, coefficient de transfert thermique plasma-particules (W.m⁻².K⁻¹), κ , conductivité thermique du plasma (W.m⁻¹.K⁻¹).

Mais les mécanismes du transfert thermique entre le plasma et les particules doivent également tenir compte :

- des gradients thermiques importants entre le plasma et la particule,
- de la couche de vapeur entourant la particule et produisant un effet tampon,
- de l'effet Knudsen non négligeable dès que le diamètre des particules est inférieur à 30µm car le libre parcours moyen dans le plasma est seulement de quelques microns. (PFENDER, 1989).

Le nombre de Biot, *Bi* (-), est souvent utilisé pour estimer l'état de fusion et les gradient thermiques au sein d'une particule.

$$Bi = \frac{\overline{\kappa}}{\kappa_p} \tag{II-3}$$

Avec \overline{K} , conductivité thermique moyenne du plasma et K_p , conductivité thermique de la particule.

Si Bi < 0,01, alors la particule chauffe de façon isotherme, sans présenter de gradients thermiques dans son volume. C'est le cas des matériaux conduisant bien la chaleur (métaux, alliages, carbures).

Pour Bi > 0,01, les gradients thermiques doivent être considérés (PAWLOWSKI, 1995). Il se peut que les développements de ces gradients thermiques conduisent à un échauffement excessif des particules préjudiciable à la projection thermique. En effet, l'accumulation de chaleur en surface peut évaporer la superficie de la particule (sur une épaisseur de quelques microns) et réduire le rendement du procédé (défini comme le rapport de masse déposée sur la masse utilisée). De plus, ces vapeurs refroidissent le plasma (essentiellement par rayonnement (BOULOS ET AL, 1994)) et freinent le transfert thermique plasma-particules (PAWLOWSKI, 1995). Remarque importante : le nombre de Biot est utilisé pour déterminer si la température de la particule peut être considérée comme uniforme. Ceci n'est vrai que si la particule ne comporte qu'une phase. Si la particule est fondue superficiellement, il existe une grande différence de température entre la surface et le front de fusion, de plus, une température superficielle supérieure à la température de fusion du matériau ne garantit pas la fusion complète de la particule (surtout dans le cas de poudres céramiques). Le pourcentage de matière fondue de la particule dépend de sa taille, de sa diffusivité thermique, de la chaleur latente de fusion et du temps de résidence dans le plasma (ZHANG ET AL, 2003).

Ainsi, la dispersion des trajectoires des particules dans le jet de plasma, l'étendue de la classe granulométrique, les propriétés thermiques du matériau projeté impliquent des traitements thermiques différents suivant la particule considérée et sa trajectoire dans le plasma. Ce sont autant de facteurs pouvant conduire à une fusion partielle des particules en vol qui provoque la présence de particules partiellement ou totalement infondues dans le dépôt.

La distance de tir est également un paramètre important pour la qualité du dépôt. Elle doit être sujette à un réglage de manière à établir un compromis entre le risque des particules à se refroidir trop avant l'impact (parcours des particules de la sortie d'injecteur jusqu'au substrat trop long) et un échauffement exagéré de la surface à revêtir (sortie de torche trop rapprochée du substrat). En effet, le flux thermique transféré au substrat par le plasma croit exponentiellement avec l'inverse de la distance de tir (MONERIE-MOULIN, 1993).

1.2.4. Mesure et contrôle des températures et vitesses des particules dans le jet de plasma : DPV-2000

Cet instrument de mesure est un système optique qui détecte le rayonnement lumineux des particules, fonction de leur taille et de leur température et permet l'évaluation en ligne de leur vitesse, température et trajectoire en vol. L'état de fusion des particules est appréciable de même que la dispersion du jet de poudre dans le plasma dans un volume déterminé de 0,12mm³. Ainsi, un suivi précis de l'effet des conditions de projection sur les poudres peut être réalisé. Le DPV 2000 permet l'optimisation des conditions de tir et du choix granulométrique de la poudre. Les limitations du DPV-2000 proviennent de son incapacité à détecter les particules trop froides (seuil d'énergie IR) ou trop petites. De plus, on ne peut mesurer les températures et vitesses des particules avec cet instrument qu'en dehors du jet de

plasma qui occulte complètement l'émission des particules. Les particules de zircone sont aisément observables avec le DPV 2000 puisque leur température est comprise entre 2500 et 4000K mais les particules d'acier sont plus difficiles à voir en raison de leur température plus faible (entre 1400 et 2300K), ce qui est généralement compensé par des tailles de particules plus importantes. Par exemple la figure II-7 représente l'évolution de la vitesse moyenne des particules en fonction de l'enthalpie massique dissipée dans le plasma.



Figure II-7 : Vitesse de particules de zircone [+5 ; -25 μ m] dans un plasma Ar/H₂, tuyère 6mm (RENOUARD-VALLET, 2004).

2. GENERATION DES DEPOTS ET DES CONTRAINTES

2.1. Echelle des temps caractéristiques de la construction du dépôt

D'un point de vue microscopique, un dépôt plasma est constitué de l'empilement de la melles issues de l'étalement et de la solidification des particules de poudre fondues et accélérées par le plasma. L'étalement et la solidification d'une particule s'effectuent indépendamment des autres : la particule sur laquelle impacte une nouvelle est généralement solidifiée sauf dans des cas très particuliers de dépôts de zircone déposés en passes de plus de 100µm d'épaisseur). La durée séparant l'impact de lamelles au même endroit sur le substrat

est de l'ordre de 10μ s, soit environ plus de dix fois le temps de solidification d'une lamelle (VARDELLE ET AL, 2000). Cet empilement confère aux dépôts une structure lamellaire particulière anisotrope et hétérogène de lamelles individuelles.



Figure II-8: Temps caractéristiques de la construction du dépôt

Les temps pour qu'une nouvelle lamelle impacte au même endroit sont fonction du débit masse de poudre (1 à 8kg.h⁻¹), du rendement de dépôt (\approx 50%), de la granulométrie moyenne et de la masse spécifique des particules, de la vitesse de déplacement de la torche (de 10 à 300cm.s⁻¹). Ces paramètres conditionnent également la durée d'une passe. En moyenne l'épaisseur d'une passe est constituée de 3 à 15 particules empilées (chacune d'environ 1µm d'épaisseur).

La durée de réalisation d'une passe est fonction de la taille de la pièce à revêtir dont la longueur par exemple peut varier de 1cm à 15m. La figure II-8 résume ces temps caractéristiques.

Macroscopiquement, la construction du dépôt est conditionnée par les déplacements combinés de la torche (translation) et du substrat (rotation, par exemple). Le revêtement est ainsi constitué d'un certain nombre de passes (une passe est effectuée lors d'une demi-période du déplacement de la torche). Chaque passe est le résultat de la juxtaposition et du recouvrement plus ou moins important de cordons de dépôts.

2.2. Les lamelles

L'étalement des particules est l'une des plus importantes étapes de la projection plasma. La structure de la lamelle est déterminante pour la structure (adhésion et propriétés) du dépôt. Il faut cependant différentier les comportements d'étalement en fonction de la rugosité du substrat. Sur substrat lisse (substrat poli miroir – Ra<0,05), les particules arrivent fondues au contact du substrat à des vitesses de l'ordre de plusieurs centaines de mètres par seconde (FAUCHAIS ET AL, 2003) : ces vitesses élevées et la viscosité réduite des particules liquides conduisent à leur étalement sur le substrat pour former un film liquide dont l'épaisseur est de l'ordre de quelques micromètres. Sur un substrat rugueux (substrat sablé – Ra>0,5), l'étalement est totalement différent et la morphologie des lamelles dépend surtout de la topologie du substrat, de ses aspérités. L'impact et l'étalement d'une particule fondue ne sont pas des phénomènes très reproductibles (CEDELLE ET AL, 2004).

La phase d'étalement est un facteur déterminant pour la qualité des dépôts, elle est conditionnée par la tension la mouillabilité du substrat par les particules liquides incidentes, une bonne mouillabilité étant requise pour la réalisation de dépôts de qualité. L'état d'oxydation du substrat et sa rugosité influent sur la mouillabilité du substrat (AMADA ET AL, 2002, FAUCHAIS ET AL, 2003).

2.2.1. Cas d'une surface métallique lisse ($Ra < 0.05 \mu m$)

 α . Température de transition

Sur substrat lisse (en acier inoxydable, en superalliage, en zircone), des particules de zircone yttriée correctement fondues s'étalent en disque quelle que soit la vitesse incidente (<300m.s⁻¹) si la température superficielle du substrat dépasse 300°C. En dessous de 100°C, les lamelles sont éclatées, difformes (BIANCHI ET AL, 1997). Plusieurs études proposent diverses raisons à l'éclaboussement des particules (solidification rapide de la base de la lamelle, désorption des adsorbats (LI C.J. ET AL, 1998) et des condensats présents sur le substrat à l'impact, mauvaise mouillabilité (BIANCHI L. ET AL, 1994) sans que le phénomène soit réellement clarifié (CEDELLE ET AL, 2004). L'obtention de lamelles circulaires est grandement favorisée par un préchauffage du substrat (balayage du plasma devant le substrat sans injection de poudre). Ceci introduit la notion de température de transition T_i au delà de laquelle les lamelles réalisées sont circulaires, ce qui traduit un bon contact avec le substrat sur la majorité de sa surface, sauf vers le bord (BIANCHI, 1995). Toutefois, le préchauffage ne
doit pas induire un développement trop important de la couche d'oxyde en surface d'un substrat métallique : il doit être rapide avec une température juste légèrement supérieure à T_t en particulier pour les matériaux facilement oxydables comme les aciers bas carbone.

Dans le cas particulier de la zircone, lorsque la température du substrat est inférieure à T_i , les lamelles présentent peu de microfissures en raison du mauvais contact avec le substrat. Par contre, une température supérieure à la température de transition a pour conséquence des lamelles présentant beaucoup plus de microfissures. Le contact lamelle substrat est meilleur et donc la contrainte de trempe est plus importante (d'où une relaxation par microfissuration accentuée).

Lorsque la température du substrat augmente, la contrainte de trempe augmente aussi. Cette constatation est valable pour la majorité des matériaux (Figure II-9). Cependant, à partir d'une certaine température les particules métalliques fluent, ce qui relaxe les contraintes internes (CLYNE ET AL, 1996).



Figure II-9 : Influence de la température du substrat sur la contrainte de trempe (CLYNE AND GILL, 1996)

Il est souvent indispensable de préchauffer le substrat à revêtir de manière à garantir l'accrochage et la tenue mécaniques des premières couches déposées. Selon CEDELLE ET AL, 2005, le préchauffage du substrat au-delà de T_i engendrerait la formation de pics d'oxydes à l'échelle nanométrique en surface qui augmentent considérablement le nombre de points de contact entre les lamelles et le substrat. Ceci a pour effet d'accroître la mouillabilité du substrat au-delà de T_i et de diminuer la résistance thermique lamelle/substrat.

β . morphologies des lamelles

Sur un substrat lisse, lorsque la température du substrat est supérieure à T_t , l'étalement de la particule est quantifié par le degré d'étalement ξ , défini comme le rapport du diamètre de la lamelle sur le diamètre de la particule incidente :

$$\xi = \frac{D}{d} = \frac{2}{d} \sqrt{\frac{A}{\pi}}$$
(II-4)

Avec D, le diamètre de la lamelle, d, le diamètre de la particule, A, la surface de la lamelle.

Le diamètre d des particules en vol se mesure par 'Phase Doppler Anemometry' qui permet l'évaluation de la taille d'une particule sphérique en vol. Cette mesure n'est pas globale mais elle est focalisée sur une particule unique (WANG ET AL, 2004). Le diamètre D des lamelles est mesuré après projection par observation microscopique.



Figure II-10: Micrographies de lamelles de zircone sur substrat lisse, $T > T_t$ (BIANCHI, 1995)

MADEJSKI, 1976 a résolu les équations de la déformation radiale d'un cylindre liquide et sa solidification sur un substrat lisse, en tenant compte des forces de visqueuses et de surface. Il a caractérisé l'étalement des lamelles grâce aux nombres de Reynolds et de Weber de la particule incidente définis comme suit :

$$\operatorname{Re} = \frac{\rho_l \cdot d_p \cdot v^2}{\eta_l} \tag{II-5}$$

Avec ρ_l , la masse spécifique du liquide (kg.m⁻³), v, la vitesse de la particule à l'impact (m.s⁻¹), η_l , la viscosité de la particule (Pa.s).

$$We = \frac{\rho_l \cdot d_p \cdot v^2}{\sigma} \tag{II-6}$$

Avec σ , la tension superficielle de la particule (N.m⁻¹). Le nombre de Weber se traduit comme étant le rapport de l'énergie cinétique sur l'énergie de surface

Suivant les hypothèses, des expressions analytiques traduisent l'influence de Re et *We* sur le degré d'étalement. Ainsi, pour une goutte considérée isotherme pendant sa phase d'étalement, on a :

$$\frac{3\xi^2}{We} + \frac{1}{Re} \left(\frac{\xi}{1,2941}\right)^5 = 1$$
(II-7)

Pour des vitesses de particules de plusieurs centaines de mètres par seconde, le nombre de Weber devient relativement grand et le terme $\frac{3\xi^2}{We}$ peut être négligé (tout du moins au début de l'étalement). Dans ce cas, l'éq. II-7 s'écrit :

$$\frac{1}{\text{Re}} \left(\frac{\xi}{1,2941}\right)^5 = 1$$
 (II-8)

AMADA ET AL, 2001 ont également démontré que la mouillabilité des particules incidentes a une influence notable sur le degré d'étalement pour des nombres des Reynolds élevés et des nombres de Weber faibles (phénomène observé pour des particules métalliques).

Ainsi, en considérant la mouillabilité et en reprenant l'éq. II-7, l'expression devient (BENNETT ET AL, 1993)

$$\frac{3[(1-\cos\theta)\xi^2 - 4]}{We} + \frac{1}{Re} \left(\frac{\xi}{1,2941}\right)^5 = 1$$
(II-9)

Avec θ , l'angle de contact à l'équilibre de la gouttelette (°).

D'après les résultats obtenus grâce à un modèle numérique développé par PASANDIDEH-FARD ET AL, 1996 basé sur la résolution des équations de Navier-Stokes et de l'équation de conservation de l'énergie, l'étalement d'une particule d'alumine de $50\mu m$ de diamètre impactant à une vitesse de $200m.s^{-1}$ sur de l'acier préchauffé à 500K s'opère en $5\mu s$. A la fin de l'étalement, la lamelle est presque solidifiée. La solidification est totale à $10\mu s$ et l'équilibre thermique avec le substrat (annulation des gradients thermiques) est atteint en $70\mu s$

(figure II-11). Cependant, il est important de noter que les résultats de ces calculs dépendent énormément de la résistance thermique de contact (R_{th}) entre la lamelle et le substrat. PASANDIDEH-FARD ET AL, 1996 ont obtenu ces résultats en considérant une R_{TH} de 10^{-6} m².K.W⁻¹. Si la valeur de la R_{TH} est 10^{-8} m².K.W⁻¹, les temps sont réduits d'un ordre de grandeur.



Figure II-11 : Les différentes échelles de temps intervenant dans les phases d'étalement et refroidissement de la lamelle d'alumine impactant à 200m.s⁻¹ et 2800K sur un substrat lisse d'acier inoxydable préchauffé à 500K.

Ces résultats numériques peuvent être mis en parallèle avec une étude expérimentale réalisée par BIANCHI ET AL, 1994. Les auteurs ont établi qu'une particule de zircone projetée sur de l'acier préchauffé à 473K s'étalait complètement (en moins de $1,5\mu$ s) mais que la solidification commençait avant la fin de l'étalement.

Par contre, quand la température du substrat est inférieure à T_t , les lamelles sont déchiquetées et de la matière est éjectée du centre vers la périphérie de la lamelle. BIANCHI, 1995 a étudié la morphologie de lamelles de zircone sur substrat acier lisse inoxydable 304L préchauffé à 75°C (température inférieure à T_t). Les observations microscopiques suivantes (figure II-12) montrent la morphologie des lamelles.



Figure II-12 : Micrographies de lamelles de zircone sur substrat lisse, $T < T_t$ (BIANCHI, 1995)

γ. Résistance thermique de contact

CEDELLE ET AL, 2005 ont mesuré, en fonction de la température de préchauffage du substrat, les vitesses de trempe de lamelles millimétriques de nickel produites par l'impact de gouttes millimétriques. Les lamelles déchiquetées, étalées sur substrat froid (température ambiante) présentent des vitesses de refroidissement relativement faibles (de l'ordre de 10^4 K.s⁻¹). Sur substrat chaud (température supérieure à T_t), les lamelles circulaires, de forme régulière affichent quant à elles des vitesses de refroidissement beaucoup plus élevées (5.10⁴ à 7,5.10⁴K.s⁻¹). Le contact thermique est amélioré lorsque $T > T_t$.

L'analogie peut être faite avec la projection de zircone. Des mesures pyrométriques de vitesse de trempe réalisées par BIANCHI, 1995 montrent des vitesses de trempe moyennes de 409K.µs⁻¹ lorsque le substrat est maintenu à 300°C (lamelles circulaires) contre seulement 85K.µs⁻¹ pour une température de substrat de 75°C (lamelles déchiquetées). Lorsque $T > T_t$ la R_{TH} est très faible (de l'ordre de 10⁻⁸m².K.W⁻¹). Par contre, si la température du substrat est inférieure à T_t , la lamelle présente un mauvais contact avec son substrat : R_{TH} est supérieure à 10⁻⁶m².K.W⁻¹. Il est important de noter que T_t dépend du matériau projeté et du substrat.

Il est certain que l'interface entre la lamelle et le substrat joue un rôle capital dans le refroidissement et la morphologie des lamelles (BIANCHI ET AL, 1997 ; VARDELLE ET AL, 1994 ; AMADA ET AL, 2003), elle n'est cependant pas prise en compte dans le modèle développé pour cette étude (la considération des phénomènes particuliers interfaciaux nécessiterait de prendre en compte la couche d'oxyde superficielle, les phénomènes hydrodynamiques d'étalement, la mouillabilité...). Les raisons physicochimiques de ce phénomène sont encore mal comprises, les explications possibles sont diverses (désorption des adsorbats et condensats, amélioration de la mouillabilité (FAUCHAIS ET AL, 2003)).

Le refroidissement de la lamelle s'effectue essentiellement par conduction thermique à l'interface, il est donc conditionné par la qualité du contact entre la lamelle et le substrat (ou la couche de dépôt précédemment déposée). En effet, seule une fraction de la surface de la lamelle est en contact avec la couche inférieure (entre 20 et 30 %). L'interface est alors divisée en régions de bon contact thermique (contact direct lamelle-substrat) où le contact peut être considéré parfait et mauvais contact thermique (présence d'oxydes, d'inclusions gazeuses). Ainsi, l'interface est caractérisée par un coefficient global d'échange thermique *h* quantifiant les échanges thermiques avec la lamelle et influant directement sur la vitesse du refroidissement (comprise entre 10^8 à 10^9 K.s⁻¹ pour de la zircone yttriée sur substrat acier poli (BIANCHI ET AL, 1997)). Selon RUHL, 1968, les facteurs les plus importants, conditionnant le refroidissement sont la qualité du contact thermique ainsi que l'épaisseur de la lamelle. Ces influences sont traduites par le nombre de Biot, *Bi* (-).

$$Bi = \frac{h.e_p}{\kappa_s} \tag{II-10}$$

Avec h, coefficient d'échange thermique à l'interface, e_p , l'épaisseur de la lamelle, κ_s , la conductivité thermique du substrat.

L'efficacité du transfert thermique peut également s'exprimer grâce à la résistance thermique de contact R_{th} , définie comme l'inverse du coefficient d'échange interfacial h; plus elle est faible, meilleur est le contact.

Le nombre de Biot permet, selon sa valeur, de classer le refroidissement de la lamelle en trois catégories :

Bi>30 : le contact thermique est considéré parfait, la résistance thermique de contact est très faible (inférieure à 10⁻⁸m².K.W⁻¹), le refroidissement est qualifié d'idéal.

- Bi < 0,1, le transfert thermique à l'interface est limitant, la résistance thermique de contact est élevée (en général supérieure à 10^{-6} m².K.W⁻¹) et le refroidissement de la lamelle est isotherme.
- 0,01<*Bi*<30, le refroidissement est qualifié d'intermédiaire.

Le refroidissement de la lamelle conditionne sa microstructure. La solidification débute à l'interface entre la lamelle et le substrat (ou les couches de dépôt précédentes). Dans le cas d'un bon contact thermique interfacial, d'importants gradients de température existent au sein de la lamelle. La nucléation est hétérogène et le front de solidification se déplace rapidement à travers la lamelle, jusqu'à son sommet (à plusieurs dizaines de centimètres par seconde - (SAMPATH ET AL, 1989). La température du liquide restant s'élève (à cause de l'évacuation de la chaleur latente de fusion) et le refroidissement rapide de la lamelle est propice à une orientation de croissance cristalline privilégiée. Il se forme des structures colonnaires perpendiculaires à l'interface, typiques de très faibles résistances thermiques de contact interfaciales. La vitesse de refroidissement de la lamelle est comprise entre 4.10⁸ K.s⁻¹ et 5.10⁹ K.s⁻¹ (VARDELLE ET AL, 1994). D'autres observations microscopiques montrent des microstructures équiaxes granulaires : ces types de croissances cristallines sont favorisés par une résistance thermique de contact élevée, caractéristiques des refroidissements isothermes pour lesquels l'orientation de cristallisation perpendiculaire à l'interface est moins favorisée (PAWLOWSKI, 1995), (la vitesse de refroidissement de la lamelle est inférieure à 10⁸K.s⁻¹ (VARDELLE ET AL, 1994).

2.2.2. Cas d'une surface rugueuse ($Ra > 0.5 \mu m$)

Bien que l'étude de l'impact des lamelles soit plus aisée sur substrat lisse, la grande majorité des substrats destinés à recevoir un dépôt plasma sont sablés afin de leur conférer une rugosité garantissant l'adhérence du dépôt. En raison des aspérités de surface, l'étalement est réduit et l'épaisseur des lamelles est plus importante que sur substrat lisse. Le refroidissement des lamelles est donc plus lent. Elles sont également plus déchiquetées. Sachant que l'accrochage mécanique dépend des aspérités de surface, la taille de ces dernières doit être optimisée, pour cela R_t doit être adapté de manière à ce que le diamètre des lamelles soit compris entre 2 et $3R_t$. R_t est une grandeur qui caractérise la distance entre le pic de rugosité le plus élevé et le creux le plus profond ($R_t \approx 8Ra$)

$$Ra = \frac{1}{l} \int_{0}^{l} |y| dx$$
 (II-11)

Avec l, longueur de la surface analysée

L'effet de la température du substrat sur la morphologie des lamelles est toujours sensible pour un substrat rugueux. Bien que non circulaires, les lamelles sont plus compactes si elles s'étalent sur un substrat chaud (300°C) que sur substrat froid (75°C) (BIANCHI ET AL, 1997) (cf. figure II-13) à cause des écoulements dans les aspérités. L'accrochage des lamelles a d'ailleurs été quantifié et s'avère de 3 à 4 fois plus important lorsque la température du substrat dépasse la température de transition.



Figure II-13 : Micrographies de lamelles de zircone sur substrat rugueux a.) $T > T_t$ b.) $T < T_t$ (BIANCHI, 1995)

2.2.3. Impact et accrochage

L'accrochage des lamelles sur substrat lisse peut être excellent lorsque un composé intermédiaire se forme à l'interface (par exemple, on observe la formation de $TiAl_2O_5$ lors de la projection d'alumine sur du titane) ou par adaptation de la structure cristalline.

Cependant, dans le cas général des projections industrielles, le principal mécanisme d'adhésion des lamelles sur le substrat est l'accrochage mécanique qui résulte de la contraction des lamelles, pendant leur refroidissement, autour des irrégularités de la surface. On doit cependant constater que le préchauffage du substrat joue également un rôle : il améliore le contact entre la lamelle et la surface. En effet, si sur un substrat froid l'adhésion d'un dépôt de zircone atteint au mieux 30MPa, le même substrat préchauffé permet de dépasser 60MPa. (BIANCHI, 1995). La rugosité (Ra) du substrat est obtenue par sablage de la surface et sa valeur dépend essentiellement de la taille de l'abrasif. Il est important que la hauteur des aspérités soit adaptée à la taille des lamelles. Un sablage trop long ou avec un abrasif usagé peut s'avérer préjudiciable à l'adhésion à cause de l'incrustation de résidus de sablage (MELLALI ET AL, 1996). L'opération de sablage, généralement indispensable à l'adhésion du dépôt, est à l'origine de l'apparition d'un champ de contrainte superficiel dans le substrat. Les impacts de l'abrasif sur la pièce créent une forte compression de surface, affectant le niveau de contrainte sur plusieurs centaines de microns (figure II-14), atteignant des valeurs de plusieurs centaines de MPa. De tels niveaux de contrainte déforment les pièces dont la rigidité est réduite même lorsque le sablage est effectué des deux côtés. Parfois, on s'affranchit des contraintes de sablage en faisant subir à la pièce un traitement thermique de recuit de recristallisation (DE SMET, (1963).



Figure II-14 : Profil de contraintes dans un substrat AISI 304L sablé des deux cotés (LIAO ET AL, 1997).

Après sablage, la surface doit être nettoyée par un passage de la pièce dans un bain à ultrasons.

L'adhésion mécanique des dépôts est tributaire de la surface de contact des lamelles. Elle est accrue si leur surface de contact est importante. Les lamelles éclatées et dispersées aussi bien que les lamelle circulaires et régulières n'ont qu'une partie réduite de leur surface réellement en contact avec le substrat. Cependant, des observations de coupes de lamelles de Molybdène réalisées par HOUBEN, 1988 révèlent que les lamelles éclatées ont une surface de contact avec le substrat bien moindre que les lamelles circulaires (appelées "pancakes"). C'est pourquoi l'adhésion des dépôts dont les premières lamelles déposées ont une morphologie de "pancake" est meilleure. De plus, la présence d'oxydes en surface ou l'inclusion de poches gazeuses réduit l'adhésion des dépôts : ces inconvénients de la projection sous atmosphère peuvent être supprimés lors d'une projection sous pression réduite (VPS) (PAWLOWSKI, 1995).

2.3. Projection d'une passe

2.3.1. Le cordon de projection

La distribution radiale du flux de particules dans le jet de plasma étant gaussienne (cf. §1.1.2.), chaque passage de l'échantillon devant le jet de poudre a pour conséquence la formation d'un cordon gaussien de dépôt dont les dimensions dépendent du débit de poudre, du rendement de projection (rapport des masses de poudre déposée et projetée) et de la vitesse d'éclairement (vitesse relative torche/substrat). Pour une distance de projection fixée, ces paramètres conditionnent l'épaisseur du cordon qui peut alors varier d'une couche discontinue de particules à une couche de plusieurs dizaines de microns d'épaisseur voire plus.

Thermiquement, la température du cordon dépend de l'énergie thermique apportée par les particules, elle dépend donc de son épaisseur. Ainsi, plus le cordon est épais, plus il apporte de chaleur à la pièce à revêtir. Dans le cas d'un matériau réfractaire, les gradients thermiques entre le substrat et le cordon sont à l'origine de contraintes thermiques qui peuvent provoquer la fissuration voire le délaminage du dépôt (WATSON ET AL, 1984). Le recouvrement des cordons est déterminé par le pas de la torche (distance parcourue par la torche lors d'une rotation du substrat autour de son axe pour un tir avec un porte substrat cylindrique, ce qui est le cas du dispositif de mesure des contraintes utilisé). Le taux de recouvrement est également un critère pouvant être à l'origine d'un endommagement du dépôt. En effet, BERNARD ET AL, 1990 ont observé une fissuration du dépôt pour des taux de recouvrement élevés (recouvrement supérieur à 90%), ceci en raison de la répétition de l'apport de chaleur par le flux thermique du plasma et des cordons lors des rotations successives du substrat. Ces endommagements n'ont pas été observés pour des taux de recouvrement inférieurs à 50% (cf. figure II-15).



Figure II-15 : schéma du mode de recouvrement des cordons de projection pendant une projection plasma (BIANCHI, 1995)

La réalisation d'une passe de projection d'épaisseur homogène et exempte de fissures doit donc être un compromis entre l'épaisseur des cordons et leur taux de recouvrement. Une vitesse d'éclairement élevée (supérieure à 1m.s⁻¹) et un taux de recouvrement de l'ordre de 50% permettent de limiter l'épaisseur des cordons et le cyclage thermique provoqué par le flux thermique du plasma.

L'épaisseur des cordons de projection détermine l'épaisseur de la passe. Si cette épaisseur est inférieure à 10μ m, les gradients thermiques dans la passe sont limités car l'évacuation de leur chaleur (principalement à travers le matériau) est facilitée. Par contre, des épaisseurs supérieures à 10μ m peuvent s'avérer problématiques pour une bonne évacuation des gradients thermiques surtout dans les matériaux réfractaires. L'énergie thermique accumulée dans la passe est plus importante et donc plus difficile à évacuer ce qui peut considérablement augmenter la température du dépôt. Il est même possible d'obtenir une passe complète en fusion à partir d'épaisseurs de plus de 100μ m.

2.3.2. Température moyenne de projection

L'histoire thermique de la pièce revêtue pendant la projection est déterminante dans le développement des contraintes résiduelles. C'est pourquoi cette étude nécessite la connaissance des évolutions de températures des pièces ainsi que la nature des différents paramètres ayant une influence sur ces évolutions.

Chaque projection est généralement précédée d'une phase de préchauffage (cf. §2.2.4). La température du substrat est le résultat d'un équilibre entre les flux thermiques transférés au substrat par le plasma et le dispositif cryogénique ou de refroidissement par jet d'air et les échanges convectifs entre l'atmosphère ambiante et le substrat. Ainsi, depuis l'ambiante, la température de la pièce s'élève jusqu'à sa température de préchauffage. Sa valeur et la durée nécessaire à son établissement, pour des conditions plasma fixées, dépendent respectivement de la température de l'atmosphère environnant le substrat et du coefficient d'échange thermique, dans le cas de plaquettes de faible épaisseur.

L'injection des particules dans le plasma et leur impact sur le substrat constitue une nouvelle source d'énergie thermique pour le substrat. C'est pourquoi la température moyenne de la pièce s'élève après l'injection des poudres pour atteindre sa température de projection (de quelques degrés Celsius à plusieurs dizaines de degrés Celsius plus élevée que la température de préchauffage).

Sur la figure II-16, nous pouvons observer l'évolution de la température du substrat :

- L'établissement de la température de préchauffage (1).
- L'échauffement dû à l'empilement des particules sur la pièce (2)

• L'effet du transfert thermique entre le cordon de projection et le substrat (3) et celui lié à une passe (4).





2.3.3. Rôle du dispositif cryogénique

D'une manière générale, pour limiter l'échauffement excessif de la pièce à revêtir, des jets d'air sont disposés autour du dispositif de projection. Seulement, l'air ne permet qu'un

contrôle limité de la température de projection. C'est pourquoi on peut être amené à utiliser une technologie plus coûteuse mais plus efficace : la cryogénie (BARADEL, 1999). Le dispositif cryogénique consiste en la pulvérisation d'une masse liquide fractionnée en une multitude de petites gouttes destinée à contrôler la température de projection de la pièce à revêtir. Cette opération a pour résultat d'augmenter considérablement la surface d'échange entre le liquide et le milieu dans lequel il pénètre et d'intensifier les échanges thermiques entre le liquide et la pièce, (MEILLOT, 1995).



Figure II-17: Photographie du dispositif cryogénique CO2 dans une cabine de projection

Les deux principaux liquides utilisés au Laboratoire de Projection Thermique du CEA Le Ripault sont l'argon et le dioxyde de carbone. De température d'évaporation plus élevée (-80°C), le dioxyde de carbone offre cependant une capacité de refroidissement plus importante que l'argon (température d'évaporation = -180° C) en raison de son importante chaleur latente d'évaporation (571kJ.kg⁻¹ pour le CO₂ contre 161kJ.kg⁻¹ pour l'argon). De plus la pression d'utilisation étant plus élevée (1,3 à 2MPa pour le CO₂ liquide et moins de 0,2MPa pour l'argon liquide), la cryogénie CO₂ est en général plus stable qu'un dispositif à argon liquide, sujet à davantage de fluctuations. Par contre l'argon a l'avantage d'être un gaz neutre qui peut s'avérer indispensable pour la projection de poudres métalliques oxydables. (WWW.AIRLIQUIDE.COM).

2.4. Développement des contraintes durant la projection.

Les différentes étapes de la projection plasma (préparation du substrat, réalisation du dépôt, refroidissement de la pièce revêtue) sont à l'origine du développement de contraintes internes à la pièce revêtue nommées contraintes résiduelles, c'est à dire des contraintes présentes dans le matériau en l'absence de forces extérieures ou d'autres sources extérieures (gradients thermiques, par exemple). Elles peuvent être dommageables aux propriétés du dépôt, voire même à son intégrité et sont considérées comme la somme algébrique de contraintes de différentes contributions :

• La contrainte de sablage (cf. §2.2.3.).

• A la suite de leur écrasement sur le substrat, les particules subissent un refroidissement très rapide (cf. \$2.2 - vitesse de refroidissement de l'ordre de 10^8 K.s⁻¹ (BIANCHI ET AL, 1997)), l'adhésion mécanique avec la couche sous-jacente freine la violente contraction de la lamelle : une contrainte de tension, appelée contrainte de trempe, se développe au sein de la lamelle. Ces contraintes s'additionnent avec l'empilement des lamelles.

• Les contraintes dues aux gradients thermiques générés par les passages successifs de la torche au même endroit et fonction également de l'épaisseur du dépôt et de ses propriétés thermiques.

• Pendant la projection, la température du substrat revêtu est supérieure à la température ambiante et lors du refroidissement post-projection, l'écart entre les coefficients de dilatation du substrat et du dépôt entraîne le développement d'un nouveau type de contrainte généralement nommée contrainte thermique.

• Les contraintes liées au changement de phase se développent si un matériau (dépôt ou substrat) subit une transformation de phase avec changement du volume cristallin. Cependant, une stabilisation des matériaux de projection est généralement effectuée (ajout d'yttrine à la zircone) de manière à s'affranchir des ces contraintes supplémentaires.

2.4.1. La contrainte de trempe

α. Développement de la contrainte de trempe

Lorsqu'une particule s'écrase (sur le substrat ou sur les particules déjà étalées), elle se déforme, se solidifie et subit une trempe jusqu'à la température du substrat (PAWLOWSKI, 1995). Sa contraction liée à son refroidissement est freinée par son adhésion au substrat, ceci conduit au développement d'une contrainte en tension au sein de la lamelle communément nommée contrainte de trempe (KURODA ET AL, 1992). En première approximation, en considérant une lamelle purement élastique et dont le retrait est bloqué par l'interface, le niveau de la contrainte de trempe σ_q est donnée par (KURODA ET AL, 1991):

$$\sigma_q = \alpha_0 E_0 (T_F - T_p) \tag{II-12}$$

Avec α_0 , coefficient de dilatation de la lamelle (K-1), E_0 , le module d'Young de la lamelle (Pa), T_F , la température de fusion de la lamelle (K), T_n , la température du substrat (K).

Ainsi, pour un refroidissement de 100K, la contrainte de trempe théorique développée dans une particule d'alumine dépasse la valeur de 100MPa, ce qui est bien supérieur aux valeurs expérimentales (KURODA ET AL, 1991). En effet, quel que soit le matériau déposé, des phénomènes de relaxation importants entrent en jeu et réduisent très significativement la valeur de σ_q . Ces modes de relaxation diffèrent suivant la nature du matériau déposé (figure II-18) : au sein des lamelles, les mécanismes sont la microfissuration dans le cas des céramiques et le fluage et la déformation plastique pour les métaux (CLYNE ET AL, 1996). Il est également possible que des contraintes soient relaxée par glissement des lamelles (les une par rapport au autres ou par glissement interfacial avec le substrat). Dans ce cas, une telle relaxation des contraintes peut traduire une mauvaise cohésion du dépôt et/ou une mauvaise adhérence.



Figure II-18 : Représentation schématique des différents modes de relaxation au sein d'une lamelle (KURODA ET AL, 1991).

β . Mesure et phénomènes de relaxation

La valeur de la contrainte de trempe devient indépendante de la nature du substrat et de son état de surface dès que l'épaisseur du dépôt atteint la dizaine de microns (KURODA ET AL, 1990) : elle ne dépend plus que des caractéristiques d'impact des gouttelettes et de la température du matériau sous-jacent (KURODA ET AL, 1995). Elle peut être évaluée par une mesure in-situ de l'évolution de la courbure du substrat pendant la projection à condition de connaître le coefficient de Poisson et le module d'Young du dépôt. De telles mesures ont été réalisée par GILL ET AL, 1990 ; KURODA ET AL, 1991, 1992 ; BIANCHI, 1995 ; BARADEL, 1999 ; MATEJICEK ET AL, 2003.

Selon leur sensibilité au fluage, les dépôts métalliques sont le lieu de contraintes de trempe de l'ordre de 100MPa (dépôts de nickel ou d'aluminium, très sensibles au fluage) à plus de 300MPa (pour les alliages à bonne tenue mécanique à haute température). Le niveau de la contrainte de trempe est beaucoup plus faible (inférieur à 50MPa) pour les matériaux céramiques en raison de leur comportement fragile et de leur mauvaise tenue mécanique en tension. Le développement de la contrainte de trempe dans les dépôts céramiques s'accompagne de la propagation d'un réseau dense de microfissures, perpendiculaire à la surface de la lamelle (voir figure II-19), microfissures qui relaxent les contraintes de trempe.

D'ailleurs, la température de projection a une influence directe sur la valeur de la contrainte de trempe.



Figure II-19 : Micrographie d'une lamelle de zircone, mise en évidence de la relaxation des contraintes par microfissuration (BIANCHI, 1995)

En général, une température de substrat superficielle plus élevée implique un meilleur accrochage mécanique ce qui tend à augmenter la contrainte de trempe. Cependant un matériau sensible au fluage verra sa contrainte de trempe diminuer avec la température de projection (dépôt de nickel ou d'aluminium par exemple) (KURODA ET AL, 1995). Pour les matériaux résistants au fluage (type molybdène), à basses températures (températures pour lesquelles le comportement en fluage du matériau est négligeable), la contrainte de trempe dépend directement de la qualité du contact interlamellaire, alors qu'aux hautes températures, les propriétés mécaniques du matériau sont mises en jeu.

γ. Conséquences liées à l'apparition de la contrainte de trempe

Selon KURODA ET AL, 1995, l'apparition de la contrainte de trempe a une influence remarquable sur les propriétés mécaniques des dépôts (Ni-20Cr et alumine notamment) ce qui peut s'expliquer par la dépendance de l'accrochage mécanique des lamelles avec la température de la surface sur laquelle elle s'étale. En effet, il est admis que l'adhésion des lamelles est améliorée lorsque la température du dépôt et du substrat augmente durant la projection et lorsque la température de préchauffage du substrat est plus importante. Au fur et à mesure de la construction du dépôt, l'amélioration de la liaison interlamellaire réduit la contraction des lamelles liée à leur trempe, ce qui conduit à une contrainte de trempe plus élevée. Ceci implique également un lien plus fort entre les lamelles au sein du dépôt donc une contrainte de trempe plus élevée : les propriétés mécaniques du dépôt sont améliorées.

Au delà d'une certaine température de projection, les métaux sont plus sensibles aux phénomènes de relaxation par fluage. On observe une baisse des propriétés mécaniques avec l'augmentation de la température de projection.

2.4.2. La contrainte de gradient de température

a. Origine

Un aspect important de la projection thermique est le transfert de flux thermiques de haute intensité au substrat. Deux types de flux doivent être différenciés : le flux provenant du plasma (compris entre 1 et 2MW.m⁻² pour la projection de zircone à 100-120mm – cf. chapitre 2 §1.2.3) imposé pendant quelques millisecondes à chaque rotation et le flux thermique provenant du refroidissement des particules après leur étalement. Ce dernier génère un gradient thermique dans la passe d'autant plus important que celle-ci est épaisse et que le matériau est mauvais conducteur (c'est le cas de la zircone). Ces gradients thermiques provoquent une dilatation différentielle selon la profondeur dans le matériau et modifient l'équilibre mécanique local. Ainsi, des contraintes se développent dans les zones exposées à ces flux et disparaissent aussitôt que les gradients thermiques sont dissipés à moins que les niveaux de ces contraintes aient dépassé la limite élastique intrinsèque du matériau sollicité.

β. Conséquences

Ces contraintes, directement liées à la cinématique de projection et à la qualité du transfert thermique entre la pièce et son environnement, sont vouées à se dissiper dès qu'un équilibre thermique est retrouvé au sein de la pièce revêtue. Seulement, dans le cas d'un dépôt de faible adhérence ou d'un cyclage thermique particulièrement sévère (température de superficielle du dépôt fluctuant de plusieurs dizaines de degrés pendant la projection), ces contraintes peuvent endommager le dépôt jusqu'à provoquer son décollement. C'est pourquoi le contrôle de ces contraintes par la limitation des fluctuations de température et des gradients thermiques est nécessaire à la bonne tenue du revêtement. L'utilisation de jets d'air ou de dispositifs cryogéniques embarqués sur la torche plasma réduit les gradients thermiques et permet de contrôler ces fluctuations. Les contraintes résultantes sont alors limitées.

2.5. Fin de projection, refroidissement de la pièce revêtue

En fin de projection, le bilame se refroidit lentement depuis la température moyenne de projection jusqu'à la température ambiante (généralement entre 20 et 30°C). L'établissement de la contrainte de trempe est à l'origine de l'état de tension du champ de contraintes dans le dépôt. La modification de l'équilibre mécanique lors du refroidissement final peut modifier le signe de ce champ de contraintes selon le signe du différentiel de dilatation ($\alpha_d - \alpha_s$).

2.5.1. La contrainte thermique

 α . Origine de la contrainte thermique

La contrainte thermique se développe lorsque, en fin de projection, le substrat et le dépôt refroidissent. Le différentiel de dilatation thermique entre les deux matériaux, provoqué par l'écart entre les coefficients de dilatation thermique du substrat et de son dépôt, est à l'origine de l'apparition de ces contraintes résiduelles inhérentes à la température de projection, généralement supérieure à la température ambiante. En effet, au refroidissement, le retrait libre du dépôt est différent de celui du substrat. Or l'adhésion du dépôt impose une continuité des déformations. Ainsi, un gradient de contraintes se développe dans l'épaisseur du bicouche ce qui se traduit par une mise en flexion de l'ensemble substrat-dépôt.

Ce type de contrainte n'est pas spécifique à la projection thermique et intervient dans de nombreux secteurs de l'industrie composite : la théorie spécifique à ce phénomène est relativement bien connue (HSUEH, 1991).

Trois cas de figure sont envisageables selon la valeur du coefficient de dilatation du dépôt (α_d), relativement à celle du substrat (α_s) (figure II-20) :

- α_d > α : la contrainte thermique est en tension dans le dépôt et en compression dans le substrat.
- $\alpha_d = \alpha_s$: la contrainte thermique dans le dépôt est nulle
- $\alpha_d < \alpha_s$: la contrainte thermique dans le dépôt est en compression



• Figure II-20 : Schéma explicatif de la relation entre le signe de $(\alpha_d - \alpha_s)$ et celui de la contrainte thermique. La zone en grise correspond à la zone en compression, la zone blanche, en tension.

Etant donné que la contrainte thermique est proportionnelle à la différence entre les coefficients de dilatation thermique des matériaux du substrat et du dépôt $(\alpha_d - \alpha_s)$ et à l'écart de la température de projection à la température ambiante $(T_p - T_{amb})$, plus la température de projection est élevée et/ou plus les coefficients de dilation sont éloignés et plus la contrainte est importante. L'interface dépôt-substrat est le lieu d'une discontinuité de contrainte pouvant s'avérer dommageable. Il est donc parfois judicieux de prévenir un délaminage interfacial en réalisant une sous-couche d'accrochage de faible épaisseur (quelques dizaines de microns) dont le coefficient de dilatation est intermédiaire afin de réduire la discontinuité de contrainte (HOBBS ET AL, 1987).

2.5.2. Contrainte résiduelle

La fin du refroidissement du substrat revêtu constitue également la fin de son histoire thermomécanique, son état de contrainte correspond à la contrainte résiduelle. La contrainte résiduelle au sein d'un dépôt plasma est donc la somme algébrique des deux contributions : contrainte de trempe et contrainte thermique.

La contrainte de tempe au sein d'un dépôt de zircone yttriée est toujours en tension et n'excède pas les 50MPa (MATEJICEK ET AL, 2003) en raison du caractère fragile du dépôt et de l'importante microfissuration qui accompagne sa réalisation. L'utilisation de substrats métalliques pour la réalisation de dépôts de YSZ implique un différentiel de dilatation $(\alpha_d - \alpha_s)$ positif : une contrainte thermique en compression se développe dans le dépôt.

Avec une contrainte de trempe en tension de l'ordre de quelques dizaines de MPa, il est possible que le champ de contraintes résiduelles soit en tension (si la contrainte thermique est réduite, notamment à cause d'une faible température de projection) ou bien en compression (dans le cas d'une température de projection élevée). On peut ainsi définir une température de transition T^* pour laquelle la contrainte résiduelle est globalement nulle dans le revêtement (KURODA ET AL, 1991).

$$T^* = \frac{\sigma_q}{E_d \cdot (\alpha_s - \alpha_d)} + T_a$$
(II-13)

Avec T_a température ambiante (K), E_d le module d'Young du dépôt (Pa), α_s le coefficient de dilatation du substrat (K⁻¹), α_d le coefficient de dilatation du dépôt (K⁻¹).

3. MESURE DES CONTRAINTES

En raison de l'importance de l'influence des contraintes résiduelles sur les qualités et la durée de vie des matériaux dans l'ensemble des domaines d'activité de notre société, il n'est pas surprenant d'observer un intérêt continu pour le développement de nouvelles méthodes de mesure des contraintes résiduelles.

Chacune des méthodes utilisées pour la détermination des contraintes résiduelles possède des avantages et ses propres limitations. Leur utilisation dépend de la forme de la pièce, de ses dimensions, du matériau du dépôt et du substrat, de la possibilité d'endommager irréversiblement les échantillons. Il existe plusieurs approches de mesure des contraintes résiduelles destructives ou non : la diffraction des rayon X, l'étude de la propagation des ultrasons (DORFI ET AL, 1996), le magnétisme (JAMES ET AL, 1980), l'étude de la déformation en cours de projection, le trou incrémental...

3.1. Mesures post-projection

3.1.1. Etude de la propagation des ondes acoustiques.

Le développement de l'acousto-elasticité qui utilise la dépendance de la vitesse des ondes ultrasonores au niveau de contrainte du matériau permet aujourd'hui une étude très localisée (zone de plus de 0,01 mm²) des contraintes dans les solides (OKADE ET AL, (1998)). La vitesse d'une onde acoustique dans un solide est relativement facile à mesurer en utilisant un équipement simple, elle dépend de la racine carrée du module d'Young *E*. Sous

l'hypothèse d'un matériau élastique, le niveau de contrainte σ est proportionnel à la déformation ε :

$$\sigma = E \varepsilon$$
 Loi de Hooke (II-14)

Il y a cependant des constantes élastiques d'ordre supérieur :

$$\sigma = E \varepsilon + A \varepsilon^2 + B \varepsilon^3 + \dots \tag{II-15}$$

En conséquence, en conservant les deux premiers termes, une meilleure approximation est :

$$\sigma \approx (E + A\varepsilon) \cdot \varepsilon = M'\varepsilon \tag{II-16}$$

Ainsi, la vitesse de propagation V d'une onde est :

$$V = K\sqrt{M'} = K\sqrt{E + A\varepsilon}$$
(II-17)

La vitesse de l'onde dépend donc de l'état de déformation ε dans le matériau, et donc du niveau de contrainte (NOYAN ET AL, 1987).

3.1.2. Méthode magnétique (effet magnétique Barkhausen).

Au sein des matériaux ferreux, les parois de Bloch sont les interfaces entre les régions dont la magnétisation spontanée a des directions différentes. Au niveau de ces parois, la magnétisation change de direction. Ces "frontières" magnétiques soumises à un champ magnétique se déplacent de façon saccadée et discontinue. Cette réponse à une sollicitation magnétique est nommée effet magnétique Barkhausen aussi appelé "bruit Barkhausen" en raison de sa mise en évidence à l'aide d'un haut-parleur branché sur une bobine enroulée autour (ou proche) de la zone sujette à sollicitation magnétique (CULLITY, 1972). L'échantillon voit un champ magnétique croissant et un bruit de craquement provient du haut-parleur, caractéristique des pulsations de tension dues aux déplacements des parois de Bloch (O'SULLIVAN ET AL, 2004).

Les champs de contraintes du matériau et sa microstructure affectent l'effet Barkhausen, et perturbent le déplacement des domaines magnétiques. Ainsi, des études sont nécessaires afin de calibrer l'intensité de l'effet Barkhausen en fonction de contraintes ou déformations externes pour pouvoir ensuite déduire le niveau des contraintes résiduelles d'une sollicitation magnétique (BLAOW M. ET AL, 2004)

Cette technique est simple à mettre en œuvre. Cependant, elle est réduite aux alliages ferreux. Le signal du bruit arrive à saturation aux alentours de 500 MPa (en valeur absolue).

3.1.3. Technique de diffraction des rayons-X et des neutrons.

Le moyen non destructif de mesure des contraintes résiduelles le plus répandu est la diffraction des rayons-X (DRX). La détermination des contraintes résiduelles par les méthodes de diffraction est basée sur la mesure des angles pour lesquels l'intensité diffractée est maximale lorsque une structure cristalline est irradiée par des rayons-X. A partir de ces angles, la loi de Bragg donne la distance d_{hkl} entre les plans du réseau cristallin dont la valeur dépend du champ de contrainte au sein du matériau étudié. La mesure de d et l'application du modèle élastique de Hooke (Eq. II-14) permettent d'obtenir la valeur de la contrainte (NOYAN ET AL, 1987).

 $2 d_{hkl} \sin(\theta) = \lambda$ Loi de Bragg (II-18) Avec d_{hkl} , distance entre les plans du réseau cristallin (m), θ , angle d'incidence du faisceau RX (°), λ , longueur d'onde du faisceau (m).

La mesure de d_{hkl} permet la connaissance de la déformation du réseau cristallin, le champ de déplacement s'exprime alors en fonction de d_{hkl} et des angles entre la surface du grain étudié et la normale aux plans (hkl) dont l'écart est mesuré par les RX (NOYAN ET AL, 1987). La détermination du champ de contrainte s'effectue grâce à la loi de Hooke (Eq. II-14).

Dans le cas de l'analyse d'un champ de contrainte bi-axial (en première approximation, le champ de contrainte d'un dépôt plasma peut être considéré comme bi-axial), le tenseur des contraintes au sein des couches irradiées est :

$$\frac{d_{hkl}-d_0}{d_0} = \frac{1+\nu}{E} \left(\sigma 1 1\cos^2\phi + \sigma 22\sin^2\phi\right)\sin^2\psi - \frac{\nu}{E} (\sigma 11 + \sigma 22) \tag{II-19}$$

Avec d_0 , distance entre les plans du réseau non contraint (m), V, coefficient de Poisson (-), E,

module d'Young (Pa), σ , tenseur de contraintes - $\sigma = \begin{pmatrix} \sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{22} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$ (Pa), ϕ et ψ sont les angles

d'orientation du plan cristallin par rapport à la surface du grain (°).

Cette équation est une forme de l'équation traditionnelle des contraintes résiduelles déterminées par RX et est utilisée depuis plus de 70ans. Elle prévoit une évolution linéaire de d avec $\sin^2 \psi$. La contrainte dans la direction normale au grain étudié est obtenue directement à partir de la pente de la droite $d = f(\sin^2 \psi)$, à condition de connaître les constantes élastiques E et v ainsi que d_0 . Cette méthode est connue sous le nom de "méthode des $\sin^2 \psi$ ".

Puisque l'information obtenue à partir des méthodes diffractométriques renseigne sur un nombre important de grains, les déformations mesurées par rayons X sont des valeurs moyennes. Afin de connaître les contraintes moyennes à partir de ces déformations moyennes, des constantes élastiques moyennes sont requises. Cependant, puisque pour rayon monochromatique, la diffraction n'est effective que lorsque les grains irradiés sont en position de Bragg (lorsque la normale au grain est bissectrice de l'angle formé par le rayon incident et le rayon diffracté), la valeur de déformation n'est pas une moyenne sur l'ensemble des grains du volume scruté, mais sur un échantillon particulier de grains qui ont une orientation et des directions <hkl> particulières. Plusieurs orientations angulaires sont donc nécessaires à la détermination complète du tenseur de déformation (cf. figure II-21).

Les rayons X subissent une forte atténuation de leur intensité par absorption lors de leur pénétration dans la matière : le phénomène de diffraction ne s'observe que sur une fine couche superficielle du matériau dont la profondeur dépend du coefficient d'absorption du matériau (NOYAN ET AL, 1987). En effet, les dépôts plasma sont en général trop épais (>300µm) pour que cette mesure puisse donner une indication significative de la contrainte dans le matériau puisque l'atténuation des rayons X est presque totale au-delà de quelques dizaines de microns d'épaisseur. Si l'on veut obtenir un profil de contrainte par cette méthode, il faut procéder à un enlèvement de matière après chaque analyse, en espérant que la distribution globale des contraintes n'aura pas été modifiée.



Figure II-21 : Schéma de principe de la diffraction des rayons X appliquée à la mesure des contraintes résiduelles (NOYAN ET AL, 1987)

L'analyse en profondeur de l'état mécanique d'un matériau est possible par l'étude de la diffraction des neutrons (principe identique à la diffraction des rayons X).

Les faisceaux neutroniques sont d'origine nucléaire (lors de la fission au sein des réacteurs ou synchrotroniques). Leur longueur d'onde est de l'ordre de l'Angstrom ce qui est approprié à la diffraction des cristaux. Le faisceau neutronique pénètre dans la matière et le passage en sortie, au travers d'une fenêtre permet de sélectionner un volume. Grâce au déplacement de la fenêtre, le niveau de contrainte peut être mesuré dans différents volumes (figure II-22). L'absorption des neutrons dans la matière est très inférieure à celle des rayons X, ce qui permet l'analyse des échantillons en profondeur (l'énergie incidente d'un rayon neutronique est atténuée de moitié par la traversée de 6mm d'acier). Par contre, la durée d'acquisition est beaucoup plus lente que pour les rayons X en raison de la perte importante

(99%) du spectre total lors de la sélection effectuée par le monochromateur (NOYAN ET AL, 1987).



Figure II-22 : Schéma de principe de la diffraction des neutrons appliquée à la mesure des contraintes résiduelles (NOYAN ET AL, 1987)

Cette technique permettant une analyse non destructive, en profondeur d'un échantillon, est limitée par son coût élevé, sa difficulté de mise en oeuvre et sa lenteur de réalisation.

3.1.4. Méthode du trou incrémental

Cette méthode se classe parmi les méthodes dites de relaxation. Elle consiste à enregistrer les effets mécaniques des relaxations de contraintes internes à la pièce lorsqu'on procède à des enlèvements successifs de matières (perçage d'un trou pas à pas), (MASOUNAVE ET AL, 1990). Le trou est percé au centre d'une rosette de jauges d'extensométrie (à 120°), son centre détermine l'endroit précis ou sont évaluées les contraintes.

L'enlèvement d'un volume de matière et donc le relâchement des contraintes dans le volume retiré redistribue les contraintes internes de l'échantillon jusqu'à un nouvel équilibre mécanique. Les déformations liées à la redistribution des contraintes sont enregistrées par les jauges de déplacement. Afin de pouvoir connaître le niveau de contrainte au sein chaque incrément de matière retirée, il est nécessaire d'établir la relation entre le champ de déplacement autour du trou et l'état de contrainte résiduelle (MONTAY ET AL, 2002). Pour cela, l'utilisation d'un modèle mécanique numérique tridimensionnel permet de retrouver les coefficients d'étalonnage (recalculés pour chaque pas de perçage) qui lient les contraintes principales et l'angle de la première contrainte principale avec une direction de référence au champ de déplacement, sous conditions des hypothèses suivantes (MONTAY ET AL, 2002):

- le matériau percé est homogène, isotrope et élastique,
- la valeur de la contrainte résiduelle est homogène et le cisaillement est nul dans la partie retirée,
- la composante normale à la surface de la contrainte est négligeable,
- les niveaux de contrainte mesurés sont inférieurs à la limite élastique.



Figure II-23 : photographie du dispositif de mesure des contraintes résiduelles sans les dépôts, méthode du trou incrémental. UTT-LASMIS.

Les inconvénients de cette technique sont liés à la possibilité de fissuration du dépôt céramique lors du perçage du trou ce qui peut entraîner une surévaluation des contraintes résiduelles et à la perte de précision de la mesure en profondeur. Pour conserver la sensibilité des jauges de déplacement vis à vis de l'évolution du champ de déplacement, les profondeurs des incréments de perçage doivent être plus important loin de la surface.

3.2. Mesure in situ

- 3.2.1. Méthode de la flèche
- α . Historique de la méthode et aspects généraux

L'ensemble des techniques développées pour la détermination des contraintes résiduelles ne peut, en général, pas renseigner sur la valeur de chacune des composantes mais sur la valeur globale de la contrainte résiduelle. L'étude de la courbure d'une pièce après un

traitement particulier (traitement thermique, sablage...) permet la détermination de l'état de contrainte généré par celui-ci (HOBBS ET AL, 1987). L'étude séparée de la contrainte de trempe et de la contrainte thermique n'est possible que si elle est effectuée en cours de réalisation du dépôt, notamment par l'enregistrement de l'évolution de la déflexion du substrat pendant la projection thermique et le refroidissement final qui permettent d'obtenir respectivement la contrainte de trempe et la contrainte résiduelle (KURODA ET AL, 1995).

Le développement de la contrainte de trempe lors du refroidissement d'une particule provoque la déformation de la pièce lors de la réalisation du dépôt et l'établissement d'un nouvel équilibre mécanique. Cet équilibre est perturbé par l'arrivée d'une nouvelle particule, la pièce se déforme d'avantage. La contrainte de trempe s'établit progressivement et cumulativement. La déformation est donc caractéristique de la contrainte de trempe (KURODA ET AL, 1995 ; CLYNE, 1996). Cette déformation relative n'est pas observable à l'échelle de temps de la lamelle mais de la passe (BARADEL, 1999 ; KURODA ET AL, 1995).



Figure II-24 : Courbe représentative de l'évolution de la flèche d'un substrat AISI 304L pendant une projection plasma (BARADEL, 1999).

La contrainte thermique est évaluée par la mesure de la déformation liée au refroidissement final de la pièce entre la température de projection et la température ambiante.

Selon la démarche entreprise, la déformation d'une plaquette de faible épaisseur (environ 2mm) est enregistrée grâce à un capteur de déplacement placé contre la face arrière de l'échantillon (KURODA ET AL, 1995 ; BARADEL, 1999) ou grâce à des lasers qui permettent l'évaluation de la déformation du substrat (MATEJICEK ET AL, 2003). La flèche et donc la courbure de la pièce sous l'action des diverses sollicitations mécaniques (contraintes) et

thermiques (gradient thermique dans l'épaisseur du bilame) sont ainsi mesurées en continu. L'évolution des contraintes lors de la projection plasma est déterminée grâce à une étude mécanique dont les aspects théoriques sont développés dans le paragraphe suivant.



Figure II-25 : Schémas du dispositif de mesure des contraintes résiduelles in situ : KURODA, 1988 (a.), MATEJICEK 2003 (b.).

β. Environnement théorique

La détermination de chacune des composantes des contraintes résiduelles passe par le calcul de l'évolution de la courbure du bilame. Pendant la projection, l'épaisseur du dépôt varie entre 0 et b. Quand l'épaisseur du dépôt est incrémentée de l'épaisseur d'une passe, la courbure de l'échantillon est modifiée en raison de l'évolution du moment fléchissant du système mécanique substrat/dépôt. Dans le cas d'une plaquette en flexion sur deux appuis, l'évolution de sa courbure ΔK s'obtient grâce à l'équation x.

$$\Delta K = \frac{8.\Delta y}{l^2} \tag{II-20}$$

Avec l la distance inter appuis (m) et Δy l'amplitude de la déformation enregistrée par le capteur de déplacement (m).

En toute rigueur, cette courbure correspond à celle de la face arrière du substrat mais en raison des faibles épaisseurs (de l'ordre du millimètre) et de la valeur des déformations enregistrées, cette courbure est représentative de l'ensemble de l'échantillon (GILL, 1991).

Il est nécessaire pour la compréhension globale du comportement mécanique du bicouche, de préciser le rapport entre le moment fléchissant M ramené à la fibre neutre et la courbure K de la plaquette revêtue. M s'exprime comme le produit de la force s'exerçant sur la section par la distance à la fibre neutre d (DAVIDENKOV, 1961) :

$$M = \int_{S} \sigma.d.dS = K \left[\frac{E_S}{(1 - \nu_S)} \int_{S} d^2.dS + \frac{E_D}{(1 - \nu_D)} \int_{D} d^2.dS \right]$$
(II-21)

Soit, plus simplement,.

$$M = D.K \tag{II-22}$$

avec D la rigidité du bicouche

• Calcul de la contrainte de trempe :

Pendant la projection, la variation du moment fléchissant Δm est causée par la réalisation d'une passe d'épaisseur dz au sein de laquelle règne une contrainte $\sigma_q(z)$. D'après l'équation II-22, Δm s'écrit $\Delta m = D.\Delta K$ mais peut également s'exprimer comme pour l'équation II-21 comme le produit de la force s'exerçant sur la section par la distance à la fibre neutre : $\Delta m = \sigma_q(z).d(z).(l.dz)$. On obtient ainsi l'équation suivante :

$$D.\Delta K = \sigma_a(z).d(z).(l.dz) \tag{II-23}$$

Avec l'hypothèse d'une contrainte indépendante de l'épaisseur du dépôt, il vient (DAVIDENKOV, (1961)) :

$$\sigma_{q} = \frac{E_{s} \cdot \Delta K_{q}}{6 \cdot (1 - \nu_{s}) \cdot Int} \text{ avec } Int = \int_{0}^{b} \frac{h^{2} + 2 \cdot h \cdot z + k \cdot z^{2}}{k \cdot (z + h)^{4} - (h^{4} - k \cdot z^{4}) \cdot (k - 1)} dz$$
(II-24)
Avec $k = \frac{E_{D} \cdot (1 - \nu_{s})}{E_{s} \cdot (1 - \nu_{D})}$ et h l'épaisseur du substrat.

A l'équation II-24 sont préférées des expressions approchées plus simples dans le cas particulier de dépôts minces sur substrats épais (pour lesquels $b \ll h$) (DAVIDENKOV, 1961) :

$$\sigma_q = \frac{E_s \cdot h^2 \cdot \Delta K_q}{6 \cdot (1 - \nu_s) \cdot b} \tag{II-25}$$

Cette expression pourtant utilisée par KURODA ET AL, 1988 et BIANCHI, 1995, ne prend pas en compte la contribution des propriétés mécaniques du dépôt au comportement en flexion du bilame. L'Hypothèse $b \ll h$ peut s'avérer contraignante pour des dépôts de plusieurs centaines de micromètres d'épaisseur (BARADEL, 1999). C'est pourquoi, comme ce fut la cas pour (BARADEL, 1999), l'expression semi-empirique suivante (BRENNER ET AL, 1949) sera utilisé pour la détermination des contraintes résiduelles de cette étude.

$$\sigma_{q} = \frac{E_{s} \cdot h \cdot (h + b \cdot k^{\frac{5}{4}}) \cdot \Delta K_{q}}{6 \cdot (1 - V_{s}) \cdot b}$$
(II-26)

• Calcul de la contrainte thermique

Le mécanisme du développement de la contrainte thermique pendant le refroidissement post-projection est décrit sur la figure II-26. La déformation du bilame lors du refroidissement peut se décrire comme la somme de deux composantes :

- Une composante linéaire ε_l qui est en fait l'adaptation des deux retraits libres fictifs des deux matériaux à un retrait commun (en raison de la continuité interfaciale)
- Une composante de flexion ε_f résultant de l'équilibrage des contraintes développées lors de l'établissement de ε_l .



Figure II-27 : Développement de la contrainte thermique lors du refroidissement final du bilame (HSUEH ET AL, 1985).

Les expressions de la contrainte thermique dans chacun des deux constituants du dépôt en fonction de la distance à l'interface sont établies grâce aux équations des équilibres internes des moments et des efforts (HSUEH, 1991)

$$\begin{split} \sigma_{\mathrm{Th}\,d}(z) &= \mathbf{E}_{d}' \left[\frac{\mathbf{E}_{s}'^{2}.\mathbf{h}^{4} + \mathbf{E}_{d}'^{2}.\mathbf{b}^{4} + 2.\mathbf{E}_{s}'.\mathbf{E}_{d}'.\mathbf{h}.\mathbf{b}.(2.\mathbf{h}^{2} + 2.\mathbf{b}^{2} + 3.\mathbf{h}.\mathbf{b})}{6.\mathbf{E}_{s}'.\mathbf{E}_{d}'.\mathbf{h}.\mathbf{b}.(\mathbf{h} + \mathbf{b})} \cdot \frac{2.\mathbf{E}_{s}'.\mathbf{h} + \mathbf{E}_{d}'.\mathbf{b}}{\mathbf{E}_{s}'.\mathbf{h} + \mathbf{E}_{d}'.\mathbf{b}} \right] \cdot \Delta \mathbf{K}_{\mathrm{Th}} \\ &+ \mathbf{E}_{d}' \left(z - \frac{\mathbf{E}_{d}'.\mathbf{b}^{2} - \mathbf{E}_{s}'.\mathbf{h}^{2}}{2.(\mathbf{E}_{d}'.\mathbf{b} + \mathbf{E}_{s}'.\mathbf{h})} \right) \cdot \Delta \mathbf{K}_{\mathrm{Th}} \tag{II-27} \\ \sigma_{\mathrm{Th}\,s}(z) &= \mathbf{E}_{s}' \left[\frac{\mathbf{E}_{s}'^{2}.\mathbf{h}^{4} + \mathbf{E}_{d}'^{2}.\mathbf{b}^{4} + 2.\mathbf{E}_{s}'.\mathbf{E}_{d}'.\mathbf{h}.\mathbf{b}.(2.\mathbf{h}^{2} + 2.\mathbf{b}^{2} + 3.\mathbf{h}.\mathbf{b})}{6.\mathbf{E}_{s}'.\mathbf{E}_{d}'.\mathbf{h}.\mathbf{b}.(\mathbf{h} + \mathbf{b})} \cdot \frac{\mathbf{E}_{d}'^{2}.\mathbf{b}}{\mathbf{E}_{s}'.(\mathbf{E}_{s}'.\mathbf{h} + \mathbf{E}_{d}'.\mathbf{b})} \right] \cdot \Delta \mathbf{K}_{\mathrm{Th}} \\ &+ \mathbf{E}_{s}' \left(z - \frac{\mathbf{E}_{d}'.\mathbf{b}^{2} - \mathbf{E}_{s}'.\mathbf{h}^{2}}{2.(\mathbf{E}_{d}'.\mathbf{b} + \mathbf{E}_{s}'.\mathbf{h})} \right) \cdot \Delta \mathbf{K}_{\mathrm{Th}} \tag{II-28} \\ \mathrm{Avec} \ \mathbf{E}' &= \frac{\mathbf{E}}{1 - \mathbf{V}}, \ \text{module réduit.} \end{aligned}$$

De la même manière que pour la contrainte de trempe, des simplifications sont possibles dès lors que l'épaisseur du dépôt est petite devant celle du substrat. Il est ainsi possible d'utiliser pour les calculs de contraintes thermiques les équations proposées par STONEY, 1909. Ce sont ces expressions qui permettront l'estimation des contraintes thermiques dans cette étude.

$$\sigma_{Thd} = \frac{E_s \cdot h^2}{6 \cdot (1 - n_s) \cdot b} \cdot \Delta K_{Th}$$

$$\sigma_{Ths}(x) = E'_s \cdot \left[x + \frac{h_s}{3} \right] \cdot \Delta K_{Th}$$
(II-29)

3.3. Modélisation de la construction des dépôts plasma

Les différentes études traitant de la modélisation de la construction des dépôts plasma sont abordées à l'échelle microscopique et macroscopique. La modélisation est utilisée pour la compréhension et la reproduction des phénomènes thermiques, mécaniques, structurels et dynamiques de la construction des dépôts. Avant les dernières avancées informatiques, certains auteurs ont cherché à exprimer analytiquement les comportements des lamelles ou de l'ensemble dépôt/substrat. Ces modèles simplifiés permettent une estimation rapide et unidimensionnelle du niveau des contraintes dans les couches concernées (TSUI ET AL, 1997). L'évaluation des champs de température au sein des bilames ne peut, en général, pas se passer de simulation numérique étant donné le caractère instationnaire du phénomène. Par contre, dans le cas d'une étude mécanique pure ou thermomécanique pour laquelle les gradients de température seraient déterminés, l'estimation des contraintes est réalisable grâce aux calculs des équilibres des forces et des moments.

3.3.1. Simulation numérique

L'ensemble des mécanismes liés à l'évolution des champs de contraintes pendant la projection thermique a pour origine l'histoire thermique du matériau (refroidissement des particules, cyclage thermique, refroidissement final de la pièce). La détermination des champs de contraintes en projection thermique est indissociable de celle de la thermique du procédé. L'échange de chaleur entre le flux thermique du plasma et le substrat, les phénomènes convectifs, le refroidissement des particules étalées, les pertes radiatives conditionnent l'état mécanique du dépôt et son substrat : leur connaissance permet d'obtenir plus précisément, grâce à la simulation, les contraintes résiduelles.

α . Simulation de la thermique

Les différentes composantes des conditions limites d'un modèle thermique sont le souci principal de la détermination de la thermique du procédé. Les échanges thermiques, caractérisés par les apports (flux thermique du plasma, trempe des particules) et les pertes (convection sur les faces de la pièce, pertes radiatives) doivent être déterminés. Différentes méthodes sont envisageables : le calcul théorique, la mesure et l'adaptation des calculs sur l'expérience.

Le calcul théorique des conditions limites s'effectue à partir des équations classiques de la thermique. Les coefficients d'échange thermique, flux transférés par le plasma et la cryogénie peuvent être estimés grâce aux équations de la thermique (WONG, 1977 ; GILL, 1991). Cette approche peut s'avérer intéressante lorsque les géométries du système modélisé sont simples (plaques, cylindres). Les calculs, à partir d'équations semi-empiriques, des nombres de Nusselt et de Reynolds permettent de lier les propriétés de l'écoulement plasma (vitesse, température, viscosité...) à un coefficient de transfert caractéristique de l'échange thermique entre le plasma et la pièce (BARADEL, 1999). Ces calculs (effectués à partir de résultats fournis par des mesures des propriétés cinétiques et énergétiques du plasma réalisées à la sonde enthalpique) sont en général imprécis puisqu'ils ne prennent pas en compte l'influence de la présence de la pièce et de son dispositif de fixation sur l'écoulement du plasma.

La mesure directe reste la technique la plus adaptée lorsqu'elle est possible. L'utilisation d'un fluxmètre ou d'un calorimètre incorporé au dispositif pour la mesure des flux thermiques donne directement la répartition spatiale des flux et permet la considération de l'influence de la géométrie du dispositif sur l'écoulement des gaz (LI ET AL, 2004). Les limites de la mesure proviennent de la complexité des régimes d'écoulement des fluides autour de l'échantillon (recirculation, cavitation) et obligent à se contenter de formules semiempiriques ou d'adapter les courbes calculées sur les courbes expérimentales pour la détermination des phénomènes convectifs.

Les conditions limites sont un compromis entre les hypothèses découlant des indéterminations liées aux difficultés de mesures, l'interpolation de résultats expérimentaux (mesures de flux thermiques, de températures) et l'utilisation d'abaques et de relations théoriques.

D'un point de vue microscopique, des études de refroidissement de lamelles ont été entreprises par PASANDIDEH-FARD ET AL, 1996, dans le but de reproduire l'étalement et le refroidissement de particules d'alumine sur de l'acier. Le modèle bidimensionnel, basé sur la résolution de l'équation du transfert de chaleur par conduction et des équations de Navier-Stokes, prend en compte la qualité du contact thermique interfacial via une résistance thermique de contact.

β. Simulation de la mécanique

Une attention particulière est apportée depuis plusieurs années à l'étude des phénomènes thermiques entrant en jeu dans la projection plasma puisqu'ils gouvernent le comportement mécanique de la pièce. Les avancées dans le domaine informatique ont permis de développer des modèles prenant en compte le couplage de la mécanique à la thermique. Ces études traitent le problème des contraintes résiduelles tant d'un point de vue microscopique (MOSTAGHIMI ET AL, 2003) où les auteurs basent leur travaux sur l'étalement, le refroidissement et la solidification des lamelles individuelles, que d'un point de vue macroscopique (LI ET AL, 2004) pour lesquels la géométrie des pièces entre en compte pour le calcul des déformations et contraintes globales.

Sachant que les phénomènes de relaxation se produisent lors du refroidissement des lamelles et déterminent la valeur des contraintes résiduelles, le calcul de la contrainte de trempe ne peut s'affranchir de l'utilisation d'un modèle d'endommagement statistique par

microfissuration pour les dépôts céramiques ou par fluage pour les dépôts métalliques. Les modèles de fissuration des céramiques nécessitent un maillage très dense dans les zones endommagées et sont par ailleurs peu adapté à la simulation de la construction des dépôts plasma. C'est pourquoi la contrainte de trempe n'est pas calculée dans le cas de modèles macroscopiques. Elle est en général négligée (LI ET AL, 2004) ou adaptée à une valeur constante dans le dépôt. Des études mécaniques locales (surface de maillage inférieure à 0,1mm²), prenant en compte des phénomènes de fissuration dans des revêtements céramiques sont réalisées dans le cadre de la simulation du comportement de barrière thermiques (SFAR ET AL, 2002).

Le calcul de la contrainte thermique est moins problématique. Des modèles mécaniques homogènes, élastiques suffisent à la simulation thermomécanique du refroidissement de la pièce revêtue (LI ET AL, 2004). La connaissance des propriétés convectives du refroidissement est indispensable au calcul thermique mais seules les propriétés mécaniques et la température de projection conditionnent l'état de contrainte final.
4. CONCLUSION

Etant donnée la diversité des paramètres de la projection plasma et des traitements thermomécaniques des particules constituant le dépôt, l'écriture d'un modèle numérique de prédiction des contraintes résiduelles doit être en relation étroite avec des faits expérimentaux. Ces derniers permettent à la fois la détermination des conditions limites et doivent constituer une base de donnée représentative du comportement thermique et mécanique du bilame.

L'évolution de la température de la pièce et la trempe des lamelles constituant le dépôt sont à l'origine du niveau de contrainte dans la pièce. Une attention particulière doit être portée aux différents échanges thermiques subis par le substrat, notamment le flux thermique transféré par le plasma qui est directement lié à la nature et au débit des gaz plasmagènes, la puissance électrique de l'arc, la distance de projection et la géométrie du montage porte échantillon.

Concernant le flux de poudre incident, bien que les fluctuations de ce jet ne puissent être prises en compte dans le modèle, la restitution de la quantité de poudre déposée dans l'espace (zone de la pièce échauffée par les particules) et dans le temps (énergie apportée par ces particules) est primordiale à la bonne restitution de la température de projection

Ainsi, toutes les conditions sont réunies pour permettre au modèle d'être pertinent visà-vis d'une projection classique. Les résultats obtenus devront être confrontés à des profils de contraintes, de flèche et de température mesurés. Cette étude met en confrontation plusieurs aspects d'une même discipline en comparant des relevés in situ et post-projection de manière à valider les résultats du modèle numérique. Afin de vérifier l'adaptabilité du modèle à d'autres dépôts, une campagne d'expérimentation mettant en œuvre des dépôts d'acier inoxydable (offrant un comportement thermique et mécanique sensiblement différent des dépôts de zircone yttriée) sera effectuée en sus des dépôts de zircone yttriée.

Chapitre 3 : Environnement expérimental et numérique

INTRODUCTION

Le développement d'un modèle numérique de prédiction des contraintes résiduelles nécessite un cadre expérimental précis et complet. Le dispositif de mesure a un double rôle : il doit pouvoir permettre la réalisation de dépôts et recueillir les données thermomécaniques de la pièce pendant la projection plasma (température, déformation) de manière à constituer une base de données comparative nécessaire à la validation des résultats du modèle. Ce montage expérimental doit également être en mesure de recevoir les instruments dédiés aux relevés des grandeurs physiques liées aux conditions limites du modèle.

La mesure in situ permet l'évaluation différentiée de la contrainte de trempe et de la contrainte thermique, contrairement à des mesures globales post projection (cf. chapitre 1 §3.1). L'intérêt de cette distinction réside dans la possibilité d'interpréter quantitativement chacune des contributions aux contraintes résiduelles, lesquelles ont des origines physiques différentes, et de limiter ainsi les erreurs de calcul.

Cette partie décrit la démarche expérimentale entreprise, les conditions de projection, les matériaux utilisés (et leurs traitements successifs), les techniques de caractérisation mises en œuvre et les moyens numériques à disposition. Elle présente ensuite la manière dont l'étude précise du préchauffage des plaquettes au regard des différents paramètres a permis la validation des conditions limites du code pour la modélisation du comportement thermomécanique des substrats pendant la projection de zircone.

1. MONTAGE EXPERIMENTAL

1.1.Description générale

Afin de pouvoir atteindre des vitesses d'éclairement du même ordre que celles pratiquées industriellement, le dispositif supportant les échantillons instrumentés est un cylindre (dont la rotation garantit une vitesse d'éclairement bien plus élevée que la vitesse de déplacement de la torche) (cf. figure III.1). Ce dispositif a été conçu en 1996 par BARADEL, 1999 et permet la fixation d'une plaquette métallique instrumentée de 110x15x2mm³ pour la mesure in situ des contraintes de trempe et thermique ainsi que de la température. Il permet également de fixer plusieurs échantillons cylindriques ou parallélépipédiques destinés à être caractérisés mécaniquement (module d'Young, dilatation, perçage du trou incrémental) tout en étant projetés dans les mêmes conditions que celles de la plaquette de mesure des contraintes.



Figure III-1 : Cylindre à double paroi et masque de protection pour la mise en œuvre des dépôts plasma et la mesure in situ des contraintes résiduelles

L'instrumentation embarquée nécessite un passage électrique tournant sous la colonne supportant le cylindre. Ce passage de 32 broches assure le contact électrique entre les baies d'instrumentation et d'enregistrement des données, les alimentations électriques et les différents capteurs. Afin de protéger l'électronique et le dispositif électrique embarqués d'un échauffement excessif par le jet de plasma, le cylindre dispose d'une paroi creuse permettant la circulation d'eau de refroidissement. L'intérieur du cylindre, ainsi protégé, est destinée à contenir les réseaux hydrauliques et électriques. L'alimentation continue en eau de refroidissement du cylindre est assurée par un réseau d'eau déminéralisée sous une pression de 1,2MPa via un passage hydraulique tournant.

Une torche F4VB et le dispositif cryogénique sont fixés sur des axes parallèles à l'axe de rotation du cylindre. Leur mouvement ne possède qu'un degré de liberté. Le cylindre tourne sur lui-même et l'ensemble du dispositif plasma effectue des allers-retours verticaux.

1.2.Instrumentation

La plaquette métallique instrumentée repose sur deux couteaux afin que la configuration mécanique de la pièce soit de type flexion pure (cf. figure III.2). Le maintien de la plaquette est assuré par deux tiges pourvues de ressorts. La flèche est mesurée au centre de la poutre au moyen d'un capteur de déplacement dont l'extrémité, montée sur ressort, est en contact constant avec la face arrière de la poutre.





1.1.1. Enregistrement de la flèche in situ : capteur de déplacement

Le capteur de déplacement (modèle Newport Omega LD500-5 – LVDT - Linear Variable Displacement Transducer) est utilisé pour sa précision, son ergonomie (possibilité de

fixer un embout en pyrex ou en quartz, mécaniquement peu sensible aux écart de température), son temps de réponse et sa géométrie (voir figure III-2). Ce capteur (dont les spécifications sont présentées dans le tableau III-1), est alimenté par un générateur de tension continue (24V). Un signal analogique proportionnel au déplacement est transmis du montage expérimental en rotation jusqu'à une baie d'acquisition par un collecteur électrique tournant qui est disposé en dessous du cylindre porte - échantillons. Un programme informatique, développé au moyen du logiciel Labview, permet de gérer en temps réel la carte d'acquisition National Instruments AT-MIO-16-E10 fonctionnant à 100MHz, ainsi que l'acquisition, le traitement et l'enregistrement des données. (BARADEL ET AL, 1999).

Capteur de déplacement Newport Omega LD500-5		
Précision	10 ⁻⁶ m	
Temps de réponse	1,5.10 ⁻³ s	
Plage de mesure	10^{-2} m	
Linéarité	0,12 %	
Sensibilité	53,76 V.V ⁻¹ .m ⁻¹	
Alimentation	24 V	
Gamme thermique de	-20 °C / 80 °C	
fonctionnement		

Tableau III-1 : Caractéristiques du capteur de déplacement :

Le capteur présente une précision intrinsèque de $1\mu m$, réduite à $3\mu m$ lorsque l'on prend en compte le bruit et les perturbations électriques générées le long de la chaîne d'acquisition. Le signal est moyenné et subit un traitement barycentrique. Au final, la courbure de l'échantillon est enregistrée à une fréquence variable, fixée à 50Hz pour cette étude.

1.1.2. Enregistrement de la température in situ : thermocouples

L'enregistrement de la température de la plaquette est assuré par un thermocouple de type K fixé sur la face arrière du substrat. Le souci de ce type de mesure est de garantir que la température mesurée soit la plus proche possible de la température du substrat (le contact à l'extrémité du thermocouple et la plaquette doit être considéré comme parfait). Le principe de

la mesure de température par thermocouple doit être rappelé pour mieux comprendre la difficulté de la mesure des températures superficielles.

En joignant à une extrémité deux conducteurs de caractéristiques thermoélectriques différentes, on obtient en présence d'un gradient de température une sortie de tension mesurable (force électromotrice de Seebeck). Ce circuit thermoélectrique est un thermocouple. La liaison entre les deux métaux est appelée la jonction de mesure (ou soudure chaude). A l'autre extrémité, la jonction qui relie à l'appareil de lecture les deux conducteurs dissemblables est appelée jonction de référence (ou soudure froide). C'est la différence de température entre ces deux jonctions qui détermine la f.é.m. générée. La connaissance de la température de la soudure froide est indispensable, toute imprécision étant directement reportée sur la valeur mesurée (TC S.A., 2003).

Les deux thermocouples utilisés sont de type K (modèle le plus utilisé dans l'industrie) : nickel-chrome/nickel-aluminium (chromel/alumel). Bien que l'oxydation provoque une dérive au delà de 800°C, il est utilisable entre -180°C et 1100°C.

Ainsi des fils de très faible diamètre (76 μ m) ont été sélectionnés et fixés sur la face arrière du substrat grâce à un arc électrique de forte puissance (4kW). Les fils (de chromel et d'alumel) ainsi qu'un faible volume du substrat sont fondus par l'arc : ils sont ainsi immédiatement soudés à la pièce, sans métal d'apport. La zone de mesure est très peu étendue (zone de contact entre les fils du thermocouple et le substrats inférieure à 0,02mm²) et le point de jonction entre les deux conducteurs du thermocouple est soudé à la plaquette. La mesure est donc très localisée et représentative de la température de la plaquette à l'endroit précis de la soudure.

1.1.3. Enregistrement du flux thermique transféré au substrat : fluxmètre

L'instrument utilisé pour la détermination des profils des flux plasma est un fluxmètre 64 series de la société MEDTHERM à refroidissement par circulation d'eau dont la tension de sortie est directement proportionnelle à flux thermique absorbé par le capteur.

Le flux de chaleur est absorbé à la surface du capteur (cf. figure III-3) puis transféré à un puits de chaleur intégré qui demeure à une température inférieure à celle du capteur. La différence de température entre deux points, le long du chemin du flux de chaleur (entre le capteur et le puits), est proportionnelle à la quantité de chaleur transférée : elle est donc

proportionnelle au flux de chaleur absorbé. Une jonction de thermocouple est positionnée à chacun de ces deux points pour mesurer la force électromotrice induite entre les deux sorties qui est directement proportionnelle au flux de chaleur transféré.

Le capteur est une jauge de type Gardon qui absorbe l'énergie thermique à travers un film métallique et transfère le flux dans une direction radiale (parallèle à la surface absorbante) au puits de chaleur fixé en périphérie du film. La différence de température est prise entre le centre et le bord du film.

Les fluxmètres utilisés sont calibrés pour une mesure inférieure à 5MW.m⁻² et offrent une précision de 3%.



Figure III-3 : Photographie d'un fluxmètre Medtherm 64 Series utilisé pour les mesures de flux thermiques.

1.1.4. Particularité remarquable du dispositif expérimental

Alors que l'essentiel du dispositif électrique est protégé par la paroi refroidie du cylindre, les terminaisons des thermocouples et du capteur de déplacement sont exposées à un échauffement excessif du plasma et à l'accumulation de poudre résiduelle. Il est donc nécessaire de les protéger par un cache entourant la plaquette, ne laissant qu'une ouverture sur la face de la plaquette à projeter (figure III-1).

1.1.5. Traitement du signal électrique des capteurs

Les signaux émis par les thermocouples et le fluxmètre sont recueillis par un convertisseur universel PR electronics 5111 permettant de reconditionner des signaux (entrée tension ou courant) vers un ordinateur sur lequel un programme développé sous LABVIEW permet la visualisation en direct et l'enregistrement des mesures. La précision de base du convertisseur est de 0,5°C pour les thermocouples de type K.

1.2. Préparation et fixation des échantillons

1.2.1. Sablage

Tous les substrats subissent une opération de sablage destinée à garantir une bonne adhérence des dépôts. Cette étape est nécessaire puisqu'elle influence de manière significative la qualité du revêtement (MELLALI A.ET AL, 1996). Les substrats sont sablés au moyen d'une sableuse Vaporblast. Du corindon de classe granulométrique [+1410; -1680µm] est utilisé comme abrasif. Les conditions de sablage pour chaque nature de substrat sont précisées dans le tableau III-2. Les mesures de rugosité ont été réalisées au moyen d'un rugosimètre Perthometer PCV de marque Mahr-Perthen.

Tableau III-2	2 : Conditions	s de sablage	et rugosité :
			- · · · · · · · · · · ·

	Acier inoxydable304L	Fonte	Alliage
		FT40	AG4,5
Abrasif	Corindon blanc	Corindon blanc	Corindon blanc
Granulométrie	[+1410 ; -1680µm]	[+1410 ; -1680µm]	[+1410 ; -1680µm]
Pression	0,6MPa	0,6MPa	0,3MPa
Angle	90°	90°	90°
Distance	100mm	100mm	100mm
Durée	5s par face	5s par face	5s par face
Rugosité	7µm	7µm	бµт

L'opération de sablage génère un champ de contrainte élevé en compression à la superficie de la pièce (PAWLOWSKI, 1995). L'apparition de ce gradient de contraintes déforme significativement la plaquette (figure III-4). L'estimation des contraintes résiduelles par la

méthode de la flèche requiert une bonne planéité : pour remédier à ce problème, les substrats sont sablés des deux côtés.



Figure III-4 : Vu de profil de substrats FT40, 304L et AG4,5 (de gauche à droite) destinés à la mesure de flèche sablés sur deux faces (à gauche) et une face (à droite).

Après sablage et dans le but d'éliminer les résidus d'abrasif, les substrats sont traités dans un bac à ultrasons et nettoyés à l'éthanol.

1.2.2. Traitements de détente

Les contraintes de sablage peuvent poser problème lors de la mesure des contraintes résiduelles par la méthode du trou incrémental. En effet, le niveau des contraintes est tel (de l'ordre de 300MPa en superficie d'un substrat d'acier (LIAO ET AL, 1997)) qu'il modifie radicalement le profil des contraintes dans l'épaisseur du dépôt et de son substrat. Pour s'affranchir de cette perturbation, il a été décidé de faire subir aux substrats sablés un traitement thermique de détente (recuit de recristallisation). Ce traitement se caractérise, à l'échelle microscopique, par le développement de nouveaux grains, pauvres en dislocations, aux dépens des grains écrouis (donc contraints). L'énergie motrice de cette transformation est l'énergie d'écrouissage (PHILIBERT ET AL, 2002).

Un certain nombre de grains se développe au détriment de la matrice écrouie au sein de laquelle ils baignent. Cette croissance se poursuit jusqu'à ce que ces nouveaux grains arrivent au contact les uns des autres : la recristallisation est achevée et le matériau est détendu. Si le traitement thermique se prolonge, la croissance des grains se poursuit sous l'action de l'énergie interfaciale des nouveaux joints. Il est donc important de déterminer précisément le cycle thermique et la température de palier afin de ne pas nuire à la structure du matériau et à ses propriétés intrinsèques.

Les traitements thermiques appliqués (ASM METALS HANDBOOK, 1964) ont été réalisés par la société BODYCOTE et dépendent, bien sûr, de la nature du substrat. Les cycles détaillant ces traitements sont précisés ci-dessous et dans la figure III-5.

Traitement thermique pour les pièces en acier inox 304L :

- rampe de 20°C à 1040°C en trois heures
- palier à 1040°C maintenu cinq minutes
- hypertrempe sous Argon.

Traitement thermique pour les pièces en fonte grise :

- rampe de 20°C à 535°C en trois heures
- palier à 535°C maintenu une heure
- refroidissement jusqu'à 315°C en quatre heures
- refroidissement à l'air libre.

Traitement thermique pour les pièces en alliage d'aluminium AG4,5 :

- rampe de 20°C à 345°C en une heure,
- palier à 345°C maintenu une heure,
- refroidissement lent (100°C par heure).



Figure III-5 : Schéma des cycles thermiques des traitements de détente pour chaque nature de substrat (ASM METALS HANDBOOK, 1968).

1.2.3. Positionnement des échantillons

La figure III-2 présente les moyens de fixation des échantillons instrumentés (pour la flèche et la température). D'autres emplacements sur le cylindre permettent la fixation des échantillons destinés à la caractérisation mécanique. Ainsi, en plus de la plaquette instrumentée, cinq cylindres (réalisation des revêtements pour la mesure des contraintes résiduelles grâce à la méthode du trou incrémentale) ou 10 plaquettes (réalisation des dépôts pour la mesure des propriétés mécaniques des revêtements) peuvent être fixés sur le portesubstrat en rotation.

2. REALISATION DES DEPOTS DE ZIRCONE YTTRIEE

La réalisation des dépôts permet d'obtenir une base de données suffisamment étoffée de relevés de température et de déflexion pour valider les résultats du modèle numérique.

Dans cette optique, des études paramétriques sont nécessaires pour qualifier la capacité du modèle à respecter les influences des caractéristiques de la projection sur la température ou la flèche in situ. La vitesse d'éclairement, la distance de projection et la nature

du substrat sont modifiées indépendamment les unes des autres afin d'enregistrer leur influence sur le comportement thermomécanique de la plaquette. Pour chaque paramètre, des dépôts sont réalisés et caractérisés mécaniquement (module d'Young et trou incrémental).

2.1.Choix de la poudre

Le matériau choisi est l'oxyde de zirconium partiellement stabilisé à l'oxyde d'yttrium ou zircone yttriée (ZrO₂-8% wt Y₂O₃).

Les propriétés intrinsèques de la zircone font de ce matériau un candidat très intéressant pour la réalisation de barrières thermiques. Réfractaire et de faible conductivité thermique, son coefficient de dilatation thermique est relativement élevé pour une céramique (10.10⁻⁶K⁻¹ à température ambiante, valeur proche de celle des métaux), ce qui permet la réalisation de couples céramique/alliage possédant de bonnes propriétés thermomécaniques (CRABOS, 1997). Ainsi, quelques dizaines d'années d'expérience dans le développement de barrières thermiques ont permis la démocratisation de l'utilisation de la zircone dans l'industrie.

La zircone yttriée (8% wt Y_2O_3) est également exploitée pour ses propriétés électriques. Elle est le constituant le plus répandu des électrolytes solides des SOFC. Elle permet le transport de charges électriques sous la forme d'ions oxygène O^{2^-} . Ces électrolytes sont usuellement mis en forme par frittage de poudres compactées mais de nouvelles voies de développement permettent la réalisation de ces électrolytes par projection plasma (RENOUARD-VALLET, 2004 ; METHOUT, 2005).

La zircone présente une évolution cristallographique en fonction de sa température. Lors de sa mise en forme (par frittage ou par projection plasma) et de son refroidissement, entre 1000°C et 1100°C, la phase quadratique devient monoclinique, elle s'accompagne d'une variation volumique de 3% qui est à l'origine de fissurations (LEGER, 1997). Cet endommagement caractéristique de la zircone pure est problématique. C'est pourquoi il est courant d'utiliser des additifs qui stabilisent la forme cubique ou quadratique de la zircone à température ambiante (MgO, CaO, Y₂O₃...). Ces additions conduisent à des solutions solides de substitution où les cations Zr⁴⁺ sont remplacés par des cations Mg²⁺, Ca²⁺ ou Y³⁺. Le déséquilibre électronique provoqué par cette substitution est compensé par la présence de lacunes anioniques induisant une sous stoechiométrie en oxygène. Ce déficit en oxygène relaxe le réseau anionique et permet la stabilisation de la variété cubique ou quadratique de la zircone hors équilibre (cf. figure III-6).

L'yttrine (Y_2O_3) est plus spécialement utilisée en projection plasma en raison des problèmes d'évaporation des autres stabilisants dans le plasma), (CRABOS, 1997).



Figure III-6 : Diagramme de phase du couple ZrO_2/Y_2O_3 dans la zone prépondérante en zircone.

Afin de pouvoir être représentatif des essais réalisés par BARADEL, 1999, les conditions de projections sont similaires à celles choisies à l'époque. Ainsi, la classe granulométrique choisie est [-45 ; $+22\mu$ m]. Une telle granulométrie a deux avantages : la taille réduite des particules (centrée sur 26,5µm) garantit un taux de fusion des particules élevé, de plus, la classe granulométrique est plutôt serrée (cf. figure III-7) ce qui permet de limiter les phénomènes de déviation du jet de poudre (Cf. chapitre II § 1.2.2). La poudre utilisée est de type fondue broyée, elle contient 8% d'yttrine en masse, commercialisée par H.C. Starck (référence Amperit 825.1). Les particules sont anguleuses (cf. figure III-8), sa composition massique est résumée dans le tableau III-3.



Figure III-7 : Répartition granulométrique de la poudre de zircone Ampérit 825.1 (BARADEL, 1999).



Figure III-8 : Photographie MEB de la poudre de zircone Ampérit 825.1 (BARADEL, 1999).

SiO ₂	0,13 %
TiO ₂	0,13 %
Al_2O_3	0,17 %
Fe ₂ O ₃	0,20 %
Y ₂ O ₃	7,9 %
ZrO ₂	Complément

Tableau III-3 : Composition chimique et massique de la poudre de zircone Amperit 825.1

2.2. Injection et conditions plasma et cryogéniques

Pour les mêmes raisons que celles du choix de la poudre, les conditions d'injection et les conditions plasma sont similaires à celles de BARADEL, 1999.

La poudre projetée est réfractaire, l'utilisation d'hydrogène est indispensable pour pouvoir la fondre correctement. Un mélange binaire $Ar-H_2$ (25% en volume d'hydrogène) est donc utilisé. Une torche F4-VB (Sulzer Metco), classique pour ce type de projection, est utilisée avec une tuyère de 6mm de diamètre. Les paramètres de projection sont résumés dans le tableau III-4

Deux buses cryogéniques, pulvérisant du CO_2 liquide à des pressions comprises entre 1,5 et 1,8MPa, sont placée à 90° et 135° par rapport à la torche autour du cylindre. Elles se meuvent en phase avec la torche plasma.

Torche plasma	Sulzer Metco F4-VB
Tension d'arc (V)	75
Intensité d'arc (A)	600
Puissance utile (kW)	26,2
Mélange plasmagène (l/min)	36 Ar 12 H ₂
Diamètre interne de tuyère (mm)	6
Débit de poudre (g/min)	22
Débit de gaz porteur (l/min)	5
Diamètre d'injecteur (mm)	1,8
Distance d'injection externe (mm) axiale radiale	6 9
vitesse d'éclairement (m/s)	0,88 ou 1,76
taux de recouvrement (mm)	4,5
Distance de projection (mm)	100 / 150

Tableau III-4 : paramètres de projection pour la réalisation des dépôts de zircone.

2.3. Cinématiques et croissance des dépôts

L'un des paramètres d'étude est la vitesse relative entre la pièce à revêtir et la torche plasma (vitesse d'éclairement). Dans l'absolu, cette vitesse doit tenir compte des deux vitesses de translation de la torche et de rotation du cylindre. Mais en pratique et pour des vitesses de rotation du cylindre porte-échantillons élevées (de l'ordre de 1m.s⁻¹), la vitesse de la torche peut être négligée (quelques mm.s⁻¹).

Le diamètre du cylindre est de 280mm et les vitesses de rotation sont fixées à 1 ou 2 tours par seconde selon les projections, soit une vitesse d'éclairement de 0,880 ou 1,760m.s⁻¹. Le pas de translation de la torche est fixé à 4,5mm par tour de cylindre quelle que soit la rotation du cylindre, ce qui permet de conserver le recouvrement des cordons. De cette manière, l'épaisseur par passe déposée évolue du simple au double lorsque la vitesse d'éclairement est divisée par deux.

2.4. Relevés de la température et de la flèche in situ

Les deux courbes présentées en figure III-9 et III-10 sont des enregistrements typiques du thermocouple fixé sur la plaquette et du capteur de déplacement. Ces deux courbes doivent être présentées en parallèle. Les trois principales étapes de la projection plasma sont nettement visibles au cours de l'évolution de la température et de la flèche des échantillons et présentent des comportement thermiques et mécaniques différents.



Figure III-9 : Enregistrement de la température d'un substrat 304L lors d'une projection de zircone yttriée, d=100mm, ve = 1,76m.s⁻¹.



Figure III-10 : Enregistrement de la déflexion centrale d'un substrat 304L lors d'une projection de zircone yttriée, d=100mm, ve = 1,76m.s⁻¹.

• Première phase : le préchauffage.

Cette phase est destinée à amener le substrat à une température T_{eq1} afin que l'adhérence du dépôt et ses propriétés de fonctionnement soient optimales (Cf. Chapitre I § 2.2.3). La courbe de température montre une stabilisation à T_{eq1} en quelques passes (8 dans le cas de la figure III-9). Une fois équilibrée, la température oscille de 15°C autour de T_{eq1} en raison du déplacement de la torche le long de son axe (par rapport au thermocouple). Parallèlement, le capteur de déplacement a enregistré des déformations (figure III-11).



Figure III-11 : Evolution de la flèche du substrat pendant son préchauffage, température d'équilibre atteinte et pendant la durée d'un cycle de projection.

A chaque rotation du cylindre (soit à une fréquence de 1 ou 2Hz), le substrat 'voit' le plasma et reçoit une quantité d'énergie thermique qui correspond au transfert de chaleur entre le plasma/substrat. Cet apport de chaleur génère un gradient thermique dans l'épaisseur de la pièce. La zone superficielle étant plus chaude, elle se dilate d'avantage que le reste de la pièce. Ce gradient de dilatation provoque une courbure de la pièce enregistrée par le capteur. Au cours d'une passe, cette déflexion enregistrée évolue en fonction de la position du plasma par rapport au capteur. La déflexion maximale est enregistrée lorsque le jet de plasma est à la même altitude que le capteur. Rapidement, les gradients dans l'épaisseur de la pièce sont dissipés. La déformation disparaît et l'échantillon reprend sa forme initiale. Au cours du préchauffage, la flèche enregistrée est une succession de profils en 'cloche' (correspondant à une passe), constitué d'environ deux dizaines de pics (cf. figure III-11). Au cours du

préchauffage, la déformation globale du substrat est nulle et l'ensemble des déflexions ponctuelles reste dans le domaine élastique du matériau.

• Deuxième phase : la construction du dépôt.

Lorsque la température T_{eq1} souhaitée est atteinte, la poudre peut être injectée dans le plasma. L'arrivée des particules fondues a deux conséquences directes sur les courbes de température et de la flèche. Lors de leur refroidissement à la suite de l'impact, les particules transfèrent la quasi-totalité de leur énergie thermique au substrat par conduction. Ainsi, l'énergie apportée par l'ensemble des particules provoque une élévation de la température du substrat qui se stabilise à T_{eq2} . T_{eq2} est appelée température de projection (figure III-9).



Figure III-12 : Evolution de la flèche d'un substrat d'acier sablé au moment de l'injection des particules dans le plasma. Relaxation des contraintes de sablage.

L'influence de l'injection des particules sur la courbe de la flèche est également visible (cf. figure III-12). L'énergie thermique apportée par les particules est suffisante pour permettre la relaxation d'une partie des contraintes de sablage. Cette relaxation est d'autant plus importante que la température de projection est élevée. Ce phénomène se traduit par une brusque évolution de la courbure de la pièce dès l'injection des particules (LIAO ET AL, 1997). Ensuite, en raison de l'empilement progressif et du développement de la contrainte de trempe dans le dépôt, la flèche du bilame constante pendant le préchauffage, évolue. La déformation globale enregistrée $\Delta \delta_q$ est indépendante des oscillations transitoires décrites ci-dessus. En première approximation, elle suit une droite de pente caractéristique du niveau de la contrainte de trempe. Cependant, plus l'épaisseur déposée est importante, plus la déviation est rapide. Cette accélération de la flèche s'explique par l'augmentation effective de la contrainte de trempe lors de la croissance du dépôt. La zircone, bon isolant thermique évacue mal l'énergie thermique incidente des particules en fusion : ce phénomène s'accroît avec l'épaisseur du dépôt. Progressivement, les gradients thermiques au sein de la pièce sont de plus en plus longs à dissiper. La température superficielle de la pièce s'élève et l'adhérence des lamelles augmente (Cf. chapitre II § 2.2.1). Un meilleur contact interlamellaire implique une contrainte de trempe plus élevée. Cette constatation ne vaut que pour les matériaux dont la diffusivité thermique est relativement faible.



• Troisième phase : refroidissement du bilame.

Figure III-13 : Evolution de la température et de la flèche pendant le refroidissement final de la pièce. Développement de la contrainte thermique.

Lorsque la réalisation du dépôt est achevée, le bilame se refroidit depuis la température de projection jusqu'à la température ambiante. Ce refroidissement est lent, conditionné par la rotation du cylindre et la température dans l'enceinte de projection. C'est lors de ce refroidissement que se développe la contrainte thermique liée au différentiel de dilatation des matériaux du bilame (cf. figure III-13). L'amplitude de la déflexion durant ce refroidissement permet l'évaluation de la contrainte thermique.

3. CARACTERISATION DES PROPRIETES THERMOMECANIQUES DES ECHANTILLONS

Le développement d'un modèle thermomécanique nécessite de connaître avec une précision suffisante les propriétés des matériaux qui entrent en jeu. Les caractérisations des propriétés thermiques et mécaniques des échantillons (dépôts et substrats) on été confiées au Laboratoire Microstructure et Comportement de CEA le Ripault. Ce paragraphe décrit les techniques employées pour la détermination des chaleurs spécifiques, diffusivité thermiques, coefficients de dilatation thermique et propriétés élastiques ainsi que les résultats obtenus.

Chaque propriété des trois natures de substrat a été caractérisée entre la température ambiante et 500°C afin de couvrir la plage de température caractéristique d'une projection de zircone. Le matériau projeté n'a pas pu être caractérisé entre 20°C et sa température de fusion (plage de température considérée dans le modèle) pour des raisons pratiques. Deux approches différentes ont été mises en œuvre pour la connaissance des propriétés de la zircone. Les propriétés thermiques présentées dans ce paragraphe sont issues de la littérature (relations semi-empiriques ou valeurs moyennes) et les propriétés mécaniques découlent de caractérisations de dépôts entre 20 et 500°C.

3.1. Mesures de chaleur spécifique

3.1.1. Principe de la mesure

La mesure est réalisée en continu grâce au calorimètre SETARAM DSC 11. La détermination de la chaleur spécifique requiert deux essais dont les protocoles opératoires sont identiques (cf. figure III-14) :

- le premier, avec deux cellules (creusets) vides, appelé essai à blanc,
- le second, réalisé avec cellules et échantillon.

La chaleur spécifique de l'échantillon est proportionnelle à la différence entre les deux signaux qui est convertie en flux thermique grâce à la courbe d'étalonnage de l'appareil. Pour chaque température et sans échantillon étalon (en général, un saphir), la chaleur spécifique de l'échantillon est déterminée.



Figure III-14 : cycle de température pour la caractérisation de la chaleur spécifique des matériaux.

Les valeurs de chaleur spécifique sont obtenues à partir de la différence entre le flux thermique reçu par l'échantillon et son creuset et le flux thermique du creuset seul, d'après l'équation de la chaleur en régime instationnaire :

$$\rho c_p(T) \frac{dT}{dt} = \Phi_{\acute{e}ch.} - \Phi_{blanc}$$
(III-1)

Avec ρ la masse spécifique (kg.m⁻³), c_p la chaleur spécifique à pression constante (J.kg⁻¹.K⁻¹), T la température (K), Φ la différence entre la puissance volumique entrant et sortant par conduction (W.m⁻³).

Ainsi,

$$c_{p}(T) = \frac{\Phi_{\acute{e}ch.} - \Phi_{blanc}}{\rho \frac{dT}{dt}}$$
(III-2)

3.2. Résultats

Les trois paragraphes suivants exposent les résultats de la méthode décrite ci-dessus pour la détermination de la chaleur spécifique des substrats.

α . Acier inox 304L



Figure III-15 : Chaleur spécifique des substrats d'acier 304L en fonction de la température.

β. Fonte FT40



Figure III-16 : Chaleur spécifique des substrats de fonte FT40 en fonction de la température.

γ. Alliage AG4,5



Figure III-17 : Chaleur spécifique des substrats d'aluminium AG4,5 en fonction de la température.

L'évolution de la chaleur spécifique des substrats en fonction de la température sera intégrée à l'ensemble des modèles numériques de cette étude.

3.2.1. Chaleur spécifique de la zircone

La température maximale des fours à notre disposition pour la réalisation des mesures de chaleur spécifique est de 500°C, ce qui est nettement suffisant pour la caractérisation des substrats (lesquels ne dépassent que rarement, pour une projection, les 500°C). Mais la zircone est projetée à une température proche de sa température de fusion (3000K). La prise en compte de l'énergie thermique apportée par les particules nécessite de connaître les propriétés thermiques du matériau d'apport entre 20°C et sa température de fusion.

Les valeurs de la chaleur spécifique de la zircone yttriée sur cette plage de température est très difficilement mesurable. C'est pourquoi une expression semi-empirique issue de la littérature sera utilisée :

$$c_{p} = \frac{4,18}{0,129} \cdot (18,78+3,67.10^{-3} \cdot T - 1310,2 \cdot (T + 273,15)^{-1}) (J.kg^{-1}.K^{-1})$$
(III-3)
Avec *T*, la température en °C

Les valeurs de chaleur spécifique issues de l'équation III-3 sont du même ordre de grandeur que celles des substrats (466J.kg⁻¹.K⁻¹< c_n <613 J.kg⁻¹.K⁻¹ pour 20°C<T<500°C).

3.3. Mesures de la diffusivité thermique

3.3.1. Principe de la mesure

La mesure de diffusivité thermique s'effectue par la technique de "flash face arrière". La géométrie de l'échantillon est cylindrique d'épaisseur 3,5 mm. C'est une expérience en régime transitoire pour laquelle l'une des faces de l'échantillon est soumise à un flux d'excitation radiatif impulsionnel, émis par un tube à éclats. Il est uniformément réparti tandis qu'un détecteur infrarouge muni d'une optique convergente enregistre l'échauffement de l'autre face.

La figure III-18 est typique de l'échauffement enregistré :



Figure III-18 : Thermogramme permettant la détermination de la diffusivité thermique.

Cette courbe, ou thermogramme, est caractéristique du transfert thermique par conduction dans l'épaisseur de l'échantillon et des pertes convectives et radiatives aux frontières de l'échantillon quantifiées par un coefficient d'échange h.

La température mesurée est donnée par (DEGIOVANNI A.):

$$T(t) = \frac{2.Q}{\rho.Cp.e} \sum_{n} \frac{\alpha_n \cos \alpha_n + Bi \sin \alpha_n}{\alpha_n + \frac{Bi}{\alpha_n} (Bi+2)} \exp\left(-a \frac{\alpha_n^2}{e^2} t\right)$$
(III-4)

Avec *a* la diffusivité thermique (m².s⁻¹)

Avec Bi, nombre de Biot :

$$Bi = \frac{h.e}{\kappa} \tag{III-5}$$

Avec *h* le coefficient moyen d'échange thermique (W.K⁻¹.m⁻²) (relatif aux pertes thermiques), *e* l'épaisseur de l'échantillon (m),, κ la conductivité thermique de l'échantillon (W.m.K⁻¹)

Et α_n , solution de l'équation :

$$\tan \alpha = \frac{2 Bi \alpha}{\alpha^2 - Bi^2} \tag{III-6}$$

Donc, d'après (Eq. II-3), la température est fonction de trois paramètres : $T_m = \frac{Q}{\rho . Cp . e}, \ \tau = \frac{a}{e^2}, Bi.$

L'expression du thermogramme (II-3) se normalise et devient alors :

$$\frac{T(t)}{T_m} = 2 \cdot \sum_n \frac{\alpha_n \cos \alpha_n + Bi \sin \alpha_n}{\alpha_n + \frac{Bi}{\alpha_n} (Bi+2)} \exp(-\alpha_n \cdot \tau \cdot t) = f(t, \tau, Bi)$$
(III-7)

L'identification des paramètres s'effectue à partir du thermogramme, par voie logicielle.

3.3.2. Résultats

Les trois paragraphes suivants présentent les résultats de la méthode décrite ci-dessus pour la détermination de la diffusivité thermique des substrats.

α . Acier inox 304L



Figure III-19 : Diffusivité thermique des substrats d'acier 304L en fonction de la température.

β. Fonte FT40



Figure III-20 : Diffusivité thermique des substrats de fonte FT40 en fonction de la température.

γ. Alliage AG4,5



Figure III-21 : Diffusivité thermique des substrats d'aluminium en fonction de la température.

L'utilisation du code Cast3m ne requiert pas la diffusivité thermique en valeur d'entrée mais la conductivité thermique. Celle-ci se calcule à partir de la masse volumique, de la chaleur spécifique et de la diffusivité à l'aide de la relation III-8 :



Figure III-22 : Conductivité thermique des substrats en fonction de la température.

Les conductivités thermiques issues des mesures sont en accord avec les valeurs communément utilisées pour ces matériaux (BARADEL, 1999). La prise en compte de l'influence de la température permet de limiter l'imprécision des résultats numériques liée aux propriétés des matériaux.

3.3.3. Conductivité thermique de la zircone

La conductivité thermique de la zircone yttriée est tirée des pages de THE OXIDE HANDBOOK, (SAMSONOV, 1973), les valeurs sont présentées dans le tableau III-5.



Figure III-23 : Conductivité thermique de la zircone yttriée en fonction de la température.

Les valeurs présentées en figure III-23 correspondent à la conductivité thermique de la zircone massive. Afin de prendre en compte la résistance thermique de contact, R_{th} (cf. chapitre II §2.2.1) traduisant l'imperfection du contact thermique entre les lamelles, la conductivité thermique de la zircone massive a été modifiée. Les lamelles de zircone pour le type de poudre utilisée et les conditions de projection sélectionnées ont une épaisseur moyenne de 2μ m : le flux thermique se propageant dans le sens de l'épaisseur du dépôt 'rencontre' une R_{th} tous les 2μ m. Globalement, la considération de cette R_{th} revient à modifier la conductivité du dépôt en considérant une R_{th} de 1.10^{-8} m².K.W⁻¹ tous les 2μ m selon l'équation III-9.

$$\kappa' = \kappa + \frac{e}{R_{th}} \tag{III-9}$$

Avec κ' la conductivité du dépôt, κ la conductivité de la zircone massive, e l'épaisseur moyenne des lamelles.

3.4. Mesure de la dilation thermique (SETARAM DHT 2400 K)

3.4.1. Principe de la mesure

Les échantillons (pastilles cylindriques) sont placés dans un four cylindrique, dont les parois sont en graphite, fonctionnant uniquement sous atmosphère inerte (argon ou hélium), de la température ambiante jusqu'à 2100°C.

Un capteur de déplacement est positionné sur l'échantillon à étudier et un autre sur une cale de référence. Chaque capteur est fixé à une table motorisée dont le déplacement est mesuré par un dispositif optique. Un capteur de pression positionné sur la table enregistre la poussée provoquée par la dilatation des échantillons et commande le déplacement de la table de manière à laisser aux capteurs de déplacement les degrés de liberté nécessaires à leur centrage par rapport aux échantillons.

3.4.2. Résultats

Les coefficients de dilatation linéaire moyens sur la plage de température 20-500°C sont présentés dans le tableau II-5 (seule la valeurs du coefficient de dilatation des dépôts de zircone est issue de la littérature, (SAMSONOV, 1973)).

Acier inox 304L	17,41.10 ⁻⁶ K ⁻¹
Fonte FT40	12,01.10 ⁻⁶ K ⁻¹
Alliage AG4,5	26,64.10 ⁻⁶ K ⁻¹
Dépôt plasma de zircone	10,0.10 ⁻⁶ .K ⁻¹

Tableau III-5 : coefficients de dilatation des substrats.

Les coefficients de dilatation thermiques dépendent peu de la température (écart), c'est pourquoi des valeurs moyennes sont utilisées.

3.5.Mesure du module d'Young et du coefficient de Poisson par méthode vibratoire (NORME ASTM E 1876-01)

3.5.1. Principe de la mesure

Plusieurs échantillons (110x15x2mm³) de chaque nuance ont été caractérisés afin de déterminer les propriétés mécaniques des substrats de la température ambiante jusqu'à 500°C. Cette méthode vibratoire repose sur la détermination des fréquences propres de la pièce, celles-ci dépendent de la masse, de la géométrie et des propriétés mécaniques de l'échantillon.





Figure III-24 : Module d'Young des substrats en fonction de la température.

La figure III-24 affiche des valeurs de module d'Young à la température ambiante en accord avec la littérature. Leur décroissance liée à l'augmentation de la température est prise en compte dans les modèles numériques CAST3M.

3.5.3. Propriétés mécaniques de la zircone

Les propriétés mécaniques de la zircone projetée ont été déterminées grâce à une méthode vibratoire similaire qui permet l'obtention du module d'Young et du coefficient de Poisson à partir de dépôts sur substrat (bicouches).



Figure III-25 : Module d'Young des dépôts de zircone en fonction de la température.

4. CAST3M : CODE DE CALCUL THERMOMECANIQUE

4.1.Présentation

4.1.1. Origine et développement de CAST3M

Cast3M est un code de calcul pour l'analyse de structures (1, 2 ou 3D) par la méthode des éléments finis et la modélisation en mécanique des fluides. A l'origine, ce code a été développé par le Département de Mécanique et de Technologie (DMT) du Commissariat à l'Energie Atomique (CEA). Le développement de Cast3M entre dans le cadre d'une activité de recherche dans le domaine de la mécanique pouvant servir de support valable pour la conception, le dimensionnement et l'analyse de structures et de composants, dans le domaine nucléaire comme dans le secteur industriel classique. Dans cette optique, Cast3M présente un système complet, intégrant non seulement les fonctions de calcul proprement dites, mais également des fonctions de construction du modèle (pré-processeur) et de traitement des résultats (post-processeur).

Cast3M permet de traiter des problèmes d'élasticité linéaire dans les domaines statique et dynamique (extraction de valeurs propres), des problèmes thermiques, des problèmes non linéaires (élasto-visco-plasticité), des problèmes dynamiques pas à pas, la ruine des structures, des problèmes couplant calculs fluides et structuraux etc.

Ce code de calcul présente la particularité d'offrir la possibilité de personnaliser et de compléter le système proposé, afin de l'adapter à ses propres exigences. La totale flexibilité de Cast3M permet de traiter au mieux les problèmes à résoudre. Contrairement à d'autres systèmes conçus pour résoudre un certain nombre de problèmes bien définis, et auxquels l'utilisateur doit nécessairement se plier, Cast3M est un programme que l'utilisateur peut adapter à ses besoins propres.

En pratique, le programme est constitué d'une série d'opérateurs. Chacun d'entre eux étant affecté à l'exécution d'une seule opération. Il suffit d'appeler un quelconque opérateur, à l'aide de l'instruction appropriée, pour que ce dernier soit exécuté. L'utilisateur peut définir ou adapter la séquence de résolution à toute sorte de problématique. Le langage utilisé pour définir les instructions fonctionnelles de traitement est un langage de haut niveau, GIBIANE. Il permet un échange aisé d'informations entre l'utilisateur et le programme. La grande flexibilité offerte par le programme ne dispense toutefois pas l'utilisateur d'apprendre à poser ses problèmes de calcul selon la méthode adoptée dans le code. Par conséquent, il est important d'analyser et de comprendre comment l'ensemble d'une analyse par éléments finis est structuré et organisé, de façon à pouvoir toujours faire un rapprochement direct entre l'opération mathématique logique poser les opérateurs à utiliser ou à et (WWW.CAST3M.CEA.FR).

4.1.2. Moyens de calcul du centre

L'ensemble des calculs a été réalisé à partir de stations de calcul Sun ou Silicon Graphics respectivement sous système d'exploitation Solaris 8 et IRIX. Ces stations peuvent se connecteur à trois serveurs de calculs différents représentant au total 36 microprocesseurs et 28Go de RAM. Les versions de Cast3m utilisées ne permettant pas de paralléliser les
calculs : leur exécution a nécessité un seul processeur à la fois, utilisant 4Go de RAM en moyenne.

4.1.3. Modèles thermiques et mécaniques

 α . Modèle de convection

La plaquette métallique évacue l'énergie thermique reçue par le plasma grâce au dispositif cryogénique mais également grâce à des phénomènes convectifs sur sa face arrière. Cast3m propose la possibilité de prendre en compte cette convection sous deux modes distincts : la convection forcée et la convection naturelle. En raison de la rotation du cylindre, le type de convection à considérer est la convection forcée dont le flux thermique d'échange entre la paroi du cylindre et le fluide $(W.m^{-2})$ s'exprime de la façon suivante :

$$W_{conv} = h_c \left(T_{milieu} - T_{plaquette} \right)$$
(III-9)

Le coefficient d'échange thermique, h_c (W.m⁻².K⁻¹), est un paramètre essentiel de cette équation, sa détermination est détaillée dans le chapitre suivant.

β . Modèle de diffusion de la chaleur en milieu solide

La quasi-totalité des calculs thermiques réalisée pendant cette étude a consisté en des calculs de thermique transitoire faisant intervenir des propriétés non linéaires des matériaux. Le temps intervient explicitement et tous les paramètres peuvent dépendre de la température. La résolution de l'équation de la chaleur permet la détermination des températures sur l'ensemble des nœuds du maillage.

$$\frac{\partial}{\partial x} \left(\kappa \frac{\partial T}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\kappa \frac{\partial T}{\partial y} \right) + \dot{q} = \rho C p \frac{\partial T}{\partial t}$$
(III-10)

Equation de conduction de la chaleur en coordonnées cartésiennes, en deux dimensions avec terme source en régime instationnaire.

 \dot{q} (W.m⁻³) correspond à la puissance thermique générée dans le volume. Elle est liée à l'ensembles des conditions limites qui s'appliquent au modèle : flux thermiques du plasma et de la cryogénie, pertes convectives en face arrière.

γ. Modèle élastique et couplage thermomécanique

Les modèles mécaniques sont construits avec l'hypothèse des déformations planes. Le système d'équations III-11 s'écrit (SOKOLNIKOFF, 1956):

$$\begin{cases} u_{\alpha} = u_{\alpha} \left(x_{1}, x_{2} \right) \\ u_{3} = 0 \end{cases}$$
(III-11)

Donc la composante de déformation ε_{i3} et ε_{3i} du tenseur de déformation est nulle quel que soit i.

$$[\varepsilon] = \begin{bmatrix} \varepsilon_{11} & \varepsilon_{12} & 0\\ \varepsilon_{21} & \varepsilon_{22} & 0\\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$
 (III-12)

Si l'on considère que la déformation totale $[\varepsilon]$ est la somme des déformations liées à l'expansion thermique du matériau $[\varepsilon']$ et à son comportement élastique $[\varepsilon'']$ (cette déformation élastique est liée à la résistance de la pièce à la dilatation thermique), on peut écrire l'équation III-13 :

$$[\varepsilon] = [\varepsilon'] + [\varepsilon''] \tag{III-13}$$

La composante de la déformation due à l'expansion thermique s'exprime de la façon suivante :

$$\varepsilon'_{ij} = \alpha T \,\delta_{ij} \tag{III-14}$$

Avec α le coefficient de dilatation du matériau (K⁻¹), T la température (K) et δ_{ij} élément de la matrice unité d'ordre 3

L'expression des composantes du tenseur des déformations élastiques a été posée par Franz Neumann, en 1841 en se basant sur la relation contraintes/déplacements classique :

$$\varepsilon_{ij}'' = \frac{1+\nu}{E} \tau_{ij} - \frac{\nu}{E} \tau_{ii} \,\delta_{ij} \tag{III-15}$$

Avec τ_{ij} composante du tenseur des contraintes (Pa), E module d'Young (Pa), ν coefficient de poisson (-).

Ainsi, des équations III-13, III-14 et III-15, il vient :

$$\varepsilon_{ij} = \frac{1+\nu}{E} \tau_{ij} - \left(\frac{\nu}{E} \tau_{ii} - \alpha T\right) \delta_{ij}$$
(III-16)

La résolution de l'équation III-16 permet d'en obtenir l'expression de τ_{ij} (équation de Duhamel-Neumann) :

$$\tau_{ij} = \lambda \varepsilon_{ii} \,\delta_{ij} + 2\,\mu \varepsilon_{ij} - \alpha (3\,\lambda + 2\,\mu) T \,\delta_{ij} \tag{III-17}$$

Avec λ et μ coefficients de Lamé (-).

5. CONCLUSION

Les modèles numériques chargés du calcul des températures et/ou des déflexions du substrat pendant le préchauffage ou la construction du dépôt sont basés sur les modèles mathématiques décrits ci-dessus. L'ensemble des caractérisations effectué sur les substrats permet de fournir les propriétés nécessaires au bon déroulement des calculs. Les propriétés ont été balayées en température (jusqu'à 500°C) afin de réduire les erreurs liées à l'imprécision des propriétés thermomécaniques. Les modèles doivent également être en mesure de reproduire les conditions cinématiques spécifiques du montage expérimental, notamment la vitesse d'éclairement et le pas de la torche.

L'appareillage destiné à la mesure des contraintes résiduelles réalise l'enregistrement de la déflexion du milieu de la plaquette et de la température du milieu de la face arrière pour des conditions de projection considérées industrielles (vitesse d'éclairement supérieure à 1m.s⁻¹). Les températures et déplacements calculés seront observés aux mêmes endroits que les capteurs sont fixés : au milieu de la plaquette pour le déplacement et à 1cm du milieu de la plaquette pour la température. La diversité des paramètres (vitesse d'éclairement, distance de projection, nature du substrat et nature du dépôt) va permettre une sollicitation diversifiée du modèle dans le but de rendre compte de sa flexibilité d'utilisation.

Chapitre 4 : Modélisation thermomécanique de la construction des dépôts plasma

INTODUCTION

Les résultats obtenus par BARADEL, 1999 sont le point de départ de cette étude : la détermination des flux thermiques et des échanges convectifs ont permis d'établir les courbes suivantes à partir d'un modèle cast3m bidimensionnel censé reproduire le préchauffage d'une plaquette métallique (figure IV-1).



Figure IV-1 : Courbe de préchauffage obtenue par un modèle bidimensionnel Cast3m en considérant les conditions limites de BARADEL, 1999.



Figure IV-2 : Courbe de déflexion pendant le préchauffage obtenue par un modèle bidimensionnel Cast3m en considérant les conditions limites de BARADEL, 1999.

Bien que l'allure globale des courbes expérimentales soit respectée, la durée nécessaire atteindre l'équilibre pour thermique est nettement plus longue qu'expérimentalement (cf. figure III-9). Les déformations calculées sont nettement supérieures à celles observées (cf. figure III-11). Ces conclusions émises au début des travaux sont les mêmes que celles de BARADEL, 1999, qui avait développé des modèles thermiques et mécaniques similaires unidimensionnels. Ainsi, la prise en considération des gradients latéraux (dans le sens de la longueur de la plaque) lors du passage à un modèle à deux dimensions n'a pas sensiblement amélioré les résultats. C'est pourquoi les données des conditions limites ont été remises en question : le coefficient d'échange h_c avait été estimé de manière théorique (GILL, 1991), une étude complémentaire est nécessaire ainsi que pour les flux thermiques du plasma et de la cryogénie. Ces derniers avaient été mesurés grâce à une sonde enthalpique plongée dans le jet de plasma sans prendre en compte l'environnement géométrique du dispositif et son influence sur l'écoulement des gaz.

Ce chapitre présente à la fois les résultats expérimentaux liés à la détermination des conditions limites du modèle ainsi que leur mise en équation et la comparaison de l'ensemble des résultats issus du calcul aux relevés expérimentaux pour des dépôts de zircone yttriée.

1. DETERMINATION DES CONDITIONS LIMITES ET DES PROPRIETES THERMOMECANIQUES DES MATERIAUX

1.1. Transferts thermiques entre l'échantillon et son environnement.

1.1.1. Mesure des flux thermiques transférés du plasma à l'échantillon

Les flux thermiques apportés à l'échantillon par le plasma ont été évalués de manière expérimentale au Laboratoire de Projection Thermique, lors de ses travaux, par BARADEL, 1999. La méthode de détermination utilisée était basée sur la caractérisation de l'écoulement du plasma, à la distance de tir par une sonde enthalpique qui permet de connaître la température, la vitesse des gaz ainsi que leur composition (grâce à des mesures de spectrométrie de masse). Ensuite, une corrélation Nusselt-Reynolds (WONG, 1977) permet le calcul du flux thermique échangé dont le profil gaussien était approché par une loi du type :

$$\Delta H(r) = \frac{H_{tot}}{\pi R_{H}^{2}} \exp\left[-\left(\frac{r}{R_{H}}\right)^{2}\right]$$
(IV-1)

 $\Delta H(r)$ représente le flux thermique apporté à l'échantillon (W/m²) lorsque la distance torche-point de calcul est égale à r, H_{tot} correspond au flux thermique maximal (W) apporté à l'échantillon, c'est à dire lorsque la torche se trouve au niveau du point de calcul, R_H représente le rayon caractéristique de la gaussienne (m).

Pour un plasma d'argon/hydrogène (36/12L.min⁻¹), à une distance de tir de 100mm, la valeur du flux thermique maximal transféré est alors égale à 7,9MW.m⁻² et la largeur de la gaussienne est de 40mm.

Au vu des premiers résultats, une reconsidération des flux thermiques transférés par le plasma a été effectuée pour le calcul de la température et de la déformation durant le préchauffage. L'effet de la présence du cylindre porte-échantillon sur l'écoulement des gaz issus du plasma et de l'air ambiant est indubitable et ne peut-être négligé. C'est pourquoi la mesure des flux thermiques par la méthode de la sonde enthalpique n'est pas adaptée à ce type de dispositif expérimental.

Le cylindre porte échantillon possède cinq ouvertures d'un pouce de diamètre (25,4mm) qui permettent d'accueillir un fluxmètre. Ce fluxmètre (dont le principe de fonctionnement est décrit au chapitre III §1.2.3) est parfaitement intégré au dispositif expérimental. Il a même été possible d'étudier l'influence de la présence du cache de protection métallique sur le profil des flux.

α. Profils du flux plasma transféré

Les premières mesures du flux plasma transféré ont été réalisées dans la configuration suivante : la présence du cache a tout d'abord négligée, le fluxmètre étant positionné à fleur de la surface du cylindre (Figure IV-3). Le fluxmètre, tout comme le cylindre porte échantillon est refroidi par circulation d'eau : les mesures de flux sont effectuées en statique, pour une meilleure précision. Ainsi, le flux transféré est cartographié par le capteur suivant les deux directions principales horizontale et verticale.



Figure IV-3 : Schéma du fluxmètre inséré dans le cylindre à double paroi : mesure des flux thermiques.

Les profils enregistrés ont confirmé l'influence du cylindre sur l'écoulement des gaz et le flux transféré. Les profils cartographiés sont radicalement différents de ceux qui correspondent aux enregistrements de la sonde enthalpique. La Figure IV-4 présente la comparaison des profils des flux issus des enregistrements des deux types de capteur. Dans le cas d'un obstacle placé devant l'écoulement du plasma, l'énergie thermique est beaucoup plus étalée que lorsque le jet s'écoule librement. Ainsi, le fluxmètre intégré au cylindre a enregistré un profil de flux réparti sur une surface beaucoup plus importante (630mm² contre 125mm² pour la sonde enthalpique) et d'amplitude moins élevée (1,86MW/m² contre 7,90MW/m² pour la sonde enthalpique).



Figure IV-4 : Comparaison des profils de flux plasma enregistrés grâce au fluxmètre (en vert) et à la sonde enthalpique (en rouge), distance de tir = 100mm.

Dans le cas où le fluxmètre affleure la surface du cylindre, aucune anisotropie du flux transféré n'est observée dans le plan de mesure. Afin de déterminer au mieux les conditions limites à fournir au modèle, le masque protecteur est placé autour du fluxmètre pour observer son influence.

β . Influence de la présence du cache

Afin de faciliter la mesure, la présence du cache a, dans un premier temps, été négligée, le flux transféré mesuré était orthotrope. L'intégration du fluxmètre dans le cache a révélé une modification remarquable de l'allure horizontale du flux. Les profils mesurés pour les deux directions sont présentés en figures IV-5 et IV-6. Le cache présente un profil en créneau qui dévie l'écoulement des gaz avec une fenêtre en son sommet (16mm de large) qui expose la plaquette (ou le fluxmètre) au plasma. Cette exposition au plasma est réduite, ce qui explique le profil plus resserré du flux enregistré horizontalement.



Figure IV-5 : Profil horizontal (direction perpendiculaire à l'axe de rotation) du flux plasma transféré au substrat, D = 100mm.



Figure IV-6 : Profil vertical (parallèle à l'axe de rotation) du flux plasma transféré au substrat, D = 100mm.

 γ . Influence de la distance de projection

Dans le but de reproduire numériquement l'influence de la distance de projection sur l'histoire thermomécanique de la pièce, le flux thermique transféré a été mesuré à deux distances différentes : 100 et 150mm. Les profils suivants les deux directions sont présentés pour 150mm de distance sur les figures III-7 et III-8. La comparaison de ces figures aux figures IV-5 et IV-6 met en évidence la forte dépendance de l'amplitude du flux thermique transféré avec la distance de tir : l'augmentation de la distance de 50% a conduit à une chute d'amplitude de plus de 60%. L'allure globale des courbes est identique avec un pic de flux thermique de 60mm de large pour le profil horizontal (figures IV-5 et IV-7) et un profil plus étendu (sur 200mm environ) pour les figures IV-6 et IV-8 qui correspondent à la mesure verticale pour laquelle le cache n'a pas d'influence.



Figure IV-7 : Profil horizontal (direction perpendiculaire à l'axe de rotation) du flux plasma transféré au substrat, D = 150mm.



Figure IV-8 : Profil horizontal (parallèle à l'axe de rotation) du flux plasma transféré au substrat, D = 150mm.

1.1.2. Mesure des flux thermiques liés à la cryogénie

Pour une distance de 100mm, une vitesse d'éclairement de 1760mm.s⁻¹ et sous nos conditions de projection, la température macroscopique du substrat dépasse les 400°C lors du préchauffage sans dispositif cryogénique. Pour maintenir une température de projection de l'ordre de 220°C, l'utilisation d'un dispositif de refroidissement est nécessaire. Le flux thermique transféré entre la plaquette et le liquide cryogénique a également été quantifié. La démarche est identique à celle utilisée au paragraphe précédent. Le fluxmètre est intégré dans le cylindre et recouvert du cache métallique. Afin de pouvoir mesurer un flux négatif (dans le référentiel du fluxmètre), les polarités du capteur ont été inversées. Le profil horizontal du flux thermique cryogénique a pu être mesuré sur une rotation complète et est présenté dans la Figure IV-9.

Contrairement au jet de plasma, la pulvérisation de liquide cryogénique génère un flux beaucoup plus diffus. En raison de la hauteur de la fenêtre du cache (90mm) et de la course réduite des buses cryogénique durant une passe (100m), le flux échangé entre le substrat et le liquide cryogénique est constant selon la direction verticale. Seul le profil horizontal, correspondant à une rotation du cylindre présente des variations de ce flux pendant la projection.



Figure IV-9 : Profil horizontal (direction perpendiculaire à l'axe de rotation) du flux cryogénique.

- 1.1.3. Échanges thermiques avec l'air ambiant
- α . Pendant la projection plasma

Tandis que la face avant de la plaquette (face qui n'est pas en contact avec le capteur de déplacement) ne voit pendant une rotation du cylindre que le plasma et le jet de CO₂ liquide, la face arrière est sujette à des phénomènes convectifs tout au long de la projection. La connaissance précise de ces échanges thermiques entre la face arrière de la plaquette et les gaz environnants s'est avérée nécessaire à la modélisation du procédé. En effet, cette convection permet l'évacuation la chaleur transférée par le plasma et ayant diffusé à travers l'épaisseur de la plaquette. Comme précisé dans le chapitre III, § 4.1.3, la convection forcée en face arrière est régie par l'équation III-9. $T_{plaquette}$ est calculée par le code, T_{milieu} est connue (130°C) grâce au thermocouple (figure II-2) dédié à la mesure de la température de l'air. Les résultats de cette mesure sont présentés dans la figure IV-10. Le dernier paramètre nécessaire à l'estimation correcte du transfert thermique s'opérant sur cette face est le coefficient d'échange. BARADEL, 1999 avait choisi de fixer h_c à une valeur issue de la bibliographie correspondant à un écoulement uniforme autour d'un cylindre fixe : 45W.K⁻¹.m⁻² (GILL, (1991)). En fait, le cylindre n'est pas fixe et un phénomène convectif se déroule à l'intérieur du cache. Les écoulements du plasma et la projection de CO₂ liquide viennent périodiquement perturber les gaz circulant en face arrière. Etant donnée la complexité des phénomènes hydrodynamiques gouvernant la circulation des gaz en face arrière, il est extrêmement difficile de calculer le coefficient d'échange thermique ou même de comparer ce type de configuration à un cas classique d'écoulement. C'est pourquoi ce coefficient d'échange est, dans le cas de cette étude, déterminé grâce à des comparaisons entre des courbes de températures calculées et mesurées.

Puisqu'il ne manque que h_c pour connaître entièrement le phénomène convectif en face arrière, une étude paramétrique numérique comparée aux courbes expérimentales de températures pendant le préchauffage permet de fournir h_c pour chaque condition de projection (selon la distance ou la cinématique de projection). La comparaison paramétrique se base essentiellement sur la température de préchauffage et la cinétique de montée en température (respect du nombre de passe pour atteindre l'équilibre). Cette étude paramétrique donne un coefficient d'échange de 350W.K⁻¹.m⁻² à 100mm et 320 W.K⁻¹.m⁻² à 150mm, la vitesse d'éclairement n'influant pas sur ces valeurs.



Figure IV-10 : Courbes de température représentative de la température des gaz en face arrière pendant une projection plasma, à mi-distance entre la paroi du cylindre et la face arrière de la plaquette.

β . pendant le refroidissement final

En fin de projection, seuls les phénomènes de convection gouvernent le refroidissement sur les deux faces de la plaquette revêtue. La température de la cabine de projection est connue (30°C), le coefficient d'échange est déterminé numériquement (45W.K⁻¹.m⁻²) en comparant les courbes de refroidissement enregistrées durant les expérimentations et celles calculées sous l'hypothèse d'un coefficient d'échange thermique identique sur les deux faces de la plaquette.

1.2. Détermination de la nature du contact entre l'échantillon et son support

La plaquette instrumentée repose sur deux appuis linéaires simples (couteaux en INVAR) Elle est maintenue en position par deux tiges munies de ressorts (figure II-2). Cette disposition permet de mettre la plaquette en configuration de flexion pure, la flèche étant mesurée au milieu des deux appuis conformément à la théorie mécanique de détermination des contraintes résiduelles (cf. chapitre 1 § 3.2.1).

Ce moyen de fixation par ressort a cependant quelques inconvénients :

- Les efforts liés à la compression des ressorts sont reportés au niveau des appuis, ce qui accroît les frottements entre les appuis et la plaquette.
- La dilatation de la plaquette lors de la projection (plus de 3mm de dilatation pour une température de préchauffage de 220°C) peut mettre les tiges de maintien en contact avec les parois du cylindre porte-échantillon et ainsi perturber la mesure des déflexions.

Cast3m ne permet pas de prendre en compte ces considérations mécaniques. C'est pourquoi un modèle simple de frottement linéaire de type frottement de Coulomb est appliqué comme condition limite de contact aux appuis (cf. figure IV-11). Ce type de frottements est caractérisé par le paramètre ϕ , demi angle au sommet du cône de frottement défini comme suit :

$$tg \phi = \frac{R}{f}$$
(IV-2)

R est la norme de la réaction du support, f est la valeur de la force nécessaire au glissement de la plaque sur ses appuis, ϕ est l'angle entre \vec{R} et \vec{f} .



Figure IV-11 : Schéma des efforts (réaction du support et force de frottement – en noir) sur un couteau. Si la résultante (en rouge) est en dehors du cône de frottement d'angle au sommet 2ϕ , il y a glissement.

Des mesures dynamométriques de f ont permis la détermination de ϕ . Les valeurs de ϕ en fonction de la nature du substrat sont reportées dans le tableau III-1.

Tableau IV-1 : caractéristique des mécanismes de frottement : valeurs de tan ϕ en fonction de la nature des plaquettes.

tan þ	Acier inox 304L	0,2
	Aluminium	0,3
	Fonte FT40	0,2

1.3. Intégration des mesures expérimentales au modèle numérique

L'ensemble des mesures décrit ci-dessus permet la détermination des conditions limites du modèle. Ces mesures sont interpolées afin que le modèle puisse reproduire le plus fidèlement possible les conditions expérimentales de projection.

1.3.1. Conditions limites thermiques

α. Flux thermique transféré entre le plasma et la plaquette

Le flux thermique absorbé par la face avant de la plaquette a été mesuré pour l'ensemble des paramètres de projection en prenant en compte l'influence de la présence du cache sur son profil.

La surface d'impact du jet de plasma est le plan de la face avant de la plaquette. BOLOT ET AL, 2003 ont étudié le transfert thermique entre un plasma et un substrat plan. De leurs mesures calorimétriques est sortie une loi d'interpolation du profil du flux transféré au substrat en fonction de la distance à l'axe du jet faisant apparaître deux paramètres : l'amplitude du flux thermique et sa dispersion spatiale.

$$\Phi(r) = \frac{A}{1 + \left(\frac{r}{B}\right)^2}$$
(IV-3)

 $\Phi(r)$ flux thermique transféré au substrat à la distance r (m) de l'axe du jet, A amplitude du flux thermique (W.m⁻²), B coefficient de dispersion (m).

Cette interpolation est utilisée pour la définition du flux plasma transféré du modèle. La différence en terme d'énergie thermique transférée est inférieure à 5% entre le profil mesuré et l'interpolation (Figure IV-12 et IV-13).



Figure IV-12 : Comparaison des profils verticaux, mesuré (en orange) et interpolé (en vert), du flux thermique du plasma, Ar/H_2 36/121.min⁻¹, D = 100mm.



Figure IV-13 : Comparaison des profils verticaux, mesuré (en orange) et interpolé (en vert), du flux thermique du plasma, Ar/H_2 36/121.min⁻¹, D = 150mm.

L'interpolation présentée en équation IV-3 n'est pas valable pour la représentation du flux thermique dans la direction horizontale. Le cache modifie radicalement l'allure du flux transféré qui est atténuée sur les bords (voir figures III-14 et III-15). De manière à simplifier la programmation du flux dans cette direction, l'interpolation proposée est une linéarisation par parties du flux mesuré. De cette manière, l'erreur par rapport à la mesure est inférieure à 5%. Le flux thermique transféré est donc correctement pris en compte, dans ses trois dimensions (en considérant le paramètre distance de tir).



Figure IV-14 : Comparaison des profils horizontaux, mesuré (en rouge) et interpolé (en vert), du flux thermique du plasma, Ar/H_2 36/12l.min⁻¹, D = 100mm.



Figure IV-15 : Comparaison des profils horizontaux, mesuré (en rouge) et interpolé (en vert), du flux thermique du plasma, Ar/H_2 36/12l.min⁻¹, D = 150mm.

β. Flux thermique transféré entre le jet de pulvérisation cryogénique et la plaquette

La pulvérisation de liquide cryogénique génère un jet diffus de gouttelettes dont la conséquence est une homogénéité spatiale du flux thermique échangé avec le substrat. Ainsi, verticalement, le flux est considéré constant lors de chaque passage devant les buses. Le profil horizontal est interpolé par un flux crénelé dont la largeur et l'amplitude sont issues de la mesure comme le montre la figure IV-17.



Figure IV-16 : Comparaison des profils horizontaux, mesuré et interpolé, du flux thermique cryogénique, D=100mm.



Figure IV-17 : Comparaison des profils horizontaux, mesuré et interpolé, du flux thermique cryogénique, D=150mm.

γ . Synthèse spatiale des flux transférés pendant une rotation de cylindre

Numériquement, l'ensemble des flux, cryogénique et plasma, transféré est considéré comme une seule condition limite de flux thermique sur la face avant. Le substrat est modélisé en deux dimensions dans sa longueur et son épaisseur. Ainsi, les différents flux thermiques se succèdent temporellement sur la face avant (en fonction de l'angle de rotation du cylindre). Le schéma de la Figure IV-18 explique visuellement la succession des flux sur la face avant au cours d'une rotation.



Figure IV-18 : Représentation graphique de la condition limite 'flux thermique' fournie à cast3m pour une rotation, plasma $Ar/H_2 36/121.min^{-1}$, D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹.

1.3.2. Conditions limites mécaniques

Les conditions limites mécaniques des modèles thermomécaniques sont de deux ordres :

- La définition des contacts entre les appuis et la plaquette,
- La prise en compte des frottements sur ces appuis.

La première condition s'exprime en imposant des déplacements nuls aux appuis selon Y : UY = 0 en A et B. L'hyperstaticité du modèle est évitée en imposant des déplacements selon X nuls en O : UX₀ = 0 (cf. Figure IV-19). Cast3m permet l'utilisation d'un modèle de frottement linéaire de type Coulomb (décrit en III §1.2) pour lequel les surfaces de contact et les valeur de tan ϕ doivent être précisées (cf. tableau III-1).



Figure IV-19 : Synthèse des conditions limites représentée autour des maillages utilisés pour les calculs thermomécaniques a.) et thermiques b.)

2. PHASE DE PRECHAUFFAGE

- 2.1.Description du modèle
 - 2.1.1. Hypothèses
 - Dimensions du modèle :

La plaquette métallique et le dépôt sont modélisés en 2D, dans leur longueur et leur épaisseur. Ainsi, le calcul des gradients thermiques dans le sens de l'épaisseur est effectué (ces gradients sont l'origine principale des pics de déformation lors du passage du plasma devant l'échantillon – cf. chapitre II § 2.4). La prise en compte de la seconde dimension est nécessaire puisque les gradients thermiques développés dans la direction de la longueur de la pièce sont non négligeables et modifient le comportement mécanique de la pièce.

• Propriétés thermiques et mécaniques :

Les matériaux sont considérés homogènes et isotropes. Cette hypothèse pourrait sembler exagérée en raison de l'anisotropie caractéristique des dépôts plasma. Mais les mesures des propriétés ont été réalisées directement sur les dépôts et non à partir de zircone massive. Ces propriétés retranscrivent le comportement macroscopique du dépôt, celui-ci pouvant alors être considéré comme homogène. Afin d'optimiser la précision du modèle, lorsque cela fut possible, la variation des propriétés en fonction de la température a été mesurée (cf. chapitre 2, § 3).

• Phénomènes négligés :

Pour l'ensemble des modèles, le refroidissement du substrat par rayonnement n'a pas été considéré. Le code de calcul ne peut pas prendre en compte sur la face avant, à la fois, les flux thermiques issus du plasma et les pertes radiatives. Des instabilités du code ont été observées à chaque calcul prenant en compte ces deux conditions limites. Ce problème devrait être corrigé dans les futures versions de Cast3m.

Afin de simplifier les conditions initiales, les contraintes superficielles de sablage ne sont pas prises en compte. Cette hypothèse n'est pas contraignante puisqu'une partie des substrats a subi un traitement thermique de recristallisation destiné à détendre les zones écrouies de la plaquette (cf. chapitre 2 §1.3.2). Des profils de contraintes ont ainsi été réalisés par la méthode du trou incrémental sur des substrats sablés, non précontraints. Ils permettront d'effectuer des comparaisons du modèle avec les résultats obtenus numériquement.

2.1.2. Maillage et pas de temps.

Deux types de maillage sont utilisés selon que le calcul est purement thermique ou couplé thermique/mécanique. Dans le premier cas, le maillage, constitué de quadrilatères réguliers à interpolation linéaire (QUA4), est progressivement densifié en direction de la face avant, surface d'application des flux thermiques. Pour les calculs thermomécaniques, il est nécessaire de densifier le maillage dans trois endroits distinctes : la face avant et les deux zones de contact entre la plaquette et les appuis. C'est pourquoi un maillage constitué d'éléments triangulaires est nécessaire. Les éléments de ce maillage sont des éléments triangulaires à interpolation linéaires (TRI3), (PEPPER ET AL, 1992) (figure IV-19).

Le choix des pas de temps et la construction des deux maillages ont été déterminés en respectant le critère de Fourier : Fo < 1. Le nombre de Fourier permet de caractériser la pénétration de la chaleur en régime transitoire :

$$Fo = \frac{D.\tau}{L^2} \tag{IV-4}$$

Avec D la diffusivité du matériau (m².s⁻¹), τ le pas de temps (s) et L l'épaisseur de la maille (m).

Ce critère permet de construire un maillage en accord avec les pas de temps choisis lors d'un calcul en thermique transitoire. De plus, le densification progressive du maillage correspond à une évolution successive de l'épaisseur des mailles de 66% au minimum afin d'éviter les problèmes de divergence lors de l'application des conditions limites.

- 2.1.3. Conditions initiales
 - Condition initiale thermique :

A t = 0, la surface modélisée est affectée d'une température uniforme de 20° C.

• Conditions initiales mécaniques :

Dans le cas des calculs couplés, les champs de contraintes et de déplacements sont initialisés à des champs uniformes nuls, en accord avec l'expérimentation puisque les substrats ont subi une opération de sablage sur chacune de leur face de manière à les rendre plans.

2.2. Validation du modèle thermique

La qualité des résultats numériques a évolué au fur et à mesure des prospections expérimentales. Le développement du modèle chargé de reproduire la phase de préchauffage a été déterminant pour la validation des conditions limites et initiales employées. Cette validation s'est effectuée par étapes avec la prise en compte de chaque paramètre environnemental de la projection plasma : la mesure des flux thermiques transférés, la détermination de la convection, la prise en compte de la présence du cache de protection.

2.2.1. Evolution qualitative des résultats

La nette amélioration de l'allure des courbes de température apparaît avec la prise en compte des flux thermiques et de la convection corrigés. La présence du cache n'a d'influence visible que sur la mécanique (cf. § suivant).

L'allure des courbes avant toute modification nouvelle, en utilisant les conditions limites de BARADEL, 1999 correspond à celle des figures IV-1 et IV-2. Plusieurs étapes ont été nécessaires avant d'aboutir à des allures du type de celles des figures III-9 et III-11. Cette allure générale a été obtenue dès l'intégration aux modèles des nouveaux flux mesurés (avec le fluxmètre incorporé au cylindre). Le calage des températures d'équilibre expérimentales et numériques est ensuite effectué grâce à la détermination du coefficient d'échange thermique sur la face inférieure par une étude paramétrique et comparative.

2.2.2. Influence de la nature du substrat

Sur chaque figure (IV-20, IV-21 et IV-22) sont présentées les courbes des évolutions de la température du substrat mesurées et calculées, en fonction de la nature de celui-ci.



Figure IV-20 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat acier.



Figure IV-21 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure IV.22 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat aluminium.

Les allures des courbes calculées et expérimentales (figures IV-20 à IV-22) concordent. Contrairement à la figure IV-1, l'allure de chaque courbe issue du calcul ainsi que le nombre de cycles nécessaires à l'établissement de l'équilibre thermique sont correctement retrouvés. Ces courbes montrent que le modèle thermique est capable de reproduire correctement le préchauffage de l'échantillon pour une distance de projection de 100mm et une vitesse d'éclairement de 1,76m.s⁻¹ et ce, en respectant l'influence de la nature du substrat. En effet, la cinétique de préchauffage plus rapide de l'aluminium, et la présence de fluctuations thermiques plus importantes dans le cas de la fonte et de l'aluminium (en raison de leur conductivité thermique élevée par rapport à l'acier) sont respectées.

2.2.3. Influence de la vitesse d'éclairement

L'autre paramètre de l'étude numérique est la vitesse d'éclairement. Les données liées à la cinématique ont été adaptées de manière à diviser la vitesse d'éclairement par deux. De cette manière, les courbes suivantes correspondent aux mêmes courbes que celles des figures III-20, III-21 et III-22 mais pour une vitesse d'éclairement de 880m.s⁻¹.



Figure IV.23 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat acier.



Figure IV.24 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure IV-25 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat aluminium.

Lorsque la vitesse d'éclairement est plus faible, les conséquences sur la température du substrat sont multiples :

 La vitesse de rotation étant ralentie, l'échantillon voit le flux thermique du plasma pendant le double de temps que pour une vitesse d'éclairement double, le temps pour réaliser une rotation complète est également double. Ceci a pour conséquence de faire apparaître des pics de température en face arrière plus importants (le cyclage thermique est plus sévère). Ces pics, visibles sur le zoom que constitue la Figure IV-26, sont deux fois plus élevés dans le cas de la cinématique lente.



Figure IV-26 : Observation de l'influence de la vitesse d'éclairement sur les fluctuations de température sur la face arrière d'un substrat d'acier (calculée – rouge et mesurée – jaune), échelle de temps = 1s, ve = $1,76m.s^{-1}$ (a et c), ve = $0,88 m.s^{-1}$ (b et d).



Figure IV-27 : Observation de l'influence de la vitesse d'éclairement sur les fluctuations de température sur la face arrière (calculée – rouge et mesurée – jaune), échelle de temps = 10 s, ve = $1,76m.s^{-1}$ (a et c), ve = $0,88m.s^{-1}$ (b), substrat acier (a et b), substrat aluminium (c).

- L'effet décrit ci-dessus pour le cas d'une rotation s'observe également pour la réalisation d'un cycle de projection (deux passes). La progression verticale de la torche plasma à chaque rotation du cylindre est fixe quelle que soit la vitesse d'éclairement : 4,5mm. Selon que la vitesse d'éclairement est de 880m.s⁻¹ ou de 1760m.s⁻¹, la durée d'une passe est respectivement de 11,5s ou 23s. La durée pendant laquelle la zone d'impact du jet de plasma est proche ou éloignée du thermocouple fixé en face arrière est deux fois plus longue dans le cas de la vitesse d'éclairement la plus faible. Les amplitudes des fluctuations macroscopiques de températures sont donc plus importantes pour les faibles vitesses d'éclairement.
- L'influence de la vitesse d'éclairement sur ces fluctuations est visible sur les amplitudes de la température mais également temporellement. La Figure IV-27 montre la dilatation temporelle des fluctuations.

Bien que l'allure globale de toutes les courbes soit similaire, les comportements thermiques des différents substrats en raison des écarts de diffusivité thermique (cf. chapitre 2 §3.2) engendrent certaines spécificités. La courbe de préchauffage de l'alliage d'aluminium AG4,5, dont la diffusivité est près d'un ordre de grandeur plus importante que la fonte et l'acier présente des fluctuation plus prononcées (Figure IV-27). Le transfert de chaleur à travers l'épaisseur de la plaquette est plus rapide et les gradients thermiques sont moins élevés. L'élévation de température de la face arrière est alors plus élevée à la suite du passage du plasma que pour les autres matériaux (cf. figure IV-27 c.). Cette sensibilité liée aux propriétés thermiques des échantillons est également retrouvée par le calcul.

Les résultats numériques respectent les observations ce qui permet de certifier que le modèle est en mesure de reproduire l'influence de la vitesse d'éclairement sur l'histoire thermique du substrat.

2.2.4. Influence de la distance de projection

L'étude paramétrique sur la distance de tir a été réalisée pour deux distances différentes : 100mm et 150mm. Couplés aux deux autres paramètres de l'étude (nature du substrat et vitesse d'éclairement), les résultats suivants présentent les préchauffages à 150mm pour chaque vitesse d'éclairement et chaque nature de substrat.



Figure IV-28 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 150mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat acier.



Figure IV-29 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 150mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure IV-30 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat acier.



Figure IV-31 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure IV-32 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat aluminium.

Comme le montrent les figures IV-28 à IV-32, le modèle est en mesure de fournir des résultats satisfaisants en paramétrant la distance de tir : tout comme les figures IV-20 à IV-25 (correspondant à une distance de 100mm) les courbes de température calculées respectent les températures d'équilibre et les cinétiques de préchauffage des courbes expérimentales. Les températures d'équilibres et cinétiques de préchauffage sont toujours en accord avec l'expérience et l'ensemble des remarques émises aux chapitres 2.2.2 et 2.2.3.

Les résultats numériques du comportement thermique des substrats pendant leur préchauffage permettent d'affirmer que les conditions limites appliquées sont tout à fait satisfaisantes et adaptées au modèle. Le respect de la cinématique de projection, des flux thermiques et des phénomènes convectif permet l'obtention de résultats mécaniques satisfaisants.

2.3. Validation du modèle mécanique

Pour chaque paramètre étudié, le modèle thermomécaniquement couplé reprend les mêmes conditions limites que le modèle thermique. Les seules différences proviennent du maillage et des conditions de blocage et de frottement décrites au chapitre IV §1.2. De façon

similaire aux cas thermiques, la qualité des résultats des calculs thermomécaniques s'est accrue au fil des différentes investigations expérimentales qui visaient à connaître l'environnement thermique et mécanique des échantillons. Les améliorations les plus significatives ont été faites à la suite des mesures des flux thermiques plasma (en considérant l'influence du cache) et à l'application (bien que non représentative de l'expérience) de frottements au niveau des appuis.

Les résultats qui suivent sont présentés de manière à rendre compte de la reproductibilité de l'influence des paramètres expérimentaux.

Ces résultats mécaniques ne sont pas observés à l'échelle temporelle d'un préchauffage complet puisque le capteur enregistre une succession de motifs de déformation identiques (pendant le préchauffage, le substrat reste dans son domaine élastique) de période une passe (cf. chapitre III, §2.4). Ainsi, les figures (IV-33 à IV-35) représentent les déformations enregistrées et calculées sur la durée d'un cycle.

2.3.1. Influence de la nature des substrats

L'enregistrement des déflexions présente des différences liées aux propriétés des substrats. La diffusivité thermique, différente selon le matériau est à l'origine des gradients thermiques répartis dans l'épaisseur des substrats (cf. § précédent). Ces différences impliquent des comportements mécaniques différents observables pendant le préchauffage dans l'amplitude des pics de déformation. Ces écarts sont aussi liés aux propriétés mécaniques qui sont propres à chaque matériau.


Figure IV-33 : Comparaison des courbes des flèches : mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat acier.



Figure IV-34 : Comparaison des courbes des flèches : mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure IV-35 : Comparaison des courbes des flèches : mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat aluminium.

Les figures IV-33, IV-34 et IV-35 montrent l'influence de la nature du substrat sur l'amplitude des déformations à chaque rotation du cylindre. Les courbes expérimentales (en vert) présentent les pics de déflexion les plus importants pour les substrats d'acier, les plus faibles pour les substrat d'AG4,5. Ce qui est en accord avec les valeurs de diffusivité mais inversement logique au regard des modules d'Young, il est ainsi prouvé que le gradient thermique est principalement à l'origine des déformations mécaniques. L'évolution calculée de la flèche se distingue franchement des courbes expérimentales par l'amplitude des déformations. Le capteur de déplacement enregistre une variation de flèche quasi nulle pendant le préchauffage des substrats d'aluminium et de fonte (figures IV-34 et IV-35) tandis que les oscillations calculées sont d'amplitude six fois plus importantes. Le modèle développé n'est pas en mesure de fournir des résultats quantitatifs probants. Cependant il est intéressant de constater que plusieurs influences de paramètres de l'étude sont respectées même si pour les figures IV-33, IV-34 et IV-35, l'influence de la nature du substrat n'est pas retrouvée.

2.3.2. Influence de la vitesse d'éclairement

La vitesse d'éclairement a également une influence notable sur les déflexions en raison de la durée double du traitement thermique du substrat par le plasma dans le cas d'une vitesse de 0,88m.s⁻¹. Cette durée de traitement plus importante accroît les gradients thermiques internes qui induisent les déformations.

Les figures IV-36 et IV-37 montrent la capacité du modèle à respecter l'influence de la vitesse d'éclairement.



Figure IV-36 : Comparaison des courbes des flèches, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 100mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat acier.



Figure IV-37 : Comparaison des courbes des flèches, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 100mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat fonte.

Le tableau IV-2 répertorie les rapports entre les amplitudes maximales et minimales pour un substrat et une vitesse d'éclairement donnée. Les valeurs en relation avec les résultats numériques sont également présentées. Les écarts entre ces pourcentages sont très faibles quel que soit le matériau. L'influence de la vitesse d'éclairement est donc numériquement bien respectée. Il s'avère que les baisses d'amplitude calculées observées sont voisines de celles mesurées (64% et 45% pour l'acier et 44% et 32% pour la fonte – le cas de la fonte est occulté en raison de courbes trop parasitées pour être exploitables).

Tableau IV-2 : écarts relatifs des amplitudes de la flèche entre les deux vitesses d'éclairement pour chacune des natures des substrats

	Ecart d'amplitude entre 1760m.s ⁻¹ et 880 m.s ⁻¹ (mesure)	Ecart d'amplitude entre 1760m.s ⁻¹ et 880 m.s ⁻¹ (calcul)
Acier Inox 304L	64%	45%
Fonte FT40	44%	32%

2.3.3. Influence de la distance de projection

La distance de projection a une influence sur les déformations liées à l'écart entre les intensités des flux thermiques aux deux distances de tir 100mm et 150mm. Les figures IV-38 à IV-43 permettent d'apprécier l'atténuation des déflexions avec l'augmentation de la distance de projection pour les deux vitesses d'éclairement et les différents substrats (acier, aluminium et fonte).



Figure IV-38 : Comparaison des courbes des flèches, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat acier.



Figure IV-39 : Comparaison des courbes des flèches, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure IV-40 : Comparaison des courbes des flèches, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat aluminium.



Figure IV-41 : Comparaison des courbes des flèches, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat acier.



Figure IV-42 : Comparaison des courbes des flèches, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure IV-43 : Comparaison des courbes des flèches, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat aluminium.

Le tableau III-3 recense les écarts des amplitudes maximales entre les distances de 100 mm et 150 mm pour les mesures expérimentales et le calcul. L'influence des paramètres est respectée.

Tableau IV-3 : influence de chacun des paramètre de projection sur l'amplitude maximale des déformations. Comparaison de la mesure et du calcul.

		Ecart d'amplitude entre	Ecart d'amplitude entre
		100mm et 150mm (mesure)	100mm et 150mm (calcul)
880m.s ⁻¹	Acier Inox 304L	54%	52%
	Fonte FT40	20%	54%
1760m.s ⁻¹	Acier Inox 304L	40%	55%
	Fonte FT40	20%	6%
	AG4,5	17%	55%

L'influence de la distance de projection est reportée dans le tableau IV-3 en fonction de l'écart d'amplitude. La comparaison ne s'intéresse pas à l'aspect quantitatif des résultats mais au respect des évolutions relatives des amplitudes.

Le modèle thermomécanique offre de bons résultats au regard de l'influence relative des différents paramètres mais on observe une différence significative entre les amplitudes absolues mesurées et calculées.

La raison précise de ces différences n'est toujours pas connue mais de fortes présomptions reposent sur la fixation de la plaquette pour deux raisons :

- l'ensemble des phénomènes thermiques sont correctement retranscrits tant qualitativement que quantitativement,
- malgré les mêmes conditions et les mêmes instruments, BARADEL, (1999) obtient expérimentalement des courbes de températures similaires mais des déflexions d'amplitudes différentes de celles recueillies dans cette étude. L'amplitude maximale des déflexions expérimentales du substrat d'acier (figure IV-33) est inférieure à 20µm, tandis que BARADEL, (1999) enregistrait une déflexion de 30µm. Hormis l'expérimentateur, la seule différence entre ces deux expériences vient de la façon dont les ressorts de fixation ont été serrés.

Il existe donc des frottements ou des blocages mécaniques avérés qui interfèrent dans la bonne restitution des amplitudes des déformations transitoires. L'importance de ce constat est cependant toute relative puisque la mesure des contraintes résiduelles est dissociée de ces fluctuations de flèche liées à des gradients thermiques transitoires. L'essentiel est que la thermique soit correctement retranscrite dans le code et que le modèle mécanique permette de juger du respect des différents paramètres de la projection.

3. MODELISATION THERMOMECANIQUE DE LA CONSTRUCTION DES DEPOTS PLASMA

3.1.Objectifs

3.1.1. Contrainte de trempe

Le niveau de la contrainte de trempe est lié aux phénomènes de relaxation des matériaux, projetés à haute température, lors de leur refroidissement (cf. chapitre I § .2.4.1). A défaut de pouvoir fournir au modèle une loi de comportement traduisant cette relaxation de la zircone, la contrainte de trempe est imposée comme une condition initiale qui est validée grâce à la comparaison des évolutions de la flèche, la pente de la flèche enregistrée pendant la projection étant caractéristique de la contrainte de trempe (cf. chapitre II § 2.4). L'objectif est d'aboutir à un champ de contraintes et de déplacements en accord avec l'expérience.

3.1.2. Contrainte thermique

Le calcul de la contrainte de trempe sert de condition initiale mécanique au modèle thermomécanique final. Puisque le plasma, le flux de poudre et la cryogénie sont arrêtés en fin de projection, seule la convection forcée sur les deux faces de la plaquette gouverne son comportement thermique durant le refroidissement final. La convection doit être déterminée pour permettre le calcul de la contrainte thermique.

3.1.3. Contrainte résiduelle

L'état mécanique à la fin du refroidissement est représentatif de la contrainte résiduelle calculée. Ce champ de contrainte obtenu peut être comparé aux résultats de l'une des méthodes présentées au chapitre III § 3.

3.2. Description du modèle

3.2.1. Apport d'énergie thermique par les particules fondues

Comme nous l'avons vu au chapitre II, les particules fondues heurtent et s'étalent à la surface de la pièce. Leur énergie thermique est perdue par la lamelle essentiellement par conduction à travers l'interface avec le substrat (ou les couches déjà déposées).

Ainsi, pour une prise en compte correcte de l'énergie thermique apportée par la poudre fondue au substrat, il suffit de respecter la quantité de matière déposée par passe.

Etant données les conditions de projection (température de projection, tenue mécanique des dépôts) la résistance thermique de contact est jugée très faible et, en accord avec la littérature, fixée à 10^{-8} m².K.W.

La température initiale de la lamelle 'juste déposée' est fixée à 3000K.

3.2.2. Hypothèses relatives à la modélisation

Les hypothèses générales du modèle de préchauffage sont toujours valables pour ce modèle d'empilement du dépôt (cf. chapitre III §2.1.1). Des hypothèses supplémentaires sont cependant considérées :

- L'étalement des particules n'est pas considéré, les lamelles sont solides et étalées lors de leur activation.
- Les lamelles ont toutes la même température initiale fixée à 3000K, sont solides et leur chaleur latente de fusion est négligée.
- L'épaisseur du cordon déposé est régulière.

3.2.3. Construction numérique du dépôt

Le maillage du dépôt correspond à l'échelle du cordon de dépôt. La quantité de matière apportée au cours d'une rotation du cylindre est respectée. Ainsi, l'énergie thermique apportée par les lamelles ne correspond pas à une moyenne ou un terme source global mais à l'apport temporel d'énergie en accord avec l'expérience.

A t=0, l'intégralité du dépôt est déjà construite pour une épaisseur de 500 μ m. L'ensemble des éléments constituant le dépôt est thermiquement désactivé en imposant la diffusivité thermique du dépôt à 10⁻¹⁵m².s⁻¹. Il suffit alors de corriger cette valeur pour activer la quantité de dépôt désirée.

Le maillage du dépôt est un quadrillage. Chaque élément est épais de 1µm et long de 56,25µm, ce qui permet d'avoir des éléments à l'échelle des lamelles. Ce modèle ne prétend pas reproduire l'histoire thermique des lamelles mais le maillage est suffisamment fin pour le

calcul de la répartition de la température dans l'épaisseur des cordons de dépôt. La figure IV-44 est une représentation schématique du maillage du substrat et de son dépôt qui symbolise la manière dont le recouvrement des cordons s'effectue durant une passe. A chaque rotation (toutes les demi secondes), un cordon de 18mm de long et 1µm d'épaisseur, constitué de 960 éléments, est déposé (activé) à la température de 3000K. Ce cordon recouvre à 75% le cordon précédent de manière à construire une passe de 4µm d'épaisseur. Une fois la passe terminée, une seconde passe se construit dans l'autre sens.



Figure IV-44 : Schématisation de l'empilement du dépôt tel qu'il est considéré dans le modèle thermique.

A la fin de chaque passe, puisque les zones de gradients thermiques importants sont déplacées sur le domaine, les passes précédentes et le substrat subissent un remaillage itératif de manière à réduire la densité du maillage et décharger la mémoire de calcul.

3.3. Modélisation de la thermique

3.3.1. Présentation du modèle

L'intérêt de ce modèle est de vérifier numériquement que la conséquence de l'injection des particules sur la température du substrat correspond bien aux mesures expérimentales (c'est-à-dire une hausse de la température d'équilibre des quelques dizaines de degrés Celsius). Cette vérification s'inscrit dans le processus de validation du modèle, sachant qu'expérimentalement, le développement des contraintes résiduelles est intimement lié à la thermique du procédé.

3.3.2. Résultats

Les températures pendant la phase de projection de zircone yttriée ont été calculées pour une seule cinématique et une seule distance de projection. Le paramètre conservé est la nature du substrat. Les figures IV-45 IV-46 et IV-47 mettent en comparaison les courbes de température numériques et les équivalentes expérimentales. Les courbes expérimentales (en jaune) sont volontairement décalées le long de l'axe des abscisses pour une meilleure lisibilité. Elles sont représentées par parties car seuls le début et la fin de la projection sont calculés par le code.



Figure IV-45 : Comparaison des courbes de température mesurée (en jaune) et calculée (en rouge) pendant la projection, D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat acier.



Figure IV-46 : Comparaison des courbes de température mesurée (en jaune) et calculée (en rouge) pendant la projection, D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure IV-47 : Comparaison des courbes de température mesurée (en jaune) et calculée (en rouge) pendant la projection, D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat aluminium.

L'injection des particules dans le plasma et leur étalement sur le substrat a pour conséquence d'élever la température enregistrée en face arrière par le thermocouple. Cette hausse expérimentale de température visible sur les courbes jaunes des figures IV-45, IV-46 et IV-47 est de l'ordre d'une quinzaine de °C quelle que soit la nature du substrat. On note également que pendant la phase de construction du dépôt, les amplitudes des oscillations de température s'accroissent de 5°C dans le cas de l'acier et de la fonte et de 8°C pour l'aluminium. Les courbes de température calculées présentent les mêmes allures avec une hausse de température liée à la construction du dépôt. Cette hausse (45°C) est cependant plus importante que pour les courbes expérimentales certainement en raison des hypothèses de calcul liées à la 2D (considération de la convection sur la face arrière seulement). Les amplitudes des oscillations de température des substrats de fonte et d'acier sont en accord avec les enregistrements. L'empilement des lamelles provoque une hausse des amplitudes de 5°C. Le calcul de la température du substrat d'aluminium (figure IV-47) ne correspond pas à l'observation expérimentale : les amplitudes sont réduites de moitié. Cette singularité semble liée au modèle qui doit être corrigé pour améliorer la restitution de la température.

3.4.Construction du dépôt complet : calcul de σ_{R}

3.4.1. Modèle simplifié : calcul de la contrainte de trempe

Comme précisé au § 3.1.1, la contrainte de trempe n'est pas calculée mais imposée. Le modèle est grandement simplifié en comparaison avec les modèles décrits précédemment. Chaque passe de dépôt n'est plus décomposée en cordon. L'empilement est constitué de plusieurs couches de zircone de 4μ m d'épaisseur chacune successivement activée sur le substrat ou les couches déjà présentes. Le champ de contrainte de cette dernière couche est uniforme, imposé en condition initiale à 30MPa. Ce modèle est un modèle mécanique, stationnaire. L'empilement de 125 couches permet de constituer un dépôt de zircone de 500 μ m d'épaisseur et d'obtenir un champ de contraintes faisant office de condition initiale pour le refroidissement final.

La pente de la courbe de la flèche pendant la construction du dépôt est caractéristique du niveau de la contrainte de trempe (cf. chapitre III § 2.4). Le tableau IV-4 permet la comparaison entre la flèche obtenue expérimentalement pour un dépôt de YSZ sur un substrat d'acier et la flèche calculée lors du développement numérique de la contrainte de trempe.

	Flèche totale (125 passes) - mm	
Nature du substrat	Calcul	Mesure
Acier Inox 304L	7,81.10 ⁻²	7,01.10 ⁻²
Fonte FT40	2,46.10 ⁻¹	1,60.10 ⁻¹
Alliage aluminium	1,84.10 ⁻¹	1,98.10 ⁻¹

Tableau IV-4 : flèche enregistrée et calculée lors de la construction du dépôt d'un dépôt de 500µm d'épaisseur.

Les déformations rémanentes liées à la contrainte de trempe peuvent être comparées et les pentes sont du même ordre de grandeur ce qui signifie que la contrainte de trempe est correctement imposée au modèle et peut servir au calcul de la contrainte résiduelle. L'écart est de 10% pour le substrat d'acier, de 7% pour le substrat d'aluminium mais de 35% pour la fonte. L'écart plus important pour la fonte est probablement du à un problème d'oxydation interfaciale qui provoque la relaxation d'une partie de la contrainte de trempe (la pente mesurée est plus faible donc la contrainte est inférieure à celle prévue par le calcul). Cette constatation est confirmée par les observations relatives aux dépôts d'acier sur fonte (Tableau V-1).

3.4.2. Calcul du refroidissement final

Ce dernier modèle couplé thermomécaniquement permet le calcul du refroidissement final de la pièce et donc de la contrainte thermique. Les conditions initiales sont les suivantes :

 Champ de température à t=0 issu du dernier pas de temps du modèle thermique (§ 3.3) Champ de contrainte à t=0 issu du dernier pas de temps du modèle mécanique (§ 3.5.1)

Les conditions limites mécaniques de ce modèle (considération des frottement, des blocages mécaniques) sont les mêmes que celles du modèle mécanique du préchauffage décrites au chapitre III, § 1.3.2.

Lors de cette phase particulière de la projection, le cylindre poursuit sa rotation autour de son axe mais la cryogénie et le plasma sont éteints. La condition limite thermique est une simple convection forcée sur les deux faces de la plaquette. La température T_{milieu} de l'équation de convection (éq. III-9) est égale à 30°C, température correspondant à celle de la cabine de projection en fin de projection. Ensuite, les coefficients de convections sur les deux faces de la plaquette ont été déterminés grâce à une étude paramétrique avec l'hypothèse de coefficients d'échange égaux sur les deux faces. Ainsi, le coefficient d'échange thermique sur chaque face est égal à 45W.K⁻¹.m⁻².

Les figures IV-48, IV-49 et IV-50 comparent les refroidissements expérimentaux et issus du calcul pour chacune des 3 natures de substrat. Afin d'améliorer la lisibilité des courbes de refroidissement, les courbes expérimentales ont été recalées, selon l'axe des abscisses de manière à les faire correspondre.



Figure IV-48 : Courbes de refroidissement enregistrée (en jaune) et calculée (en rouge). Dépôt de YSZ (500µm) sur substrat acier 304L.



Figure IV-49 : Courbes de refroidissement enregistrée (en jaune) et calculée (en rouge). Dépôt de YSZ (500µm) sur substrat fonte FT40.



Figure IV-50 : Courbes de refroidissement enregistrée (en jaune) et calculée (en rouge). Dépôt de YSZ (500µm) sur substrat AG4,5.

Quelle que soit la nature du substrat, le modèle suit la cinétique de refroidissement expérimentale. Alors que la convection pendant le préchauffage ou l'empilement des passes semble être à l'origine des écarts entre les calculs et les expérimentations, elle est suffisante pour le calcul du refroidissement. La prise en compte des échanges convectifs sur les deux faces de la plaquette réduit l'erreur liée à absence de pertes convectives sur les faces latérales de la plaquette (la surface de celles-ci ne représente plus que 15% de la surface d'échange convectif contre 30% pendant le préchauffage et l'empilement des passes).

Parallèlement au refroidissement, le modèle permet de calculer la déflexion du bicouche liée au différentiel de dilatation entre le dépôt et le substrat qui est à l'origine des contraintes thermiques. Comme cela fut le cas de la contrainte de trempe, cette déflexion enregistrée durant les expérimentations est comparée à celle calculée par CAST3M dans les figures IV-51, IV-52 et IV-53.



Figure IV-51 : Flèche enregistrée et calculée pendant le refroidissement d'un dépôt de YSZ (500µm) sur substrat 304L.



Figure IV-52 : Flèche enregistrée et calculée pendant le refroidissement d'un dépôt de YSZ (500µm) sur substrat FT40.



Figure IV-53 : Flèche enregistrée et calculée pendant le refroidissement d'un dépôt de YSZ (500µm) sur substrat AG4,5.

Dans l'étude des évolutions de la flèche lors du refroidissement final, le choix de la valeur du module d'Young du dépôt s'est avéré être déterminant. L'expression mécanique de la plaquette liée à l'apparition de la contrainte thermique affiche des valeurs d'amplitude de déflection identiques dans le cas de l'acier (figure IV-58) : la valeur du module du dépôt est issue de caractérisations mécaniques à l'ambiante (50GPa). Cependant, les déflexions finales calculées et mesurées des plaquettes de fonte et d'aluminium revêtues sont différentes (écart de l'ordre de 20%) lorsque l'on applique au modèle le module d'Young issu des caractérisations (courbes bleues et vertes des figures IV-52 et IV-53). Si l'on prend le temps de regarder quelle valeur de module d'Young permet de retrouver numériquement la courbe expérimentale, on s'aperçoit qu'elle avoisine 70GPa (module caractérisé = 40GPa) pour le dépôt réalisé sur aluminium et 30GPa (module caractérisé = 50GPa) pour celui sur fonte ; ces résultats sont représentés par les courbes oranges sur les figures IV-52 et IV-53.

Les courbes de températures calculées et enregistrées pendant le refroidissement sont superposables (figures IV-48 à IV-50). Les écarts entre les courbes de la flèche calculées et enregistrées ne proviennent pas d'une considération thermique erronée mais bien des propriétés mécaniques des matériaux mis en jeu. Sachant que l'erreur sur la mesure des modules d'Young de bicouches pas méthode vibratoire est de 20%, les modules 'corrigés' sont plausibles. Le très faible module 'corrigé' du dépôt de zircone réalisé sur substrat de fonte peut s'interpréter différemment. En raison de l'oxydation très aisée de la fonte, il est fort probable qu'une couche d'oxyde se soit formée pendant le préchauffage. Cette couche réduirait considérablement l'adhésion du dépôt sur la fonte et expliquerait une flèche post-projection réduite (par rapport à une interface parfaite comme c'est le cas dans le modèle).

Une dernière investigation a été effectuée pour le substrat d'aluminium afin d'expliquer l'écart encore présent entre les pentes à l'origine de la courbe mesurée (verte) et de la courbe correspondant à un module adapté (orange) sur la figure IV-53. Pour t < 100s, la courbe orange demeure en deçà de la courbe expérimentale, ce qui signifie, si l'on poursuit le raisonnement sur le module d'Young, que ce module est sous-estimé dans le modèle. La courbe noire (figure IV-53) est issue d'un calcul pour lequel le module d'Young du dépôt se dégrade progressivement. Il est égal à 200GPa pour T > 200°C puis chute à 80GPa pour T < 200°C, 60GPa pour T < à 150°C et finalement 40GPa (valeur mesurée à la température ambiante par méthode vibratoire) pour T < 100°C. Au début du refroidissement, la courbe noire suit la courbe expérimentale mieux que la courbe orange. On observe un changement brusque de la pente de la courbe de déflexion expérimentale autour de y = 200µm qui est aussi visible sur la courbe pour laquelle le module est volontairement dégradé. Cette constatation pourrait introduire une nouvelle considération sur la manière dont les propriétés mécaniques des dépôts de zircone se dégradent : l'importante chute du module d'Young des dépôts plasma de zircone ne serait pas essentiellement liée au développement de la contrainte de trempe (et de l'apparition conjointe du réseau de microfissures) mais à celui de la contrainte thermique. L'utilisation de ce modèle thermomécanique et des courbes de la flèche enregistrée in situ pourrait alors être un moyen d'approcher le mode d'endommagement par microfissuration des dépôts céramiques au travers de l'évolution du module d'Young du dépôt après une projection plasma.

3.4.3. Contrainte résiduelle

Les différents résultats issus des trois différentes méthodes sont présentés et comparés dans ce paragraphe. Hormis les résultats déterminés grâce à la méthode de la flèche, pour lesquels une valeur globale de la contrainte résiduelle peut-être tirée, les contraintes résiduelles sont présentés sous la forme de profils dans l'épaisseur de la pièce. Le modèle numérique réalisé ne permet pas d'observer l'influence de l'ensemble des paramètres de l'étude, seule la nature des substrats est considérée.



α. Résultats numériques

Figure IV-54 : Profil de contraintes résiduelles au sein d'un dépôt de zircone yttriée et de son substrat d'acier (304L).



Figure IV-55 : Profil de contraintes résiduelles au sein d'un dépôt de zircone yttriée et de son substrat de fonte (FT40).



Figure IV-56 : Profil de contraintes résiduelles au sein d'un dépôt de zircone yttriée et de son substrat d'alliage d'aluminium (AG4,5).

Le module d'Young fourni au modèle pour l'obtention des profils de contraintes des figures IV-54, IV-55 et IV-56 est celui issu des caractérisations mécaniques. Les profils de

contraintes résiduelles affichent des niveaux de contrainte inférieurs à 100MPa en valeur absolue ce qui est conforme à l'ordre de grandeur attendu. Les profils sont linéaires par parties. Mis à part le cas de la fonte, les dépôts présentent un champ de contrainte en compression, ce qui est en accord avec la théorie en raison du signe du différentiel de dilatation (cf. chapitre II, § 2.5.1). Le substrat est le lieu d'un champ de contrainte en tension depuis l'interface jusqu'à 1,5mm de profondeur.

Le cas de la fonte (qui présente un profil inversé par rapport aux autres matériaux) s'explique par une contrainte de trempe plus élevée (50MPa contre 25MPa pour les autres substrats). De plus la fonte ayant le coefficient de dilatation le plus proche des trois substrats de celui de la zircone, la contrainte thermique est réduite (30MPa contre 60MPa pour l'acier et 180MPa pour l'aluminium). Ceci explique l'état de tension du dépôt de zircone sur substrat de fonte.

Comparativement à l'acier, l'alliage d'aluminium présente des niveaux de contraintes résiduelles plus élevés en raison du différentiel de dilatation thermique le plus important des trois substrats.

β. Résultats expérimentaux

• Trou incrémental

Les mesures effectuées au Laboratoire des Systèmes Mécaniques et d'Ingénierie Simultanée de l'UTT sont exposées dans les figures suivantes (IV-57 à IV-61). Elles présentent les profils des contraintes résiduelles au sein de dépôts de zircone yttriée et de leur substrat pour différentes conditions. Les substrats sablés ont été détendus selon les cycles thermiques de recristallisation présentés au chapitre III, §1.3.2 et ont été revêtus de zircone yttriée. Bien que l'influence de tous les paramètres ne soit pas étudiée numériquement, celle de la vitesse d'éclairement le fut expérimentalement de manière à observer les divergences (ou similitudes) entre les deux méthodes expérimentales.



Figure IV-57 : Profil de contraintes résiduelles (trou incrémental) au sein d'un dépôt de zircone yttriée et pour trois natures de substrat – substrats sablés détendus, ve = $1,76m.s^{-1}$.



Figure IV-58 : Profil de contraintes résiduelles (trou incrémental) au sein d'un dépôt de zircone yttriée et pour trois natures de substrat – substrats sablés détendus, ve = $1,76m.s^{-1}$. a.) dans le dépôt b.) dans les 500 premiers microns du substrat à partir de l'interface.

La figure IV-57 montre des fluctuations importante des niveaux de contrainte au niveau des interfaces substrat/dépôt, notamment pour le cas d'un substrat d'acier pour lequel la contrainte résiduelle proche de l'interface s'élève à 3GPa dans le dépôt. De tels niveaux de contrainte ne sauraient exister dans les dépôts céramiques et sont plutôt révélateurs d'un inconvénient lié au perçage lors de la mesure : proche de l'interface, il se peut qu'un

décollement non désiré du dépôt provoque l'enregistrement d'un déplacement par relaxation. Cette constatation rend la méthode peu fiable autour de l'interface (dans le cas de dépôts fragiles).

Ainsi, les figures IV-58 a.) et b.) montrent les profils de contraintes respectivement dans le dépôt et le substrat. Alors que les dépôts réalisés sur substrat d'acier et d'aluminium affichent des champs de contrainte en compression (de l'ordre de -50MPa), celui réalisé sur substrat de fonte est en tension (depuis 0MPa proche de l'interface jusqu'à 40MPa en surface, linéairement).

La contrainte résiduelle au sein des substrats n'a été mesurée que sur une profondeur de 500 μ m (figure IV-66 b.)). Cette figure fait état d'une contrainte résiduelle de l'ordre de 50MPa (tension) dans le substrat d'aluminium, d'un contrainte quasi nulle dans le substrat de fonte et d'une contrainte croissante depuis l'interface du substrat d'acier (-200MPa en compression), jusqu'à la profondeur de 500 μ m (300MPa en tension).

Tous ces résultats peuvent être comparés aux profils calculés illustrés par les figures IV-54 à IV-56. Les niveaux et profils de contrainte résiduelle dans les dépôts réalisés sur acier ou sur fonte sont parfaitement en accord avec les figures IV-54 et IV-55. Cependant, bien que le signe soit respecté, les valeurs de contrainte résiduelle correspondant au dépôt réalisé sur aluminium sont moins importantes que celles calculées (50MPa contre 60 à 80MPa).

La comparaison des contraintes au sein des substrats est également satisfaisante. Le substrat d'aluminium affiche une contrainte en tension d'une soixantaine de MPa dans ses premières centaines de microns, tout comme le montre la figure IV-56. Le substrat de fonte voit sa contrainte résiduelle demeurer en deçà de 10MPa, ce constat est le même pour le calcul ou la mesure. Seul le substrat d'acier affiche une différence remarquable entre le calcul et la mesure mais il semble, vu l'importance du pic de contrainte interfacial, que son influence se fasse ressentir en profondeur, dans le substrat et rende la comparaison difficile dans la mesure où le modèle ne relate pas ce phénomène.



Figure IV-59 : Profil de contraintes résiduelles (trou incrémental) au sein d'un dépôt de zircone yttriée et pour trois natures de substrat – substrats sablés détendus, ve = 0.88m.s⁻¹.



Figure IV-60 : Profil de contraintes résiduelles (trou incrémental) au sein d'un dépôt de zircone yttriée et pour trois natures de substrat – substrats sablés détendus, ve = 0.88m.s⁻¹. a.) dans le dépôt b.) dans les 500 premiers microns du substrat à partir de l'interface.

Les deux figures précédentes (figures IV-59 et IV-60), permettent de juger de l'influence de la vitesse d'éclairement sur le niveau de la contrainte résiduelle. Le même pic est observé à l'interface du substrat d'acier et de son dépôt mais pour une amplitude moindre (presque réduite de moitié). Les valeurs des contraintes sont également globalement

inférieures à celles obtenues à une vitesse d'éclairement plus élevée qu'il s'agisse du dépôt ou du substrat.

• Méthode de la flèche

Cette méthode est une méthode globale qui ne permet d'obtenir qu'une valeur de contrainte résiduelle pour l'ensemble du dépôt. Les résultats issus des courbes de la flèche et de l'équation II-29 et II-26 sont présentés dans les figures suivantes (IV-61 à IV-63).





Dans le cas de projections de zircone (ve = $1,76m.s^{-1}$), la contrainte résiduelle est en compression (sauf dans le cas d'un substrat de fonte) et augmente avec l'épaisseur du dépôt (les contraintes à l'origine en compression diminuent en valeur absolue). Ceci en raison de l'effet cumulatif de la contrainte de trempe. Bien que le niveau de la contrainte de trempe soit relativement faible (quelques dizaines de MPa), la température de projection n'évolue pas en fonction de l'épaisseur de dépôt (voir figures IV-45, IV-46 et IV-47) : la contrainte thermique évolue peu, ce qui explique l'augmentation de la contrainte résiduelle (en tension).



Figure IV-62 : Profil de contraintes résiduelles (méthode de la flèche) au sein d'un dépôt de zircone yttriée et pour trois natures de substrat, paramètre : vitesse d'éclairement.

Comme le montre la figure IV-62, la cinématique de projection n'a que peu d'influence sur la valeur de la contrainte résiduelle (entre 0% pour l'acier et 20% pour la fonte). Il s'agit d'un effet global de compensation de tendance inverse pour la contrainte de trempe et la contrainte thermique. La contrainte de trempe a tendance à diminuer lorsque la vitesse d'éclairement augmente en raison de l'effet cumulatif de cette contrainte (moins de particules sont déposées par passe à vitesse élevée). L'effet est inverse pour la contrainte thermique : une vitesse d'éclairement réduite augmente la température de projection et accroît ainsi l'écart de température avec l'ambiante. Finalement, pour les épaisseurs considérées (de l'ordre de 500µm), les deux phénomènes se compensent.



Figure IV-63 : Profil de contraintes résiduelles (méthode de la flèche) au sein d'un dépôt de zircone yttriée et pour trois natures de substrat, paramètre : distance de projection.

La distance de projection est un paramètre qui présente une influence remarquable sur la contrainte résiduelle dans le cas d'un substrat de fonte (60% d'écart entre la contrainte résiduelle à 100mm et à 150mm) (figure IV-63). L'augmentation de la distance de projection influe sur les niveaux de la contrainte de trempe (puisque les particules de zircone arrivent plus froides et moins bien fondues à 150mm qu'à 100mm de distance) et de la contrainte thermique (puisque la température de projection est plus faible de quelques dizaines de degrés C à 150mm qu'à 100mm de distance). Les niveaux de chaque composante de la contrainte résiduelle sont réduits lors de l'augmentation de la distance de tir. La réduction de la contrainte de trempe est compensée par celle de la contrainte thermique dans les cas de l'acier et de l'aluminium qui affichent des contraintes résiduelles proches pour les deux distances. La contrainte résiduelle des substrats en fonte est réduite sensiblement avec la distance.

Tandis que la contrainte thermique à 150mm (25,6MPa) reste voisine de celle à 100mm (27,9MPa) pour les substrats de fonte, la contrainte de trempe a nettement chuté (passant de 62,1MPa à 45,7MPa) ce qui explique l'allure de la courbe rouge de la figure IV-

63. La chute d'adhérence du dépôt est importante lorsque la distance de tir augmente pour un substrat en fonte. La fonte affiche cette particularité en raison de son oxydation rapide.

Dans l'ensemble, les trois méthodes fournissent des résultats proches, sinon identiques. Les profils de contrainte résiduelle calculés s'accordent relativement bien aux profils obtenus par la méthode du trou incrémental même si, malgré les traitement thermiques de détente, de sérieux doutent reposent sur les valeurs mesurées à l'interface. Les contraintes moyennes mesurées par la méthode de la flèche permettent de confirmer les résultats numériques obtenus en s'affranchissant à la fois des contraintes de sablage (les substrats sont détendus) et des problème inhérents au perçage incrémental (décollement à l'interface). Les contraintes mesurées sont en accord avec les deux autres méthodes. Seuls diffèrent les niveaux de contraintes dans les dépôts de zircone sur substrat d'aluminium. La méthode de la flèche a enregistré des contraintes élevées (autour de 120MPa), le calcul donne une contrainte de l'ordre de 70MPa tandis que la méthode de perçage fournit des valeurs légèrement inférieures à 50MPa. L'écart entre les valeurs des contraintes résiduelles obtenues par les deux méthodes expérimentales vient du fait que les substrats n'ont pas la même épaisseur. Pour des raisons de précision de la mesure, les substrats soumis au perçage incrémental sont plus épais (5mm) que ceux caractérisés par la méthode de la flèche (2mm). En raison de son coefficient de dilatation le plus éloigné de celui des dépôts de zircone, la contrainte thermique au sein du dépôt est plus importante lorsque le substrat est en aluminium. La rigidité supérieure des substrats destinés au perçage limite la mise en compression de la zircone lors du refroidissement. Les niveaux de contrainte résiduelle sont donc plus faibles, dans le cas des substrats d'aluminium, pour les mesures effectuées au trou incrémental.

4. CONCLUSION

Ce chapitre permet de mettre en valeur la capacité du modèle numérique à reproduire les influences des différents paramètres de l'étude. La thermique (qui est à l'origine de l'ensemble des phénomènes thermomécaniques) est correctement retranscrite, aussi bien quantitativement - valeurs des températures de préchauffage, des amplitudes et des durées d'établissement des équilibres thermiques -, que qualitativement – respect des influences des différents paramètres de l'étude.

Le développement du modèle couplé thermomécaniquement est effectué sur le cas d'un substrat d'acier. Dans ce cas de figure, les résultats observés sont satisfaisants tant d'un point de vue qualitatif que quantitatif. Cependant, le passage à des substrats de nuances différentes ne conduit pas à des évolutions de la flèche en complet en accord avec l'expérimentation. Bien que l'effet des autres paramètres soit retrouvé, l'influence de la nature du substrat n'est pas correctement établie. Ce problème ne concerne que l'amplitude des déflexions transitoires liées à l'apparition de champs de contraintes également transitoires (en relation avec le cyclage thermique) et n'influe pas sur le niveau des contraintes résiduelles. Une étude plus approfondie des pertes thermiques liées aux effets de bords (phénomène tridimensionnel) pourrait être une piste pour y remédier.

Le modèle de construction du dépôt et d'estimation des contraintes résiduelles fournit quant à lui des résultats tout à fait en accord avec les résultats expérimentaux. Exceptés quelques écarts (inférieurs à 20%) sur les températures de projection et les niveau de contraintes, le programme est en mesure de prédire le signe et la valeur du champ de contrainte en profondeur dans le dépôt et son substrat. Une perspective intéressante pour l'utilisation de ce modèle réside dans l'éventualité de pouvoir prédire l'évolution de l'endommagement du matériau pendant la phase de refroidissement au travers du suivi de l'évolution du module d'Young en comparant les courbes de flèche in situ et celles issues du calcul lors du refroidissement final.

Le chapitre suivant constitue une validation supplémentaire du modèle en ajoutant un paramètre à l'étude : la nature du dépôt.

Chapitre 5 : Validation du modèle : réalisation de dépôts d'acier

INTRODUCTION

La réalisation de dépôts d'acier a été envisagée pour vérifier l'adaptabilité du modèle à une autre nature de matériau du dépôt. Les premiers dépôts (cf. chapitre IV) ont été réalisés par projection de zircone yttriée. Ce matériau céramique, réfractaire, est fragile et possède une faible conductivité thermique (1 à $2W.m^{-1}.K^{-1}$).

Un matériau métallique a été choisi pour ses propriétés thermiques et son comportement mécanique différents de ceux des matériaux céramiques. Ce type de matériau possède un température de fusion nettement plus faible que la zircone (1674°C pour l'acier inoxydable AISI 304L) et une conductivité thermique supérieure (17W.K.m⁻¹). Il est caractérisé par un comportement ductile : la relaxation des contraintes résiduelles s'effectue par déformation plastique ou fluage ce qui entraîne des niveaux de contraintes de trempe plus élevés (quelques centaines de MPa) (cf. chapitre II, § 2.4.1).

Torche plasma	Sulzer Metco F4-VB
Tension d'arc (V)	75
Intensité d'arc (A)	500
Puissance utile (kW)	11
Mélange plasmagène (l/min)	30 Ar 20 He
Diamètre interne de tuyère (mm)	6
Débit de poudre (g/min)	
Débit de gaz porteur (l/min)	4,5
Diamètre d'injecteur (mm)	1,8
Distance d'injection externe (mm) axiale radiale	6 9
vitesse d'éclairement (m/s)	0,88 ou 1,76
taux de recouvrement (mm)	4,5
Distance de projection (mm)	100 / 150

Tableau V-1 : Conditions de projection des dépôts d'acier.

La réalisation de dépôts d'acier nécessite l'adaptation de certains paramètres de projection (nature des gaz, débit, puissance) ayant une incidence directe sur le flux thermique. La cinématique dans son ensemble est conservée (taux de recouvrement, vitesses d'éclairement, distances de projection). Cependant, pour le tir, un mélange argon/hélium 50L.min⁻¹ à 40% d'argon en volume est utilisé.

La reproductibilité des résultats thermiques et mécaniques permet à la fois la validation des résultats obtenus pour les dépôts de zircone et d'envisager l'utilisation de ce modèle pour calculer les contraintes résiduelles au sein de dépôts de natures diverses.
1. ECHANGES THERMIQUES ENTRE LA PLAQUETTE METALLIQUE ET SON ENVIRONNEMENT : DETERMINATION DES CONDITIONS LIMITES

1.1.Mesure des flux plasma

L'ensemble des flux thermiques a été mesuré de la même manière que pour la configuration de projection de zircone. Les observations concernant la distance de projection et l'influence de la présence du cache sont les mêmes. Les mêmes fonctions d'interpolation sont utilisées (en adaptant les paramètres d'amplitude, de dispersion...). Les différents enregistrements sont présentés avec leur courbe d'interpolation et pour chaque paramètre (distance de tir, axe de mesure) dans les figures V-1 à V-12.



Figure V-1 : Comparaison des profils verticaux, mesuré (en orange) et interpolé (en vert), du flux thermique du plasma, Ar/He 20/301.min⁻¹, D = 100mm.



Figure V-2 : Comparaison des profils verticaux, mesuré (en orange) et interpolé (en vert), du flux thermique du plasma, $Ar/He 20/301.min^{-1}$, D = 150mm.



Figure V-3 : Comparaison des profils horizontaux, mesuré (en rouge) et interpolé (en vert), du flux thermique du plasma, Ar/He 20/301.min⁻¹, D = 100mm.



Figure V-4 : Comparaison des profils horizontaux, mesuré (en rouge) et interpolé (en vert), du flux thermique du plasma, Ar/He 20/301.min⁻¹, D = 150mm.

Comme attendu, en raison de l'absence d'hydrogène, les flux transférés au substrat sont bien moindres que lors de la projection de zircone. Par contre, les profils sont qualitativement les mêmes : des allures de flux verticales en accord avec l'équation IV-3, les allures de flux horizontales sont interpolées linéairement comme dans le cas de la projection de zircone.

1.2. Echanges thermiques avec l'air ambiant

1.2.1. Pendant la projection

La température de l'air pendant chaque projection a été mesurée au cours de la réalisation des dépôts d'acier : le thermocouple enregistre une température moyenne de 60°C pour chaque projection.

Une étude paramétrique similaire permet de déterminer le coefficient d'échange : h_c est évalué à 525W.K⁻¹.m⁻² pour une distance de 100mm et à 350W.K⁻¹.m⁻² à 150mm. Il dépend de la distance de projection, comme pour les dépôts de zircone. La vitesse d'éclairement n'a aucune influence sur la valeur de h_c .

1.2.2. Après la projection (refroidissement final)

Pour cette phase de la projection, les conditions limites sont les mêmes que pour les calculs de refroidissement de substrats revêtus de zircone (cf. chapitre IV, § 3.5.2).

2. VALIDATION DES MESURES : PRECHAUFFAGE

2.1.Modèle thermique

Le modèle utilisé pour le calcul des températures et des déflections du substrat pendant le préchauffage précédant la projection d'acier est identique à celui utilisé dans le cas des conditions de projection de zircone. Les seules différences résident dans le profil du flux plasma, les paramètres de convection.

2.1.1. Influence de la nature du substrat

Les figures V-5, V-6 et V-7 représentent les courbes d'évolutions de la température du substrat mesurée et calculée, en fonction de la nature de celui-ci



Figure V-5 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat acier.



Figure V-6 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure V-7 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat aluminium.

Pour la modélisation du préchauffage précédant une projection de zircone, le coefficient d'échange a été déterminé grâce à une étude paramétrique réalisée dans le cas d'un substrat d'acier. C'est pourquoi la figure V-5 présente des courbes dont la température de stabilisation est identique. Les deux autres figures V-6 et V-7 présentent un léger écart entre les températures de stabilisation (inférieur à 15%). La stabilisation de la température des courbes calculées (en rouge) a lieu un cycle plus tôt que les celles des courbes expérimentales. La cinétique du préchauffage est principalement contrôlée par la température des gaz qui circulent en face arrière et est estimée grâce à un thermocouple (voir figure III-2) dont le positionnement est arbitrairement placé à mi-distance entre la paroi du cylindre et la plaquette. Un mauvais positionnement du thermocouple peut engendrer un écart de température important, source d'erreur dans le calcul du coefficient d'échange.

En comparant les figures V-5 à V-7 aux figures IV-21 à IV-23, on remarque l'influence de la nature du mélange de gaz plasmagènes sur la température d'équilibre. L'utilisation d'hydrogène dans le mélange (figures IV-21 à IV-23) implique un échauffement plus important du substrat (215°C environ) par rapport à un mélange argon/hélium (65°C environ) (figures V-5 à V-7).

2.1.2. Influence de la vitesse d'éclairement

Les courbes des figures V-8 à V-10 ont été obtenues sous les mêmes conditions que les figures V-5 à V-7 pour une vitesse d'éclairement réduite de moitié (0,88m.s⁻¹).



Figure V-8 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat acier.



Figure V-9 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure V-10 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 100mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat aluminium.

Les courbes V-8 à V-10 montrent le respect de l'influence de la vitesse d'éclairement sur la thermique du préchauffage comme pour la zircone. Le problème de cinétique du préchauffage demeure bien que le décalage temporel ne soit que d'un cycle.

2.1.3. Influence de la distance de projection

Les figures suivantes (V-11 à V-16) correspondent aux figures V-5 à V-10 en éloignant la torche du substrat (150mm).



Figure V-11 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 150mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat acier.



Figure V-12 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 150mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure V-13 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 150mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat aluminium.



Figure V-14 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat acier.



Figure V-15 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure V-16 : Comparaison des courbes de température, mesurée (en jaune) et calculée (en rouge), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat aluminium.

La conséquence expérimentale principale de la réduction de la vitesse d'éclairement est une diminution sensible de la température d'équilibre (réduction de l'ordre de 40%). Tandis que dans le cas de la projection de zircone, l'influence du paramètre distance de projection est correctement retranscrite (cf. chapitre IV, §2.2.4), un écart remarquable apparaît entre les températures d'équilibre calculées et mesurées sur les figures V-11 à V-16. Selon la valeur de la vitesse d'éclairement, cette température de préchauffage est surestimée (figures V-14 à V-16 pour lesquelles l'écart est relativement faible – entre 10 et 20%) ou sous-estimée (figures V-11 à V-13, l'écart relatif est alors plus important : de l'ordre de 40%). Cependant, en dépit de ces écarts, l'influence de la distance de projection est respectée : le passage à 150mm implique une baisse de 44% de la température d'équilibre mesurée contre 63% pour le calcul pour le cas d'une vitesse d'éclairement de 0,88m.s⁻¹ et une baisse de 45% de la température mesurée contre 35% pour une vitesse d'éclairement de 1,76m.s⁻¹.

Lors d'une projection de zircone, le plasma est à l'origine des transferts thermiques avec le substrat jusqu'à quatre fois plus important que pour une projection d'acier inoxydable (voir les profils de flux thermiques). La contribution des pertes convectives dans l'ensemble des échanges thermiques est donc plus importante dans le cas d'une projection d'acier. La considération de la convection dans les modèles CAST3M ne prend en compte que les pertes sur la face arrière de la plaquette, les hypothèses liées aux phénomènes convectifs semblent alors excessives (effets de bord des surfaces latérales et pertes sur la face avant négligés) pour la modélisation de l'influence de certains paramètres lors du préchauffage précédant la projection d'acier.

2.2. Modèle mécanique

Ce paragraphe présente l'ensemble des comportements mécaniques comparés, enregistrés et calculés pendant le préchauffage.

2.2.1. Influence de la nature du substrat

Les figures V-17 à V-19 comparent les déflexions enregistrées et calculées pour chacune des trois nuances de plaquettes, pour une vitesse d'éclairement de 1,76m.s⁻¹ et une distance de tir de 100mm.



Figure V-17 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat acier.



Figure V-18 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure V-19 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat aluminium.

Comme pour la modélisation du préchauffage précédant la projection de zircone, les déformations calculées sont plus importantes que celles des expériences. Mais on se trouve confronté à un autre problème pour l'appréciation des l'allure des courbes : la sensibilité du capteur de déplacement (cf. chapitre III, §1.2.1). En effet, les déflexions des substrats d'aluminium et de fonte (figures V-18 et V-19) sont quasiment nulles lors du préchauffage puisqu'on ne peut dissocier les enregistrements inférieurs à 6µm des bruits liées à la chaîne de mesure. Les amplitudes des déflexions calculées demeurent cependant en accord avec des déformations très réduites (inférieurs à 10µm).

2.2.2. Influence de la vitesse d'éclairement

Les figures V-20 à V-22 comparent les déflexions enregistrées et calculées pour chacune des trois nuances de plaquettes, pour une vitesse d'éclairement de 0,88m.s⁻¹ et une distance de tir de 100mm.



Figure V-20 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 100mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat acier.



Figure V-21 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 100mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure V-22 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 100mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat aluminium.

La réduction de la vitesse d'éclairement a pour conséquence l'augmentation des gradients thermiques à travers l'épaisseur de la plaquette, les amplitudes des déformations transitoires liées au passage du plasma sont accentuées (cf. chapitre IV, §2.3.2). Ces observations sont toujours valables pour le cas de l'acier (cf. figures V-17 à V-22) : une augmentation de 100% des amplitudes expérimentales est observée lorsque la vitesse d'éclairement passe de 1,76m.s⁻¹ à 0,88m.s⁻¹. Bien que les résultats thermiques soient satisfaisants, (cf. chapitre V, § 2.1), en dehors du cas de l'acier, les fluctuations transitoires de la flèche calculée ne s'accordent pas avec les expérimentations. Les déflections transitoires sont à la fois liées aux gradients thermiques mais aussi aux conditions limites mécaniques. Ces conditions limites de frottement sur les appuis ne sont pas correctement prises en compte dans le modèle (cf. chapitre 4, § 1.2), ce qui peut expliquer les écarts entre les amplitudes calculées et mesurées.

Le préchauffage d'un substrat d'acier induit des déflexions transitoires de l'ordre de 40 μ m (figure V-17). Dans le cas des autres natures de substrat (figure V-18 et V-19) pour lesquels la diffusivité thermique est beaucoup plus importante (10 à 14m².s⁻² pour la fonte et 45 à 50m².s⁻² pour l'aluminium et 4m².s⁻² pour l'acier), les déflexions transitoires sont inexistantes (ou inférieures au bruit de la chaîne d'enregistrement) en raison de gradients thermiques plus faibles.

2.2.3. Influence de la distance de projection



Figure V-23 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat acier.



Figure V-24 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure V-25 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 0,88m.s⁻¹, substrat aluminium.



Figure V-26 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat acier.



Figure V-27 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure V-28 : Comparaison des courbes de déflexion, mesurée (en vert) et calculée (en bleu), D = 150mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat aluminium.

L'augmentation de la distance de tir a pour effet de réduire sensiblement les amplitudes des déflections transitoires observées lors du préchauffage. Ainsi, pour les cas expérimentaux reportés sur les figures V-23 à V-28, une réduction générale des amplitudes comprise entre 50% est observée. Cette réduction est identique pour les déformations calculées. Le modèle respecte donc correctement l'influence de la distance de tir en dépit des écarts d'amplitude qui demeurent.

2.2.4. Phase de préchauffage : synthèse.

D'un point de vue général, les résultats de la modélisation du comportement thermomécanique de la plaquette pendant la phase de préchauffage sont satisfaisants. Toutes les tendances en rapport avec les paramètres d'étude ont été retrouvées. Les influences des paramètres cinématiques, des paramètres matériaux (aussi bien pour le substrat que pour le dépôt) ont été respectées. Quelques écarts d'ordre quantitatif montrent cependant les limites du modèle bidimensionnel et des hypothèses simplificatrices (notamment au sujet de la considération des phénomènes convectifs). Ces différences se cantonnent néanmoins à des phénomènes transitoires, dont l'incidence sur l'évaluation des contraintes résiduelles est minime. Une meilleure prise en compte des phénomènes convectifs ne se limitant pas à un transfert d'énergie par la face arrière mais par l'ensemble des six faces de la plaquette et le développement d'un modèle permettant la considération des pertes radiatives devraient sensiblement améliorer les résultats.

3. CONSTRUCTION DU DEPOT.

L'obtention des résultats pour le calcul de la construction du dépôt et l'obtention des profils de contrainte résiduelle a suivi le même cheminement que pour le cas de la zircone. Le modèle numérique utilisé est identique, seules les conditions limites (flux thermiques et propriétés convectives) et les propriétés des matériaux sont différentes. Ainsi, le premier paragraphe traite de la modélisation de la thermique de l'empilement (parallèlement au chapitre IV, §3.3).

3.1. Modélisation de la thermique de l'empilement

Cette étape permet de vérifier que le modèle prend convenablement en compte l'apport thermique des particules incidentes. A l'instar du cas de la zircone, la température

initiale des particules d'acier est fixée à leur température de fusion (soit 1400°C). Afin de respecter la croissance de dépôt observée lors des expérimentations, l'épaisseur de chaque passe est fixée à 10µm.



Figure V-29 : Comparaison des courbes de température mesurée (en jaune) et calculée (en rouge) pendant la projection, D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat acier.



Figure V-30 : Comparaison des courbes de température mesurée (en jaune) et calculée (en rouge) pendant la projection, D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat fonte.



Figure V-31 : Comparaison des courbes de température mesurée (en jaune) et calculée (en rouge) pendant la projection, D = 100mm, ve = 1,76m.s⁻¹, substrat aluminium.

Pour améliorer la lisibilité des résultats présentés dans les figures V-29 à V-31, les courbes expérimentales ont été décalées de plusieurs dizaines de secondes selon l'axe des abscisses.

L'injection des particules dans le plasma et leur impact sur le substrat a plusieurs conséquences sur l'évolution de la température du substrat. La température macroscopique du substrat évolue jusqu'à la température de projection. Une différence d'une dizaine degrés Celsius entre les températures de projections calculées et mesurées est visible sur les figures V-30 et V-31 (cas de la fonte et de l'acier), elle est égale à 20°C dans pour la projection sur substrat d'acier (figure V-29). L'ensemble des cas présente une sous-estimation des températures de projection qui implique une stabilisation plus rapides des températures (3 à 4 cycles pour atteindre la température de projection pour le calcul contre 6 pour les différentes expérimentations).

La même augmentation des fluctuations de température autour de la température d'équilibre est observée quel que soit le matériau du substrat (60% d'augmentation pour le calcul et 64% pour les courbes expérimentales).

3.2. Construction du dépôt : calcul des contraintes résiduelles

3.2.1. Développement de la contrainte de trempe

Le tableau V-2 compare les déflections enregistrées et calculées lors de la construction d'un dépôt d'acier de 500µm et le développement de la contrainte de trempe.

Tableau V-2 :

Flèche totale (50 passes) - mm		
Nature du substrat	Calcul	Mesure
Acier Inox 304L	6,84.10 ⁻¹	7,00.10 ⁻²
Fonte FT40	9,17.10 ⁻¹	9,65.10-1
Alliage aluminium AG4,5	1,16	1,04

Le développement de la contrainte de trempe dans un dépôt d'acier présente de meilleurs résultats que pour les dépôts de zircone avec un écart maximal de 10% entre les pentes calculées et mesurées pour un substrat d'aluminium. Contrairement au cas d'un dépôt de zircone sur substrat de fonte (tableau IV-1), la modélisation du développement de la contrainte de trempe d'un dépôt d'acier sur un substrat de fonte est fidèle à l'expérience. Cet écart confirme les suppositions d'une interface dégradée (et d'une mauvaise adhésion) dans le cas du dépôt de zircone sur fonte. Le modèle prend en compte une interface mécaniquement parfaite et ici, la nature des matériaux en jeu (métaux ductiles), favorise l'accommodation à l'interface ce qui n'est pas le cas de la zircone ou plus généralement des céramiques. Les champs de contraintes obtenus sont utilisés comme condition initiale pour le développement de la contrainte thermique.

3.2.2. Calcul du refroidissement final

Les paramètres du refroidissement final des bilames dépôt d'acier sur leur substrat sont identiques à ceux concernant les dépôts de zircone. Les paramètres de convection sur les deux faces sont les mêmes et les conditions initiales sont modélisées de la même manière.



Figure V-32 : Comparaison des courbes de température mesurée (en jaune) et calculée (en rouge) pendant le refroidissement post- projection, substrat acier.



Figure V-33 : Comparaison des courbes de température mesurée (en jaune) et calculée (en rouge) pendant le refroidissement post- projection, substrat fonte.



Figure V-34 : Comparaison des courbes de température mesurée (en jaune) et calculée (en rouge) pendant le refroidissement post- projection, substrat aluminium.

Les cinétiques de refroidissement calculées et mesurées une nouvelle fois très proches. Le modèle de convection forcée reproduit correctement le retour à la température ambiante du bicouche. Toutes les conditions sont donc réunies pour permettre une estimation des contraintes résiduelles.



Figure V-35 : Comparaison des courbes de déflexion mesurée et calculée pendant le refroidissement post- projection, substrat acier.



Figure V-36 : Comparaison des courbes de déflexion mesurée et calculée pendant le refroidissement post- projection, substrat fonte.



Figure V-37 : Comparaison des courbes de déflexion mesurée et calculée pendant le refroidissement post- projection, substrat aluminium.

Les conclusions au sujet des courbes de la flèche obtenues pendant le refroidissement final sont les mêmes que celles du chapitre précédent. La flèche enregistrée et calculée pendant le refroidissement d'un dépôt d'acier 316L sur un substrat d'acier 304L sont identiques (figure V-35). La variation de la flèche est nulle car les matériaux ont des propriétés mécaniques (coefficients de dilatation) identiques.

Comme pour les dépôts de zircone, les flèches calculées pour des substrats en fonte et en aluminium s'écartent d'environ 20% des courbes expérimentales (courbes bleues des figures V-36 et V-37 pour lesquelles le module du dépôt caractérisé par méthode vibratoire est de 100GPa). Le module d'Young pour le calcul des courbes bleues est le module d'Young du dépôt à température ambiante, il se peut que l'écart entre les courbes vertes et bleues soit du à une dégradation des propriétés mécaniques du dépôt pendant le refroidissement final : le module d'Young en fin de projection, avant le refroidissement, serait supérieur à celui du dépôt refroidi. Ainsi, les courbes oranges correspondent à un module d'Young adapté pour recoller la flèche à la courbe expérimentale : la valeur obtenue pour les dépôts réalisés sur substrats d'aluminium et de fonte est 170GPa (courbe orange des figures V-36 et V-37). Cette modification permet d'approcher la courbe mesurée mais la dérivée à l'origine de la courbe orange demeure inférieure à celle de la courbe verte : ce qui signifie que la valeur du module fournie au code de calcul, en début de refroidissement, est sous-estimée. Nous avons ensuite déterminé la valeur du module d'Young d'un dépôt d'acier sur substrat qui permettrait de faire correspondre le début de la courbe de flèche calculée (courbe noire de la figure V-37) au début de la flèche mesurée (courbe verte de la figure V-37) : E = 200GPa, soit la valeur de module de l'acier massif. Cette constatation peut amener à penser que, pour ces conditions de projection, l'endommagement mécanique du dépôt est mineur pendant la projection et essentiellement pendant le refroidissement final.

- 3.2.3. Contrainte résiduelle
- a. Résultats numériques



Figure V-38 : Profil de contraintes résiduelles au sein d'un dépôt d'acier inoxydable 316L et de son substrat d'acier (304L).



Figure V-39 : Profil de contraintes résiduelles au sein d'un dépôt d'acier inoxydable 316L et de son substrat de fonte (FT40).



Figure V-40 : Profil de contraintes résiduelles au sein d'un dépôt d'acier inoxydable 316L et de son substrat d'aluminium (AG4,5).

La valeur des contraintes maximales dans les matériaux atteint 200MPa en valeur absolue, ce qui est supérieur aux contraintes calculées et mesurées pour les dépôts de zircone (cf. chapitre 4, § 3.4.3) et attendu pour des dépôts métalliques. Le module d'Young fourni au modèle pour l'obtention des profils de contraintes des figures V-38, V-39 et V-40 est celui issu des caractérisations mécaniques.

Le niveau des contraintes résiduelles dans le dépôt d'acier déposé sur de l'acier est égal à sa contrainte de trempe en raison des coefficient de dilatation quasiment égaux de l'acier 304L et de l'acier 316L (figure V-38). Il en va de même pour le substrat de fonte ayant lui aussi un coefficient de dilatation thermique proche de celui de l'acier (figure V-39). Le champ de contrainte au sein du substrat d'aluminium et de son dépôt affiche des niveaux plus faibles en raison d'une contrainte de trempe moins élevée (de l'ordre de 150MPa) (figure V-40).

β. Résultats expérimentaux

• Trou incrémental

Les figures V-41 à V-47 montrent les résultats obtenus par perçage des échantillons cylindriques sablés, ou sablés puis détendus, par traitement thermique enlever les contraintes

de compression dues au sablage en surface du substrat. Les essais sont effectués au LASMIS de l'UTT.



Figure V-41 : Profil de contraintes résiduelles (trou incrémental) au sein d'un dépôt d'acier 316L et pour trois natures de substrat – substrats sablés non détendus, ve = $1,76m.s^{-1}$.



Figure V-42 : Profil de contraintes résiduelles (trou incrémental) au sein d'un dépôt d'acier 316L et pour trois natures de substrat – substrats sablés détendus, ve = $1,76m.s^{-1}$.

Cette fois-ci, aucune singularité n'est observée à l'interface, ceci en raison de la nature des matériaux employés (ductiles et offrant une bonne adhésion du dépôt). La comparaison des figures V-41 et V-42 met en évidence la présence des contraintes de sablage : les contraintes résiduelles dans les 200 premiers microns des substrats (figure V-41) sont plus élevées (en compression) de 150MPa environ que pour la figure V-42. Ces observations sont en accord avec les ordres de grandeur présentés sur la figure II-14 (profondeur et niveau de contrainte).

La figure V-42, représentative des substrats détendus permet d'affirmer que la contrainte résiduelles est nulle - ou presque - à l'interface pour les substrats d'aluminium et de fonte.

Quantitativement, les valeurs des contraintes résiduelles mesurées dans le dépôt sont près de deux fois plus importantes que celles calculées (figures V-38, V-39 et V-40). Cet écart peut s'expliquer par la nature du comportement mécanique choisi. Les propriétés mécaniques macroscopiques des dépôts ont été mesurées à température ambiante afin de les injecter dans le modèle élastique. Mais les conclusions du chapitre V §3.2.2 tendent à laisser penser qu'un modèle élastique est insuffisant pour le cas des dépôt d'acier.



Figure V-43 : Profil de contraintes résiduelles (trou incrémental) au sein d'un dépôt d'acier 316L et pour trois natures de substrat – substrats sablés non détendus, ve = 0.88m.s⁻¹.



Figure V-44 : Profil de contraintes résiduelles (trou incrémental) au sein d'un dépôt d'acier 316L et pour trois natures de substrat – substrats sablés détendus, ve = 0.88m.s⁻¹.

Les figures V-41 à V-44 permettent de juger de l'influence de la vitesse d'éclairement sur les profils de contrainte résiduelle.

• Méthode de la flèche

La figure IV-45 montre que les valeurs de contrainte résiduelle sont en accord avec les résultats numériques. Les contraintes résiduelles au sein de tous les dépôts sont en tension et la contrainte moyenne dans les dépôts d'acier et de fonte est de l'ordre de 200MPa. Le modèle CASTEM affichait une contrainte moyenne dans le dépôt de 100MPa en tension dans le cas d'un substrat d'aluminium, le calcul de cette contrainte par la méthode de la flèche donne des valeurs comprises entre 50-60MPa.



Figure V-45 : Profil de contraintes résiduelles (méthode de la flèche) au sein d'un dépôt d'acier 316L et pour trois natures de substrat, paramètre : vitesse d'éclairement.

La méthode de détermination des contraintes résiduelles par mesure de la flèche in situ fournit des valeurs moyennes. Les résultats présentés dans la figure V-45 sont donc en accord avec les figures V-38, V-39 et V-42 pour les cas des substrats d'acier et de fonte. Comme pour l'étude de la zircone, les dépôts effectués sur substrats d'aluminium affichent des niveaux de contraintes différents suivant la méthode de mesure. Les profils de contrainte calculés et les valeurs moyennes issues de la mesure in situ sont relativement proches (autour de 50MPa) mais inférieurs aux estimations du trou incrémental (figure V-42). Cet écart entre les résultats des deux méthodes expérimentales de détermination des contraintes vient (comme pour les dépôts de zircone – chapitre 4, § $3.4.3.\beta$) de la différence d'épaisseur des substrats. En raison de son coefficient de dilatation le plus éloigné de celui des dépôts d'acier (parmi les trois substrats), la contrainte thermique est plus importante dans le cas de l'aluminium. L'endommagement du dépôt est donc plus important que pour les autres substrats (si l'on suit les conclusions du chapitre V, § 3.2.2), cependant la rigidité plus importante des substrats soumis au perçage est un frein à l'endommagement des dépôts sur

substrat d'aluminium, la contrainte résiduelle est donc plus élevée dans le cas des mesures issues du trou incrémentale.

4. CONCLUSION

D'une manière générale, le modèle développé apporte satisfaction sur l'ensemble des résultats. Le calcul des températures pendant la phase de préchauffage, la construction du dépôt et le refroidissement final offrent de bon résultats tant quantitativement que qualitativement. Les paramètres convectifs du modèle étant calés sur le cas de la zircone, des écarts sont observés sur les températures d'équilibre et les cinétiques thermiques des projections d'acier. Cependant, les différentes tendances liées aux études paramétriques sont retrouvées. L'influence des différents paramètres est également respectée lors du calcul de la flèche pendant le préchauffage même si les amplitudes ne concordent pas avec l'expérimentation.

Les comparaisons des contraintes résiduelles calculées et mesurées donnent entière satisfaction, le modèle permet la prédiction du signe des contraintes résiduelles ainsi que la valeur moyenne de la contrainte dans le dépôt de manière assez précise (erreur inférieure à 10%) pour les cas de l'acier et de la fonte. L'erreur sur les substrat d'aluminium est plus importante quelle que soit la nature du dépôt.

L'étude des déflexions finales (pendant le refroidissement post projection) pourrait renseigner sur les contributions respectives des différentes étapes de la projection plasma dans l'endommagement du dépôt. Il semblerait que dans le cas de la projection d'acier, la phase de refroidissement en fin de projection soit à l'origine de la chute du module d'Young du dépôt. An début du refroidissement, la valeur du module avoisinerait celle de l'acier massif.
CONCLUSION GENERALE

CONCLUSION GENERALE :

Plusieurs méthodes d'investigation ont été utilisées pour la détermination des contraintes résiduelles dans des dépôts réalisés par projection plasma. Pour cette étude deux dépôt ont été choisis : la zircone ayant un comportement fragile et l'acier inoxydable ayant un comportement ductile. Ces dépôts ont été réalisés sur trois substrats métalliques : l'acier inoxydable, la fonte et l'aluminium ayant des propriétés thermiques et mécaniques très différentes. Des mesures réalisées au Laboratoire de Projection Thermique du CEA Le Ripault par la méthode in situ de la flèche ont conduit à la détermination de valeurs moyennes des contraintes résiduelles dans les dépôts. Parallèlement, le Laboratoire des Systèmes Mécaniques et d'Ingénierie Simultanée de l'Université de Technologie de Troyes a fourni les profils de contraintes résiduelles en profondeur pour ces mêmes dépôts. Le but de cette étude est de développer un modèle numérique grâce au code de calcul CAST3M capable de reproduire les conditions expérimentales de réalisation des dépôts afin de prédire les champs de contraintes internes aux matériaux étudiés.

Lors de la projection, le substrat et éventuellement la sous-couche ainsi que le dépôt en cours de construction sont sujets à d'importantes fluctuations thermiques et la connaissance de l'évolution de leurs propriétés thermiques et mécaniques avec la température est une condition nécessaire à une modélisation correcte. C'est pourquoi ces propriétés des matériaux étudiés ont été mesurées sauf pour la zircone pour laquelle nous avons utilisé les données de la littérature.

La première étape de ce travail fut de déterminer les données expérimentales nécessaires à l'établissement des conditions limites et initiales du modèle et au calcul de la température et des déformations du substrat pendant la phase de préchauffage (sans dépôt), cette dernière permettant la validation du modèle. Un dispositif spécifique permettant la mesure de la température et de la flèche des substrats pendant le préchauffage et la phase de projection a donc été utilisé pour collecter les données nécessaires au calcul des contraintes induites durant le préchauffage et à l'étude comparative. Il est apparu ainsi que la connaissance du flux thermique transféré au substrat par l'écoulement de plasma est primordiale pour une restitution correcte des températures du substrat pendant le préchauffage. L'ensemble de l'environnement géométrique de l'échantillon a du être pris en compte et l'appareil de mesure du flux transféré (fluxmètre pour cette étude) est intégré au montage expérimental. L'étude du préchauffage a également fait apparaître l'importance des phénomènes de refroidissement du substrat entre les passages successifs devant la torche plasma qui permettent l'établissement de l'équilibre thermique. Ainsi, les paramètres de convection autour de l'échantillon (température de l'air et coefficient d'échange), également liés au flux thermique imposé par les gaz plasmagènes, se sont avérés être les points essentiels de l'équilibre thermique : la température extérieure gouverne la cinétique de montée en température tandis que le coefficient d'échange a une nette influence sur la température d'équilibre pendant le préchauffage.

La modélisation du comportement mécanique de la pièce a, en plus des conditions limites thermiques, nécessité la détermination des conditions limites mécaniques de contact entre le substrat et son support. L'existence de frottements au niveau des appuis de la plaquette a quelque peu limité le rendu quantitatif des résultats. Cependant, qu'il s'agisse des comportements thermiques ou mécaniques, les influences des différents paramètres de l'étude (paramètres non plasmagènes : distance de projection, vitesse d'éclairement, nature du substrat ou du dépôt) sont respectées par le modèle développé.

Les résultats obtenus à partir du modèle reproduisant la phase de préchauffage sont satisfaisants, ce modèle a pu être modifié de manière à calculer les températures et déformation pendant la phase de construction du dépôt. Un point essentiel pour une construction correcte des dépôts de zircone yttriée ou d'acier inoxydable est le respect de la quantité de matière apportée à chaque passe. Apporter la quantité de matière conforme à l'observation expérimentale (4µm par passe pour la zircone et 10µm par passe pour l'acier) permet le calcul de l'élévation de température provoquée par l'injection des particules et l'établissement de la température de projection. Sur l'ensemble des calculs, la température de projection n'est jamais différente de plus ou moins 10% de la température mesurée dans le cas de la zircone et 15% dans le cas de dépôts d'acier.

Concernant l'établissement de la contrainte de trempe, le développement d'un modèle prenant en compte les phénomènes thermomécaniques (évolutions transitoires de la flèche et de la température) et l'ajout de matière lié à la construction du dépôt dans les mêmes conditions que celles décrites précédemment, nécessiterait des moyens de calculs bien supérieurs à ceux dont nous disposons. De plus le calcul de la contrainte de trempe nécessite de disposer d'un modèle d'endommagement de la zircone et de l'acier (fissuration et fluage/plasticité) représentatif des comportements des lamelles lors de leur étalement et refroidissement. C'est pourquoi la contrainte de trempe n'est pas calculée mais imposée au modèle à partir des valeurs obtenues par mesure in situ de la flèche. Cette considération permet d'obtenir un état mécanique conforme et représentatif d'une fin de projection avant le refroidissement final. Le calcul de ce refroidissement final pour l'établissement de la contrainte thermique est également satisfaisant et fournit des niveaux de contraintes résiduelles en accord avec l'ensemble des mesures de contraintes. De plus, l'étude des déflexions finales amènerait à la conclusion que la plus grande partie de l'endommagement mécanique du dépôt aurait lieu pendant la phase du refroidissement final, dans le cas de dépôts d'acier. Pour ce qui concerne les dépôts de zircone, le refroidissement final serait également à l'origine d'un endommagement important.

L'étude des contraintes résiduelles est paramétrée sur la nature du substrat (acier 304L, fonte FT40 et aluminium AG4,5) et celle du dépôt (zircone yttriée et acier 316L). Ce qui permet d'observer différentes influences intéressantes. En dépit d'un coefficient de dilatation inférieur à son substrat, les dépôts de zircone déposés sur substrat de fonte sont toujours en tension (20 à 30 MPa) en raison d'une contrainte de trempe supérieure aux autres cas de figure. Cette particularité est aussi bien démontrée par les mesures de contrainte in situ et par perçage incrémental que par le modèle. Les dépôts de zircone réalisés sur substrat d'aluminium ont des niveaux de contraintes résiduelles plus important en compression en raison d'une contrainte thermique élevée (le différentiel de dilatation est alors le plus important de tous les cas de figure). Les mesures de contraintes au sein des dépôts d'acier ont confirmé les niveaux plus important de contraintes de trempe (plus de 200MPa pour les dépôts d'acier sur substrat d'acier et substrat de fonte et 150MPa pour le cas des substrats d'aluminium). Pour les dépôts d'acier, la très faible distance entre les différents coefficients de dilatation mis en jeu implique le développement de contraintes thermiques de niveau réduit (contraintes quasiment nulles pour les substrats de fonte et d'acier et de l'ordre de quelques dizaine de MPa pour les substrats d'aluminium). Chacune des investigations numériques ou expérimentales confirme ces tendances, ce qui permet d'affirmer que le modèle de calcul des contraintes résiduelles est en accord avec les mesures.

A présent, il reste à exploiter les résultats numériques présentés dans cette étude et à les injecter dans un modèle reproduisant le fonctionnement d'une pile à combustible réalisée par projection plasma afin d'en observer l'endommagement. Il sera alors indispensable de développer un modèle intégrant le comportement d'endommagement (fissuration, relaxation des contraintes) des dépôts plasma subissant des cyclages thermiques. Mais ce modèle ne se limite pas à cette application puisqu'il a démontré une relative adaptabilité lors du changement de nature du dépôt. Il est ainsi envisageable sous réserve de quelques améliorations de prédire les champs de contraintes au sein de différents dépôts et de leurs substrats pendant et après la projection.

Plusieurs aménagements sont requis afin de rendre le modèle réalisé plus fiable et polyvalent. L'interaction plasma/substrat a correctement été prise en compte et peut difficilement être améliorée, par contre, la considération des phénomènes convectifs est perfectible. En raison de l'hypothèse bidimensionnelle, la seule surface d'échange est la face arrière du substrat alors que les quatre faces latérales (représentant plus de 23% de la surface d'échange réelle) sont négligées. L'intégration d'un terme source représentatif des pertes convectives latérales ou la construction d'un modèle tridimensionnel devrait améliorer quantitativement les résultats. Il en va de même pour la considération des frottements au niveau des appuis qui doivent être étudiés avec davantage de précision.

Références bibliographiques

Références Bibliographiques

Amada S., Haruyama M., Ohyagi T., Tomoyasu K. (2001)

"Wettability effect on the flattening ratio of molten metal droplets", Surface and Coatings Technology, 138, p. 211-219.

AMADA S., IMAKAWA I., AOKI S. (2002)

"Splat profile of impinging droplets on rough substrate", Proceedings of the International Thermal Spray Conference, (Ed.) C. Moreau and B. Marple, ASM International, Material Park, Ohio, USA. P 857-861.

BARADEL N. (1999)

"Etude de la génération des contraintes au sein de revêtements de zircone yttriée réalisés par projection plasma sur substrat métalliques", Thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris.

BETOULE O., DENOIRJEAN A., COUDERT J.F., VARDELLE M., FAUCHAIS P. (1995)

"Plasma sprayed alumina coatings with nozzle shields: injection problems", Advances in thermal spray science and technology, ASM International, Material Park C.C. Berndt & S. Sampath (Ed.), Houston, Texas, pp. 15-19. ISBN: 0-87170-541-9

BIANCHI L. (1995)

"Projection par plasma d'arc et plasma inductif de dépôts céramiques : mécanismes de formation de la première couche et relation avec les propriétés mécaniques des dépôts", Thèse de doctorat, Université de Limoges.

BIANCHI L., BLEIN F., LUCCHESE P., VARDELLE M., VARDELLE A., FAUCHAIS P. (1994) "Effect of particle velocity and substrate temperature on alumina and zirconia splat formation", Thermal Spray Industrial Applications, (Ed.) C. C. Berndt et S. Sampath, (Pub.) ASM International, Material Park, Oh., USA, pp.569-574.

BIANCHI L., LEGER A.C., VARDELLE M., VARDELLE A., FAUCHAIS P. (1997) "Splat formation and cooling of plasma-sprayed zirconia", Thin Solid Films, 305, p. 35-47. BLAOW M., EVANS J.T., SHAW B.A. (2004)

"Magnetic Barkhausen Noise: The Influence of Microstructure and Deformation in bending", Acta Materialia Inc, Elsevier Ltd Pub.

BOLOT R., LI J., BONNET R., MATEUS C., CODDET C. (2003)

"Modeling of the substrate temperature evolution during the APS thermal spray process", Thermal Spray 2003 : Advancing the Science & Applying the Technology, (Ed.) C. Moreau and B. Marple, (Pub.) ASM International, Material Park, Ohio, USA. pp. 949-954.

BOULOS M.I., FAUCHAIS P., PFENDER E. (1994)

"Thermal Plasmas Fundamentals and Applications", Vol.1, Plenum Press, New York. ISBN 0-306-44607-3.

CEDELLE J., VARDELLE M., PATEYRON B., FAUCHAIS P. (2004)

"Experimental investigation of the splashing processes at impact in plasma sprayed coating formation", Thermal Spray Solutions, Advances in technology and application, Osaka, Japan. ISBN 3-87155-792-7

CEDELLE J., VARDELLE M., PATEYRON B., FAUCHAIS P., FUKUMOTO M., OHGITANI I. (2005)

"Plasma-sprayed particles: Impact imaging and flattening particle thermal history", Conference Proceedings – lectures and poster, International Thermal Spray Conference& Exposition, Basel, Switzerland, (CD-Rom).

CLYNE T.W., GILL S.C. (1996)

"Residual stresses in thermal spray coatings and their effect on interfacial adhesion: A review of recent work", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 5, (4), Dec. 1996, pp. 401-418.

CRABOS F. (1997)

"Caractérisation, évaluation et optimisation de systèmes barrière thermique industriels – Applications aux turbines à gaz."Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, oct. 1996.

CULLITY B. D. (1972)

"Introduction to Magnetic Materials", Addison-Wesley Publishing Company. ISBN : 0-201-01218-9.

DAVIDENKOV N.N. (1961)

"Measurement of residual stresses in electrolytic deposits", Soviet Physics – Solid State, Vol. 2, No. 11, May 1961, pp. 2595-2598.

DEGIOVANNI A.

"Conductivité et diffusivité thermique des solides", Techniques de l'Ingénieur, Traité Mesure et Contrôle. Doc. R 2 850.

DE SMET G. (1963)

"La pratique des traitements thermiques des métaux industriels", Ed. Dunod, Paris.

DORFI H. R., BUSBY H. R., JANSSEN M. (1996)

"Ultrasonic stress measurements based on the generalized acoustic ratio technique", Int. J. Solids Structures Vol. 33, No 8, Elsevier Science Ltd, pp. 1157-1174.

DUSSOUBS B. (1998)

"Modélisation tridimensionnelle du procédé de projection plasma : influence des conditions de la poudre et des paramètres de projection sur le traitement et la répartition des particules dans l'écoulement", Thèse de doctorat, Université de Limoges.

DUSSOUBS B, VARDELLE A., MARIAUX G., THEMELIS N.J., FAUCHAIS P. (2000) "Modeling of plasma spraying of two powders", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 10, oct. 2000, pp. 105-110.

FAUCHAIS P., COUDERT J.F., VARDELLE A. and M., GRIMAUD A., ROUMILHAC P. (1987) "State of the art for the understanding of the physical phenomena involved in plasma spraying at atmospheric pressure", Advances in coating technology, ASM International, D.L. Houck (Ed.), Orlando, Florida, p. 11-19. ISBN: 0_87170-320-3.

FAUCHAIS P., VARDELLE A. (1997)

"Thermal plasmas", IEEE Transactions on Plasma Science, Vol. 25, N°6, Dec. 1997, p. 1258-1280.

FAUCHAIS P., VARDELLE A., DUSSOUBS B. (2001)

"Quo vadis thermal spraying?", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 10, Mar. 2001, p. 44-66.

FAUCHAIS P., FUKUMOTO M., VARDELLE A., VARDELLE M. (2003)

"Knowledge concerning splat formation: an invited review", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 13, (3), pp. 337-360.

FINCKE J.R., SWANK W.D., HAGGARD D.C., DEMENY T.M., PANDIT S.M., KASHANI A.R. (1995)

"Feedback control of the subsonic plasma spray process : system model", Advances in thermal spray science and technology, ASM International, Material Park C.C. Berndt & S. Sampath (Ed.), Houston, Texas, pp. 117-122. ISBN: 0-87170-541-9.

GILL, S.C., CLYNE T.W. (1990)

"Stress distribution and material response in thermal spraying of metallic and ceramic deposits", Met. Trans., vol. 21B, (1990) pp. 377-385.

GUENADOU D., MEILLOT E., SAGET A. (2005)

"Particle treatment modeling in a time-dependent D.C. plasma flow", ITSC 2005.

GILL, S.C. (1991)

"Residual stresses in plasma sprayed deposits" Thèse de doctorat, Université de Cambridge, janvier 1991.

HOBBS M.K., REITER H. (1987)

"Residual stresses in ZrO₂ - 8% Y₂O₃ plasma sprayed thermal barrier coatings", Thermal Spray: Advances in Coating Technology, (Ed.) D. L. Houck, (Pub.) ASM International, Material Park, Oh., USA, pp.285-290.

HOUBEN J.M. (1988)

"Relation of the adhesion of plasma sprayed coatings to the process parameters size, velocity and heat content of the spray particles", Thèse de doctorat, Université de Eindhoven, Pays Bas.

HSUEH C.H., (1991)

"Some considerations of determination of residual stresses and Young's moduli in ceramic coating", Journal of American Ceramic Society, 74 [7], pp. 1646-1649.

JAMES M.R., BUCK O. (1980)

"Quantitative nondestructive measurements of residual stresses", CRC, Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, 9, (No.1), pp. 61-105.

KURODA S., CLYNE T.W. (1991)

"The quenching stress in thermally sprayed coatings", Thin Solid Films, 200, p. 49-66.

KURODA S., DENTO T., KITAHARA S.(1995)

"Quenching stress in plasma sprayed coatings and its correlation with the deposit microstructure", Journal of Thermal Spray Technology, Vol 4(1), pp. 75-84.

KURODA S., FUKUSHIMA T., KITAHARA S. (1990)

"Generation mechanisms of residual stresses in plasma sprayed coatings", Vacuum, Vol 41, n° 4-6, pp. 1297-1299. Pergamon Press.

KURODA S., FUKUSHIMA T., KITAHARA S. (1992)

"Significance of the quenching stress in the cohesion and adhesion of thermally sprayed coatings", Thermal Spray International Advances in Coatings Technology, (Ed.) C; C. Berndt, (Pub.) ASM International, Material Park, Oh.. USA, pp. 903-909..

LEGER A.C. (1997)

"Contribution à l'étude expérimentale de la formation des lamelles de zircone, de leur empilement, et des contraintes résiduelles de dépôts projetés par plasma", Thèse de doctorat, Université de Limoges.

LI C.J., LI J.L., WANG W.B. (1998)

"The effect of substrate preheating and surface organic covering on splat formation", Thermal Spray Meeting the Challenges of the 21st Century, (Ed.) C. Coddet, (Pub.) ASM International, Material Park, Oh., USA, pp. 473-480.

LI J., BOLOT R., LIAO H., CODDET C. (2004)

"Numerical study of residual stresses formation during the APS process", Thermal Spray Solutions, Advances in technology and application, Osaka, Japan. ISBN 3-87155-792-7

LI J., LIAO H.L., GOUGEON P., MONTAVON G., CODDET C. (2003)

"Effect of Reynolds number of molten spray particles on splat formation in plasma spraying", Advancing the science and applying the technology, ASM International, Material Park, B.R. Marple & C. Moreau (Ed.), May, Ohio, USA, pp. 875-882. ISBN: 0-87170-785-3.

LIAO H., VASLIN P., YANG Y., CODDET C. (1997)

"Determination of residual stress distribution from in situ curvature measurements for thermally sprayed WC-Co coatings", Journal of Thermal Spray Technology, 6, (2), pp.235-241.

LIAO H., DENG H., CODDET C. (2003)

"Conjugated gradient method for estimating inversely the flux distribution of cooling jets", Advancing the science and applying the technology, ASM International, Material Park, B.R. Marple & C. Moreau (Ed.), May, Ohio, USA, pp. 981-984.

MADEJSKI J. (1976)

"Solidification of droplets on a cold surface" Int. J. Heat Mass Transfer., 19, pp.1009-1013.

MASOUNAVE J., LU J., ARKER P., FLAVENOT J.F. (1990)

"Contraintes résiduelles de grenaillage dans les composites AlSiO₂-Al₂O₃ et Al-Al₂O₃", Contraintes Résiduelles et Nouvelles Technologies, Recueil de conférences, Senlis, sept 1990, CETIM, pp. 289-297. MATEJICEK J., SAMPATH S., BRAND P.C. PRASK H.J. (1999)

"Quenching, thermal and residual stress in plasma sprayed deposits : NiCrAlY and YSZ coatings", Acta mater. Vol 47, No 2, pp. 607-617.

MATIJICEK J., SAMPATH S. (2003)

"In situ measurement of residual stresses and elastic moduli in thermal sprayed coatings Part 1 : apparatus and analysis", Acta materialia Inc., Pub. Elsevier Sc. Ltd., No 51, pp. 863-872.

MATIJICEK J., SAMPATH S., GILMORE D., NEISER R. (2003)

"In situ measurement of residual stresses and elastic moduli in thermal sprayed coatings Part 2 : processing effects on properties of Mo coatings", Acta materialia Inc., Pub. Elsevier Sc. Ltd., No 51, pp. 873-885.

MEILLOT E. (1995)

"Etude bibliographique de la pulvérisation de jets liquides" Rapport interne CEA/DAM. CER/DI/RC/D/080-95 – 30 juin 1995.

MELLALI A., GRIMAUD A., FAUCHAIS P. (1996)

"Parameters controlling the sand blasting of substrates for plasma spraying", Surface and Coating Technology, 81, p. 217-227.

METHOUT S. (2005)

"Développement de procédés de projection par plasma d'arc pour application aux piles à combustible haute température" Rapport de DRT, Université de Limoges.

MONERIE-MOULIN F. (1993)

"Contribution à l'étude des flux thermiques imposés en projection plasma au substrat et au dépôt et à leur influence sur les propriétés du dépôt", Thèse de doctorat, Université de Limoges.

MONTAY G., CHEROUAT A., LU J., BIANCHI L., BARADEL N. (2002)

"Role of substrate nature and the spraying temperature on the residual stress distribution in plasma sprayed zirconia coating", Surface and coating technology 155 (2002) Elsevier Science B.V. pp. 152-160

NORME ASTM E 1876-01.

"Standard test method for dynamic Young's modulus, shear modulus, and Poisson's ratio by impulse excitation of vibration", ASTM International, United States.

NOYAN I.C., COHEN J.B. (1987)

"Residual Stress, measurement by diffraction and interpretation", Springer-Verlag New York Inc. 1987. ISBN : 0-387-96378-2.

O'SULLIVAN D., COTTERELL M., TANNER D.A., MESZAROS I. (2004)

"Characterisation of ferritic stainless steel by Barkhausen techniques", NDT&E International 37, Elsevier Ltd, pp. 489-496.

OKADE M., KAWASHIMA K. (1998)

"Local stress measurement on polycrystalline aluminum by an acoustic microscope", Ultrasonics 36, Elsevier Science B.V., pp. 933-939.

PATEYRON B., ELCHINGER M. F., DELLUC G., FAUCHAIS P. (1992)

"Thermodynamic and transport properties of Ar-H₂ and Ar-He plasma gases used for spraying at atmospheric pressure. I : Properties of the mixtures", Plasma and Chemistry Processing, 12, p. 421-449.

PASANDIDEH-FARD M., MOSTAGHIMI J. (1996)

"Droplet impact and solidification in a thermal spray process : droplet-substrate interaction", Thermal spray : Practical Solutions for Engineering Problems, C. C. Berndt (Ed.), Pub. ASM International, Material Park, Ohio-USA, p. 637-646.

PAWLOWSKI L., (1995)

"The science and engineering of thermal spray coatings", Pub. John Wiley & Sons. Chichester, ISBN: 0 471 95253 2

PEPPER D. W., DARREL W. (1992)

"The finite element method : basic concepts and applications", Hemisphere Pub. Corp. Library of Congress Cataloging-in-Publication Data. ISBN: 1-56032-104-0.

PFENDER E., (1989)

"Particle behavior in thermal plasmas", Plasma Chemistry and Plasma Processing, 11, (4), pp.529-543.

PHILIBERT J., VIGNES A., BRECHET Y., CAMBRADE P. (2002)

"Métallurgie du minerai au matériau -2^{de} Ed. ", Dunod Ed., ISBN : 2 10 0063138, pp. 701-733.

PLANCHE M.P., FAUCHAIS P., COUDERT J.F., BETOULE O., VALLETOUX H. (1994)

"Comparison of D.C. plasma jet velocity distributions for different plasma gas mixtures : Ar-H₂, Ar-He, Ar-He-H₂", Proceedings of the 7th National Thermal Spray Conference, June 1994, Boston, Massachusetts, p. 349-354.

RENOUARD-VALLET G. (2004)

"Elaboration par projection plasma d'électrolytes de zircone yttriée denses et de faible épaisseur pour SOFC", Thèse de doctorat, Université de Limoges, Université de Sherbrooke, n° d'ordre : 2-2004.

RUHL R.C. (1967)

"Cooling rates in splat cooling", Material science and engineering, 1, Elsevier Publishing Company, p. 313-320.

SAMPATH S., HERMAN H., (1989)

"Microstructural development of plasma sprayed coatings", Proceedings of the 12th International Thermal Spray Conference, London, UK, paper n°53.

SAMSONOV G.V. (1973)

"The oxide handbook", Plenum Data Corporation, A Subsidiary of Plenum Publishing Corporation, New York, ISBN 0-306-65157-2.

SFAR K., AKTAA J., MUNZ D. (2002)

"Numerical investigation of residual stress fields and crack behavior in TBC systems", Material Science and Engineering A333, pp. 351-360.

SOKOLNIKOFF, (1956)

"Mathematical theory of elasticity", McGraw-Hill Book Company, Inc. Library of Congress Catalog Card Number 55-9554.

SPORES R., PFENDER E. (1987)

"Flow structure of a turbulent thermal plasma", Surface and Coating Technology, 37, p.251-270.

TC S.A. (2003)

"Traité de thermométrie par thermocouple et résistance", Version 6.0, TC S.A., B.P. 87, 69573 Dardilly cedex – France.

VARDELLE M. (1987)

"Etude expérimentale 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 de doctorat, Université de Limoges.

VARDELLE A., MOREAU C., FAUCHAIS P. (2000)

"The dynamic of deposit formation in thermal spray processes", MRS Bulletin, 25 (2000), pp. 32-37.

VARDELLE M., VARDELLE A., FAUCHAIS P., LI K.-I., DUSSOUBS B., THEMELIS N. J. (2001) "Controlling particle injection in plasma spaying", Journal of Thermal Spray Technology, Vol. 10(2), June 2001, p. 267-284.

VARDELLE M., VARDELLE A., LEGER A.C., FAUCHAIS P. (1994)

"Dynamics of splat formation and solidification in thermal spraying processes", Thermal Spray Industril Applications, C.C. Berndt et S. Sampath (Ed.), ASM International, Material Park, Jun. 94, Boston, Massachusetts, p. 555-562.

WANG P., YU S.C.M., NG H.W., (2004)

"Particles velocities, sizes and flux distribution in plasma spray with two powder injection ports", Material Science and Engineering, 2004.

WONG H.Y. (1977)

"Handbook of essential formulae and data on heat transfer for engineers", Library of Congress Cataloging in Publication Data, Longman Inc. (Pub), ISBN 0-582-46050-6.

ZHANG H., XIONG H. B., ZHENG L. L., VAIDYA A., LI L., (2003)

"Partially melted particle and its splat morphology", Advancing the science and applying the technology, ASM International, Material Park, B.R. Marple & C. Moreau (Ed.), May, Ohio, USA, p. 905-911.

www.airliquide.com.

Pages web de données gaz du site d'Airliquide : <u>http://www.airliquide.com/fr/business/products/gases/gasdata/index.asp?GasID=26</u> <u>www-cast3m.cea.fr</u>

Pages web du site de Cast3m : <u>http://www-</u> <u>cast3m.cea.fr/cast3m/xmlpage.do;jsessionid=29C2F766420FEBD69A812256F9E55B2?name</u> <u>=presentation</u>