

N° B.U. :

**Université de Technologie de Belfort-Montbéliard**

**ÉCOLE DOCTORALE**

**« SCIENCES POUR L'INGENIEUR ET MICROTECHNIQUES »**

*Année 2011*

**THESE DE DOCTORAT**

Spécialité : MATERIAUX

Présentée et soutenue publiquement le 16 décembre 2011 par

**AMINA LAMRAOUI**

À l'université de technologie de Belfort Montbéliard

**TRAITEMENT DE SURFACE PAR TEXTURATION LASER: UNE  
ALTERNATIVE "PROPRE" DE PREPARATION DE SURFACE  
POUR LA PROJECTION THERMIQUE ?**

**JURY**

Rapporteurs :

- Patrice PEYRE.
- Alain DENOIRJEAN.

Directeur de Recherches, Arts et METIERS PARISTECH  
Directeur de Recherches CNRS, Faculté des Sciences et Techniques,  
LIMOGES

Président :

- Pierre SALLAMAND.

Professeur des Universités, IUT du Creusot

Examineurs :

- Grégory MARCOS.
- Nicolas SERRES.
- Cécile LANGLADE.
- Sophie COSTIL.

Ingénieur de Recherche, Ecole des Mines de Nancy  
Maître de Conférences, INSA de Strasbourg  
Professeur, UTBM, directrice de thèse  
Maitre de Conférences HDR, UTBM, co-directrice de thèse

Invité :

- Alexandre BIASI.

Ingénieur R&D, Société Quantel

## *Remerciements*

*Cette thèse n'aurait pas vu le jour sans la générosité et la patience de mes encadrantes Madame Cécile LANGLADE et Madame Sophie COSTIL, que je veux vivement remercier et leurs exprimer ma profonde reconnaissance de m'avoir accueillie dans le laboratoire et d'avoir suivi ce travail avec rigueur, aussi, pour le temps et la confiance qu'elles m'ont accordés tout au long de ses années de thèse, d'avoir cru en mes capacités et de m'avoir fourni de bonnes conditions de travail. Leurs soutien m'a permis de mener à bien ce travail.*

*Mes plus sincères remerciements vont aussi à Monsieur Alexandre Biasi de Quantel ainsi que Madame Frédérique MACHI de l'IREPA LASER de m'avoir transmis toutes leurs compétences sur les lasers. Je remercie également Madame Adriana ROMAN pour sa disponibilité et son aide pour mon étude de fatigue, ainsi que Monsieur LAMRI pour le temps passé avec moi dans la partie modélisation.*

*Mes plus chaleureux remerciements s'adressent aussi aux personnels du laboratoire plus précisément Madame Sophie LAMY, Madame Odile Ribet et Monsieur Christian ADAM d'avoir été présent à tous moment et surtout de m'avoir supporté.*

*Une pensée émue pour tous les doctorants ou chercheurs permanents avec qui j'ai partagé un bureau, un café ou un repas durant ces années : Salim, Rafik, Soumia, Mohammed, Yoann, Nicolas, Davide, Imane, Eloi, Jeremie, Fonfon, Fréd...*

*Je n'oublierai pas les aides et financements reçues de la région de Franche Comté.*

*Mes remerciements s'adressent à la fin à ma petite famille qui m'a toujours épaulé dans ce projet, et surtout supporté durant les moments les plus difficiles de la rédaction.*

*A mes parents*

## Sommaire

Introduction générale.....	6
Chapitre 1: Etat de l'art sur les procédés de préparation de surface .....	9
1. Introduction .....	10
2. La projection thermique.....	10
2.1. Introduction .....	10
2.2. Technique de projection thermique.....	11
2.2.1. Traitement à la flamme.....	11
2.2.2. Traitement HVOF .....	12
2.2.3. Traitement plasma APS .....	13
2.3. Principaux acteurs de la projection thermique .....	15
2.3.1. Substrat et prétraitement .....	15
3. Traitement de surface par irradiation laser .....	22
3.1. Prétraitement de surface par procédé athermique « ablation/ décapage » .....	24
3.1.1. Traitement par texturation laser .....	26
4. Simulation des différents phénomènes .....	33
5. Conclusion.....	36
Références bibliographiques .....	37
Chapitre 2 : Moyens expérimentaux .....	45
1. Introduction .....	46
2. Protocoles expérimentaux avant projection thermique.....	46
2.1. Matériaux étudiés .....	46
2.2. Le laser de texturation .....	47
3. Elaboration des dépôts par projection plasma atmosphérique .....	48
3.1. Le matériau projeté.....	49
3.2. Le procédé de projection .....	49
4. Caractérisation des matériaux .....	50
4.1. Caractérisation morphologique des substrats .....	50
4.1.1. Analyses par microscopie .....	51
4.1.2. Analyse par profilometrie.....	53
4.2. Caractérisations mécaniques des matériaux.....	54
4.2.1. Evaluation de la dureté du matériau .....	54
4.2.2. Evaluation de l'adhérence des revêtements .....	54
4.2.4. Evaluation de la tenue en fatigue .....	57
5. Modélisation thermique de l'interaction laser/matière .....	59
5.1. Hypothèses de calcul .....	60
5.1.1. Phénomènes induits lors de l'interaction faisceau laser-matière.....	60
5.1.2. Résolution de l'équation de chaleur .....	60
5.1.3. Caractérisation de la forme du flux.....	61
6. L'analyse du Cycle de Vie (ACV) des différents procédés de préparation de surface .....	62
6.1. A quoi sert une ACV? .....	62
6.2. Eco indicateurs et outils de calcul.....	63
6.3. Les étapes d'une ACV .....	64

6.4. Application de l'ACV aux procédés industriels .....	65
7. Conclusions .....	65
Références bibliographiques .....	66

**Chapitre 3: Analyse morphologique, structurale et adhérence des couples  
substrats/dépôts ..... 69**

1. Introduction .....	70
2. Influence des différents paramètres opératoire laser sur la texturation.....	70
2.1. Effet du point de focalisation.....	70
2.2. Effet de la densité de trous (Résolution).....	73
2.3. Effet de la fréquence de tir .....	73
2.4. Effet de la puissance du laser .....	74
2.5. Effet de la vitesse de déplacement.....	75
3. Quantification des effets .....	76
3.1. Evaluation du diamètre du trou.....	76
3.2. Evaluation de la profondeur du trou.....	77
3.3. Evaluation de la rugosité de surface.....	78
3.4. Evaluation du volume des bourrelets .....	78
3.5. Evaluation du volume des trous.....	79
3.6. Evaluation du volume évaporé.....	80
4. Présentation du plan utilisé avec les différents facteurs.....	80
5. Impact des différents facteurs sur la morphologie de la surface.....	82
5.1. Résultats de l'impact des paramètres laser sur le matériau.....	84
5.2. Discussion.....	92
5.3. Conclusion partielle.....	95
6. Evolutions structurales et chimiques induites à la surface des matériaux après traitement de texturation laser.....	97
6.1. Evolution de la composition de la surface.....	97
6.1.1. Analyse EDS.....	99
6.1.2. Analyse par spectroscopie des photoélectrons induits par rayons X (XPS) .	100
6.1.3. Analyse de la micro-dureté.....	101
6.2. Discussion.....	102
6.3. Conclusion partielle.....	103
7. Effet du traitement de texturation laser sur l'adhérence des dépôts .....	104
7.1. Effet de la texturation laser sur les valeurs d'adhérence .....	104
7.2. Discussion.....	110
7.3. Tenue en fatigue .....	113
8. Conclusion.....	119
Références bibliographiques .....	121

**Chapitre 4: Modélisation de l'impact laser lors de la texturation de surface ..... 125**

1. Introduction .....	126
2. Analyse simplifiée du problème thermique .....	127
2.1. Répartition d'énergie dans le faisceau .....	128
2.2. Propriétés laser et matière.....	128
2.3. Transfert de la chaleur au sein du matériau.....	129
3. Modélisation 3D de la texturation laser .....	130

3.1. Géométrie du maillage .....	130
3.2. Conditions aux limites .....	132
4. Modélisation d'un cycle chauffage-refroidissement – résultats et discussion .....	133
4.1. Simulation d'un traitement de texturation par une impulsion laser à 10W .....	134
4.2. Comparaison des résultats numériques et expérimentaux pour des texturations à 10 W .....	139
4.2.1 Comparaison des diamètres de trous .....	139
4.2.2 Comparaison des profondeurs de trous .....	141
4.2.3 Comparaison des températures atteintes .....	141
4.3. Simulation d'une texturation laser à 20 W (1 et/ou 3 impacts laser) .....	143
5. Conclusion.....	146
Références bibliographiques .....	147
Chapitre 5: Analyse des Cycles de Vie (ACV) des différents procédés de préparation de surface avant projection thermique.....	148
1. Introduction .....	149
2. Inventaire des ressources consommées lors des procédés de préparation de surface avant projection thermique .....	151
2.1. Analyse du procédé conventionnel (sablage et dégraissage) .....	152
2.1.1. Recensement des consommables .....	152
2.2. Analyse des méthodes palliatives – Recensement des consommables .....	155
2.2.1. Cas du laser d'ablation .....	155
2.2.2. Cas du laser de texturation.....	155
3. Evaluation de la fin de vie des procédés de préparation de surface avant projection thermique .....	156
4. Résultats et discussions .....	157
4.1. Calculs des impacts environnementaux et éco-indicateurs .....	157
5. Conclusion.....	164
Références bibliographiques .....	165
Conclusion générale .....	167

## Introduction générale

Le progrès industriel dans différents domaines tels que l'automobile, l'aéronautique, le médical ... implique une exigence de plus en plus élevée d'un point de vue de la température d'usage, du comportement mécanique, etc... des pièces. Pour répondre à de telles contraintes, de nouveaux développements à la fois au niveau de l'élaboration, ou encore des matériaux sont alors nécessaires.

Pour des sollicitations de surfaces, différents procédés de traitements de surface existent. Parmi ceux-ci, on identifie la projection thermique qui permet la formation de revêtements protecteurs contre l'usure, la température, la corrosion etc... Il est possible par ce biais d'allonger la durée de vie des pièces tout en améliorant leurs performances.

Pour sa capacité à traiter des matériaux de différentes natures et ses forts rendements, elle est déjà appliquée dans de nombreux domaines industriels tels que l'automobile, l'aéronautique, l'électroménager, le biomédical, la pétrochimie ainsi que bien d'autres domaines. Par l'interaction d'un matériau d'apport avec une source d'énergie, il est possible, par transfert d'énergie thermique et cinétique, d'élaborer un revêtement en surface d'une pièce par « simple » empilement de particules fondues. Si les propriétés alors développées peuvent être variées, il n'en reste pas moins que la principale adhérence entre le substrat et le dépôt.

Afin d'optimiser les mécanismes mis en jeu, plusieurs procédés de préparation de surface peuvent être réalisés en amont de l'étape de projection thermique.

Conventionnellement, deux étapes successives sont mises en œuvre : un dégraissage puis un sablage. Le dégraissage, destiné à éliminer l'ensemble des polluants superficiels (graisses, huiles, etc.), nécessite généralement l'utilisation de solvants chimiques. L'étape de sablage, quant à elle, vise à créer une rugosité à la surface du substrat, par la projection d'un jet de particules abrasives, pour favoriser l'ancrage mécanique du dépôt.

Bien que très largement utilisées, ces opérations présentent un certain nombre d'inconvénients. En effet, en plus de la séquentialité et du manque d'automatisation, l'utilisation de produits chimiques, lors de l'étape de dégraissage, génère des coûts importants compte tenu du retraitement des effluents et de la réglementation pour le respect de l'environnement et de la protection des opérateurs. L'opération de sablage quant à elle, ne permet pas de maîtriser les profondeurs et les contraintes internes générées lors de l'action du jet sur la surface du substrat, et peut dégrader parfois les performances des matériaux par l'incrustation de résidus abrasifs et la génération de fissures (en particulier dans le cas de substrats ductiles).

De fait, des solutions de substitution à ces techniques conventionnelles sont alors développées, telles que l'érosion par jet d'eau, le sablage à la glace... Cependant elles demeurent encore assez marginales, car elles ne peuvent pas être réalisées simultanément à la projection thermique, ce qui introduit des manipulations supplémentaires et génère des risques de recontamination de la surface du substrat. Afin de minimiser cette recontamination et de diminuer les temps de traitement, des procédés plus souples et générant moins de perturbation, doivent être employés. Différents procédés, tels que le préchauffage des substrats juste avant projection, ont alors été mis au point pour pallier ces inconvénients. Mais

d'autres limitations du procédé telles que l'oxydation de la surface ou les durées de traitement élevées, ont emmené la recherche de nouvelles technologies.

Depuis une dizaine d'année, les procédés lasers pour la préparation des surfaces ont fait leur apparition. De par leurs performances et leurs stabilités, ils présentent alors un réel intérêt technologique.

A titre d'exemple, le procédé PROTAL<sup>®</sup>, procédé d'ablation laser vise à réduire l'ensemble des difficultés mentionnées auparavant, dès lors qu'il permet de travailler simultanément avec le procédé de projection thermique. Les effets de cette irradiation laser permettent notamment d'éliminer les films de contamination présents en surface et d'améliorer l'interaction chimique du dépôt sur la surface du substrat. Ce procédé a d'ores et déjà montré un certain intérêt industriel car il permet le contrôle très localisé de la zone à traiter tout en engendrant un gain de temps car il est effectué simultanément avec le procédé de projection thermique.

Cependant, d'autres limitations au développement d'un tel procédé sont apparues comme une adhérence des dépôts au moins équivalente aux procédés conventionnels... Depuis, les nouvelles générations de laser comme les lasers à fibre ou les lasers à disque apparaissent aussi prometteurs en faisant des outils plus fiables, de plus faible volume et surtout moins coûteux. Parmi ces nouveaux outils, on trouve le laser de texturation.

C'est principalement ce procédé qui a été retenu dans le cadre de ce travail de thèse, en vue d'une nouvelle méthode de préparation de surface. Ce procédé s'applique majoritairement pour le marquage à des fins de traçabilité de pièces surtout dans le domaine de l'automobile. La technique se définit, par la réalisation de motifs micro ou macro géométriques, plus ou moins réguliers avec une répartition ordonnée et une certaine rugosité et morphologie de surface. Ce procédé permet d'adapter le traitement suivant la nature du matériau et suivant sa sollicitation future. Certains avantages visés pourraient consister à améliorer l'adhérence des revêtements à travers une meilleure accroche mécanique des revêtements tout en associant l'aspect chimique développé par le procédé d'ablation.

Comme toute nouvelle technologie, il est important d'identifier et de déterminer les paramètres opératoires ayant une influence significative sur la qualité des préparations de surface. L'objectif principal alors de ce travail de thèse a été de maîtriser le processus de texturation par laser sur une surface métallique en vue d'une amélioration de l'adhérence des revêtements. Cinq parties définissent l'ensemble de ce travail.

Dans un premier temps, seront présentés les principes des différents procédés de préparations de surface des procédés conventionnels (dégraissage et sablage) aux techniques palliatives telles que le jet de glace carbonique, le jet d'eau, l'élévation de la température et enfin les procédés de préparation par laser. Il sera question alors du procédé PROTAL<sup>®</sup>, qui consiste en une ablation laser simultanément au procédé de projection thermique et dont le principe est bien défini. Puis le travail se focalisera plus particulièrement sur la texturation de surface par laser.

Sera abordé ensuite l'ensemble des éléments utilisés dans cette étude comme la nature du substrat, les différentes conditions expérimentales de projection thermique et du procédé de texturation par laser.

Dans le troisième chapitre, sera développé la méthodologie et la mise en œuvre du plan d'expérience. L'application de cette technique permet en effet de mettre en évidence les paramètres opératoires les plus influents de la texturation de surface.

L'effet des paramètres se focalisera alors sur la morphologie de la surface induite par le phénomène de texturation de matière, mais aussi sur l'aspect thermique du traitement. Il en découlera alors une évaluation chimique de la surface du matériau. Puis la conséquence de la préparation de la surface sur l'adhérence des revêtements élaborés par projection thermique qui constitue le cœur de cette étude sera discutée.

Dans cette partie, deux méthodes de caractérisation ont été étudiées. La première consiste en un essai d'indentation interfaciale permettant la caractérisation et l'étude de l'interface à un degré très localisé de l'interface substrat/ dépôt. La deuxième méthode quant à elle consiste plus en une sollicitation plus globale de la surface permettant l'estimation de l'adhérence du revêtement. Pour compléter cette caractérisation des matériaux, l'évaluation de la résistance en fatigue de substrat d'aluminium traité par laser a aussi débuté.

Une quatrième partie traitera de l'impact du traitement laser d'un point de vue thermique. Il sera présenté des modèles 3D par éléments finis élaborés à l'aide du logiciel ABAQUS.

Le laser permet de s'affranchir des techniques conventionnelles pour l'adhérence des dépôts, mais qu'est ce qu'il en est de l'impact environnemental ? Afin de vérifier l'impact environnemental des traitements laser, une analyse du cycle de vie de chaque procédé sera proposée dans la dernière partie de cette thèse. Pour ce faire, les différentes matières, énergies, ressources... nécessaires pour la réalisation de chacun des procédés ainsi que leurs fins de vie ont été considérées. L'impact environnemental a alors pu être estimé à l'aide du logiciel Simapro.

Pour finir, le mémoire de thèse se termine par une conclusion générale et des suggestions de perspectives.

# **Chapitre 1 : Etat de l'art sur les procédés de préparation de surface**

## 1. Introduction

L'industrie a connu un développement accru au cours de ces dernières années. L'apparition des techniques de traitements de surface par projection thermique de matériaux ainsi que l'optimisation et la bonne maîtrise des procédés de prétraitement des substrats sont une base nécessaire pour une optimisation des propriétés.

Il est donc nécessaire de s'intéresser à l'adhérence de ces revêtements sur leur substrat afin d'assurer la qualité des pièces produites.

Ce chapitre propose une revue générale des différentes techniques de projection thermique ainsi que des différents mécanismes d'adhérence. Ensuite, suivront les différentes méthodes de prétraitements des surfaces en commençant par les procédés conventionnels constitués par un dégraissage et un sablage du substrat, les méthodes palliatives à ces procédés conventionnels et pour finir les procédés de prétraitement de surface par traitement laser.

Dans un deuxième temps, l'étude développera une synthèse des connaissances bibliographiques concernant les prétraitements par irradiation laser et les modifications morphologiques engendrées. En premier lieu, le procédé d'ablation laser sera développé avec ses différents avantages et ses limitations. Dans un deuxième temps, la problématique, l'état de l'art et la démarche adoptée pour étudier le procédé de prétraitement de surface par texturation laser seront décrits.

## 2. La projection thermique

### 2.1. Introduction

Différentes technologies de dépôts permettent d'apporter un matériau à la surface d'une pièce pour en changer ses propriétés de surface [1]. Parmi les techniques les plus utilisées, on peut citer l'électrodéposition, les dépôts chimiques, l'immersion dans un bain de métal en fusion, les dépôts physiques ou chimiques en phase vapeur (notés respectivement PVD et CVD) et la projection thermique. Les applications de ces dépôts concernent essentiellement la protection contre l'usure et la corrosion, la décoration ou la réalisation de revêtements à propriétés physiques spécifiques (électrique, magnétique, thermique, etc.) [2]. Différentes épaisseurs peuvent alors être obtenues en fonction de la technique utilisée (figure 1.1).

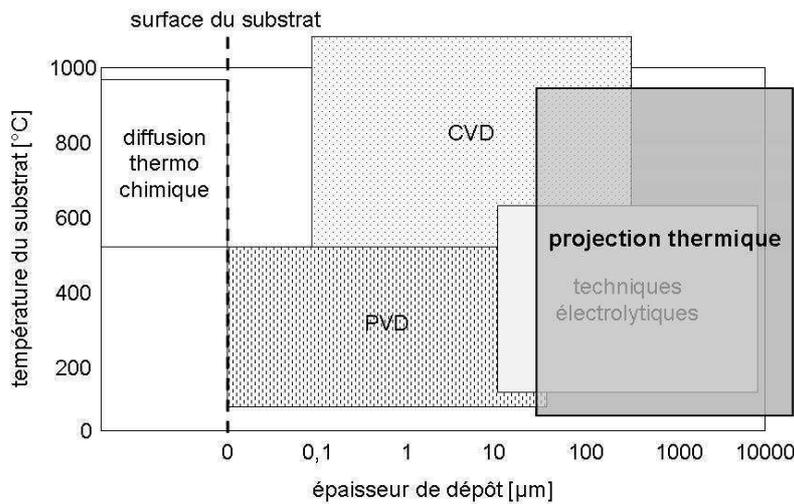


Figure 1.1. Epaisseurs de dépôts et température de substrat en fonction de la technique utilisée [2]

## 2.2. Technique de projection thermique

La technique de projection thermique consiste en l'introduction de particules dans un flux de gaz énergétique pour être fondues ou portées à l'état plastique et accélérées vers un substrat sur lequel elles s'écrasent et se solidifient sous forme des lamelles. L'empilement des particules écrasées sur le substrat constitue alors le revêtement qui présente une structure irrégulière pouvant contenir des oxydes, des porosités et des fissures.

Suivant le procédé de projection thermique, deux paramètres peuvent caractériser le système. Le premier est l'énergie thermique, le second est l'énergie cinétique [3]. La figure 1.2 présente alors les caractéristiques typiques des différents procédés de projection thermique.

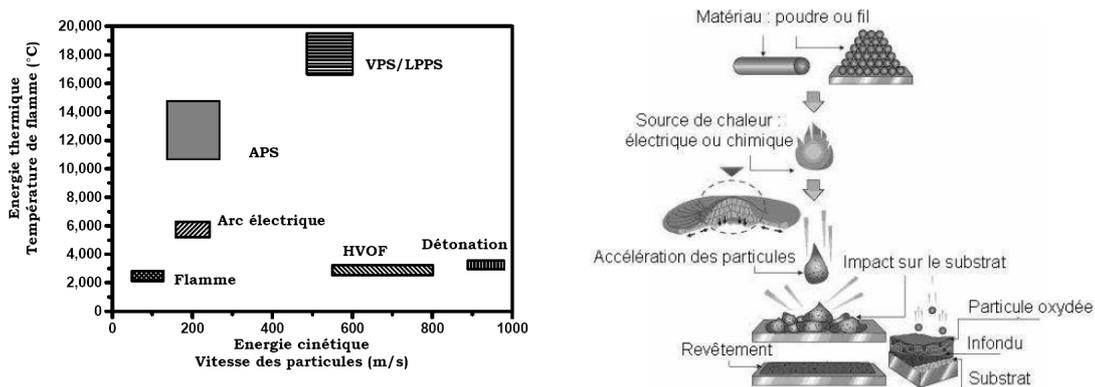


Figure 1. 2. Caractéristiques des différents procédés de projection thermique [4]

Il serait donc intéressant de balayer les différentes techniques de projection thermique.

### 2.2.1. Traitement à la flamme

Le procédé de projection par flamme [2, 5] est basé sur la combustion d'un carburant sous forme gazeuse avec l'oxygène. Dans la technologie dite flamme-poudre, le matériau est

introduit sous forme de poudre dans la flamme diffusante qui le véhicule jusqu'au substrat (figure 1.3). Les températures de la flamme sont de l'ordre de 3000 °C, et donc les températures atteintes par les particules à projeter ne dépassent généralement pas 2000 °C.

La vitesse des particules projetées par la flamme est faible (~50 m/s). La distance entre la buse et le substrat est comprise entre 100 et 200 mm afin que les particules de poudre aient un temps de séjour suffisamment long pour être fondues. Ce procédé permet d'obtenir des dépôts de quelques dixièmes à quelques centièmes de millimètre d'épaisseur à des taux horaires de dépôt d'environ 2 à 3 kg/h sans échauffement important du substrat ( $T < 250$  °C). Les matériaux les plus utilisés restent les alliages auto-fusibles (alliages à base Nickel ou Cobalt contenant des éléments de petite taille tels que le bore et/ ou le silicium et chargés éventuellement en carbures) ou encore les matériaux organiques.

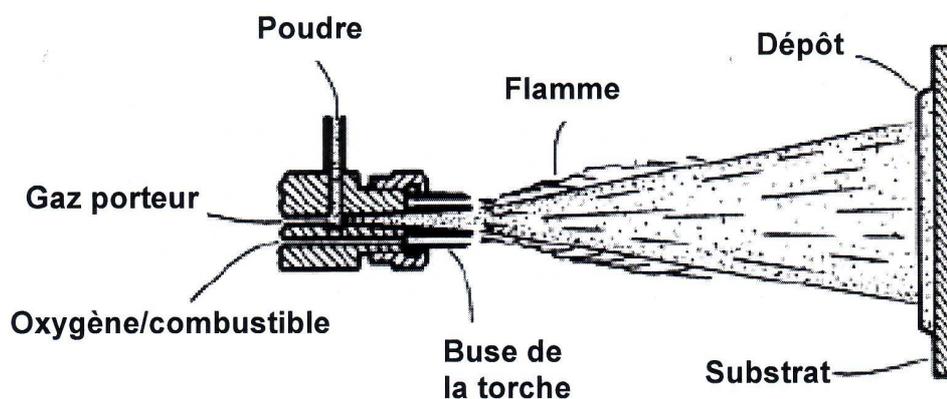


Figure 1. 3. Schéma de principe d'un pistolet flamme [6]

Il existe également un procédé appelé « projection flamme-fil » où le matériau d'apport est sous forme de fil, de baguette ou de cordon. Il utilise les mêmes gaz que ceux utilisés en projection flamme-poudre (oxygène + gaz combustible) auxquels s'ajoutent de l'air comprimé servant à l'atomisation de l'extrémité fondue des fils. La vitesse des particules est plus élevée (environ 150 m/s). La température de l'extrémité du fil ou de la tige peut atteindre 0,95 fois la température de la flamme ce qui permet de projeter des céramiques. Les taux horaires varient de 1 kg/h à plus de 30 kg/h en fonction du matériau, des diamètres de fil ou de baguette utilisés et des propriétés de dépôts recherchées.

### 2.2.2. Traitement HVOF

La projection à la flamme supersonique de type HVOF (High Velocity Oxy-Fuel) utilise des vitesses de particules très élevées atteignant 800 m/s. Ce procédé permet d'obtenir des dépôts denses mais les températures ne peuvent pas dépasser 3000 K. Les principales applications de ce procédé sont la projection de cermets (WC-Co, Cr<sub>3</sub>C<sub>7</sub>-Co ou NiCr), de métaux, d'alliages et d'alliages auto fusibles [7, 8]. Pendant leur temps de séjour très court dans la flamme, l'énergie cinétique acquise permet néanmoins la réalisation de dépôts caractérisés par une faible porosité (<1%) [9], une bonne adhérence (70- 100 MPa) et une faible rugosité de surface. Le schéma de principe est proposé sur la figure 1.4.

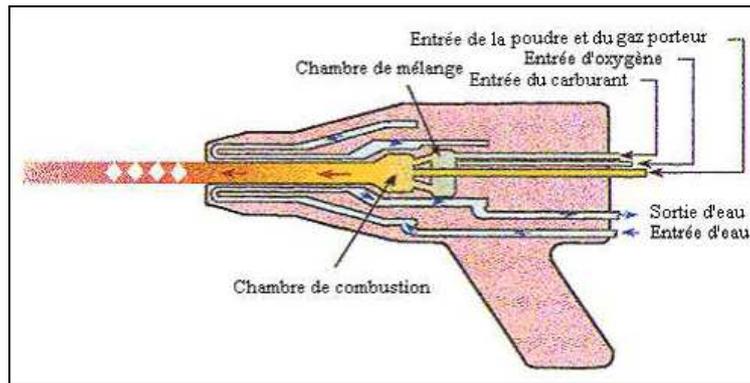


Figure 1. 4. Schéma de principe de la torche HVOF [2]

### 2.2.3. Traitement plasma APS

La technique de projection à la torche à plasma d'arc soufflé atmosphérique est l'un des procédés les plus utilisés [10]. Il consiste en une ionisation partielle d'un gaz plasmagène, dont le jet de plasma est caractérisé par l'augmentation de la puissance de la source d'énergie et l'obtention de températures plus élevées.

Dans une torche à plasma d'arc soufflé dont le schéma est illustré par la figure 1.5, l'anode est généralement en cuivre et de forme cylindrique, elle joue ainsi un rôle de collecteur d'électrons et facilite le refroidissement du système de part sa bonne conductivité thermique. La cathode quant à elle est de forme conique, le plus souvent en tungstène. Ces deux électrodes sont considérées comme étant les deux composantes maîtresses de ce type de torche.

Les vitesses de l'écoulement sont typiquement de l'ordre de 800 à 2200 m/s en sortie de tuyère avec un plasma ayant une très faible densité (1/30 à 1/40 du gaz froid). Cependant, l'écoulement reste subsonique du fait des vitesses élevées du son à ces températures.

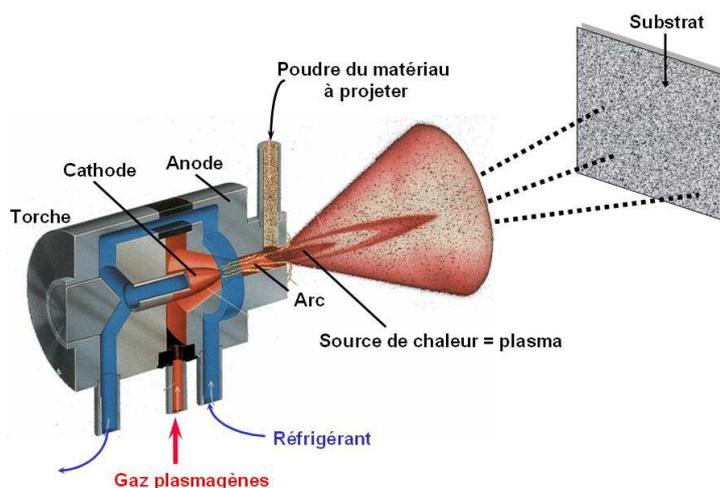


Figure 1.5. Schéma de principe de la projection thermique plasma [11]

Le plasma se distingue des trois autres états de la matière (solide, liquide et gaz) et il est caractérisé par des propriétés qui sont principalement [9,12]:

- des températures comprises entre 6000 et 14000 K ;
- une viscosité cinématique élevée ;
- une conductivité thermique voisine de celles des meilleurs conducteurs métalliques.

Les interactions entre les particules de poudre et le jet de plasma sont cruciales pour l'obtention du revêtement final ; elles gouvernent l'état de fusion et la vitesse des particules lors de l'impact sur le substrat [13].

Selon Herman [11], la température des particules peut atteindre des températures comprises entre 15000 et 20000 K, cela dépend de la nature des gaz plasmagènes (figure 1.6).

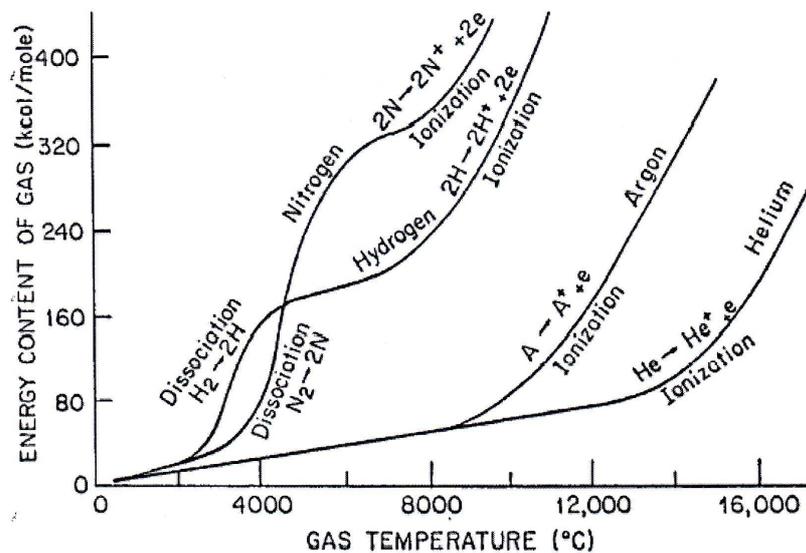


Figure 1.6. Energie thermique et température dégagées en fonction de la nature du gaz plasmagène [11]

Les principaux gaz utilisés en projection thermique sont l'argon (Ar), l'hydrogène (H<sub>2</sub>), l'azote (N<sub>2</sub>) et l'hélium (He). L'argon et l'azote agissent sur la vitesse des particules en conférant au plasma sortant de la tuyère une grande quantité de mouvement. Ces gaz permettent d'augmenter la température des particules jusqu'à leur fusion. Les gaz et les particules étant les deux paramètres pour mener à bien une projection plasma, il est nécessaire d'utiliser un mélange de gaz le plus souvent sous forme d'Argon/Hydrogène.

L'injection des poudres se faisant à quelques millimètres de la sortie de la tuyère [14], l'interaction entre le plasma et les particules a lieu instantanément et se fait selon deux aspects :

- un transfert d'énergie thermique plasma/particules portant ces dernières à l'état liquide et éventuellement de gaz.
- un transfert d'énergie cinétique plasma/particules accélérant ces dernières vers le substrat.

Différents facteurs peuvent influencer la qualité de la projection thermique, pour cela l'identification des acteurs principaux est très importante pour la bonne compréhension du phénomène de projection thermique.

### **2.3. Principaux paramètres de la projection thermique**

Le procédé de projection thermique peut être caractérisé par un phénomène d'adhérence du revêtement au substrat. Ce phénomène est la propriété la plus importante. Néanmoins, l'adhérence dépend principalement de l'état de surface du substrat d'un point de vue morphologique (rugosité de la surface) et organique (huiles, graisses ...) et de nature chimique. Pour cela, la bonne compréhension de ces différents facteurs est très importante pour la bonne adhérence des revêtements.

#### **2.3.1. Substrat et prétraitement**

Dans le cas de la projection thermique, l'état physico-chimique de la surface du substrat joue un rôle très important sur la structure des lamelles, la formation du dépôt et par conséquent son adhérence. Cette propriété est un critère de qualité important car il est en effet inutile de réaliser un revêtement aux propriétés remarquables si celui-ci n'adhère pas à son substrat.

##### **2.3.2.1. Nature et état du substrat**

La rugosité de la surface sur laquelle les particules s'étalent, détermine avec quelle facilité la matière en fusion peut s'écouler avant de se solidifier. Certains auteurs ont montré que la rugosité du substrat limitait l'étalement des lamelles [15, 16].

La nature du substrat détermine les forces d'interactions possibles entre les particules liquides ou solidifiées. Ces forces influencent le mouillage du substrat par le liquide et donc la qualité de l'étalement des particules. Elles influencent également la qualité de l'adhérence substrat/dépôt et déterminent les échanges possibles entre eux (transferts thermiques, diffusion chimique). La température du substrat détermine la vitesse de solidification des particules incidentes et la cinétique des réactions substrat/particule.

Le dépôt est constitué d'un empilement de particules chaudes. Celles-ci transmettent une partie de leur chaleur au substrat lors de leur solidification et de leur refroidissement. Un tel mode de construction génère des contraintes dites résiduelles qui restent présentes dans le dépôt après son élaboration. La différence de coefficient de dilatation entre le substrat et le dépôt génère donc des contraintes, dites contraintes thermiques, lors du refroidissement.

##### **2.3.2.2. Mécanismes d'adhésion des dépôts au substrat**

L'adhésion assure la formation et la cohésion de l'interface entre deux solides (le dépôt et le substrat). Elle est induite par les forces d'attraction entre les matériaux. Les mécanismes d'adhésion peuvent être de plusieurs types :

- mécanique : l'adhésion est assurée par un ancrage mécanique du matériau qui pénètre dans les microcavités et irrégularités de surface du substrat avant la solidification. Il a été prouvé expérimentalement par un exemple simple qu'un matériau poli présente un

degré plus faible d'adhésion qu'un matériau sablé [17, 18]. Un bon ancrage mécanique nécessite un choix judicieux de la rugosité de surface et dépend à la fois de l'adhésif et de la mouillabilité du substrat [19] ainsi que de la surface de contact entre le substrat et l'adhésif. Une bonne affinité dépôt/surface du substrat limite donc la formation de défauts liés à de l'air piégé et la propagation des fissures [20, 21, 22, 23];

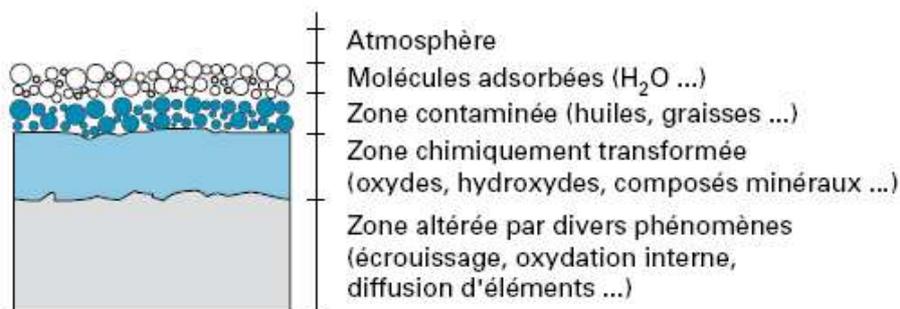
- chimique : il s'agit d'une adhésion "chimique" allant jusqu'à la formation de véritables liaisons résultant d'interactions intermoléculaires ou interatomiques (par exemple de type covalente ou ionique) à l'interface. Toutes ces différentes formes de liaisons contribuent à la bonne adhérence du système substrat/ dépôt. Ce mécanisme est également observé dans le cas d'un traitement thermique à haute température lors de l'élaboration du revêtement [24] ou dans le cas d'une réaction exothermique qui peut favoriser la formation de liaisons métallurgiques à l'interface [25].

Néanmoins, l'accrochage avec le substrat peut être favorisé si celui-ci a été préalablement préparé. Une préparation non satisfaisante peut être pénalisante pour l'adhésion du revêtement sur son substrat. En effet, la nature, la température et la préparation de surface du substrat agissent notamment sur les transferts thermiques [26], à travers une modification des propriétés mécaniques du substrat...etc

Le substrat doit donc être préalablement traité pour adapter sa rugosité, de façon à créer des points d'ancrage mécanique pour les particules projetées. Il est néanmoins nécessaire de ne pas créer une rugosité trop importante, qui diminuerait les vitesses de refroidissement et d'étalement des particules en augmentant localement la résistance thermique de contact [27]. Ces phénomènes d'accrochage mécanique ou d'adhésion chimique sont les principaux fils conducteurs de ce travail, pour cela des détails plus approfondis sont développés dans la suite de cette étude.

### 2.3.2.3. Traitement des surfaces polluées

Afin d'éviter les différents problèmes de décohésion entre le dépôt et le substrat, les techniques de préparation doivent permettre de nettoyer les matériaux des graisses et autres agents étrangers présents à la surface (figure 1.7) et/ou de modifier leur état géométrique. L'élaboration d'un dépôt par projection thermique impose de réaliser une série d'opérations avant projection, indispensables afin d'améliorer l'adhérence [19, 26, 28, 29, 30, 31, 32, 33].



*Figure 1.7.* Représentation schématique des contaminants d'une surface métallique industrielle [34]

L'étalement d'une lamelle liquide sur un substrat dépend notamment des propriétés de mouillabilité. Elles peuvent être influencées par une première opération de dégraissage.

### a. Le dégraissage

Le dégraissage est à la base de tous les traitements de surface. Son objectif est d'éliminer les matières grasses et également les poussières et autres agents formant une couche intermédiaire de faible cohésion. Il existe deux grands types de dégraissage chimique [34]: le dégraissage solvant et le dégraissage alcalin.

Le principe du dégraissage solvant réside dans la capacité du solvant à solubiliser les corps gras sans altération du corps dissout ou du solvant lui-même. Quatre grandes catégories de solvants peuvent être utilisées : les solvants oxygénés (peu utilisés mais qui présentent des avantages environnementaux), les solvants hydrocarbonés (très inflammables), les solvants chlorés (efficaces, ininflammables mais avec un impact sur l'environnement) et les solvants fluorés (gamme et propriétés larges).

En règle générale, le choix du solvant doit tenir compte des critères suivants : le pouvoir solvant, le point d'ébullition, la concentration seuil pour la sécurité et l'inertie vis à vis des matériaux à nettoyer.

Il existe deux types de graisses [34] :

- Les corps gras d'origine organique (végétale ou animale) ;
- Les corps gras d'origine minérale ;

Le dégraissage alcalin en phase aqueuse est basé sur deux actions principales : la saponification des matières grasses saponifiables et la mise en émulsion des corps gras et particules solides restantes. Les pièces à dégraisser sont immergées dans un bain contenant la « lessive » adéquate, constituée de 60 à 90 % de matière minérale et de 10 à 40 % de matière organique.

Dans la plupart des cas, le dégraissage alcalin est constitué de plusieurs bains : deux dégraissages alcalins et au moins deux rinçages. Les temps de trempage sont assez longs (5 à 30 minutes). Le rinçage qui suit un dégraissage alcalin est une opération primordiale car il permet d'éliminer les tensioactifs qui nuisent à l'adhésion.

Toutes ces démarches permettent une décontamination des polluants à la surface du matériau à préparer mais elles engendrent des dégradations environnementales qui deviennent de plus en plus agressives sur l'écosystème et la santé humaine. En plus, la réglementation REACH (Registration, Evaluation, Authorisation and Restrictions of Chemicals) adoptée depuis 2006 impose aux industriels de renforcer la transparence et la connaissance des substances utilisées et de stimuler l'innovation afin de protéger la santé humaine et l'environnement suivant un certain nombre de directives [35].

En conséquence, pour toutes ces nouvelles réglementations et normes environnementales qui ne cessent de se développer, l'utilisation des procédés de prétraitement par solvant doit être bien étudiée.

## b. Le sablage

Le sablage est un prétraitement mécanique permettant la création d'un état de surface rugueux. Après le nettoyage des pièces, il est nécessaire de créer une rugosité sur la surface à revêtir afin de permettre aux particules en fusion ou à l'état pâteux de venir épouser les anfractuosités de la surface et de réaliser ainsi un bon accrochage mécanique.

En contrepartie, cependant, le sablage crée des contraintes de compression dans le substrat au voisinage de la surface traitée. Le sablage se fait généralement à l'aide de particules d'abrasifs (alumine ou SiC, SiO<sub>2</sub>) qui sont entraînées par de l'air sous pression et dirigées sur le substrat. Un nettoyage ultérieur (par ultrasons par exemple) est indispensable pour éliminer les particules abrasives incrustées dans les creux et toute trace de poussière.

Sachant que le type de particules utilisées pour le sablage joue un rôle important dans la qualité du prétraitement, l'angle d'impact lui aussi est un paramètre important pour cette technique. C. K. Fang et al [36] ont réalisé l'érosion d'une surface d'aluminium 6063 par des particules de SiC sous trois angles différents 15, 45 et 90 °.

De nombreux inconvénients apparaissent [3] pour ces opérations compte tenu du respect de l'environnement et de l'effet négatif des résidus abrasif [32]. Des techniques alternatives sont donc apparues telles que :

## c. Le décapage par jet d'eau

Le décapage est réalisé à l'aide d'un jet d'eau [33] sous pression (figure 1.8). La variation de la pression permet de traiter différents types de substrats métalliques. On peut distinguer :

- le décapage à l'eau à très haute pression (THP), pression comprise entre 70 et 140 MPa ;
- le décapage ultra haute pression (UHP), pression supérieure à 140 MPa ;
- le simple nettoyage des surfaces avec une pression inférieure à 70 MPa.

Il faut savoir que des pressions supérieures à 70 MPa sont requises pour la mise à nu de l'acier rouillé et certains revêtements ne sont éliminés qu'à des pressions supérieures à 140 MPa. L'avantage de cette technique est la création d'une rugosité de surface plus uniforme que le sablage. En revanche, les principaux inconvénients de ce procédé sont l'impossibilité de traiter des matériaux pouvant réagir avec l'eau ainsi qu'un temps de séchage assez important à l'issue du décapage.

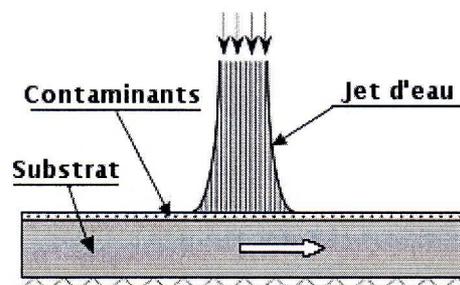


Figure 1.8. Schéma du décapage par jet d'eau [34]

#### d. Le décapage par gaz carbonique

Parmi les technologies émergentes, le nettoyage par le dioxyde de carbone [38,39] (figure 1.9) offre des perspectives prometteuses. Dans le contexte du nettoyage pour la microélectronique, le CO<sub>2</sub> offre déjà de bonnes performances pour des applications spécifiques telles que l'enlèvement de résidus de résine photosensible et le nettoyage de matériaux poreux [37]. Le procédé nécessite d'être développé pour généraliser ces résultats à l'ensemble des problématiques des techniques conventionnelles. Les différents avantages de cette technique sont :

- obtention d'une bonne propreté de surface ;
- pas d'altération de la surface traitée ;
- rapidité de traitement ;
- possibilité de traitement à façon (cryogénique) ;
- possibilité d'automatiser (neige carbonique).

Néanmoins, ce procédé présente plusieurs inconvénients en plus d'un équipement coûteux :

- source d'émission sonore (100dB) ;
- inadapté aux pièces de faible taille et peu résistantes aux contraintes de pression et de débit ;
- procédé peu adapté aux pièces avec des huiles et des graisses en grande quantité (projection de salissures liquides pouvant repolluer la pièce souvent difficile à collecter) ;
- parties inaccessibles et trous borgnes non nettoyés.

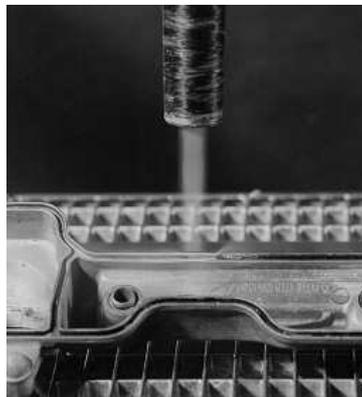


Figure 1.9. Décapage par jet de glace carbonique [38]

D'autres techniques de préparation de surface avant projection thermique ne nécessitant pas une installation trop encombrante, et pouvant être utilisées simultanément à la projection thermique existent. Parmi elles on trouve le préchauffage de la surface.

#### e. Le préchauffage

La préparation de surface par haute température [11] [40] permet de modifier temporairement le matériau afin d'améliorer la rugosité de la surface et plus précisément, dans le cas présent une modification mécanique et une modification de la mouillabilité de la

surface par un effet d'oxydation. En effet, les caractéristiques mécaniques de la plupart des matériaux chutent avec l'augmentation de la température (figure 1.10).

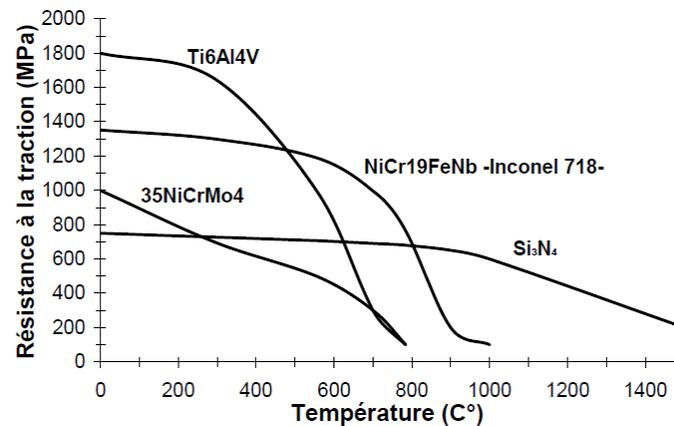


Figure 1.10. Evolution de la résistance à la traction en fonction de la température pour différents matériaux [41]

Ainsi, un matériau plus ductile pourra plus facilement améliorer son aptitude au dépôt. De plus, la température joue un rôle très important dans le phénomène d'étalement des particules sur le substrat. Fukumoto et al [42] ont montré que pour une température de substrat supérieure à la température de transition, la mouillabilité du substrat par les particules pouvait être améliorée et favoriser ainsi un meilleur étalement sous forme de disque sans éclaboussure des particules (lamelles).

Cerdelle et al [43] ont présenté deux morphologies d'un même type de particule (nickel) projetées sur le même type de substrat (acier inoxydable) à des températures différentes. Il peut être constaté sur la figure 1.11 que pour des substrats préchauffés à haute température les particules s'étaient d'une manière uniforme et sous une forme de disque bien régulier alors que pour de plus faibles températures de préchauffage les particules forment des éclaboussures sur les substrats. Des résultats similaires ont été observés par Li et al [44].

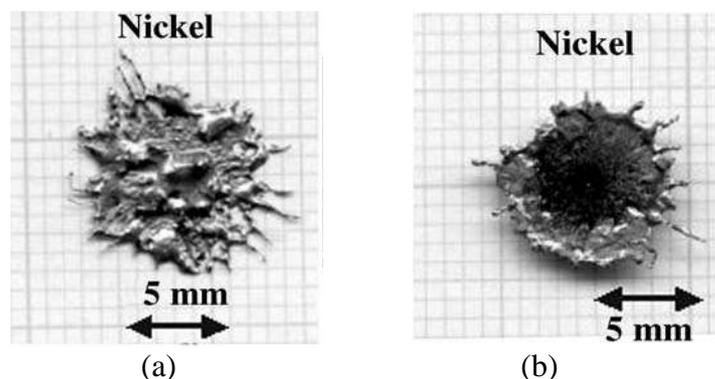


Figure 1.11. Morphologie de lamelles de nickel projetées sur un substrat en acier inoxydable : (a)  $T = 300\text{ K}$ , (b)  $T = 673\text{ K}$  [42]

Sampath et al [45] ont travaillé aussi sur des dépôts de nickel. Ils ont montré que la morphologie des impacts présentait une forme circulaire lorsque la température du substrat atteignait la température de transition. Différentes études ont alors utilisé ce phénomène de

chauffage pour améliorer la mouillabilité de la surface du matériau et de ce fait permettre un meilleur étalement de la lamelle sur une surface [42] [46].

Un autre procédé qui permet le nettoyage de la surface simultanément à la projection thermique est le décapage par laser.

#### **d. le décapage par laser**

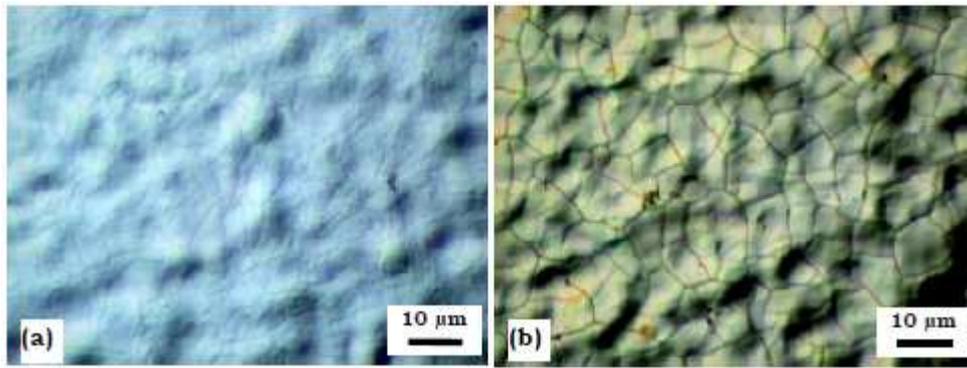
Les traitements superficiels par laser liés à l'interaction laser-matière sont des procédés très intéressants dans les applications industrielles [47, 48]. L'application des lasers varie d'un domaine à un autre, qu'il s'agisse de la conservation des œuvres d'art (le nettoyage par laser) [49], le domaine médical (la décontamination par laser) ou encore la microélectronique [60, 61, 62].

Toutes ces applications varient suivant les puissances laser utilisées qui engendrent des niveaux d'échauffement de la matière différents, mais aussi les temps d'impulsions laser différents qui peuvent provoquer un choc laser ou un phénomène d'ablation.

Dans le domaine de la préparation de surface, cette technique de prétraitement par laser permet le nettoyage de la surface sans engendrer de polluants chimiques (comme ceux issus du dégraissage). Ce procédé peut être aussi utilisé dans des temps très courts avec une précision de la zone à traiter rarement observée avec les procédés développés précédemment [51]. Cette conservation du substrat est due aux temps d'impulsions très courts (nanoseconde) et à des puissances très élevées [52] permettant l'ablation des contaminants sans diffusion de la chaleur et sans altération du substrat.

Ce phénomène de décapage laser varie suivant différents paramètres du laser mais aussi du matériau. Parmi les éléments influants, on peut citer en particulier le rayonnement laser (sa longueur d'onde) [53], sa durée d'impulsion, sa densité d'énergie [54], l'absorption et la réflexion du matériau [55, 56].

Des études précédentes ont montré la présence d'une couche d'oxyde induite par le traitement laser impulsif sur des substrats en acier [57] ou de cuivre [58] ainsi que sur des surfaces en titane pur après irradiation par un rayonnement laser pulsé (nanoseconde) [59, 60, 61]. D'après les observations optiques de H. Li [62], une couleur jaune apparaît après une centaine d'impacts par un laser d'ablation Nd-YAG qui confirme le phénomène d'oxydation de la surface en titane (figure 1.12).



**Figure 1.12.** Observations en microscopie optique de la morphologie:  
 (a) traitée par 20 impacts à 2000 mJ/cm<sup>2</sup>, (b) traitée par 120 impacts à 2000 mJ/cm<sup>2</sup> [62]

D'autres études [61, 62] ont quant à elles analysé l'intérêt ou non d'une telle couche d'oxyde lors de l'élaboration d'un dépôt par projection thermique. Les résultats ont montré que l'oxydation de la surface peut améliorer sa mouillabilité et de ce fait engendrer un meilleur étalement des particules sur la surface. Une forte limitation en termes d'épaisseur de la couche a pu être néanmoins révélée, car une couche d'oxyde trop importante risque de ne peut être homogène sur la totalité de la surface et de ce fait jouer sur l'adhérence du couple dépôt/substrat.

Ainsi, le procédé de prétraitement des surfaces par laser peut engendrer une modification chimique de la surface. La question qui peut se poser alors, est pourquoi ne pas profiter un procédé combinant l'aspect mécanique et chimique pour une meilleure adhérence des revêtements.

### 3. Traitement de surface par irradiation laser

A partir des années 80, la technologie des lasers adaptée au traitement des matériaux a vu le jour. Leur utilisation varie suivant les différents domaines d'applications tels que les traitements thermiques, le perçage, la découpe, l'usinage, le soudage et le décapage...

Différents types d'interactions peuvent être attendus lors de l'irradiation laser sur une surface métallique. On peut trouver l'effet thermique du à une élévation de la température et par ce fait entraînant un écaillage et/ou la fusion de la matière. Sinon l'effet athermique (photonique) qui est engendré par la création d'un plasma conduisant à l'ablation de la matière sans modification structurale de la surface.

Afin d'utiliser le bon laser, il faut identifier quel type d'état de surface final est nécessaire, quelle densité d'énergie ou longueur d'onde sont nécessaires. Pour cela, la figure 1.14 présente les divers procédés qui existent en fonction des différents paramètres [63, 64].

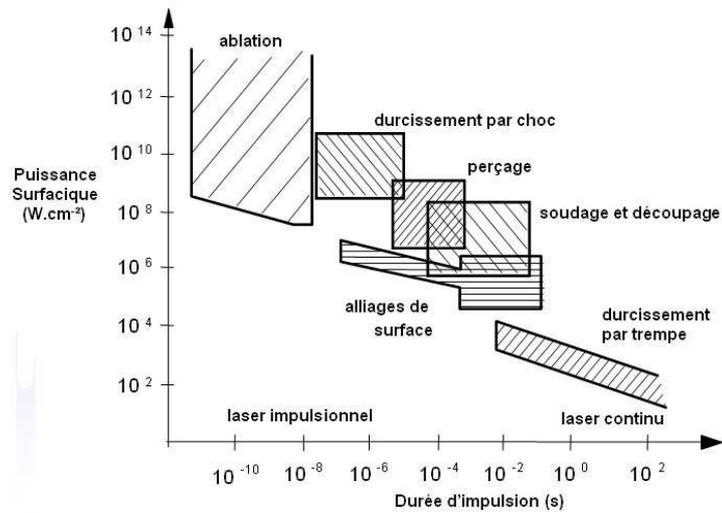


Figure 1.14. Domaine d'application des lasers en fonction de leurs caractéristiques (durée d'impulsion et densité de puissance) [63]

On dénombre tout d'abord :

- la longueur d'onde : elle peut s'étendre des rayonnements de très faible énergie (ondes radio) à ceux de très forte énergie (haute fréquence) (rayons gamma) en passant par les micro-ondes, l'infrarouge, le visible, l'ultraviolet et les rayons X (Figure 1.15). Dans le cas des lasers les plus intéressants pour notre étude on distingue les lasers CO<sub>2</sub> ( $\lambda = 10,6 \mu\text{m}$ ) et les lasers Nd-YAG ( $\lambda = 1,06 \mu\text{m}$ ) dont les énergies photoniques sont respectivement de 0,117 et 1,17 eV.

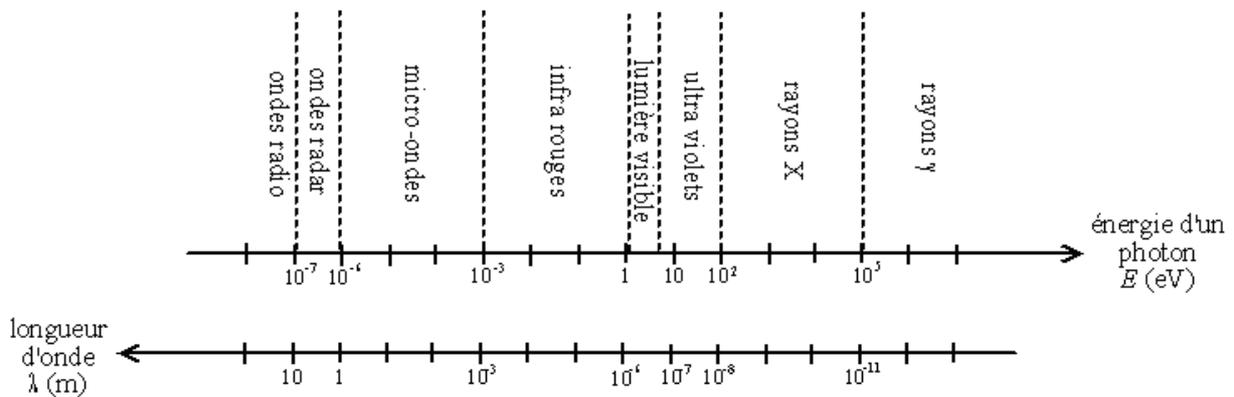
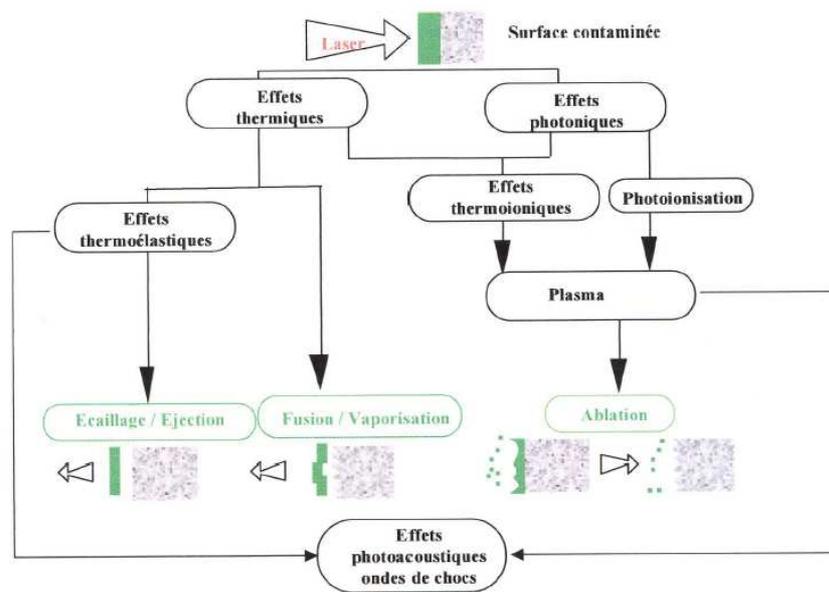


Figure 1.15. Régions du spectre électromagnétique [65]

- le type d'impulsion continue ou pulsée ainsi que la durée de l'impulsion sont aussi des paramètres très décisifs dans le comportement final lié au type d'interaction souhaitée. La figure 1.16 [66] présente les différents effets et interactions pouvant être provoqués lors d'une irradiation laser sur une surface métallique.



**Figure 1.16.** Représentation des effets induits lors du nettoyage d'une surface métallique contaminée [66]

- l'effet thermique : dans ce cas un échauffement de la matière est produit. Si les températures de fusion et la limite d'élasticité ne sont pas atteintes, l'effet est thermoélastique. Dans le cas contraire, où la température de fusion est atteinte, la matière est alors fondue, voire si les températures atteintes sont vraiment très élevées, vaporisée ;
- l'effet athermique (photonique) : dans ce cas, la quantité d'énergie apportée est plus importante provoquant un effet photonique jouant sur la formation de particules chargées et la formation d'un plasma. L'ablation de la matière n'engendre pas de modification structurale de la surface mais un effet chimique dû aux collisions d'atomes et à la photoionisation de la surface se produit.

### 3.1. Prétraitement de surface par procédé athermique « ablation/ décapage »

L'ablation laser se définit par le fait d'éliminer de la matière en surface d'un objet par vaporisation. L'effet photochimique peut être obtenu dans le cas où l'énergie de liaison des molécules est inférieure à l'énergie des photons d'irradiation du laser. Différents types de laser existent avec des longueurs d'onde différentes, certains peuvent engendrer une ablation ou un décapage de la matière. Les lasers Nd :YAG ainsi que CO<sub>2</sub> possèdent de très faibles énergies de photons (Nd :YAG :  $\lambda=1,064 \mu\text{m}$ ,  $E=1,2 \text{ eV}$ , CO<sub>2</sub> :  $\lambda=10,64 \mu\text{m}$ ,  $E= 0,12 \text{ eV}$ ), tandis que les lasers excimères émettent un rayonnement UV avec de fortes énergies ( $\lambda= 0.238 \mu\text{m}$ ,  $E= 5 \text{ eV}$  pour Kr F laser) (figure 1.17). Ils sont capables alors d'offrir une énergie suffisante pour rompre les liaisons C-H ou C-C (E de l'ordre de quelques eV) des matériaux organiques [67].

Mais un autre type de laser existe aussi tel que le laser Femtoseconde [71]. Ce type de laser est capable de fournir des impulsions lumineuses d'une durée allant de la pico-seconde à quelques dizaines de femtosecondes. Ils se caractérisent par leur stabilité et leur coût, et se sont développés pour de nombreuses applications dont en particulier la réalisation de revêtements DLC [68-71]. Par leurs très courtes durées d'impulsion, ces lasers permettent de

réaliser l'ablation de couches d'extrême surface sans provoquer de diffusion de front de chaleur.

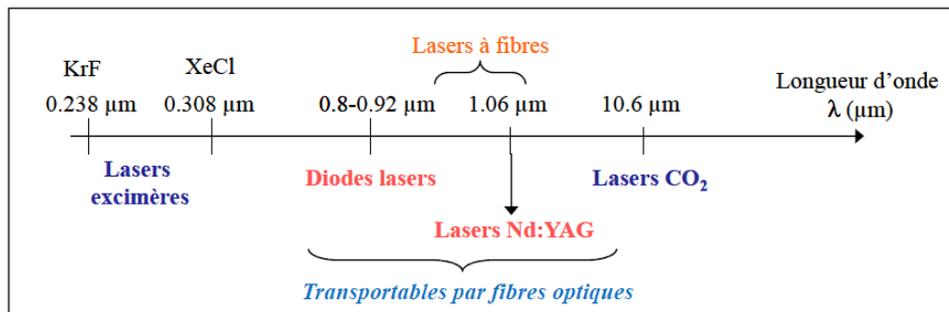


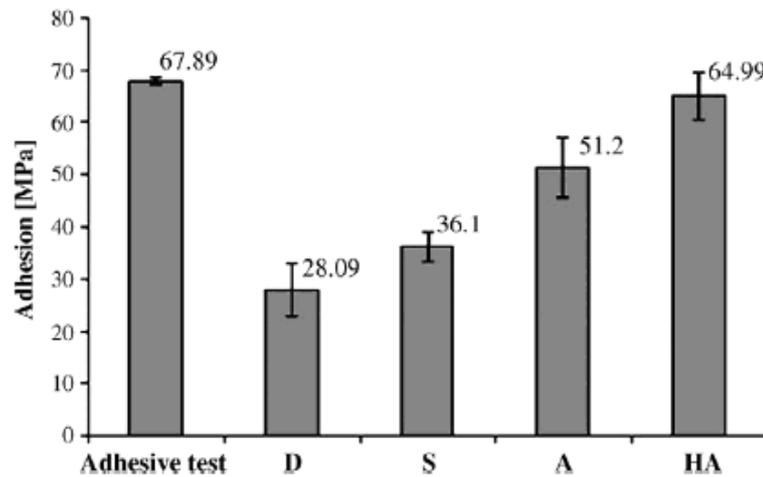
Figure 1.17. Évolution de la longueur d'onde pour les différents lasers [64]

Mais outre les différences de longueurs d'onde et de durée d'impulsion et donc de l'énergie photonique des trois principaux lasers, un autre facteur peut aussi fortement influencer le résultat : il s'agit de l'absorption du rayonnement par le matériau. C'est pourquoi pour des applications de préparation de surface avant projection thermique de substrats métalliques, un laser Nd : YAG semblait adapté [61,72].

C'est principalement ce qui a été développé dans le cadre du procédé PROTAL<sup>®</sup> (Projection Thermique Assisté par Laser) associant un laser Nd : YAG de courte durée d'impulsion aux procédés de projection thermique. Ce procédé a été développé au laboratoire LERMPS en collaboration avec l'IREPA laser. Il est breveté en France et aux Etats Unis [73-75].

Ce procédé permet de décontaminer la surface du substrat simultanément [62,66,72] au procédé de projection thermique. Il engendre une modification chimique de la surface du matériau par ablation des contaminants de surface et favorise ainsi la création de liaisons entre le dépôt et le substrat. Les impulsions de très courte durée entraînent une vaporisation rapide de la surface tout en limitant la diffusion de la chaleur dans le substrat [46,48].

Les travaux de M. Verdier [72] ont montré que les valeurs d'adhérence des dépôts projetés réalisés simultanément peuvent surpasser les niveaux obtenus par prétraitements conventionnels [77, 78] en particulier pour un substrat d'aluminium 2017 et que la rugosité de surface induite par la préparation laser ( $R_a = 0,1 \mu\text{m}$  maxi) ne permet pas l'ancrage mécanique du dépôt à l'interface. D'autres travaux ont montré de plus qu'il était possible d'améliorer encore ces niveaux d'adhérence par utilisation d'un système de préchauffage, en particulier lors de projection par cold spray comme l'illustre la figure 1.18 [79].



**Figure 1.18.** Résultats du test d'adhérence à la traction pour un revêtement de référence avec différentes préparations de surface :

(D) surface dégraissée, (S) surface sablée, (A) surface ablatée par laser ( $2,3 \text{ cm}^{-2} \text{ J}$ ), (HA) surface chauffée ( $29,7 \text{ cm}^{-2} \text{ J} \approx 131 \text{ }^\circ \text{C}$ ) et ablatée par laser ( $2,3 \text{ cm}^{-2} \text{ J}$ ) [79]

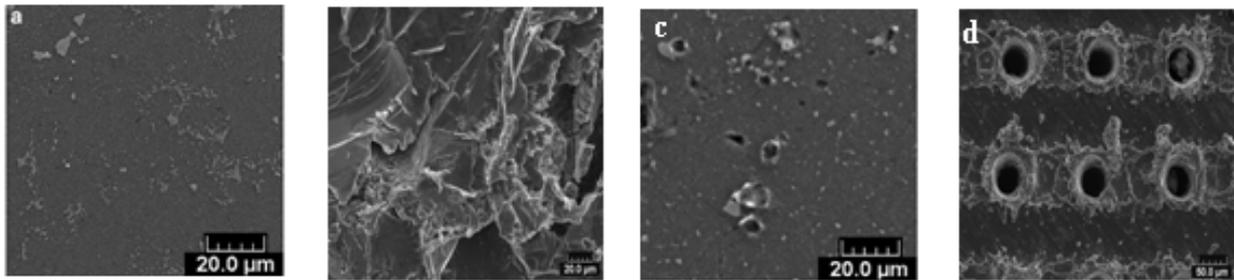
Mais d'autres outils peuvent permettre aujourd'hui d'aller encore plus loin en associant un effet mécanique et un effet chimique, par exemple par texturation laser.

### 3.1.1. Traitement par texturation laser

Il est bien connu que le sablage engendre une modification de la rugosité de la surface (figure 1.19 (a et b)) [80] ce qui provoque un ancrage mécanique du revêtement. Les aspérités permettent aux particules fondues de pénétrer dans le substrat et de créer ainsi un emboîtement plus conséquent des deux matériaux. Les variations de topographie des surfaces permettent également de disposer d'une aire de contact plus significative entre le dépôt et le substrat [81]. De plus, ces aspérités de surface peuvent minimiser les risques de propagation des fissures [82]. L'ancrage mécanique est donc un mécanisme intéressant dans l'adhérence des dépôts.

Dans le cas de la préparation de surface par ablation laser (figure 1.19 (c)), l'évolution de l'état chimique de la surface peut faciliter le contact entre les particules constitutives du dépôt et le substrat. Les conditions de mouillabilité s'en trouvent alors améliorées [83, 84].

Ainsi, pour une surface préparée par texturation laser (figure 1.19 (d)), une synergie des phénomènes chimique et mécanique est attendue à l'interface. Du fait de l'ancrage mécanique et l'accrochage chimique induits par ces deux aspects, il peut être imaginé que l'adhérence des dépôts réalisés sur des surfaces préparées par texturation laser pourra être encore meilleure.

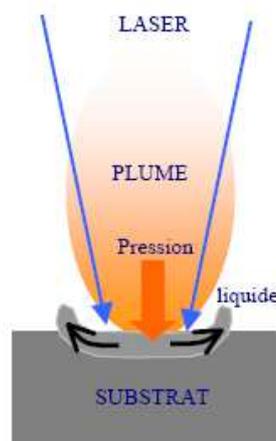


**Figure 1.19.** Observation au MEB d'une surface d'aluminium (a) brute, (b) sablée, (c) ablatée  $2,2 \text{ J. cm}^{-2}$  et (d) traitée au laser de texturation (10 w, 40 KHz, 48 tirs/trou) [80]

La texturation de surface fait partie des domaines d'application de la technologie laser. Elle s'applique pour le marquage des surfaces à des fins de traçabilité de pièces. La technique se définit par une gravure de trous avec une répartition ordonnée et une certaine rugosité bien précise [72,87]. La gravure peut être influencée par le nombre d'impulsions laser, la durée d'impulsion ainsi que la puissance du laser ainsi que le recouvrement. Cette technique est basée sur l'association d'un faisceau laser concentré en un spot très fin et d'un scanner à balayage rapide [62,76,79].

Lors de l'impact laser de courte durée d'impulsion, une fine couche de matériau passe à l'état liquide, puis se vaporise en formant une plume de matière ablatée (figure 1.20). Cette plume (appelée aussi plasma) exerce une surpression sur la couche de métal fondu. Le métal liquide est alors repoussé vers les bords de l'impact. Après la fin de l'impulsion, le métal fondu tend à revenir à sa place.

La texturation de surface peut être obtenue par un grand nombre d'interaction comme par exemple le cas du perçage laser.



**Figure 1.20.** Principe de la texturation laser [87]

La qualité de la texture obtenue dépend d'une série de facteurs d'influence comme les caractéristiques du faisceau laser (longueur d'onde, durée d'impulsion, diamètre du spot, fréquence des impulsions...), les caractéristiques physiques du matériau (coefficient

d'absorption, conductivité thermique, état de surface, température de vaporisation...) et les caractéristiques environnementales (milieu ambiant).

### 3.1.1.1. L'interaction laser/ matière

La compréhension des processus d'interaction entre le faisceau laser et le substrat à traiter est essentielle pour comprendre les possibilités et les limites du procédé de texturation par laser.

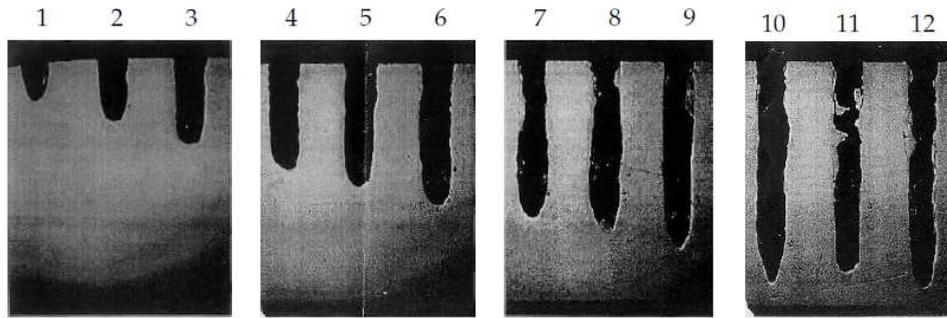
Du point de vue phénoménologique, lorsqu'un faisceau laser de forte densité de puissance irradie un matériau donné, la surface entre en fusion (figure 1.20). Mais du fait de la célérité avec laquelle la température de fusion est atteinte [87], la chaleur reste confinée. La quantité de matière fondue reste alors faible mais elle est surchauffée et l'évaporation de la matière peut alors être observée. Ce phénomène est encore amplifié par l'augmentation du coefficient d'absorption du rayonnement laser par l'état liquide.

Une fois la température de vaporisation atteinte, le laser continue à déposer de l'énergie en surface de la cible irradiée. Cette énergie fournit la chaleur latente de vaporisation assurant l'évacuation de la matière sous forme de vapeur. Le résultat est l'apparition d'une pression de recul agissant sur la faible couche de liquide et conduisant à la formation d'un cratère.

Le processus d'enlèvement de matière est contrôlé par l'énergie et par la durée des impulsions [89, 90]. Dans ce cas, il peut être imaginé que le front de vaporisation avance aussi vite que le front de fusion afin d'obtenir une couche de liquide peu épaisse ce qui a une influence sur la quantité de matière enlevée et sur la rugosité finale. Une faible épaisseur liquide permet d'obtenir une surface moins perturbée d'une part par la mise en mouvement et l'éjection du liquide et d'autre part par des propriétés du matériau de base moins altérées.

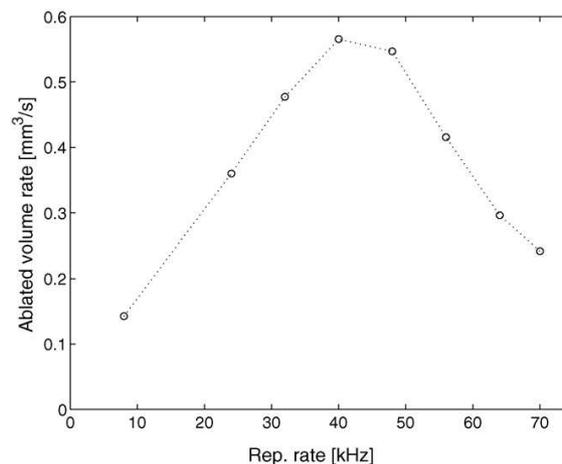
Les variations des paramètres du laser jouent aussi un rôle très important sur les caractéristiques de la texturation obtenue [91, 92, 93]. On peut ainsi citer la fréquence, la vitesse de balayage, l'interligne, le taux de recouvrement, les dimensions du spot ainsi que l'énergie du faisceau ou la durée d'impulsion [92-99]. Chacun d'eux influe sur des aspects différents de la texturation, relation que la suite du manuscrit s'attachera à identifier et expliquer.

Les paramètres opératoires doivent être bien ajustés en fonction des substrats et des applications. On peut citer par exemple les travaux de K. Verhoeven [82] sur les turbines à gaz et l'amélioration des niveaux sonores des moteurs. Le travail consiste en la création de trous par laser pour un refroidissement plus rapide du moteur. Il montre que le simple nombre d'impulsions peut avoir un impact très important sur la morphologie des trous. La figure 1.22, présente une série de texturations de surfaces réalisées en fonction du nombre de tirs par trou. Il a été observé que la profondeur des trous présente une croissance linéaire en fonction de l'augmentation du nombre de tirs par trou mais elle ralentit à partir d'un certain nombre de tir du fait que la matière se solidifie au fond et sur les parois de la cavité. Pour cela, trouver les paramètres optimaux est très important pour l'optimisation du processus.



**Figure 1.22.** Une série de trous texturés réalisées par laser [82]

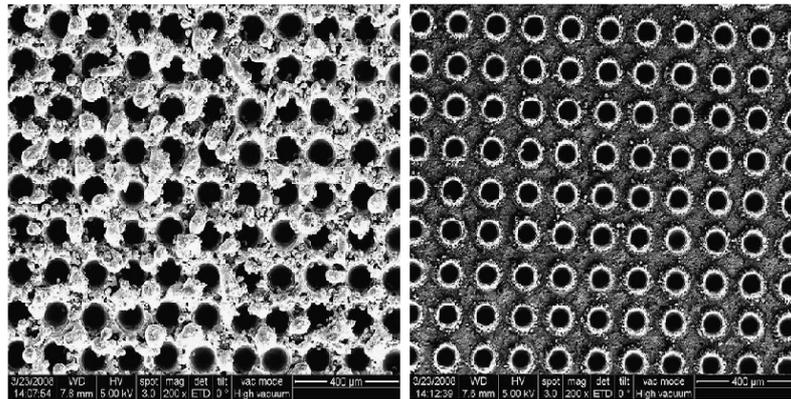
J. Byskov-Nielsen et al [83] quant à eux ont travaillé avec des lasers nanoseconde pour l'usinage de la surface de l'acier inoxydable. Les résultats montrent que la fréquence joue un rôle très important dans l'enlèvement de matière et qu'une fréquence de 40 KHz amène à une profondeur maximale. Comme le montre la figure 1.23, la profondeur de texturation croît avec l'augmentation de la fréquence mais après 40 KHz elle tend à se stabiliser, voire diminuer.



**Figure 1.23.** Taux d'ablation volume en fonction de la fréquence laser [83]

B. S. Yilbas [100] a montré également que la focalisation du laser ainsi que l'énergie du faisceau ont un rôle très important pour l'état de surface final. Cela influence la géométrie des trous qui peut passer d'une forme circulaire à ellipsoïdale ainsi que des bourrelets.

J. Byskov-Nielsen et al [83] quant à eux, ont montré que la séquence d'impulsion pouvait influencer la morphologie finale de la surface. Une surface texturée avec 50 impulsions à chaque point présente une rugosité de surface plus importante avec des bourrelets plus volumineux et des profondeurs de cavités plus grandes qu'une surface traitée avec 50 cycles et 1 impulsion par point et par cycle comme le montre la figure 1.24. À partir de cette figure, on peut conclure sur un éventuel effet thermique pouvant être engendré par l'accumulation des impulsions laser successives.



**Figure 1.24.** Irradiation d'aciers par 2 séquences différentes de 50 impulsions à une énergie d'impulsion de 1,0 mJ [83] :  
(a) les tirs sont réalisés à la foulée, (b) un tir est réalisé par passage.

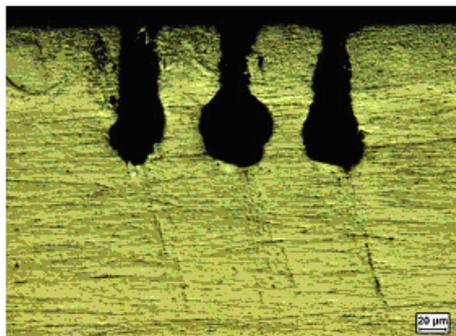
### 3.1.1.2. Effet sur l'adhérence du dépôt après projection thermique

L'adhérence des dépôts sur les substrats est assurée par des phénomènes physico-chimiques et également par un phénomène d'ancrage mécanique. Suivant la nature des matériaux mis en contact, différentes interactions sont alors susceptibles d'exister.

Dans des études précédentes [81,82] il a été montré que la texturation de surface peut améliorer l'adhérence de façon très significative en raison du verrouillage mécanique que les trous peuvent fournir.

H.C. Man et al [101] ont travaillé sur l'amélioration de la qualité de la surface des implants médicaux pour une meilleure fixation des tissus osseux. Ils ont montré dans un premier temps que la création de cavités par laser améliore l'adhérence des tissus comparé à un traitement de surface par sablage. Dans un deuxième temps, ils ont présentés qu'en appliquant des techniques électrochimiques sur la racine des surfaces texturées (dans le trou), une augmentation du diamètre de la racine des cavités est observée comme le présente la figure 1.25 et par suite une amélioration possible de l'accrochage peut s'opérer.

Toutefois, il ne faut pas négliger le phénomène de piégeage du réactif électrochimique, pouvant engendrer un effet de corrosion possible dans les cavités et par cela une inversion de la tendance de l'adhérence.



**Figure 1.25.** Racines des trous formés par attaque chimique après texturation de surface [101]

### 3.1.1.3. Effet de la texturation de surface sur la tenue en fatigue du matériau

La texturation laser, et plus généralement tous les traitements laser, modifient à la fois la chimie et la géométrie de surface. Si la modification chimique semble rester limitée à l'extrême surface, l'altération géométrique peut être assez profonde comme illustré sur les figures 1.23 et 1.24.

On peut donc raisonnablement se poser la question de l'effet de cette texturation sur la tenue mécanique et en particulier en fatigue de pièce. Il est en effet évident que si la texturation peut amener une amélioration de l'adhérence des films, elle ne doit en aucun cas détériorer le comportement en fatigue mécanique des pièces revêtues, surtout pour le matériau revêtu.

La fatigue est définie par une détérioration du matériau après plusieurs cycles de sollicitation. L'endurance à cette détérioration ou endommagement varie en fonction du matériau utilisé comme le présente la figure 1.26.

On peut citer trois grands domaines de fatigue :

- la fatigue oligocyclique qui est due aux sollicitations trop élevées induisant des déformations plastiques du matériau. Dans ce cas, le nombre de cycles à rupture est faible (inférieur à 10 000) ;
- le domaine d'endurance illimitée pour lequel la rupture n'interviendra pas par fatigue, les sollicitations étant trop faibles pour induire un amorçage et une propagation de fissures ;
- le domaine d'endurance limitée durant lequel la rupture se produit après un nombre de cycles croissant quand la contrainte diminue. La limite d'endurance désigne la contrainte en dessous de laquelle la rupture ne se produira jamais (asymptote à la courbe). Elle peut être définie directement à partir de la courbe pour les matériaux ferreux et par convention à  $10^6$  (ou plus) cycles pour les non ferreux.

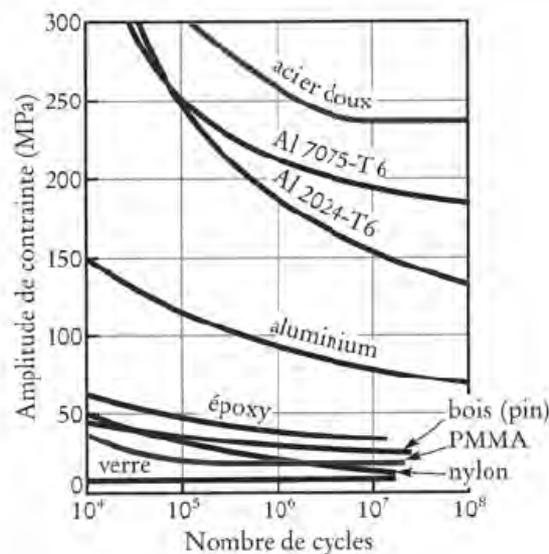


Figure 1.26. Courbe de résistance à la fatigue pour plusieurs matériaux [108]

L'opération de grenailage est un procédé de préparation de surface engendrant une modification de la rugosité de la surface pour améliorer la résistance à la fatigue et/ou à la corrosion sous contraintes [102, 103, 104]. Les contraintes engendrées par grenailage peuvent efficacement arrêter ou retarder l'amorçage et la propagation des fissures en fatigue [105].

De nombreuses études ont montré l'efficacité du procédé vis-à-vis de la tenue en fatigue. E. R. Rios et al ont traité l'alliage d'aluminium (Al 7075), [106] ils ont montré une amélioration de la limite d'endurance à  $10^7$  cycles et une amélioration de 12% par rapport à la surface non traitée comme le présente la figure 1.27.

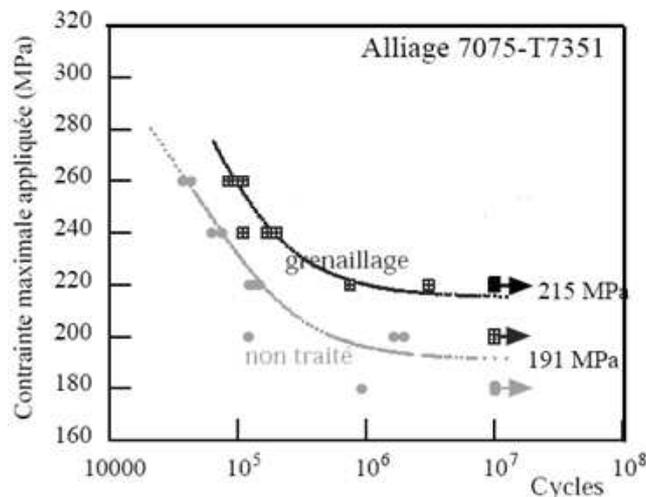


Figure 1.27. Amélioration de la tenue en fatigue par grenailage [106]

L. D. Vo et al [107] quant à eux ont étudié l'influence du grenailage sur la durée de vie en fatigue d'une soudure d'un tube en acier. Ils ont montré que le procédé améliore la durée de vie du matériau comme le présente la figure 1.28. Cet effet bénéfique est généralement attribué au fait que les contraintes résiduelles de compression souhaitables sont maintenues ou assouplies au cours du procédé.

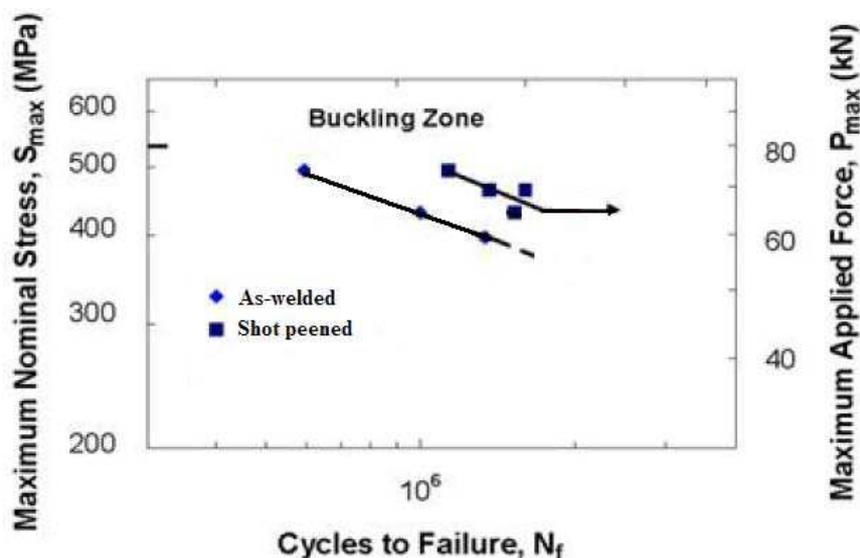


Figure 1.28. Courbe de Wöhler, avec une amplitude constante  $R = 0,5$  [107]

Un des gros problèmes de la préparation de surface par texturation laser est qu'elle nécessite d'utiliser plusieurs recouvrements d'impacts laser. La question est alors de savoir comment se comporte, lors d'un 2<sup>ième</sup> impact, 3<sup>ième</sup> .etc..., un matériau texturé par un premier impact.

La compréhension des différents changements pouvant être engendrés lors d'un traitement de surface par laser ne peut pas être appréciée en totalité par l'expérience. Pour cela, la modélisation permet dans la majorité des cas d'approfondir la compréhension des différents changements engendrés lors de l'irradiation laser.

#### 4. Simulation des différents phénomènes

Les objectifs de la modélisation numérique sont dans un premier temps, de mettre en évidence les actions des facteurs influençant le processus de texturation, qui permettent d'évaluer l'effet thermique de la répétition des tirs laser sur les substrats afin de prédire les profondeurs et diamètres des cavités formées mais également d'anticiper sur les possibles évolutions de la microstructure du matériau et de ses propriétés.

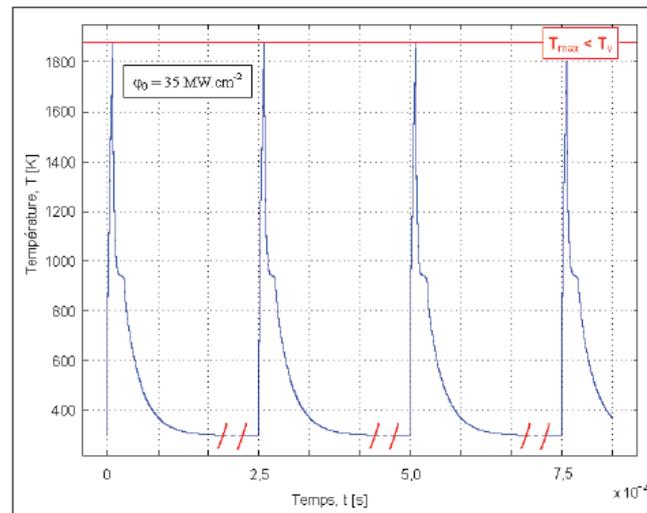
Le but de cette étude est l'obtention d'un modèle thermique simple, qui devra permettre de mieux identifier les paramètres importants. Cette démarche a comme objectif d'obtenir des informations sur la direction à suivre pour atteindre l'optimum afin de limiter également le nombre d'expérimentations.

De plus, la simulation permet le calcul de grandeurs difficilement accessibles expérimentalement comme l'évolution de la température dans le matériau ou le comportement du matériau dans la zone fondue. Ces grandeurs sont pourtant essentielles pour comprendre ce qui s'est effectivement produit lors du traitement dans le matériau.

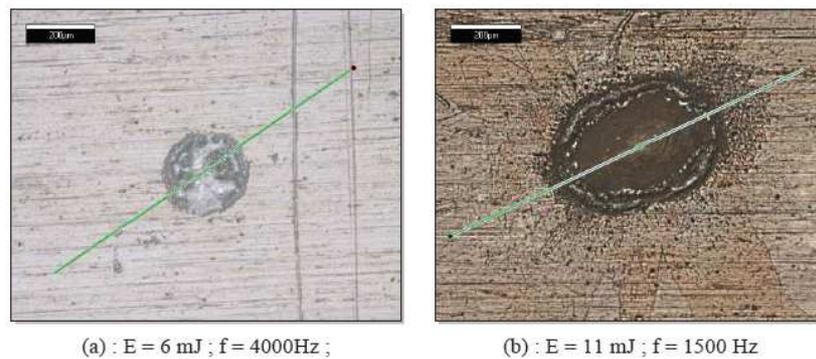
En ce qui concerne les modèles thermiques, différentes études ont été réalisées sur le sujet. A. Sojeva [95] a travaillé sur la texturation de trois matériaux différents: acier inoxydable 304L, alliage de titane TA6V et alliage d'aluminium AA6056. Le système laser utilisé pour réaliser cette étude est équipé d'une source Nd :YAG pulsée, pompée par diodes de 70 W de puissance moyenne avec un faisceau laser focalisé de 320  $\mu\text{m}$ . A. Sojeva [106] a alors simulé l'évolution de la température en fonction du temps pour différentes impulsions avec deux densités de puissance. Le modèle a été développé à l'aide d'un modèle 2D Axisymétrique en utilisant un maillage mobile (méthode ALE - Arbitrary Lagrange Euler) avec le logiciel COMSOL Multiphysics.

Elle a constaté (figure 1.29) que pour une faible densité de puissance ( $< 50 \text{ MW}\cdot\text{cm}^{-2}$ ) le matériau se refroidit jusqu'à la température ambiante entre deux impulsions et pour chaque impulsion, le substrat était seulement fondu. En conséquence aucun enlèvement de matière n'était observé (figure 1.30).

En revanche, lorsqu'une forte densité de puissance est utilisée ( $> 50 \text{ MW}\cdot\text{cm}^{-2}$ ), à chaque impulsion la température de vaporisation est atteinte. Par conséquent, un enlèvement de matière a été observé.

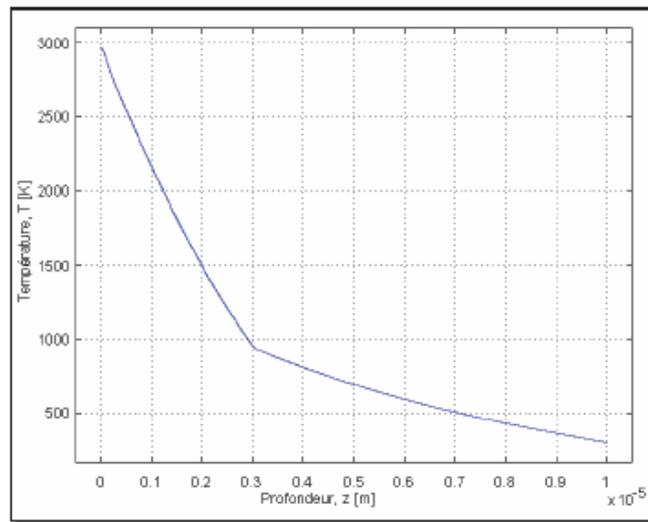


**Figure 1.29.** Evolution de la température de surface pendant un train d'impulsion (AA6056 ,  $E = 6\text{mJ}$  ;  $f = 4000\text{Hz}$ ) [95]



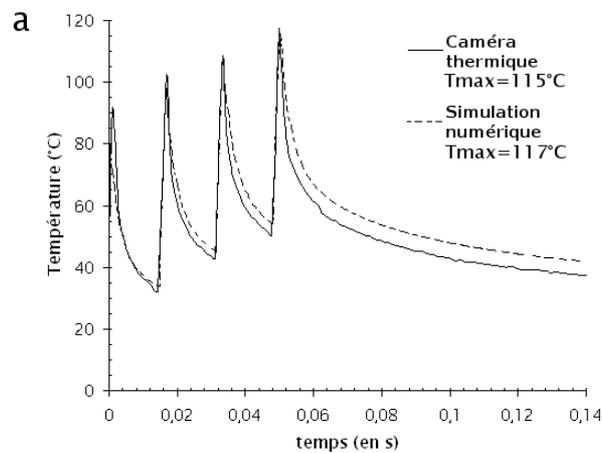
**Figure 1.30.** Images obtenues à l'aide du microscope topographique de l'aluminium AA6056 [95]

L'évolution de la température en profondeur du substrat à la fin de l'impulsion a également été étudiée par A. Sojeva [95]. Il peut être observé sur la figure 1.31 que la rupture de pente est déclenchée lorsque la température de fusion de l'aluminium est atteinte. Ceci a été expliqué par le fait que, le tracé dépend de l'échantillonnage des points enregistrés pendant la simulation numérique. et il peut être expliqué aussi par un effet de défocalisation du laser qui engendre une densité d'énergie moindre à la surface du matériau.



**Figure 1.31.** Distribution de la température en profondeur d'un substrat d'aluminium AA6056 à la fin de l'impulsion laser [95]

Y. Danlos [96] quant à lui a travaillé sur la préparation de surface avant projection par ablation laser Nd-YAG (PROTAL<sup>®</sup>, à  $24,8 \text{ J.cm}^{-2}$ ) et de préchauffage laser. Il a pu comparer des mesures expérimentales réalisées par caméra thermique et simulées numériquement sur un substrat de type TA6V (figure 1.32). Il a observé que les courbes obtenues par modélisation étaient très proches de celles mesurées par caméra thermique. Ce résultat peut nous conforter dans notre hypothèse que la modélisation pouvait remplacer un grand nombre d'essais.



**Figure 1.32.** Evolution de la température de surface, mesurée à la caméra thermique (900 Hz) et simulée numériquement de surfaces de TA6V traitées par 4 impulsions de 2 ms du laser de préchauffage avec une densité d'énergie de  $24,8 \text{ J.cm}^{-2}$  [96]

## 5. Conclusion

En résumé, la préparation de surface avant projection thermique est une étape très importante pour favoriser l'adhérence d'un revêtement. Des procédés conventionnels existent et ont montré leur fiabilité et présentent de bons résultats d'adhérence. En revanche, ils ont montré une certaine fragilisation des matériaux et une limitation du procédé avec un impact environnemental important du aux rejets chimiques entre autres des solvants utilisés lors du procédé de dégraissage.

Pour cela, de nouvelles techniques ont vu le jour et parmi elles les procédés de prétraitements par laser tel que le procédé de texturation de surface. D'après les travaux réalisés précédemment, ce procédé peut favoriser l'adhérence des revêtements élaborés par projection, et il semble être aujourd'hui le plus proche des objectifs environnementaux.

Les procédés lasers offrent des solutions aux problèmes des rejets chimiques, et ils sont plus rentables que les techniques conventionnelles. Néanmoins, cette méthode reste encore nouvelle dans le domaine du traitement de surface et aussi pour des applications à l'échelle industrielle. Le procédé doit être alors bien optimisé afin de bien maîtriser les différents paramètres opératoires.

Dans ce contexte, cette étude se concentre sur le procédé de prétraitement par texturation laser. L'objectif consiste à améliorer l'adhérence des revêtements et de bien maîtriser et d'optimiser les différents paramètres opératoires du laser et du scanner tout en respectant les normes environnementales.

## Références bibliographiques

- [1] B. Normand, V. Fervel, C. Coddet, V. Nikitine, « Tribological properties of plasma sprayed alumina-titania coating: role and control of microstructure », *Surf Coat Tech*, Vol. 123, pp. 278-287, 2000.
- [2] S. Nourouzi, « Contribution à l'étude du procédé arc-fil pour la réalisation de dépôts métalliques durs résistants à l'usure abrasive », Université de Limoges, Thèse, 2004.
- [3] P. Fauchais, A. Vardelle, B. Dussoubs, « Quo vadis thermal spraying ». *Thermal Spray 2001 : New surface for new millennium*, ed. C.C. Berndt K.A. Khor E.F. Lugscheider, ASM international, Material Park, Ohio USA, pp. 1–31, 2001.
- [4] J.R. Davis , « Handbook of Thermal Spray Technology », ASM International, Materials Park, Ohio, USA, 2004.
- [5] A. Prôner, « Revêtements par projection thermique », *Techniques de l'Ingénieur*, M1645, pp11-12.
- [6] R. H. Unger, TAFA Inc, « Thermal spray coating », *ASM Handbook*, Volume 13 of the 19th Edition Metals Handbook, ASM International, 1987.
- [7] K. Korpiola, P. Vuoristo, « Effect of HVOF Gas Velocity and Fuel to Oxygen Ratio on the Wear Properties of Tungsten Carbide Coating: Practical Solutions for Engineering Problems », *Mater Park*, pp. 177-184, 1996.
- [8] B. Arsenault, J.G. Legoux, H. Hawthorne, « HVOF Process Optimization for the Erosion Resistance of WC-12Co and WC-10Co-4Cr Coatings », *New Surf for a New Millen*, pp. 1051-1060, 2001.
- [9] H. L. Liao, « Etude de l'influence des conditions de projections thermique sur les propriétés mécaniques de revêtements de cermet », Université de Franche Comté, Thèse, 1994.
- [10] P. Fauchais, A. Vardelle, « Heat, mass and momentum transfer in coating formation by plasma spraying », *Inter J. of ther Scien*, Vol. 39, pp. 852-870, 2000.
- [11] H. Herman, « Les revêtements par projection plasma », *Pour la Science*, Vol. 133, pp. 48-55, 1988.
- [12] C. Verdy, « Structure multicouche mises en forme par projection thermique : élaboration, caractérisation et application », Université de Franche Comté, Thèse, 1998.
- [13] A. Proner, « Revêtement par projection thermique », *Techniques de l'ingénieur*, MD 1645, 1999.
- [14] A. Vardelle, « Etude numérique des transferts de chaleur, de quantité de mouvement et de masse entre un plasma d'arc à la pression atmosphérique et des particules solides », Université de Limoges, Thèse, 1987.

- [15] C. Moreau, P. Gougeon, M. Lamontagne, « Influence of Substrate Preparation on the Flattening and Cooling of Plasma-Sprayed Particles », *J. Ther Spray Technol*, p.25-33, 1995.
- [16] Z. G. Feng, M. Domaszewski, G. Montavon, C. Coddet, « Finite Element Analysis of Effect of Substrate Surface Roughness on Liquid Droplet Impact and Flattening Process », *J. Ther Spray Tech*, Vol. 11, pp. 62-68, 2000.
- [17] D. H. James, « A review of experimental findings in surface preparation for thermal spraying », *J. Mech Work Tech*, Vol. 10, 1984, pp. 221-232.
- [18] Y.-Y. Wang, C. -J. Li, A. Ohmori, « Influence of substrate roughness on the bonding mechanisms of high velocity oxy-fuel sprayed coatings », *Thin Solid Films*, Vol. 485, pp. 141-147, 2005.
- [19] J.W. McBain, D.G. Hopkins, « Adhesion and Adhesives », *J. Phys Chem*, Vol. 29, pp. 188, 1987.
- [20] L. Pawlowski, « The Science and Engineering of Thermal Spray Coatings », J. Wiley and Sons, 1995.
- [21] D. Matejka, B. Benko, « Plasma spraying of metallic and ceramic materials », VCH Publishers, 1989.
- [22] R. B. Heimann, « Plasma-spray coating: principles and applications », John Wiley & Sons, 1989.
- [23] L. Pawlowski, « Optimisation des paramètres de projection des céramiques par plasma d'arc, Etude des propriétés physiques et thermiques des couches projetées, Exemple d'application : substrats pour la microélectronique hybride », Université de Limoges, Thèse d'état, 1985.
- [26] A. Syed, P. Denoirjean, A. Denoirjean, J. C. Labbe, P. Fauchai, « Influence of substrate oxidation stage on the morphology and flattening of splats », *J. Ther Spray*, 2002.
- [27] P. Fauchais, G. Montavon, M. Vardelle, J. Cerdelle, « Developments in direct current plasma spraying », *Surf Coat Tech*, Vol.201, pp. 1908-1921, 2006.
- [28] M. Wery, « Dégraissage », *Techniques de l'Ingénieur*, M1450, pp. 3.
- [29] X. Wang, D. Zhuang, « Effect of Atomising Gas Pressure on Coating Properties in Wire Arc Spraying », *J. Ther Spray Technol*, pp.587-592, 1995.
- [30] R. Balasubramaniam, J. Krishnan, N. Ramakrishnan, « A study on the shape of the surface generated by abrasive jet machining », *J. Mater Proc Tech*, Vol. 121, pp. 102-106, 2002.
- [31] D. S. Park, M. W. Cho, H. Lee, W. S. Cho, « Micro-grooving of glass using micro-abrasive jet machining », *J. Mater Proc Tech*, Vol. 146, pp. 234-240, 2004.

- [32] T. Lyman, « Heat Treating, Cleaning and Finishing », 8th Edition Metals handbook, Vol.2, pp. 1- 32, 1980.
- [33] J.K. Knapp, T. A. Taylor, « Waterjet roughened surface analysis and bond strength », Surf Coat Tech, Vol. 86-87, pp. 22-27, 1996.
- [34] M. Mellali, « Influence de la rugosité et de la température de surface du substrat sur l'adhérence et les contraintes résiduelles au sein de dépôts d'alumine projetés par plasma », Université de Limoges, Thèse, 1994.
- [35] [www.actu-environnement.com](http://www.actu-environnement.com).
- [36] C.K. Fang, T.H. Chuang, « Surface morphologies and erosion rates of metallic building materials after sandblasting », Depart Mech Engi, 1999.
- [37] T. Mabrouki, K. Raissi, « Splashing of molten tin droplets on a rough steel surface », J. Mach Tools Manu, Vol. 42, pp. 1247-1258, 2002.
- [38] G.Spur, E. Uhlmann, F. Elbing, « Dry-ice blasting for cleaning: process, optimization and application », Wear, Vol. 233-235, pp. 402-411, 1999.
- [39] F. Elbing, N. Anagreh, L. Dorn, E.Uhlmann, « Dry ice blasting as pretreatment of aluminum surfaces to improve the adhesive strength of aluminum bonding joints », J.Adh Adh, Vol. 23, pp. 69-79, 2003.
- [40] M. Mellali, P. Fauchais, A. Grimaud. « Influence of substrate roughness and temperature on the adhesion-cohesion of alumina coatings », Surf Coat Tech, 81, pp. 275-286, 1996.
- [41] T. Malot, « Usinage assisté par laser du bore », Université de Bourgogne, Thèse, 2001.
- [42] M. Fukomoto, Y. Huang, M. Ohwatari, « Flattening Mechanism in Thermal Sprayed Particle Impinging on Flat Substrate », Ther Spray Conf, pp.401-406, 1998.
- [43] J. Cedelle , M. Vardelle, P. Fauchais, « Influence of Stainless Steel Substrate Preheating on Surface Topography and on Millimeter- and Micrometer- Sized Splat Formation », Surf Coat Tech, pp.1373-1382, 2006.
- [44] H. Li, S. Costil, L. Liao, C. Li, M. Planche, C. Coddet, « Effects of surface conditions on the flattening behavior of plasma sprayed cu splats », Surf coat Tech, pp. 5435-5446, 2006.
- [45] S. Sampath, X. Jiang, « Splat formation and microstructure development during plasma spraying: deposition temperature effects », Mater Scien Eng, Vol. 304-306, pp. 144-150, 2001.
- [46] S. Sampath, X. Jiang, J. Matejicek, A.C. Leger, A. Vardelle, « Substrate temperature effects on the splat formation microstructure development and properties of plasma

- sprayed coatings Part I: case study for partially stabilized zirconia », *Mater Scien Eng*, Vol. 272, pp. 181-188, 1999.
- [47] L. Bianchi, « Projection par Plasma d'Arc et Plasma Inductif de Dépôts de Céramiques : Mécanisme de Formation de la Première Couche et Relations avec les Propriétés Mécaniques des Dépôts », Université de Limoges, Thèse, 1995.
- [48] M. P. Mateo, G. Nicolas, V. Piñon, A. Ramil, A. Yañez, « Laser cleaning: an alternative method for removing oil-spill fuel residues », *App Surf Scien*, Vol. 247, pp. 333-339, 2005.
- [49] P.E. Lafargue, N. Chaoui, E. Million, J. F. Muller, H. Derule, A. Popadenec, «The laser ablation/desorption process used as a new method for cleaning treatment of low carbon steel sheets », *Surf Coat Tech*, Vol.106, pp.268-276, 1998.
- [50] P. Bromblet, M. Labouré, G. Oriol, « Diversity of the cleaning procedures including laser for the restoration of carved portals in France over the last 10 years », *J.Cult Heri*, Vol. 4, pp.17-26, 2003.
- [51] Y. F. Lu, W. D. Song, M. H. Hong, Y. W. Zheng, T. C. Chong, “ Laser surface cleaning and potential applications in disk drive industry”, *Trib Inter*, Vol. 33, pp. 329-335, 2000.
- [52] Y. Feng, Z. Liu, R. Vilar, X. -S. Yi, « Laser surface cleaning of organic contaminants », *App Surf Scien*, Vol. 150, pp. 131-136, 1999.
- [53] W. M. Steen, «Laser material processing », 3rd edition, Springer-Verlag, London, 2003.
- [54] E. Pfender, J. R. Fincke, R. Spores, «Entrainment of Cold Gas into Thermal PlasmaJets», *Plasma Chem and Plasma Proc*, p. 529-543, 1991.
- [55] A. Syed, A. Denoirjean, B. Hannoyer, P. Fauchais, P. Denoirjean, A. Khan, C. Labbe , «Influence of Substrate Surface Conditions on the Plasma Sprayed Ceramic and Metallic Particles Flattening », *Surf Coat Tech*, pp.2317-2331, 2005.
- [56] E. Pfender, «Plasma jet behavior and modeling associated with the plasma spray process», *Thin Solid Films*, pp 228-241, 1994.
- [57] A. Soufiani, «Absorption, émission et réflexion du rayonnement électromagnétique par une paroi constituée de tubes parallèles jointifs», *R Phys Appl*, Vol. 18, pp.19-27, 1983.
- [58] A. Pereira, P. Delaporte, M. Sentis , A. Cros, W. Marine, A. Basillais, A. L. Thomann , C. Leborgne , N. Semmar , P. Andreatza,T. Sauvage, «Laser treatment of a steel surface in ambient air », *Thin Solid Films*, Vol. 453-454, pp. 16-21, 2004.

- [59] D. W. Zeng, K. C. Yung, C. S. Xie, «Nd: YAG laser ablation of copper: chemical states in both crater and halo studied by XPS», *App Surf Scien*, Vol. 217, pp. 170-180, 2003.
- [60] E. Gyorgy, A. Pererz del pino, P. Serra, J. L. Morenza, «Chemical composition of dome-shaped structures grown on titanium by multi-pulse Nd :YAG laser irradiation», *App Surf Scien*, Vol. 222, pp. 415-422, 2004.
- [61] M. Bereznai, I. Pelsöczy, Z. Toth, K. Turzó, M. Radnai, Z. Bor, A. Fazekas, «Surface modifications induced by ns and sub-ps excimer laser pulses on titanium implant material », *Biomaterials*, Vol. 24, pp. 4197-4203, 2003.
- [62] H. Li, «Rôle d'une ablation laser in situ sur les propriétés mécaniques d'un revêtement élaboré par projection thermique », Université de Franche Comté, Thèse, 2006.
- [63] F. Mzali, «Etude des effets d'une irradiation de surfaces métalliques par un laser ( $\lambda=1,06 \mu\text{m}$ ) de courte durée d'impulsion (10 ns)», Mémoire de diplôme d'Etude Approfondis TAOE, Université de Franche Comté, 1997.
- [64] M. von Allmen, «Laser-Beam Interactions with Material », éd. Springer-Verlag, Chap. 2, pp. 6-48, 1987.
- [65] J. Michael Schurr, «Interaction of light pulses with matter », *Orig Chem Phys*, Vol. 15, pp. 1-13, 1976.
- [66] V. Bernier, «Etude de l'oxydation de l'aluminium induite par traitement laser Nd-YAG (1064 nm, 10 ns) : conséquences sur les propriétés d'adhérence d'un revêtement d'alumine élaboré par projection thermique », Université de Belfort Montbéliard, Thèse, 2006.
- [67] A. Pereira<sup>1</sup>, A. Cros, Ph. Delaporte<sup>1</sup>, W. Marine and M. Sentis, « Traitement superficiel d'acier par laser excimère », *J. Phys*, Vol. 49, pp. 108, 2003.
- [68] N. Sanner, « Mise en forme programmable de faisceau laser femtoseconde pour le micro-usinage et la photoinscription de guides d'ondes », Université Jean Monnet – Saint-Etienne, Thèse, 2005
- [69] M. Okoshi, S. Higuchi and M. Hanabusa, « Femtosecond laser ablation of frozen acetone for deposition of diamond-like carbon films », *J. Appl Phys*, Vol. 86, pp. 1768-1770, 1999.
- [70] D.-S. Yao, J.-R. Liu, L.-G. Wang, C.-X. Yu and R.-J. Zhan, «Deposition of diamondlike carbon films with femtosecond KrF laser pulses », *Chin Phys Lett*, Vol. 17, pp. 540- 541, 2000.
- [71] F. Garrelie, C. Jonin, E. Baubeau, E. Audouard, P. Laporte, A. Catherinot and C. Champeaux, « Femtosecond laser ablation of graphite : study of the plasma plume and thin films deposition », *CLEO CFK5*, , pp. 615, 2000.

- [72] P. Peyre, Les procédés laser, PIMM, Arts et Métiers ParisTech ([www.lmt.ens-cachan.fr](http://www.lmt.ens-cachan.fr)).
- [73] Matthieu Verdier. «Caractérisation et développement du procédé PROTAL ». Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, Université de Franche-comté, Thèse, 2001.
- [74] C. Coddet, T. Marchione, «Procédé de Préparation et de Revêtement de Surface et Dispositif pour la Mise en Œuvre Dudit Procédé », Demande de Brevet Français FR9209277A, 1992.
- [75] C. Coddet, T. Marchione, «Method and apparatus for preheating and cooling a surface», Extension Européenne de Brevet EP 0 580 534B, 1997.
- [76] C. Coddet, T. Marchione, «Process for the Preparation and Coating of a Surface », Brevet Américain, US 5 698 564, 1997.
- [77] G. Barbezat, F. Folio, C. Coddet, G. Montavon, «The benefit of the PROTAL® process on the adhesion of thermal sprayed coating», J. Therm Spray, pp. 57- 61, 2000.
- [78] C. Coddet, G. Montavon, S. Costil, O. Freneaux, F. Rigolet, G. Barbezat, F. Folio, A. Diard, P. Wazen, «Surface preparation and thermal spray in a single step: the PROTAL process-example of application for an aluminium base substrate», J. Therm Spray Tech, Vol. 8, pp. 235-242, 1999.
- [79] M. Verdier, G. Montavon, S. Costil, C. Coddet, «On the adhesion mechanisms of thermal spray deposits manufactured while implementing the PROTAL® process», Therm Spray, pp. 553-560, 2001.
- [80] Y. Danlos, S. Costil, X. Guo, H. Liao, C. Coddet, «Ablation laser and heating laser combined to cold sprayin », Surf Coat Techn, Vol. 205, pp. 1055-1059, 2010.
- [81] A. Lamraoui, S. Costil, C. Langlade, C. Coddet, «Laser surface texturing (LST) treatment before thermal spraying: A new process to improve the substrate-coating adherence», Surf Coat Techn, Vol. 205, pp. S164-S167, 2010.
- [82] K. Verhoeven, «Modelling Laser Percussion Drilling», Technische Universiteit Eindhoven, Proefschrift, 2004.
- [83] J. B. Nielsen, P. Balling , «Laser structuring of metal surfaces: Micro-mechanical interlocking», App Surf Scien, Vol. 255, pp. 5591-5594, 2009.
- [84] Y.Y. Wang, C.J. Li, A. Ohmori. «Influence of substrate roughness on the bonding mechanisms of high velocity oxy-fuel sprayed coatings», Thin Solid Films, Vol. 485, pp. 141–147, 2005.
- [85] S. Amada H. Yamada. «Introduction of fractal dimension to adhesive strength evaluation of plasma-sprayed coating ». Surf Coat Tech, Vol.78, pp. 50–55, 1996.

- [86] A.A. Voevodin, J.S. Zabinski, «Laser surface texturing for adaptive solid lubrication», *Wear*, 2006.
- [87] S. Kalpakjian, S. R. Schmid, «Manufacturing Processes for Engineering Material », Prentice Hall, 2003.
- [88] A. Soveja, J.M. Jouvard, B. Martin, D.Grevey, «Texturation de surface métallique induite par faisceau laser Nd:YAG impulsif : Modélisation d'un impact laser», *Congrès Français de Thermique, SFT*, 2007.
- [89] H. Maillet, «Le laser – Principes et techniques d'application», *Technique et Documentation – Lavoisier*, 1986.
- [90] A.B.Vannes, «Lasers et Industries de Transformation», *Technique et Documentation*, pp. 355, 1986.
- [91] H. Haefke, Y. Gerbig, G.Dumitru, V. Romano, «Microtexturing of functional surfaces for improving their tribological performance», *Pro Inter Trib Conf*, pp.217-221, 2000.
- [92] A. Kaldos, H. J. Pieper, E. Wolf, M. Krause, «Laser machining in die making - a modern rapid tooling process», *J. Mat Proc Tech* , Vol.155-156 , pp.1815-1820, 2004.
- [93] G. Lallemand, G. Jacrot, E. Cicala, D.F. Grevey, «Grooving by Nd:YAG laser treatment», *J. Mat Proc Techn* Vol.99, pp.32-37, 2000.
- [94] L. Avril, «Elaboration de revêtements sur acier inoxydable simulation de la fusion par irradiation laser caractérisation structurale, mécanique et tribologique», *Ecole nationale d'arts et métiers, Thèse*, 2003.
- [95] A. Sojeva, «Modélisation du processus de texturation par faisceau laser : approches expérimentale et numérique», *Université de Bourgogne, Thèse*, 2007.
- [96] Y. Danlos, «Etude de l'association laser- projection thermique pour l'optimisation de revêtements», *Université technologique de Belfort Montbéliard, Thèse*, 2009.
- [97] J. M. Jouvard, A. Soveja, N. Pierron, «thermal modelling of metal surface texturing by pulsed laser », *Proc of the Comsol Users Conference*, 2006.
- [98] J. Qi, K. L. Wang, Y. M. Zhu, «A study on the laser marking process of stainless steel», *J. of Mat Proc Tech*, Vol. 139, pp.273-276, 2003.
- [99] Pradeep L. Menezes, Kishore, Satish V. Kailas. «Influence of surface texture and roughness parameters on friction and transfer layer formation during sliding of aluminium pin on steel plate», *Wear*, Vol. 267, pp. 1534-1549, 2009.
- [100] B. S. Yilbas, «Study of affecting parameters in laser hole drilling of sheet metals», *ASME*, Vol. 109, pp. 282, 1987.

- [101] H.C. Man, K.Y. Chiu, X. Guo, «Laser surface micro-drilling and texturing of metals for improvement of adhesion joint strength», *App Surf Scien*, Vol. 256, pp. 3166-3169, 2010.
- [102] I. Lillamand, «Evolution d'une couche grenailée sous sollicitations thermiques et mécaniques, cas de la fatigue oligocyclique», ENSAM, Thèse, 1998.
- [103] W. CAO, «Adoucissement cyclique des aciers et relaxation des contraintes résiduelles de grenailage en fatigue», ENSAM, Thèse, 1989.
- [104] M. Devignes, «Influence du grenailage de précontrainte sur la tenue en fatigue de l'acier 35CD4», ENSAM, Thèse, 1987.
- [105] Y. Ochi, K. Masaki, T. Matsumura, T. Sekino, «Effect of shot-peening treatment on high cycle fatigue property of ductile cast iron», *J. of fatig*, Vol. 23, pp. 441-448, 2001.
- [106] E.R. D. L. Rios, M. Artamanov, C.A. Rodopoulos, P. Peyre, A. Levers, *Proceedings de: 4th International Committee on Aeronautical Fatigue*, pp. 25-29, 2001.
- [107] L.D. Vo, R.I. Stephens, «Effect of Shot and Laser Peening on SAE 1010 Steel Tubes with a Transverse Center Weld Subjected to Constant and Variable Amplitude Loading», *12th ICF*, 2009.
- [108] [www.conceptec.net](http://www.conceptec.net)

## **Chapitre 2 : Moyens expérimentaux**

## 1. Introduction

Cette partie a pour but d'introduire tous les protocoles expérimentaux utilisés au cours de cette étude tant les procédés de préparation de surface que d'élaboration des dépôts par projection thermique.

Les protocoles de caractérisation et d'analyse des couples substrats/dépôts ainsi que des substrats texturés par laser sont aussi présentés dans ce chapitre. Ces démarches d'analyse ont pour objectifs d'identifier la modification morphologique du substrat engendrée par le traitement laser ainsi que l'adhérence du dépôt.

## 2. Protocoles expérimentaux avant projection thermique

Afin d'éviter les différents inconvénients liés aux défauts d'adhérence [1], les techniques de préparation de surface permettent de nettoyer les matériaux des graisses et autres agents étrangers et de modifier l'état géométrique de leur surface. L'élaboration d'un dépôt par projection thermique impose en effet de réaliser une série d'opérations en amont, indispensables pour améliorer l'adhérence. Lors de cette étude une technique de préparation de surface par laser est étudiée et comparée aux techniques conventionnelles que sont le sablage et le dégraissage.

### 2.1. Matériaux étudiés

Les alliages d'aluminium sont largement employés dans l'industrie. On peut citer par exemple les domaines de l'aéronautique, l'automobile, l'emballage et l'industrie mécanique... Ces alliages sont largement utilisés du fait de leur faible densité, ainsi que pour leurs bonnes propriétés de résistance à la corrosion.

Le substrat étudié est un alliage d'aluminium 2017 sous forme de barre de 25mm de diamètre ou de plaque de 8 mm d'épaisseur. La composition chimique ainsi que les caractéristiques thermo physiques sont présentées dans les tableaux 2.1 et 2.2 suivants:

*Tableau 2.1.* Composition chimique des alliages d'aluminium 2017 étudiés [2]

Alliage	Eléments d'alliage (% masse)								
	Mg	Cu	Mn	Fe	Si	Zn	Ti	Cr	Zr
T3 barre	0,670	3,715	0,575	0,682	0,589	0,185	0,040	0,035	0,004
T4 plaque	0,7600	4,0108	0,4400	0,3620	0,4688	0,1000	0,0350	0,0120	0,0305

Les états T3 et T4 diffèrent par les traitements thermiques subis pour obtenir un état stable. L'état T3 signifie que l'alliage a subi une trempe, un durcissement et une maturation alors que pour l'état T4, l'alliage n'a subi qu'une trempe et une maturation. Les principales différences entre ces deux états sont présentées dans le tableau 2.2.

Ce dernier présente dans la première colonne les propriétés de la barre d'aluminium 2017 (d'indice T3) utilisée pour caractériser l'adhérence des revêtements. La deuxième colonne, quant à elle, présente les propriétés de la plaque d'aluminium (T4) utilisée pour les essais de fatigue. Les deux types d'alliages ont été achetés directement dans les deux différents états présentés dans le tableau 2.1.

**Tableau 2.2.** Caractéristiques thermo physiques des alliages utilisés [2]

Paramètres	Symbole	Unité de mesure	T3 barre (essais d'adhérences)	T4 plaque (essais de fatigues)
Masse volumique	$\rho_s$	$\text{kg.m}^{-3}$	2790	
Module de Young	E	GPa	740	
Coefficient de Poisson	$\nu$		0,33	
Température de fusion	$T_f$	K	860	
Conductivité thermique	$\lambda$	$\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$	193	
Capacité thermique	Cp	$\text{J.g}^{-1}.\text{K}^{-1}$	0,88	
Résistance à la traction	Rm	MPa	483,5	425
Limite d'élasticité	Rp (0,2)	MPa	422,4	279
Elongation	A	%	10,52	23

## 2.2. Le laser de texturation

Les essais de texturation de surface ont été réalisés au sein de l'entreprise QUANTEL<sup>1</sup> spécialisée dans la fabrication des lasers techniques ciblant à la fois les domaines médicaux, militaires ainsi que d'autres domaines scientifiques universitaires et industriels.

Pour mener à bien ces essais, un laser de type Ylia M20 a été utilisé (figure 2.1). Il s'agit d'un laser à fibre émettant un rayonnement à la longueur d'onde de 1,064  $\mu\text{m}$  avec une durée d'impulsion de 120 ns, une répartition gaussienne de l'énergie. Le laser délivre une puissance moyenne allant de 10 à 20 W. La fréquence quant à elle peut passer de 20 kHz à 80 kHz et une distance focale de 137mm de la surface du substrat.



**Figure 2.1.** Illustration d'un laser Ylia M20

Le laser est combiné à un scanner permettant un déplacement variable de 60 à 260 mm/s déplacement pas très rapide (suivant des sources de l'entreprise Quantel). Le scanner permet la création d'une matrice de points sous forme de quadrillage défini par la résolution et qui correspond à l'espacement entre deux trous texturés. La figure 2.2 présente différentes grilles de texturation correspondant à des résolutions de 3, 5 et 8 pas /mm. Les trous sont définis par un nombre d'impacts du laser en un même point. Le nombre de tirs par trou ainsi que

<sup>1</sup> Quantel: [www.quantel.fr](http://www.quantel.fr)- Quantel R&D Lannion, Bat D, 4. Rue De Broglie. 22300. Lannion.

l'énergie du faisceau ont été calculés en utilisant les équations (1) et (2). Pour l'ensemble des traitements, le point de focalisation du laser a été positionné à la surface des échantillons pour une meilleure définition du faisceau.

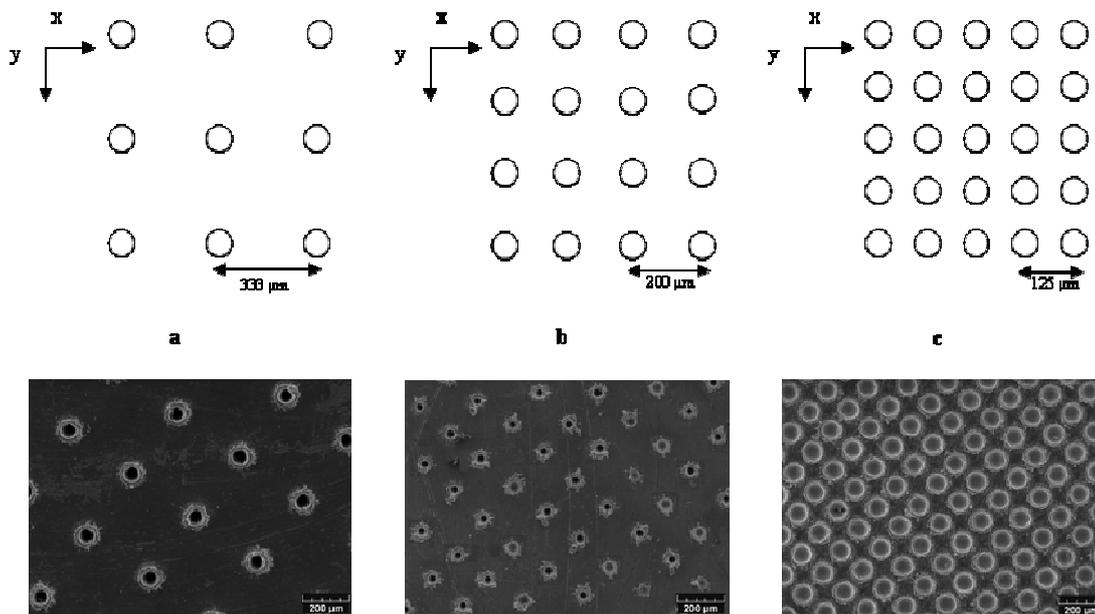
$$\text{Nombre de tirs /trou} = \frac{1000 \times F}{R \times V} \quad (\text{eq. 1})$$

$$E = \frac{P_{\text{moy}}}{F} \quad (\text{eq. 2})$$

$$P_{\text{crete}} = \frac{E}{\tau} \quad (\text{eq. 3})$$

Avec :

- F Fréquence de tirs (kHz) ;
- R La résolution (pas/mm) ;
- V Vitesse de déplacement du laser (mm/s) ;
- $P_{\text{moy}}$  Puissance moyenne du laser (W) ;
- T Durée de l'impulsion (ms) ;
- E Energie de tir (mJ).



**Figure 2.2.** Illustration de différents recouvrements d'impacts suivant la résolution :  
(a) résolution = 3, (b) résolution = 5 et (c) résolution = 8

### 3. Elaboration des dépôts par projection plasma atmosphérique

Pour une première étude d'identification des principaux paramètres influents du traitement par texturation de surface par laser sur l'adhérence des dépôts, une poudre standard a tout d'abord été retenue [3, 4] pour la projection.

### 3.1. Le matériau projeté

La poudre choisie dans cette étude est une poudre à base de nickel-aluminium (Ni-Al) connue sous le nom commercial d'AMDRY 956 (commercialisée par Sulzer – Metco). L'AMDRY 956 est agglomérée à base de nickel et alliée à de l'aluminium. Les pourcentages massiques respectifs sont de l'ordre de 95% et 5% avec une granulométrie de particules variant de 45  $\mu\text{m}$  à 90  $\mu\text{m}$ . La figure 2.3 présente la morphologie homogène de la poudre Ni-Al [4].

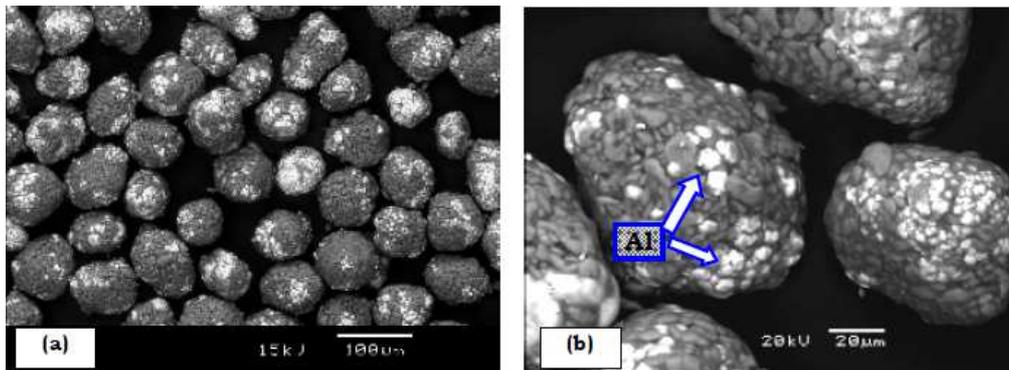


Figure 2.3. Morphologie de la poudre commerciale Ni-Al (95-5) [4]

### 3.2. Le procédé de projection

Tous les essais ont été réalisés par projection plasma atmosphérique (APS) à l'aide d'une torche Sulzer-Metco de type F4 montée sur un bras de robot. La poudre est injectée perpendiculairement à l'axe du jet de plasma.

La robotisation du procédé permet la reproductibilité de la trajectoire ainsi que celle de la vitesse de projection. Le déplacement du robot est parallèle à la surface suivant deux axes, un déplacement à l'horizontale et l'autre à la verticale (figure 2.4). 21 cycles de passage, ont été nécessaires pour l'élaboration des revêtements aux épaisseurs requises.

Des refroidisseurs à jet d'air comprimé délivrant 6 bars de pression, ont été placés de chaque côté de la torche ainsi que derrière le porte-substrats afin de limiter l'échauffement des substrats en cours de projection (figure 2.5).

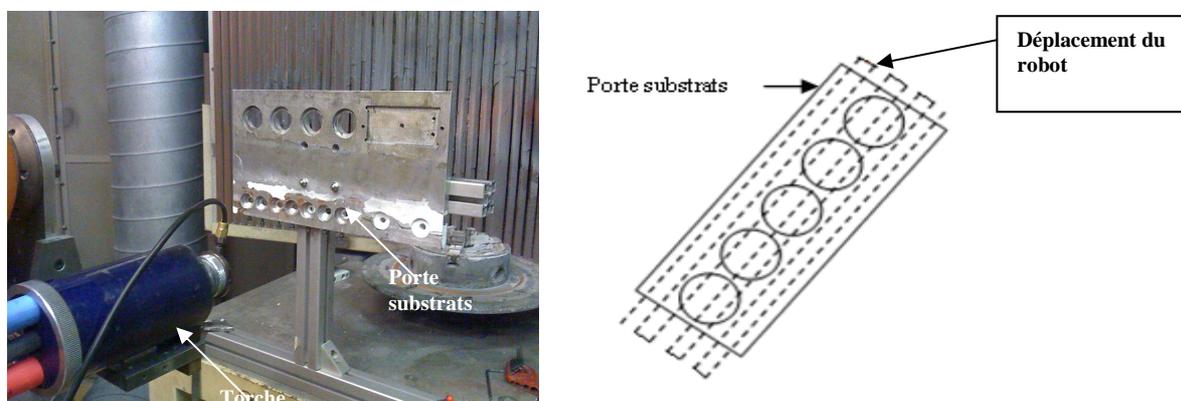
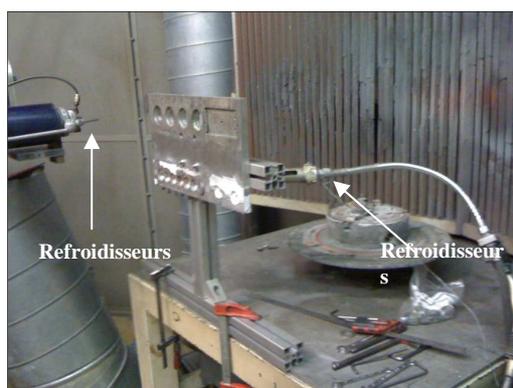


Figure 2.4. Montage et schéma représentant la trajectoire de la torche



*Figure 2.5.* Montage du procédé APS

Le récapitulatif des paramètres standards d'élaboration des dépôts est présenté dans le tableau 2.3.

*Tableau 2.3.* Paramètres utilisés lors de la projection de poudre

<b>Paramètres plasma</b>	
Courant d'arc	600 A
Débit d'argon	50 l/mn
Débit d'hydrogène	8 l/mn
<b>Paramètres de projection</b>	
Type de torche	F4
Pas de projection	6 mm
Distance de projection	120 mm
<b>Paramètres d'injection de la poudre</b>	
Type de poudre	AMDRY 956
Débit de poudre	27 g/mn
Angle de projection	75°
Distance d'injection	6 mm
Diamètre de l'injecteur	1,8 mm
Débit de gaz porteur	3,3 l/mn

## 4. Caractérisation des matériaux

La caractérisation des dépôts, des substrats ainsi que de l'interface substrat/dépôt est très importante afin d'évaluer les propriétés des matériaux nouvellement élaborés. Elle se décline à plusieurs niveaux: tant d'un point de vue morphologique par observations microscopiques et analyses profilométriques que mécanique avec des mesures d'adhérence et de fatigue.

### 4.1. Caractérisation morphologique des substrats

Cette première phase de caractérisation permet de rendre compte de la morphologie de la surface engendrée par la texturation laser. Pour cela, différentes techniques ont été utilisées.

### 4.1.1. Analyses par microscopie

Deux types d'observations microscopiques ont été utilisés lors de cette étude. Une première observation grossière de la surface ainsi que de l'interface substrat/dépôt est effectuée à l'aide d'un microscope optique. Ensuite une étude plus fine est réalisée à l'aide du microscope électronique à balayage.

#### 4.1.1.1. Observation au microscope optique

Le microscope optique Olympus utilisé lors de cette recherche est couplé à une caméra Sony permettant la capture d'images qui sont exploitées ensuite à l'aide d'un logiciel d'analyse d'image LEICA IM100.

L'avantage de la microscopie optique, outre sa grande facilité d'utilisation, est de permettre l'observation de grandes surfaces et de collecter ainsi une information globale sur l'aspect de la surface. Mais compte tenu de sa faible résolution, il n'est pas possible de l'utiliser pour une observation fine d'objets; la microscopie électronique à balayage est alors mieux adaptée.

#### 4.1.1.2. Observation au Microscope électronique à balayage (MEB)

La morphologie des surfaces texturées a été étudiée par microscopie électronique à balayage (MEB). Cette étude a été réalisée par un microscope de type JEOL JSM-5800LV, équipé d'une sonde de microanalyse et d'imagerie X permettant l'analyse de la composition chimique. La résolution du MEB permet d'atteindre des grossissements atteignant les x30 000 mais lors de cette étude, des grossissements de x100, x300 et x800 se sont avérés suffisants.

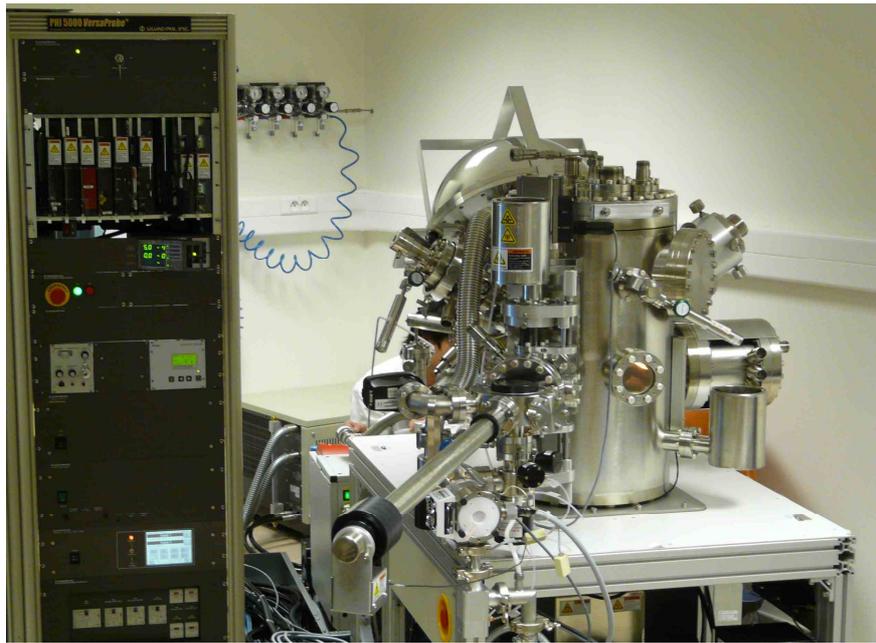
L'analyse élémentaire des matériaux (analyse chimique) a, de plus, pu être effectuée à l'aide d'un spectromètre à dispersion d'énergie des photons X (EDS) «Energy Dispersive Spectroscopy» couplé au MEB, et aussi par XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy).

##### 4.1.1.2. 1. Analyse chimique par Spectroscopie de Photoélectron X (XPS)

Les analyses sont réalisées avec un spectromètre de photoémission PHI Versaprobe 5000 (figure 2.6). Cet appareil est équipé d'une source de rayons X monochromatée (raie  $K\alpha$  de l'aluminium), d'une source de rayons X à double anode (raie  $K\alpha$  de l'aluminium et du magnésium), d'un système de neutralisation de charge pour les échantillons isolants électriques et d'un analyseur d'électrons hémisphérique. Les essais ont été effectués en collaboration avec l'Institut Carnot de Bourgogne (ICB) à Dijon<sup>2</sup>

---

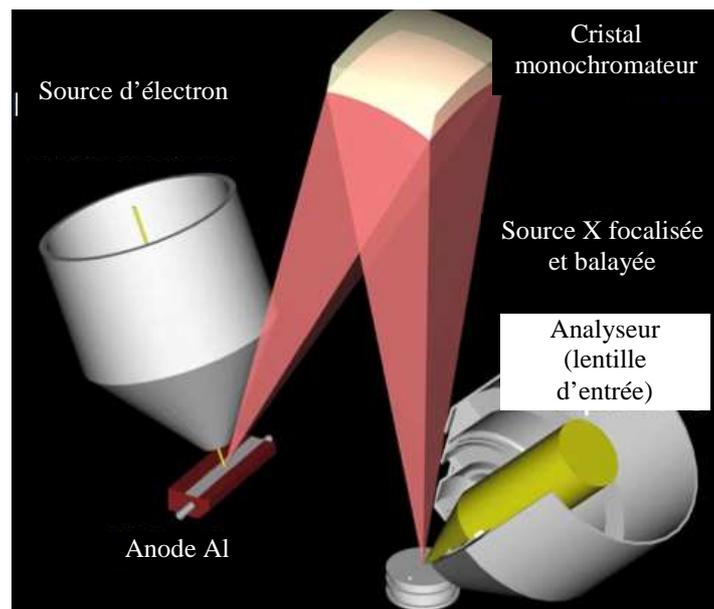
<sup>2</sup> Institut Carnot de Bourgogne, Université de Dijon, Département IRM, centre de spectrométrie des surfaces et des interfaces, Faculté des Sciences Mirande, 9 avenue Alain Savary, B.P. 47870, 21078 Dijon Cedex.



*Figure 2.6.* Système d'analyse PHI Versaprobe

Pour certaines applications, l'ensemble dispose également d'une source d'électrons (analyse Auger pure avec une résolution latérale d'environ 200 nanomètres), d'une source d'ions basse énergie (profilométrie XPS ou Auger) et d'un système de refroidissement de l'échantillon, de la chambre d'introduction jusqu'à la chambre d'analyse.

L'avantage de cet appareil réside principalement dans le fait que la source de rayons X est focalisée sur l'échantillon (figure 2.7) avec un diamètre de spot qui peut varier entre 10 micromètres et un millimètre. Il est donc possible de réaliser des analyses locales et même des images XPS d'environnement chimique.



*Figure 2.7.* Source de rayons X pour l'appareil PHI Versaprobe

La source de rayons X monochromatée génère la raie  $K\alpha$  de l'aluminium ( $E_0 = 1486,7$  eV). Les mesures sont faites avec une puissance de tube X de 50 W pour un spot dont le diamètre est de 200  $\mu\text{m}$ . L'information est recueillie et donc moyennée sur l'ensemble de cette surface. En ce qui concerne le spectromètre, les photoélectrons sont collectés avec un angle d'émergence de  $45^\circ$ . Les réglages sont différents pour les spectres et pour les fenêtres. Les conditions sont repérées par la mesure de la largeur à mi-hauteur (FWHM ou full width at half maximum) du niveau  $3d^{5/2}$  de l'argent (acquisitions faites sur un standard d'argent pur).

- spectres : FWHM = 2,3 eV.
- fenêtres : FWHM = 0,8 eV.

Les profils sont réalisés avec des ions de 3 keV. Dans ces conditions, sur un film de  $\text{SiO}_2$  déposé sur silicium, la vitesse de pulvérisation est de l'ordre de 10 nm/min. L'exploitation est faite à l'aide du Logiciel Multipak. Pour la quantification, la méthode des facteurs de sensibilité relative est utilisée, la mesure des aires sous les pics étant faite à partir des fenêtres, après soustraction du fond continu par la méthode de Shirley.

#### 4.1.2. Analyse par profilométrie

La topographie de la surface a été mesurée par analyse profilométrique 3D à l'aide d'un profilomètre Altisurf 500-ALTIMET. Le logiciel Altisurf 500 permet la reconstruction en 3D de la surface alors que le logiciel Altimet permet le calcul de la rugosité de surface. Dans le cadre de cette étude, le mode optique a été retenu. Ce mode permet le balayage de la surface sans contact afin d'éviter son endommagement. Le profilomètre est muni d'un capteur de distance qui mesure l'altitude Z allant jusqu'à 300  $\mu\text{m}$ .

Parmi les paramètres mesurés par le profilomètre, on s'intéressera plus particulièrement à la rugosité arithmétique de surface, la profondeur des trous et aussi le volume des bourrelets (figure 2.8). Il peut être observé à partir de la figure 2.8 que la forme des bourrelets peut être asymétrique du fait des éjections de matières qui ne remontent pas en totalité à la surface, ou à une dissymétrie de l'irradiation laser.

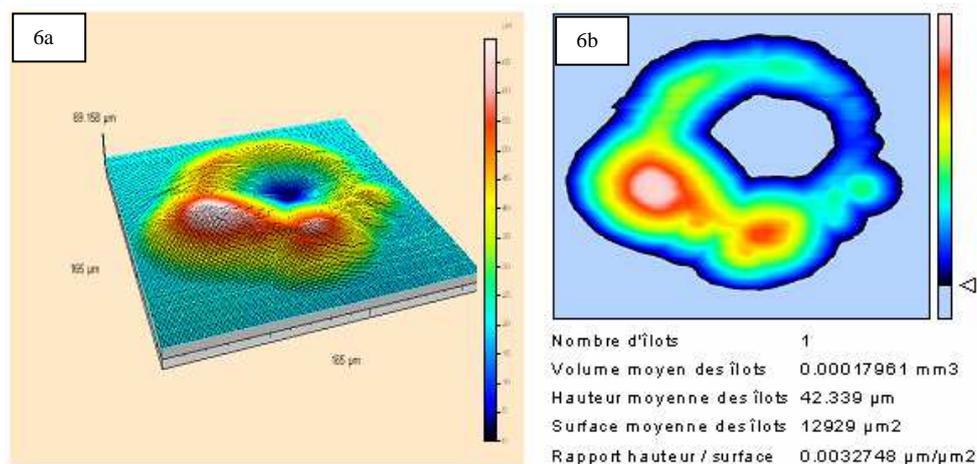


Figure 2.8. Mesure du volume d'un bourrelet par profilométrie

## 4.2. Caractérisations mécaniques des matériaux

Afin de comprendre les différents phénomènes influant l'accroche du revêtement sur le substrat après texturation de surface, différents niveaux de caractérisation ont été employés. Une première analyse concerne l'évaluation de la dureté de la surface après traitement laser. Dans un second temps, une évaluation de la tenue interfaciale a été mise en œuvre. Elle se traduit par des sollicitations différentes: la traction adhérence sollicite l'ensemble de la surface alors que l'indentation interfaciale procède à une sollicitation localisée à l'interface.

### 4.2.1. Evaluation de la dureté du matériau

L'essai a été réalisé à l'aide d'un micro duromètre de type MINILOAD-2 de marque LEITZ. Le principe de cet essai est la réalisation d'une empreinte de type Vickers HV sur le substrat texturé en utilisant une charge de 300 g (les essais ont été réalisés avec différentes charges, mais la charge de 300 g a été la plus adéquate pour ce type de traitements durant 15s) [5, 6]. Lors de cette étude, le test était dirigé suivant deux directions. Une première direction allant de l'interface texturée vers la profondeur du substrat, la deuxième direction démarrant d'une extrémité d'un trou vers l'extrémité non texturée du substrat comme le montre la figure 2.9.

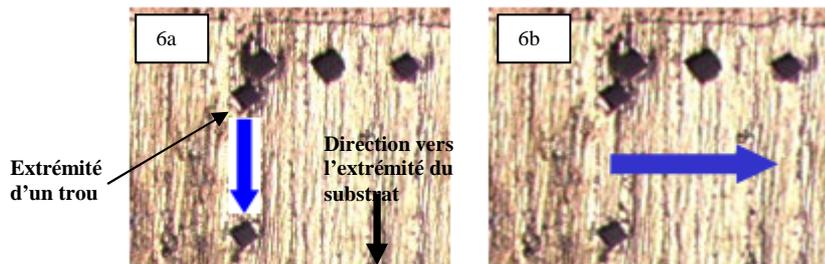


Figure 2.9. Schéma de déplacement de l'indenteur lors du test de microdureté pour un matériau en coupe

### 4.2.2. Evaluation de l'adhérence des revêtements

L'adhérence entre deux interfaces se définit par la résistance à la rupture [7]. Il existe un grand nombre de procédés permettant la caractérisation de l'adhérence du dépôt sur son substrat. Elles sont décrites par plusieurs documents de synthèse [8-10].

Dans le cadre de cette étude, deux tests ont été employés. Il s'agit dans un premier temps de l'essai de traction normalisé (ASTM C633-79) qui donne une vision globale de l'adhérence des revêtements élaborés par projection thermique. D'un point de vue plus local et pour une compréhension plus fine de l'interface, l'essai d'indentation interfaciale a également été retenu.

#### 4.2.2.1. Le test de traction adhérence

Le test de traction adhérence est l'un des tests les plus utilisés dans le domaine de la projection thermique. Il fait l'objet d'une norme standard connue sous la référence ASTM C633-79 [11].

Pour la réalisation de ce test, des éprouvettes cylindriques sont réalisées avec revêtement sur une face. Les deux cotés de l'échantillon sont alors encollés de part et d'autre à des éprouvettes (diamètre 25 mm, longueur  $\approx$  50 mm) à l'aide d'une colle époxy. L'ensemble est cuit à 190° durant 2h dans un four pour permettre à la colle de polymériser (figure 2.10a).

Le montage est ensuite fixé sur une machine de traction (figure 2.10b). Un effort de traction vertical est alors exercé à une vitesse de 1,26 mm/s (suivant la norme ASTM C633-79) jusqu'à rupture de l'ensemble. La valeur de résistance à la traction est alors obtenue en divisant la force d'arrachement mesurée par l'aire de la surface projetée (équation (3)). Les valeurs de l'adhérence obtenues résultent de la moyenne de 4 mesures.

$$A = \frac{F}{S} \quad (\text{eq. 3})$$

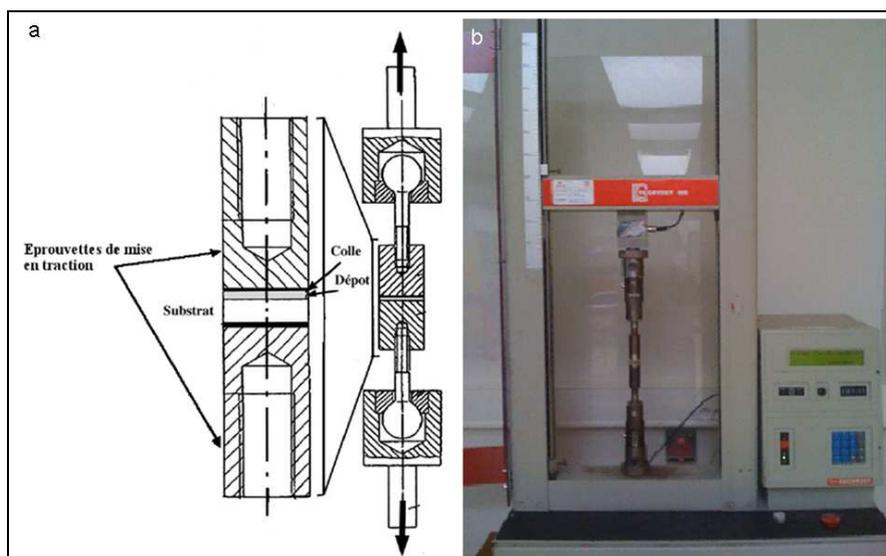
Où

- A Représente la contrainte à la rupture (MPa),
- F La force nécessaire à l'arrachement (N),
- S La surface du substrat (mm<sup>2</sup>).

Selon les cas, la rupture peut apparaître :

- à l'interface dépôt – substrat,
- dans l'épaisseur du dépôt,
- à l'interface colle - dépôt ou colle - substrat.

Pour pouvoir être prises en compte et être révélatrices du comportement de l'interface, seules les valeurs issues de rupture s'étant produites à l'interface dépôt/substrat seront considérées. Dans les autres cas, cela peut seulement signifier que l'interface a une valeur de résistance plus élevée que celle de la cohésion du dépôt ou de celle de la colle (75 MPa).



**Figure 2.10.** Schéma du montage de traction : (a) technique de collage du couple dépôt/substrat sur les éprouvettes [10], (b) montage sur machine de l'ensemble.

Ce test présente donc une valeur moyenne sur toute la surface revêtue. Il est donc tout à fait pertinent pour évaluer le potentiel d'application industrielle d'un procédé mais n'est pas assez fin pour mettre en évidence ce qui se passe réellement à l'interface.

Un deuxième test complémentaire à la traction adhérence est alors nécessaire pour une observation plus localisée.

#### 4.2.2.2. Détermination de la ténacité par indentation interfaciale

La base de cet essai est la création d'indentations (à l'aide d'un indenteur Vickers) à l'interface substrat/dépôt [12]. Mise au point par Choulier [13], cette méthode est particulièrement bien adaptée aux dépôts élaborés par projection thermique.

Compte tenu du principe même du test, l'interface substrat/dépôt nécessite préalablement une préparation (coupe, polissage) afin de définir une surface nette (figure 2.11). Une charge  $P$ , est alors appliquée à l'interface afin de permettre à la pointe de l'indenteur de pénétrer à l'interface et d'engendrer une fissuration. La méthode permet d'évaluer la propagation des fissures à l'interface substrat/dépôt.

A partir d'une analyse basée sur la mécanique de la rupture, D. Choulier [14] a établi une équation (4) définissant la ténacité interfaciale « $K_{IC}$ », en fonction de la longueur de la fissure créée, de la charge appliquée et de la géométrie de l'indenteur utilisé (dans notre cas une pointe pyramidale de type Vickers a été utilisée).

$$K_{IC} = \frac{1}{\pi^2 \times \tan \psi} \times \frac{P}{a^2} \quad (\text{eq. 4})$$

Avec :

- $P$  La charge appliquée,
- $a$  La longueur de la fissure,
- $\psi$  Le demi angle au sommet de l'indenteur ( $\psi = 68^\circ$ ).

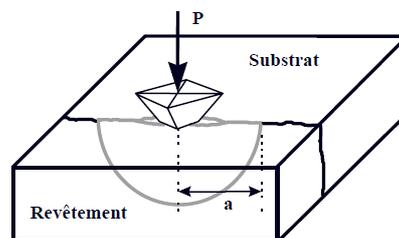


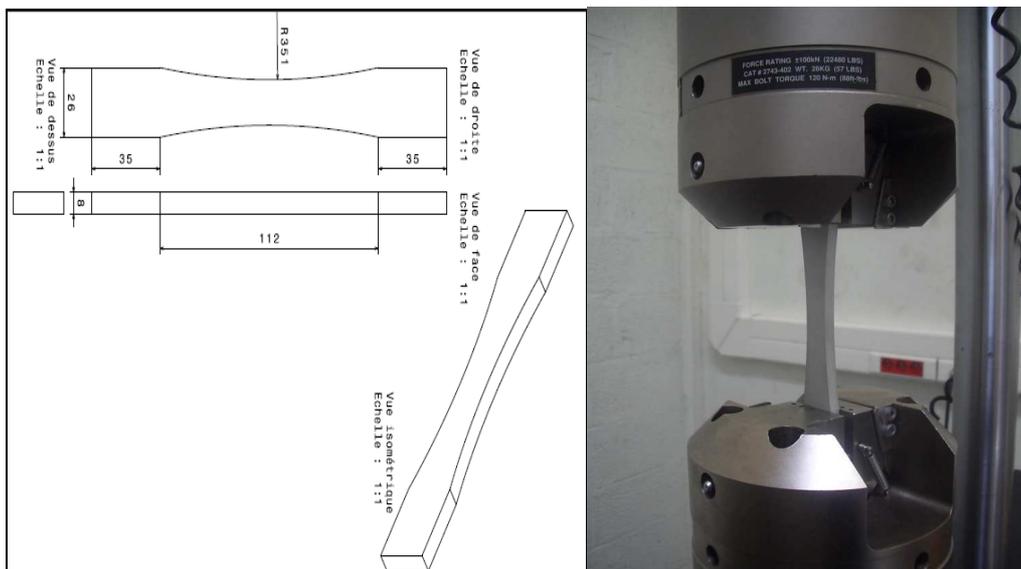
Figure 2.11. Schéma du principe du test d'indentation interfaciale

Mais ces deux procédés d'évaluation de l'adhérence du dépôt au substrat ne mettent pas en évidence ce qui se passe à l'interface et/ou en profondeur du substrat après texturation laser, ni même dans le temps. Pour cela un test de fatigue est apparu alors intéressant afin d'observer l'effet de la texturation laser sur la résistance à la rupture du substrat et le type de rupture qui peut apparaître. Cette étude reste préliminaire mais permet néanmoins de poser d'ores et déjà quelques questions.

#### 4.2.4. Evaluation de la tenue en fatigue

Si des forts chocs induits par les impulsions laser sur la surface des matériaux métalliques peuvent engendrer une amélioration des propriétés mécaniques des matériaux [15, 16] et des effets assimilables à du grenailage, la texturation réalisée ici en créant des cavités importantes peut potentiellement être néfaste pour certaines propriétés mécaniques du substrat.

Les essais de fatigue ont été effectués sur une machine de type INSTRON 8516 (figure 2.12) en collaboration avec le laboratoire mécanique de Lille<sup>3</sup>, l'acquisition des données a été effectuée à partir du logiciel MAX v6.7. Les éprouvettes de fatigue ont été usinées dans des plaques aluminium 2017 de 8 mm d'épaisseur conformément à la norme ASTM 466-07 (figure 2.12). Cette géométrie particulière ne permet pas un calcul aisé des contraintes à l'intérieur de l'éprouvette (du fait de la non symétrie de l'éprouvette) et limite donc l'exploitation des courbes obtenues mais elle correspond à la forme généralement utilisée pour tester des éprouvettes revêtues et devait donc permettre une comparaison avec des données existantes au laboratoire de Lille.



**Figure 2.12.** Dispositif expérimental (a) croquis des éprouvettes de fatigue [17], (b) représentation du montage d'une éprouvette sur machine

La courbe de Wöhler, appelée courbe S-N (Stress vs Number of cycles), permet d'apprécier la tenue en fatigue d'une pièce (éprouvette). Elle définit une relation entre la contrainte appliquée  $\sigma$  ou la charge appliquée et le nombre de cycles à la rupture  $N_f$ .  $N$  est défini comme étant le nombre de cycles et  $N_f$  le nombre de cycles à la rupture. Les paramètres de contraintes maximales à appliquer sont obtenus à partir de la courbe de traction monotone [18, 21].

Pour une contrainte donnée, la pièce subit une série de cycles de sollicitations. Le nombre de cycle requis pour entraîner la rupture de l'éprouvette  $N_f$  est alors mesuré ( $N=N_f$ ) ainsi que la valeur de la limite d'endurance  $\sigma_D$ . L'essai est répété plusieurs fois, à différentes amplitudes

<sup>3</sup> Laboratoire de Lille, USTL, Boulevard Paul Langevin, Cité scientifique Villeneuve d'Ascq 59655, France

de contraintes  $\sigma$  ce qui permet de tracer en échelle semi-logarithmique une courbe  $\sigma = f(N)$  comme le présente la figure 2.13.

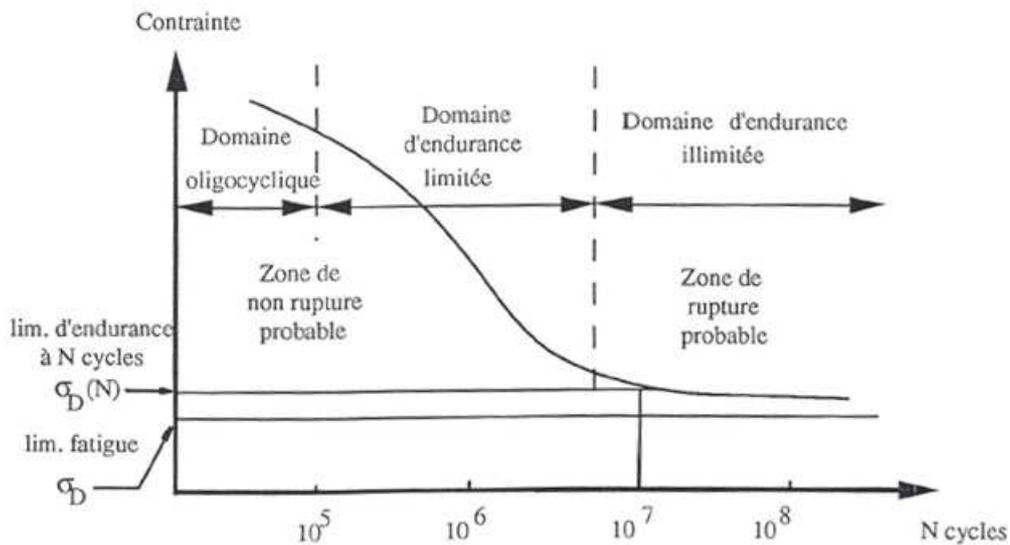


Figure 2.13. Diagramme d'endurance [22]

Trois zones sont bien définies sur cette courbe :

- une zone de fatigue oligocyclique, sous forte contrainte, où la rupture survient après un très petit nombre d'alternances,
- une zone de fatigue ou d'endurance limitée, où la rupture est atteinte après un nombre de cycles qui croît quand la contrainte décroît,
- une zone d'endurance illimitée ou zone de sécurité, sous faible contrainte, pour laquelle la rupture ne se produit pas avant un nombre donné de cycles supérieur à la durée de vie envisagée pour la pièce.

Deux essais de traction monotone par série (texturée, sablée et brute) ont été effectués à une vitesse de déformation de 0,2 mm/s afin de connaître le niveau de charge optimal à adopter pour les essais en fatigue. Lors de cette étude, la sollicitation employée est de type ondulé sinusoïdal avec un rapport de charge  $R = 0,1$ , et sous une fréquence de 10 Hz. Il faut également noter que les paramètres de texturation testés ont été choisis suivant le niveau d'adhérence le plus élevé (voir chapitre 3).

La limite d'élasticité est déterminée à l'aide d'une courbe de traction monotone (figure 2.14), qui présente l'évolution de la charge en fonction du déplacement. Dans le cas de cette étude, la contrainte appliquée n'a donc pas pu être calculée du fait de la forme très spécifique des éprouvettes. Cette limite définit le premier changement des propriétés du matériau. Ainsi,  $\sigma_e$  qui présente la charge à laquelle le changement est effectué détermine le seuil maximal de charge avec lequel les essais de fatigues sont réalisés. Les valeurs de charge en fatigue sont alors choisies en dessous de ce seuil et réparties en fonction du nombre d'échantillons à tester. Les charges minimales quant à elles sont définies à partir du rapport de charge  $R$ .

Dans le cadre de cette étude, seulement 6 essais par série ont été réalisés à ce jour.

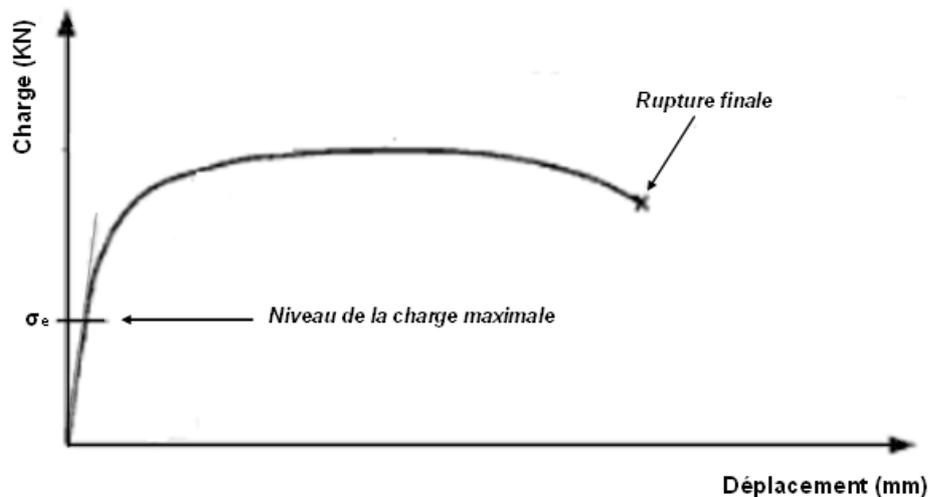


Figure 2.14. Représentation de la courbe de traction monotone

Les différents niveaux d'observation de la surface du substrat texturé et de la caractérisation de l'adhérence du dépôt sont des points très importants pour cette étude, mais il ne faut pas négliger l'effet thermique induit par le laser sur le substrat. Afin de bien contrôler l'interaction laser matière, une modélisation de l'effet thermique induit par le faisceau laser sur le substrat d'aluminium a donc été menée.

## 5. Modélisation thermique de l'interaction laser/matière

Afin de comprendre l'interaction et plus particulièrement l'influence thermique «séquence de chauffage et de refroidissement» induite par l'interaction laser/matière, il nous a semblé intéressant de réaliser une modélisation du procédé de texturation laser. Dans cette partie de l'étude, une modélisation des phénomènes thermiques liés aux différents paramètres utilisés dans la modélisation expérimentale «plan d'expérience» sera réalisée.

Cependant, de nombreux phénomènes interviennent lors du traitement par laser de la surface et différents couplages thermique/mécanique se produisent. Une modélisation complète des phénomènes incluant l'évolution de l'interaction laser matière (état solide, liquide, plasma), l'échauffement, les transformations de phase au sein du substrat, la pression de recul, les déformations de la matière... nécessiteraient un travail de thèse à part entière. Dans le cadre de cette étude, une simulation très simplifiée a été choisie afin d'estimer un ordre de grandeur des températures atteintes dans le substrat et de pouvoir en déduire un volume approximatif de bain liquide. Cette modélisation devra également pouvoir étayer la discussion en termes de volume de trous formés et de phénomènes physico-chimiques engendrés.

Une modélisation par la méthode des éléments Finis «FEM : Finite Element Method» a été utilisée. Cette méthode permet de travailler en découpant le problème (maillage) en sous ensembles liés entre eux par des nœuds. Dans ce qui suit, le logiciel ABAQUS [Abaqus Software, 2006] a été utilisé pour modéliser l'interaction du faisceau laser sur la surface de l'aluminium [23].

Afin de calculer le champ de température dans le substrat lors de l'impact laser, il faut résoudre le problème du champ thermique [24,25]. Ceci nécessite également la définition

d'hypothèses au niveau du substrat, l'environnement et la zone d'interaction laser/matière [26, 27].

La majorité des modèles numériques attribue une distribution gaussienne au faisceau laser. L'impact de ce type de distribution a été étudié par Olsen et al [28]. Dans le cas présent, la distribution gaussienne du laser a également été prise en compte.

Les évolutions de la conductivité thermique, de la masse volumique et de la chaleur spécifique en fonction de la température ainsi que les hypothèses du calcul thermique doivent être fixées avant le début de chaque modélisation.

## 5.1. Hypothèses de calcul

### 5.1.1. Phénomènes induits lors de l'interaction faisceau laser-matière

L'interaction laser matière reste un des phénomènes très importants à étudier. L'effet le plus important lors de l'interaction laser-matière est l'absorption de l'énergie qui dépend de différents facteurs tels que:

- la durée d'impulsion,
- la diffusivité thermique du matériau,
- les phénomènes de fusion,
- les phénomènes d'évaporation,
- la pression de recul (qui agit comme un piston sur le matériau fondu),
- les éjections de matière (vapeur, gouttelettes),
- l'écoulement hydrodynamique.

Pour une bonne compréhension du phénomène et la résolution du modèle, tous les facteurs doivent être fixés, étudiés ou limités.

### 5.1.2. Résolution de l'équation de chaleur

Le code de calcul doit résoudre l'équation de diffusion de la chaleur à chaque incrément de calcul. L'équation de la chaleur est la suivante :

$$\rho(T).C_p(T).\left[\frac{\partial T}{\partial t}\right] = \underline{\nabla}.\left[\lambda(T).\underline{\nabla}(T)\right] \quad (eq. 6)$$

$$h.S.\left[\frac{\partial T}{\partial t}\right] = 0 \quad (eq. 7)$$

Avec :

Cp	Chaleur spécifique (J/kg °C),
$\rho$	Densité (kg/m <sup>3</sup> ),
$\lambda$	Conductivité thermique (W/m K),
h	Coefficient de convection (W/m <sup>2</sup> K),
S	Surface d'échange (m <sup>2</sup> ).

### 5.1.3. Caractérisation de la forme du flux

La forme du flux laser a été caractérisée au sein de l'entreprise Quantel avec un banc de mesure de M<sup>2</sup> Ophir Spiricon (figure 2.15). Il s'agit d'un profil de type gaussien et les formules de propagation à utiliser, sont donc:

$$W(z) = W_0 \times \sqrt{\left(1 + \left(\frac{z}{Z_r}\right)^2\right)} \quad (\text{eq. 8})$$

$$Z_r = \frac{\pi \cdot W_0^2 \cdot M^2}{\lambda} \quad (\text{eq. 9})$$

Avec:

$W(z)$  Les rayons,

$W_0$  Waist du faisceau (C'est le lieu où la taille du faisceau gaussien est minimale),

$M$  Le facteur par lequel est multiplié l'angle de divergence du faisceau pour un rayon donné,

$Z_r$  Distance de Rayleigh.

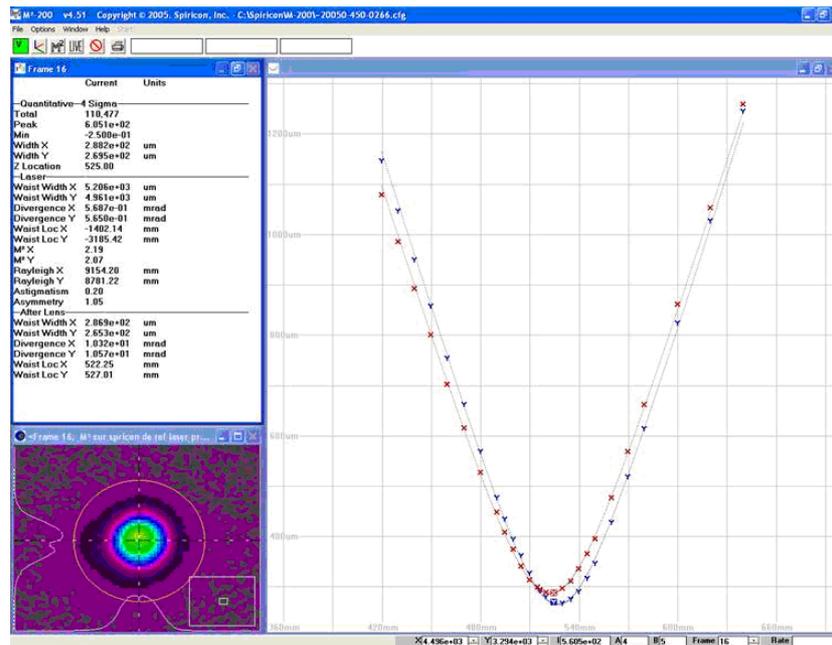


Figure 2.15. Profil gaussien en creux du laser Ylia M20

L'amélioration de l'adhérence des dépôts sur les substrats, l'effet thermique induit par le faisceau laser, ainsi que la tenue en fatigue sont les conséquences les plus importantes à prendre en considération dans cette étude. L'état de surface initiale peut jouer un rôle très important aussi, mais dans le cadre de cette étude tous les traitements ont été réalisés sur des substrats bruts d'usinage.

Il ne faut pas oublier aussi l'effet du traitement laser sur l'environnement par rapport aux techniques conventionnelles.

## 6. L'analyse du Cycle de Vie (ACV) des différents procédés de préparation de surface

Dans les années 90, une prise en considération de l'ensemble des étapes de fabrication des produits, leur utilisation, leur fin de vie dans les différents secteurs d'activité est apparue. Celle-ci a permis de mettre en place une approche prenant en compte l'ensemble des étapes du cycle de vie des produits, et d'établir les premiers écobilans. Avec le développement de ces idées, des normes internationales ont été fixées (Normes ISO 14044). Ces normes ont permis, à partir de bases méthodologiques et déontologiques, de remplacer l'écobilan par le terme d'Analyse de cycle de vie (ACV).

A la fin des années 90, l'application et la pratique de l'ACV sont devenues beaucoup plus fiables que les écobilans. Le développement de la pratique a contribué à rendre l'outil de l'ACV l'instrument le plus connu et le plus performant [29,31]. L'outil est utilisé pour des démarches de développement durable [31,32] et la limitation des impacts sur l'environnement et la santé, en favorisant le recyclage des matières premières, en réduisant les coûts de fabrications et minimisant l'approvisionnement.

Comme il a été déclaré au sommet mondial du développement durable 2002, l'ONU [33] souligne, que « la conception environnementale des produits, tant dans leur fabrication que dans leur mode de consommation, doit être un des axes prioritaires pour la protection de l'environnement ».

### 6.1. A quoi sert une ACV?

L'ACV estime les impacts d'un procédé depuis l'extraction des matières premières qui le constituent jusqu'à leur élimination en fin de vie comme le montre la figure 2.16. Cette estimation prend en compte les cycles de production, distribution et utilisation, sous entendu « du berceau à la tombe » [34]. L'inventaire de chaque étape du cycle de vie est une phase très importante pour l'évaluation des impacts environnementaux.



Figure 2.16. Cycle de vie développé pour l'industrie de l'automobile [35]

Les différents impacts les plus fréquents lors des calculs sont, l'effet de serre, l'acidification, l'épuisement des ressources naturelles, la quantité d'énergie consommée, la quantité de déchets fournis, l'écotoxicité, la consommation en eau (figure 2.17) ... Les

valeurs calculées peuvent ne pas correspondre à leur interaction réelle sur l'environnement, pour cause de non prise en compte lors des calculs de l'impact du milieu local, de l'effet de synergie entre les composants du cycle.

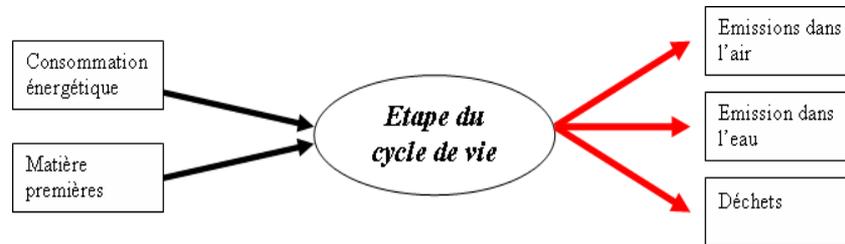


Figure 2.17. Les différents impacts d'un cycle de vie [29]

Les résultats d'une ACV peuvent alors être exprimés sous différentes formes:

- en kg d'équivalents CO<sub>2</sub> pour l'effet de serre,
- en kWh de gaz,
- en tonne d'acier consommé par produit.

## 6.2. Eco indicateurs et outils de calcul

Il existe des bases de données permettant le calcul de l'impact environnemental des matières premières courantes tels que l'énergie, les transports, les métaux, les gaz. Ces bases de données sont accessibles au public. Elles sont réactualisées et mises à jour par des fédérations professionnelles. Les méthodes les plus utilisées et qui permettent l'obtention d'un score unique sont [36]:

- l'eco point: le calcul est réalisé à partir de l'équation (10). L'inconvénient de cette méthode est qu'il est difficile de déterminer le flux critique pour un grand nombre de substances.

$$I = \sum_i (m_i * EP) \quad (\text{eq. 10})$$

Avec:

$$EP = \frac{c}{F_{ci}} \times \frac{F_i}{F_{ci}} \quad (\text{eq. 11})$$

Et:

$F_{ci}$  Flux critique de la substance i dans un pays (tonne/an),

$F_i$  Flux effectif de la substance i dans un pays (tonne/an),

$c$  Coefficient 10<sup>12</sup> (point/an),

$m_i$  Emission de substance i (tonnes).

- L'ecoinvent 2000 ([www.ecoinvent.ch](http://www.ecoinvent.ch)): c'est une base de données suisse, regroupant plus de 2500 procédés. Les données sont mises à jour régulièrement à travers la base de données BUWAL et ETH-ESU 96;

- l'EIME : base de données des produits électriques et électroniques;
- la LCA food: base de données des produits agroalimentaires;
- l'eco indicateur 99: c'est une base de données développée aux Pays-Bas, regroupant les dommages liés aux ressources, à la santé humaine et à l'écosystème. C'est une des bases de données les plus utilisées dans les études des ACV. Depuis 2010 une nouvelle version existe «Récipe Indicator» qui tient compte des dernières connaissances dans ces domaines.

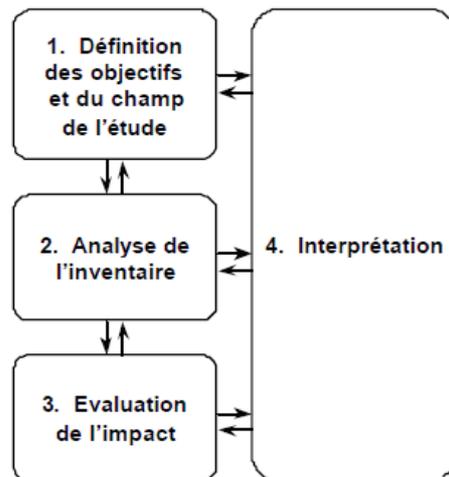
Différents logiciels de calcul pour la construction d'une ACV existent. Ils sont répertoriés sur le site de la commission Européenne sur l'ACV (<http://lct.jrc.ec.europa.eu/>). Parmi eux il existe:

- Simapro([www.pre.nl](http://www.pre.nl)): c'est un logiciel payant, assez simple d'utilisation et le plus utilisé dans le monde du fait de sa base très large, incluant les différentes méthodes d'évaluation des impacts;
- Gabi 4 ([www.gabi-software.com](http://www.gabi-software.com)): ce logiciel est payant et fait partie de ceux utilisés le plus souvent, possédant une très large base de données;
- Bilan Produit: ce logiciel a été développé par L'ADEME (Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie);
- D'autres logiciels existent comme le logiciel Tool for Environmental Analysis and Management TEAM ([https://www.ecobilan.com/fr\\_team.php](https://www.ecobilan.com/fr_team.php)), le logiciel Environmental Improvement Made Easy EIME (<http://www.codde.fr/>) et le logiciel Eco-It ([www.pre.nl](http://www.pre.nl)).

Afin que tous les résultats puissent être comparables, une «*unité fonctionnelle*» (UF) doit être définie. Celle ci permet de quantifier la fonction remplie par le produit étudié. Cette unité fonctionnelle permet la comparaison par exemple de deux procédés différents de fabrication d'un même produit ou encore l'évaluation des impacts environnementaux de 2 procédés de traitement des déchets ayant une situation initiale commune (une tonne de déchets à traiter) et des étapes de traitement différentes [37].

### 6.3. Les étapes d'une ACV

Il est important de bien définir les différentes étapes de l'ACV. Comme précisé dans la norme ISO 14044 [23], ces étapes sont très importantes (figure 2.18), car elles précisent les conditions de réalisation, les différentes hypothèses de l'étude, les facteurs temporels, les technologies, les sources... Tout cela doit être mis à disposition de tous pour éviter des interprétations inappropriées ou des généralisations abusives ultérieures dans l'utilisation des résultats.



*Figure 2.18.* Les étapes de déroulement d'une ACV définies par la norme ISO 14044 [37]

#### 6.4. Application de l'ACV aux procédés industriels

Tous les secteurs industriels ont pris conscience de la nécessité de protéger l'environnement et que l'ACV apporte une vision globale et chiffrée des répercussions d'un produit ou d'une activité sur l'environnement. Cet outil permet l'identification des points forts et des points faibles de chaque procédé (matériels, matériaux) et peut faire agir les industriels concernant le développement durable [38], comme par exemple l'excès de consommation des matières premières, l'impact des aliments sur la santé...

Pour finir, toutes les méthodes et techniques présentées dans cette partie doivent être utilisées en respectant strictement les différentes normes ainsi que les différents paramètres permettant une comparaison avec les techniques conventionnelles.

#### 7. Conclusions

Il a été présenté dans ce chapitre, les diverses techniques utilisées pour la préparation de surface et qui seront exploitées par les chapitres suivants.

Dans un premier temps l'effet du traitement laser sur la morphologie de la surface sera étudié c'est-à-dire:

- Effet sur la géométrie de la surface dans sa globalité;
- Effet sur la morphologie des trous (diamètres, profondeurs);
- Effet sur la morphologie de la quantité de matière autour des trous;
- Effet sur la rugosité de la surface inter-trous.

Dans un deuxième temps, l'adhérence des dépôts réalisés par projection thermique sur les différents substrats d'aluminium texturés sera évaluée. Pour compléter ces observations, l'effet thermique induit sur le substrat par le laser et son impact sur la structure de la surface texturée sera estimé par une phase de modélisation étayée par mesures réalisées à l'aide d'une caméra thermique.

Les caractérisations auront toutes pour but de comparer le procédé de texturation laser avec les techniques conventionnelles. Tout cela sera complété par l'analyse du cycle de vie des différents procédés de préparation de surface.

## Références bibliographiques

- [1] M. Mellali, « Influence de la rugosité et de la température de surface du substrat sur l'adhérence et les contraintes résiduelles au sein de dépôts d'alumine projetés par plasma », Université de Limoges, Thèse, 1994.
- [2] «Alloy finder 3rd edition».ASM Internal, 2001.
- [3] J. Svantesson, J. Wigren, «A study of Ni-5wt. % Al coatings produced from different feedstock powder», J. of Ther Spray Tech, Vol. 1, pp. 65-70, 1992.
- [4] M. Verdier, «Caractérisation et développement du procédé PTOTAL®», Thèse de doctorat, Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, 2001.
- [5] G. Farges, D. Degout, «Effet de la taille d'empreinte en microdureté Vickers, Traitement thermique», Vol. 246, pp. 81-88, 1991.
- [6] G. Farges, D. Degout, «Interpretation of the indentation size effect in Vickers microhardness measurements-absolute hardness of materials», Thin Solid Films, Vol. 181, pp. 365-374, 1989.
- [7] Ph. Démarécaux, «Adhérence et propriétés tribologiques de revêtements obtenus par projection thermique hypersonique: Applicabilité des revêtements de carbures de chrome aux disques de freins», Université des sciences et technologies de Lille, Thèse, 1995.
- [8] D.S. Rickerby, «A review of methods for the measurement of coating-substrate adhesion», Surf Coat Tech, Vol. 36, pp. 541-557, 1988.
- [9] P. Laval, E. Felder, «Caractérisation de l'adhérence des revêtements par indentation normale», Matériaux et Techniques, Vol. 1, pp.93-105, 1993.
- [10] K.L. Mittal, «Adhesion measurement of films and coatings: a commentary», Adh meas of films and coat, pp. 1-13, 1995.
- [11] ASTM C633-79, «Standard test method for adhesion or cohesive strength of flame-sprayed coatings», Annual Book of ASTM Standard, American Society for Testing and Materials, ASTM, 1982.
- [12] J. Lesage, P. Démarécaux, O. P. Bartier, G. Mesmacque. «Détermination de l'adhérence de revêtement par test d'indentation interfaciale». La revue de métallurgie, CIT/Science et génie des matériaux, pp. 1655-1663, 1993.
- [13] D. Choulier, «Contribution à l'étude de l'adhérence de revêtements projetés à la torche plasma: Modélisation et utilisation d'un test d'indentation à l'interface», Université de Technologie de Compiègne, Thèse, 1989.

- [14] D. Choulier, P. Fluzin, C. Coddet, G. Thauvin, «Characterization of the substrate coating interface toughness by the interfacial indentation test- Influence of different parameters on the bond strength», *Plas Tech Symp*, Vol. 2, pp. 293 – 305, 1988.
- [15] Y.K. Zhang, C.L. Hu and L. Cai, «Mechanism of improvement on fatigue life of metal by laser-excited shock waves», *Appl Phys A*, Vol.72, pp. 113–116, 2001.
- [16] C.S. Montross, L. Ye, «Laser shock processing and its effects on microstructure and properties of metal alloys» *J Fatigue*, Vol. 24, pp. 1021–1036, 2002.
- [17] E.S. Puchi-Cabrera , M.H. Staia , M.J. Ortiz-Mancilla , J.G. La Barbera-Sosa , E.A. Ochoa Pérez , C. Villalobos-Gutiérrez , S. Bellayer , M. Traisnel , D. Chicot , J. Lesage, «Fatigue behavior of a SAE 1045 steel coated with Colmonoy 88 alloy deposited by HVOF thermal spray», *Surf Coat Tech*, Vol. 205, pp. 1119–1126, 2010.
- [18] D. Duprat, «Fatigue et mécanique de la rupture des pièces en alliage léger», *technique de l'ingénieur*, BM 5 052, 1997.
- [19] H. P. Lieurade, J. Lu, «Concentration de contraintes», *Technique de l'ingénieur*, BM5040, 1998.
- [20] S. Degallaix, «Caractérisation expérimentale des matériaux: Propriétés physiques, thermiques et mécaniques», *PPUR presses polytechniques*, Vol.1, 2007.
- [21] D. Play, R. Kouta, «Durée de vie d'un système mécanique - Étude de l'impact de sollicitation aléatoire», *Technique de l'ingénieur*, BM5032, 2008.
- [22] V. X. Tran, «Estimation de la durée de vie en fatigue à grand nombre de cycles et en fatigue oligocyclique», *GNU FDL*, 2009.
- [23] P. Schaaf, «Laser nitriding of Metals», *Prog in Mat Scien*, Vol.47, pp.1-161, 2002.
- [24] William M. Steen , Jyotirmoy Mazumder, «Laser Surface Treatment», *Laser Mate Proc*, pp. 295-347, 2010.
- [25] J. Bessrou, M. Bouhafs, R. Khadrani, M. Jemmali, «Modèle thermique instationnaire d'un traitement superficiel par une source Laser mobile», *J. of Ther Scien*, Vol. 41, pp. 1055-1066, 2002.
- [26] M. Laurent, «Transferts d'énergie en soudage Laser, in: *Laser de Puissance et Traitements des Matériaux*», École de Printemps CNRS EPFL, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Sireuil, 1991.
- [27] M. Boufoussi, «Modélisation du traitement thermique superficiel en phase solide par faisceau Laser, in: *Laser de Puissance et Traitements des Matériaux*», École de Printemps CNRS-EPFL, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, Sireuil, 1991

- [28] R. W. Olson , W. C. Swope, «Laser drilling with focused Gaussian beams», J. of App Phys, Vol. 72, pp. 3686-3696, 1992.
- [29] ISO14040 - Management environnemental. Analyse du cycle de vie. Principes et cadre 2006.
- [30] ISO14044 - Management environnemental. Analyse du cycle de vie. Exigences et lignes directrices, 2006.
- [31] S. Le Pochat, G. Bertoluci, D. Froelich, «Integrating ecodesign by conducting changes in SME's», J. Clean Prod, Vol. 15, pp. 671-680, 2007.
- [32] C. Abrassart, F. Aggeri, «La naissance de l'éco-conception. Du cycle de vie du produit au management environnemental produit », Centre de gestion scientifique de l'Ecole des Mines de Paris. Annales des mines (Responsabilité & environnement), pp. 41-63, 2002.
- [33] B. Jodoin, P. Richer, G. Bérubé, L. Ajdelsztajn, A. Erdi-Betchi, M. Yandouzi, «Pulsed-Gas Dynamic Spraying: Process analysis, development and selected coating examples», Surf Coat Tech, Vol. 201, pp. 7544-7551, 2007.
- [34] M. Braungart, W. McDonough, A. Bollinger, «Cradle-to-cradle design: creating healthy emissions – a strategy for eco-effective product and system design», J. Clean Prod, Vol. 15, pp. 1337-1348, 2007.
- [35] <http://www.systemes-durables.com/spip/spip.php?article5>.
- [36] M. Goedkoop, R. Spriensma, «The Eco-indicator 99: A damage oriented method for Life Cycle Impact Assessment». A Methodology Report. 3rd Ed, PRé Consultants, Amersfoort (NL), 2001.
- [37] Xiong, K. Lau, X. Zhou, J.M. Schoenung, «A streamlined life cycle assessment on the fabrication of WC–Co cermets», J. Clean Prod, Vol. 16, pp. 1118-1126, 2008.
- [38] S. Le Pochat, «Intégration de l'éco-conception dans les PME : proposition d'une méthode d'appropriation de savoir-faire pour la conception environnementale des produits», ENSAM, Thèse, 2005.

## **Chapitre 3: Analyse morphologique, structurale et adhérence des couples substrats/dépôts**

## 1. Introduction

Ce chapitre a pour objectif d'analyser les différents phénomènes induits lors du prétraitement laser de substrats d'aluminium pour l'amélioration de l'adhérence de dépôts de NiAl projetés thermiquement.

Dans un premier temps, nous observerons l'influence des différents paramètres laser sur la morphologie de la surface. En particulier, selon les conditions de traitement, des cavités, appelées 'trous' dans la suite, peuvent se former à la surface du substrat traité dont les caractéristiques telles que le diamètre ou la profondeur peuvent évoluer avec les paramètres du laser. De plus, d'autres éléments tels que la quantité de matière redéposée autour des cavités ou encore la rugosité de la surface inter-trous peuvent également évoluer, éléments qui pourraient se révéler importants dans la tenue du revêtement élaboré par la suite.

C'est pourquoi, l'objectif de cette première partie consiste à identifier les paramètres du procédé laser qui influent sur chaque élément caractéristique du trou et de sa surface environnante afin de pouvoir par la suite optimiser le procédé.

Mais lors du traitement de substrats métalliques avec ce type de laser Nd: YAG utilisant des durées d'impulsion de l'ordre de la nanoseconde peuvent s'ajouter des effets thermiques non négligeables. C'est pourquoi dans un second temps, l'analyse de la composition chimique de la surface a été conduite afin d'identifier d'éventuelles modifications chimiques pouvant également être de première importance sur l'adhérence du futur dépôt.

Très logiquement, la dernière partie de ce chapitre s'intéressera à l'interaction entre le substrat traité et le revêtement. La qualité de l'interface sera en particulier au centre de notre étude et sera évaluée par des essais de traction sur plots collés ainsi que par indentation interfaciale.

Une optimisation des différents paramètres laser sera alors proposée pour ce couple de matériaux afin de maximiser l'adhérence du couple substrat/dépôt.

Mais compte tenu du grand nombre de variables, des outils statistiques ont été utilisés afin de faciliter la compréhension du procédé.

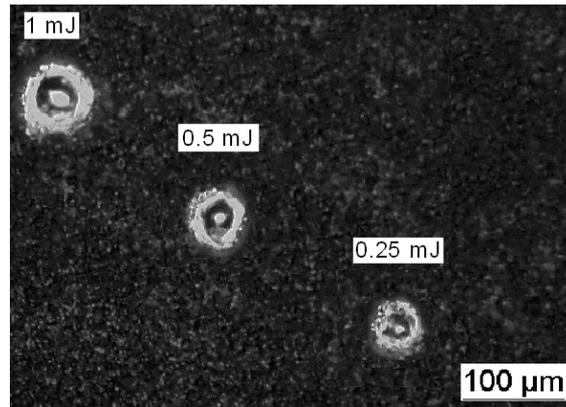
## 2. Influence des différents paramètres sur la texturation

A travers différentes méthodes de caractérisation, plusieurs évolutions et qualités de surfaces ont été observées d'un point de vue morphologique en fonction des différents paramètres laser. Les résultats qui suivent présentent l'effet direct sur la surface de chacun des paramètres.

### 2.1. Effet du point de focalisation

La maîtrise des caractéristiques optiques du faisceau laser est très importante pour le contrôle du procédé de texturation et surtout dans la qualité et la morphologie de la surface. Dans le chapitre précédent, il a été montré que le profil du faisceau laser utilisé dans cette étude était gaussien.

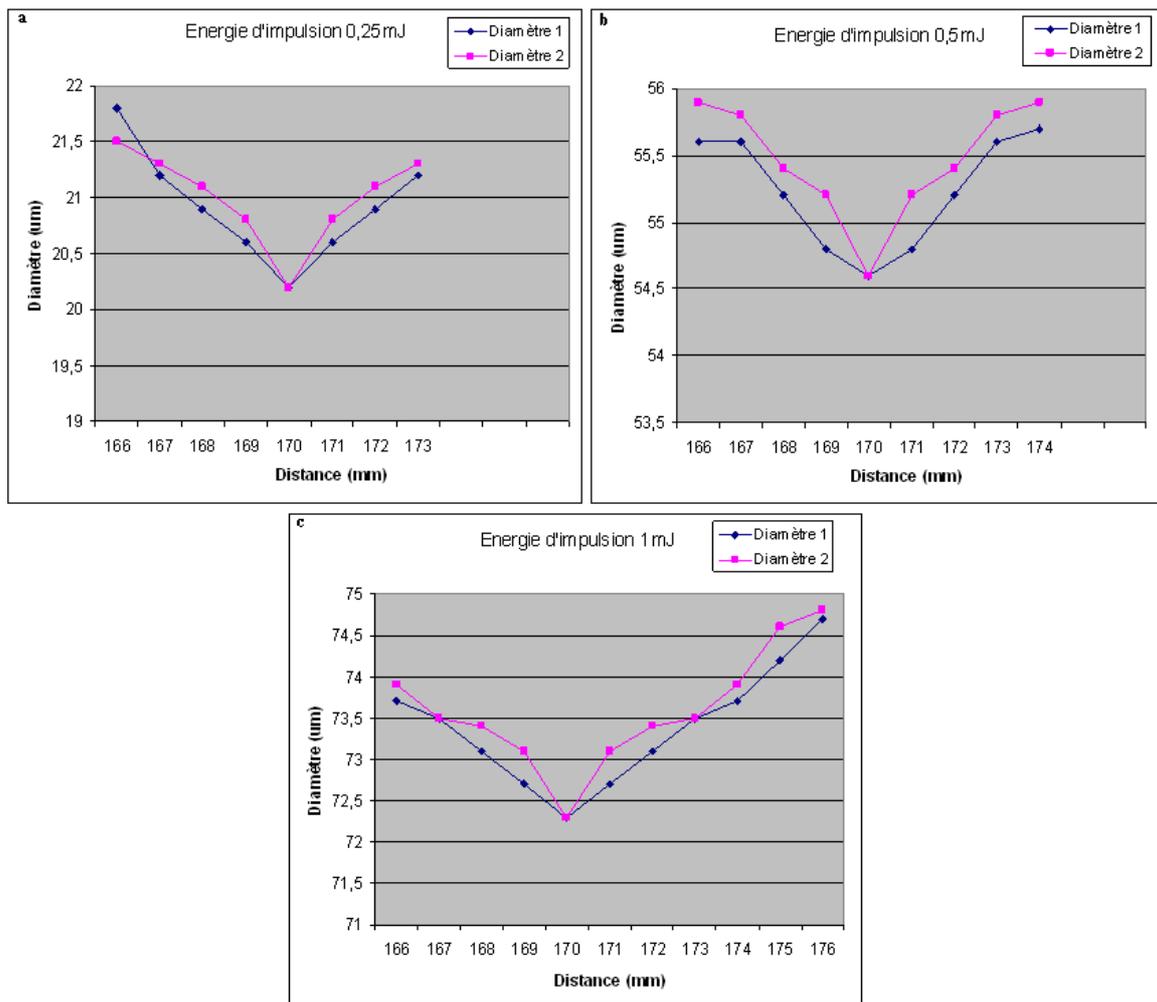
Afin de vérifier l'impact du point de focalisation sur la qualité de la surface texturée, une plaque anodisée est placée à différentes distances ( $D$ ) de la sortie optique du laser et irradiée à différentes énergies d'impulsions décroissantes 1 mJ, 0,5 mJ et 0,25 mJ (figure 3.1). Le diamètre des cavités est mesuré dans les deux directions orthogonales par microscopie optique ( $d_1$ ,  $d_2$ ). Les résultats de mesure présentent des distances de focalisation commençant à une valeur de 166 mm et se terminant à 176 mm de la lentille optique. Cette gamme de valeur indique qu'avant et après ces deux valeurs aucun marquage n'est observé pour les différentes énergies de pulse.



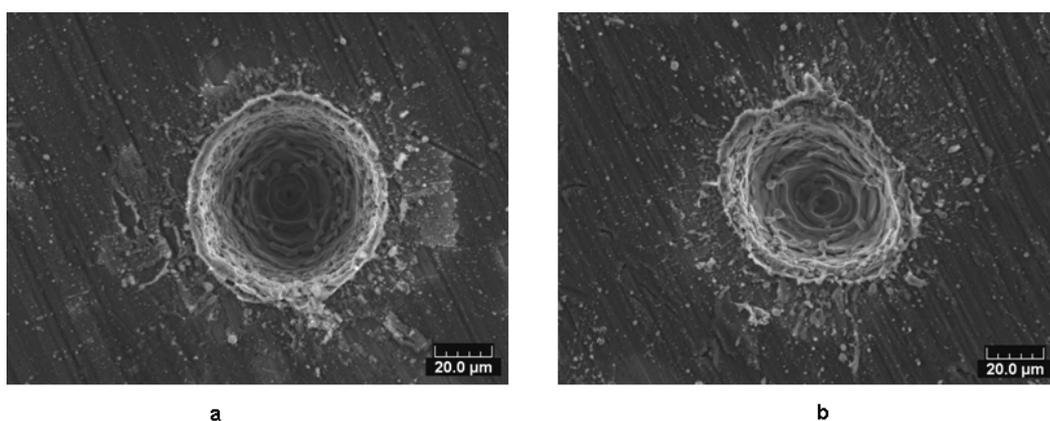
**Figure 3.1.** Impacts laser sur plaque anodisée à différentes énergies d'impulsion et à une distance de 173 mm de la sortie optique du laser.

Les figures 3.2 (a, b et c) représentent les différents diamètres mesurés à différentes énergies d'impulsion et mettent en évidence la position du point focal du faisceau laser. Nous pouvons constater que les courbes sont symétriques autour d'un point qui se situe autour d'une distance de 170 mm par rapport à la sortie du faisceau laser. Les diamètres  $d_1$  et  $d_2$  sont identiques de part et d'autre du point à 170 mm. Par exemple les impacts réalisés à une énergie de 0,25 mJ et à des distances de la sortie du faisceau laser de 168 mm et 172 mm ont des diamètres équivalents  $d_1 = 20,9 \mu\text{m}$  et  $d_2 = 20,1 \mu\text{m}$ . En faisant la moyenne des différents résultats obtenus pour les trois énergies d'impulsions, il peut être constaté que la distance moyenne est égale à 170 mm pour tous les cas.

Les paramètres du laser utilisés ainsi que la focalisation choisie (point de focalisation du laser ou défocalisation volontaire) influent alors directement sur la densité d'énergie reçue par la surface irradiée mais également sur la géométrie de la tache laser. La morphologie des cavités est alors directement liée à la focalisation (figure 3.3), cette dernière peut engendrer une modification de la géométrie du trou en passant d'une forme cylindrique à une forme ellipsoïdale.



**Figure 3.2.** Diamètres d'impacts en fonction de la distance de sortie du faisceau à différentes énergies d'impulsion : (a) de 0,25 mJ, (b) de 0,5mJ et (c) de 1mJ



**Figure 3.3.** Morphologie des cavités texturées par laser: (a) laser focalisé ( $f = 0$ ), (b) laser non focalisé ( $f = +1$ ) toutes autres conditions similaires 20 kHz, 80 W, 260 mm/s

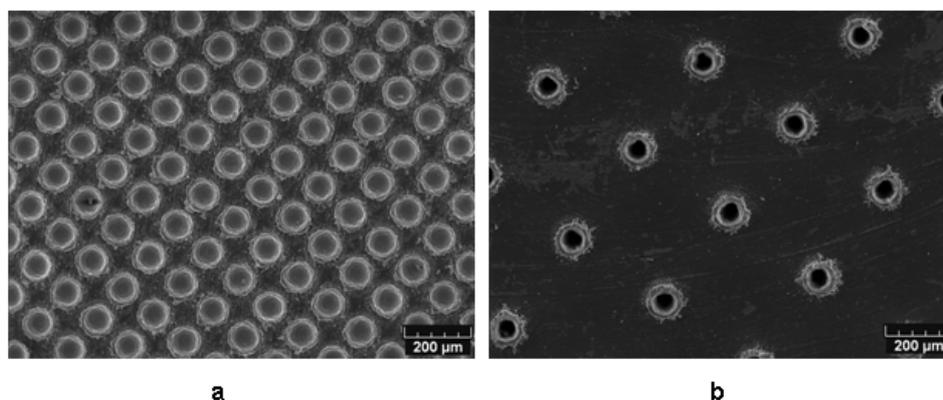
Pour assurer une bonne reproductibilité des essais, une forme circulaire des cavités et tirer partie au mieux de la puissance laser disponible, nous avons choisi de toujours placer la surface à traiter au point de focalisation du faisceau laser. Pour cela, le contrôle du point de

focalisation du laser a été la première étape obligée de chaque campagne d'essais lors de cette étude.

## 2.2. Effet de la densité de trous (Résolution)

La résolution correspond au nombre de trous texturés sur une distance de 1 mm. Ainsi une résolution de 3 correspond à une distance entre trous de 333  $\mu\text{m}$ , une résolution de 5 correspond à une distance de 200  $\mu\text{m}$  alors qu'une résolution de 8 définit une distance de 125  $\mu\text{m}$  entre deux cavités.

Comme le montre la figure 3.4, le nombre de cavités texturées avec une distance entre trous de 125  $\mu\text{m}$  est 2,5 fois plus importante qu'une surface texturée avec une distance de 200  $\mu\text{m}$  pour une surface de 1  $\text{mm}^2$ . Les observations au MEB présentent une modification du maillage et de ce fait de la densité de trous à la surface en fonction de la résolution utilisée.

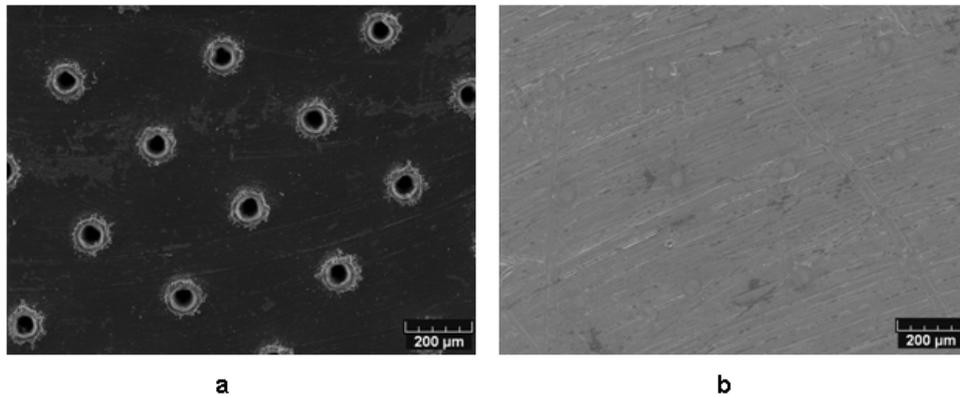


**Figure 3.4.** Influence de la résolution sur la morphologie de la surface texturée (20 kHz, 20 W et 60 mm/s):  
(a) 125  $\mu\text{m}$  (R = 8), (b) 200  $\mu\text{m}$  (R = 5)

Les résultats confirment bien que le scanner respecte la consigne imposée, mais il reste à vérifier l'influence de ce paramètre (résolution) avec les autres paramètres du laser. Pour cela, il a été conservé dans la liste des paramètres à modifier.

## 2.3. Effet de la fréquence de tir

La fréquence joue également un rôle important sur la morphologie de la surface texturée. La figure 3.5 présente deux surfaces texturées dans les conditions de puissance (20 W), vitesse (60 mm/s) et de distance entre trous (333  $\mu\text{m}$ ) mais avec une fréquence variable de 20 à 80 kHz. Une large différence de la qualité de la surface texturée est alors observée. En effet, le traitement à une fréquence de 20 kHz engendre des cavités de 72  $\mu\text{m}$  de diamètre comme le présente la figure 3.5(a), alors que la surface traitée à 80 kHz présente un très léger marquage de la surface ne permettant pas d'estimer le diamètre ni la profondeur des cavités (figure 3.5b).



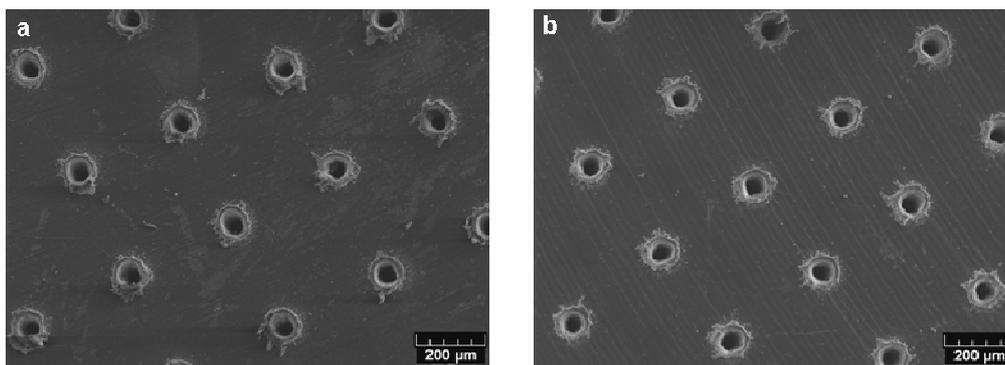
**Figure 3.5.** Influence de la fréquence sur la morphologie de la surface texturée (20 W, 3 pas/mm et 60 mm/s): (a) 20 kHz, (b) 80 kHz

Dans le cadre de cette étude, à puissance constante et à une durée d'impulsion constante la fréquence correspond à l'inverse de la puissance crête.

Il faut savoir que la surface texturée avec une fréquence de tir de 80 kHz a reçu 444 tirs laser (valeur calculée) par trou, alors que celle traitée avec une fréquence de 20 kHz a reçu théoriquement un nombre de tirs par trou de 111 seulement. La différence entre les deux nombres de tirs aurait dû engendrer plus de profondeur pour le cas de 444 tirs que celui traité à 111 tirs mais les résultats observés sont inversés. Une explication peut être liée à l'effet de la fréquence avec la puissance du laser ou des effets thermiques dus à d'autres combinaisons. Afin de confirmer ou infirmer ces hypothèses, la fréquence de tir a été retenue pour notre étude paramétrique.

#### 2.4. Effet de la puissance du laser (fluence laser)

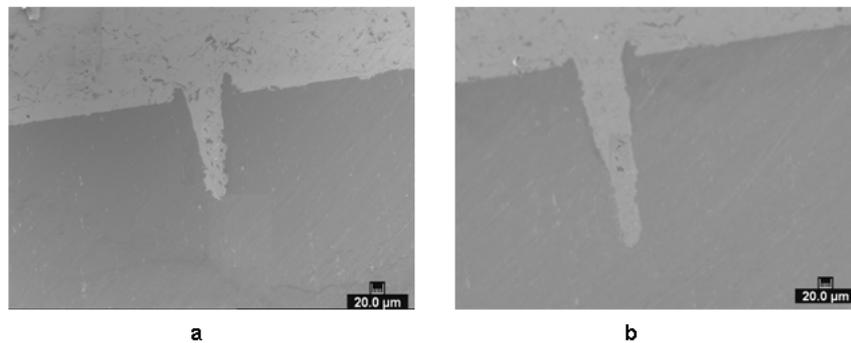
Une première observation MEB en surface de deux échantillons texturés à deux puissances différentes 10 W et 20 W (20 KHz, 260 mm/s et 333 µm) ne semble montrer aucun effet majeur de la puissance du laser comme le présente la figure 3.6.



**Figure 3.6.** Influence de la puissance sur la morphologie de la surface texturée (20 kHz, 333 µm et 260 mm/s): (a) 20 W, (b) 10 W

Afin de mettre en évidence l'effet de la puissance laser, une étude en coupe des échantillons a été nécessaire.

L'analyse de la figure 3.7 qui représente une observation en coupe au microscope optique des deux surfaces texturées à différentes puissances du laser, montre qu'une puissance de 20 W peut engendrer une profondeur de cavité 1,8 fois plus importante qu'une puissance de traitement de 10 W.

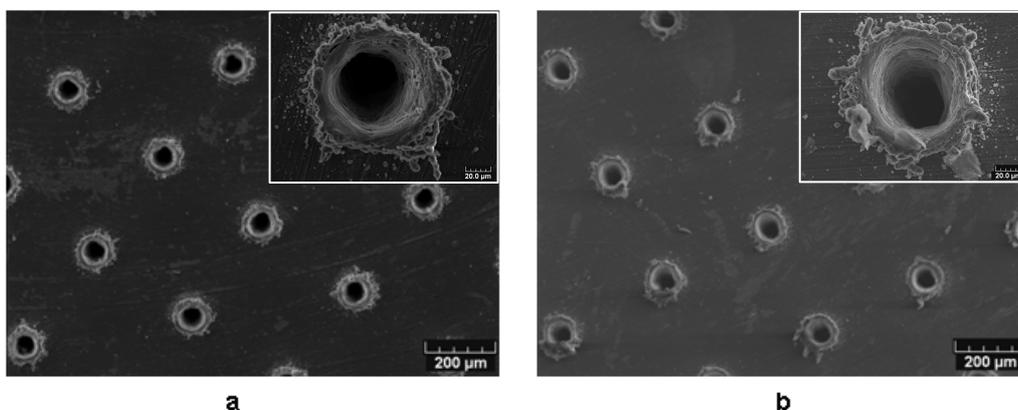


**Figure 3.7.** Vue de coupe de l'influence de la puissance du laser sur la morphologie de la surface texturée (20 kHz, 333  $\mu\text{m}$  et 260 mm/s): (a) 10 W, (b) 20 W

L'effet engendré par la puissance laser est donc très important lors de l'application dans le domaine de la projection thermique. En fonction de la profondeur des cavités, l'effet d'ancrage mécanique du revêtement attendu sera sans doute plus ou moins important. De ce fait, une étude plus approfondie sur ce paramètre est nécessaire dans le cadre de cette étude.

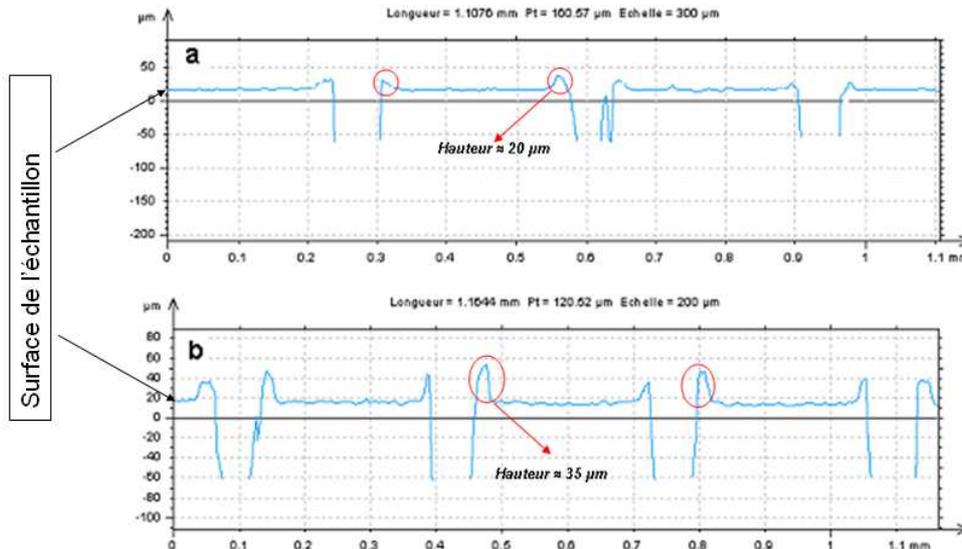
## 2.5. Effet de la vitesse de déplacement

En conservant tous les autres paramètres identiques, nous avons cherché à identifier l'effet possible de la vitesse de déplacement. Une première série d'observations MEB ne présente aucune différence entre les deux surfaces texturées à des vitesses de déplacement différentes de 60 et 260 mm/s (20 KHz, 20 W et 333  $\mu\text{m}$ ). La morphologie des bourrelets présents sur les figures 3.8 (a) et (b) semble être identique. Une étude plus approfondie des bourrelets par profilométrie 3D a cependant montré que le volume de matière redéposée autour des trous pour la surface texturée avec une vitesse de 260 mm/s était 6,5 fois plus important que la surface texturée à 60 mm/s.



**Figure 3.8.** Influence de la vitesse de déplacement du laser sur la morphologie de la surface texturée (20 KHz, 333  $\mu\text{m}$  et 20 W): (a) 60 mm/s, (b) 260 mm/s

Des profils de hauteur ont été réalisés sur des lignes texturées au laser pour chacun des deux échantillons. Sur la figure 3.9, on peut clairement observer que la hauteur du bourrelet traité à une vitesse de 260 mm/s est 1,7 fois plus importante que celui texturé avec une vitesse de déplacement du laser égale à 60 mm/s.



**Figure 3.9.** Profils de lignes texturées au laser (20 kHz, 333 μm et 20 W): (a) 60 mm/s, (b) 260 mm/s

L'effet thermique engendré par l'évolution de la vitesse de déplacement, ainsi que l'impact des bourrelets ainsi créés sur l'adhérence des revêtements doivent être minutieusement étudiés.

### 3. Quantification des effets

Chaque échantillon texturé est caractérisé morphologiquement et mécaniquement selon une séquence définie et identique pour tous les échantillons d'une même série afin de limiter au maximum les éventuels effets de vieillissement. La caractérisation morphologique passe par des observations au microscope optique au MEB et une reconstruction 3D de la surface.

#### 3.1. Evaluation du diamètre du trou

L'évaluation du diamètre du trou est effectuée à travers les observations effectuées au MEB, comme le présente la figure 3.10 puis une moyenne de 5 diamètres est calculée.

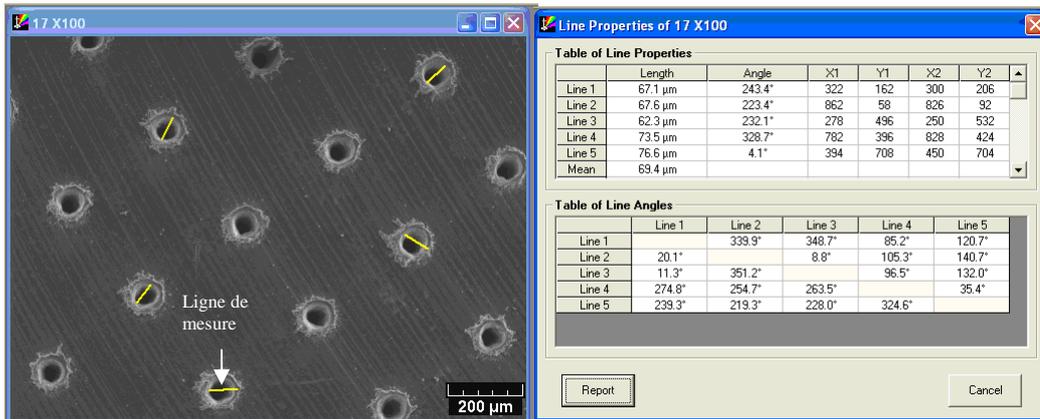


Figure 3.10. Technique de mesure du diamètre des trous

### 3.2. Evaluation de la profondeur du trou

Une première mesure est réalisée par profilométrie. Cependant les profils ne sont pas fiables dans la majorité des cas comme le présente la figure 3.11 où le fond de la cavité n'est pas détecté par le capteur optique.

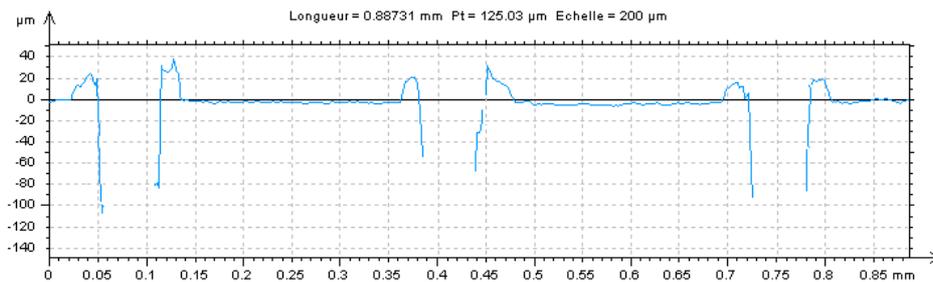


Figure 3.11. Profils de lignes texturées au laser (20 KHz, 333 µm, 260 mm/s et 10 W)

Afin de pallier ce problème, une coupe de l'échantillon a alors été réalisée et des observations au microscope optique ont permis la mesure de la profondeur (figure 3.12).

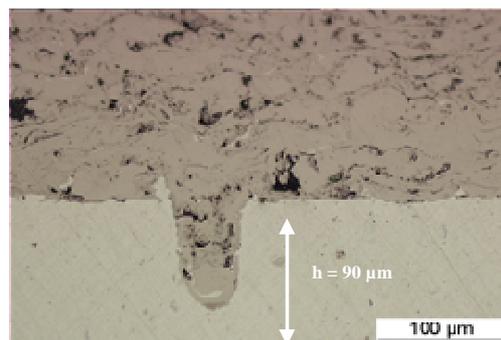
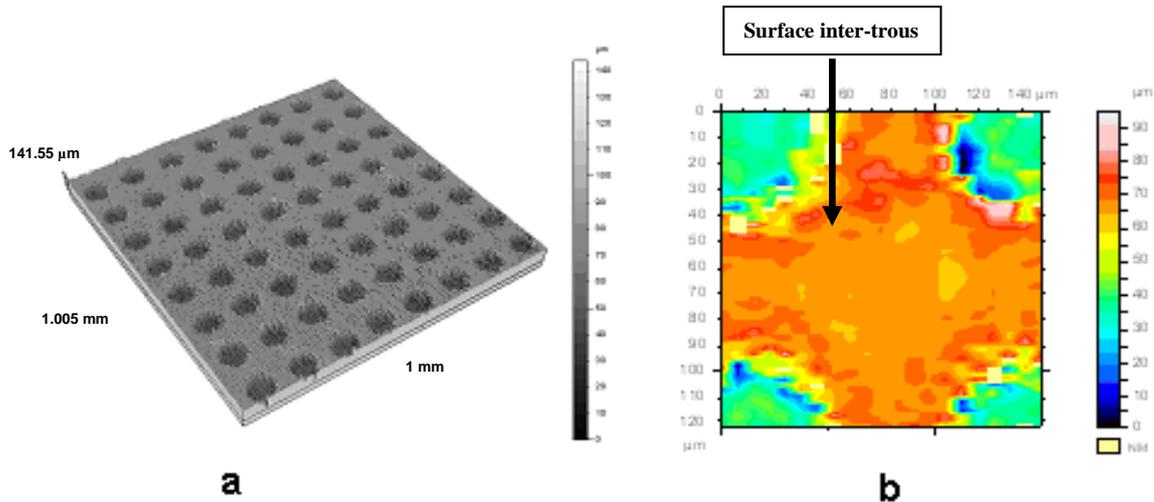


Figure 3.12. Vue en coupe d'une surface texturée et revêtue par projection thermique pour permettre la mesure de la profondeur du trou

### 3.3. Evaluation de la rugosité de surface

A partir d'une reconstruction 3D (figure 3.13 (a)), la rugosité de la surface inter-trou est estimée comme le présente la figure 3.13 (b).

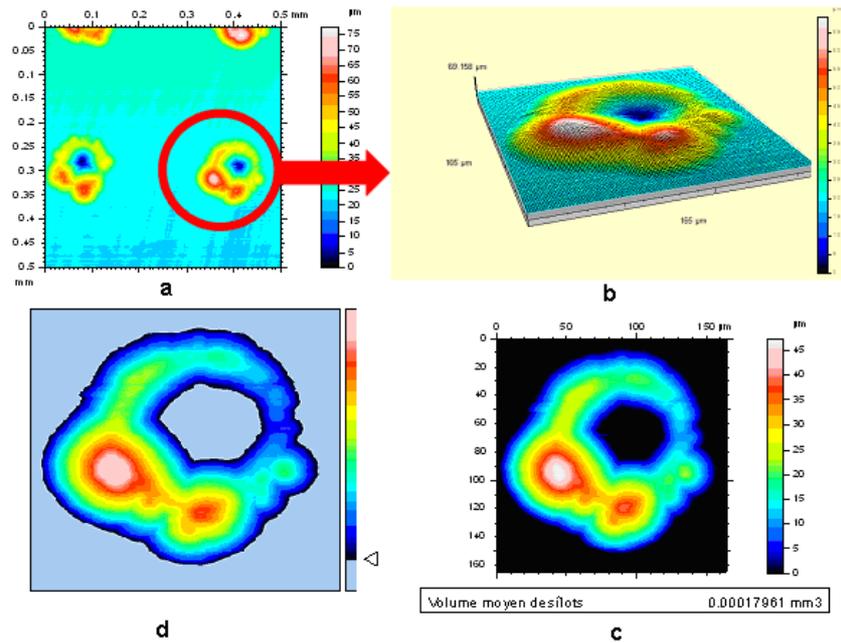
Les observations morphologiques de la reconstitution 3D de la surface texturée ont fait apparaître un volume de matière redéposé autour des trous, amas communément appelés bourrelets. Une analyse de ces bourrelets s'est donc avérée nécessaire.



**Figure 3.13.** Traitement par profilométrie d'une surface texturée par laser: (a) représentation 3D de la morphologie du substrat texturé, (b) surface inter-trou.

### 3.4. Evaluation du volume des bourrelets

À partir de l'étude 3D de la surface texturée, un zoom est réalisé sur les cavités comme le montrent les figures 3.14 (a) et 3.14 (b). Un seuillage est alors nécessaire afin de mettre en évidence la quantité de matière entourant le trou (figure 3.14 (c)). Pour finir, le volume moyen du bourrelet est calculé automatiquement à partir d'une altitude de référence prise sur la surface moyenne non traitée.

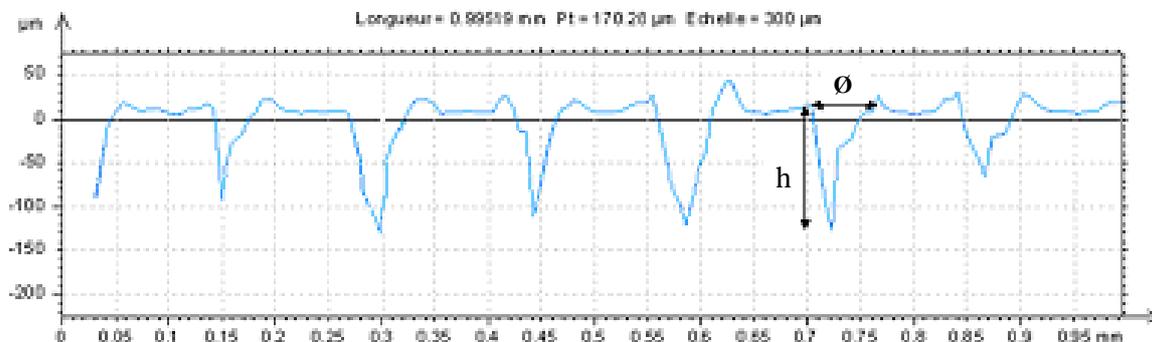


**Figure 3.14.** Représentation des différentes étapes de mesure du volume des bourrelets: (a) profil 2D de la surface texturée au laser, (b) zoom sur une cavité, (c) étape de seuillage et (d) extraction de la valeur du volume du bourrelet.

Si le volume du bourrelet indique essentiellement la quantité de matière déplacée, il faut tout de même mesurer le volume du trou qui est représentatif de l'ensemble de la matière fondue déplacée et évaporée.

### 3.5. Evaluation du volume des trous

Si le volume des bourrelets est directement accessible par la mesure à partir des profils 3D obtenus, le volume des trous a lui été recalculé à partir des profils 2D extraits comme le montre la figure 3.15. La forme de la cavité est alors assimilée à un cône dans tous les cas. De ce fait, le volume est calculé simplement à l'aide de l'équation 1. Dans le cas où le profilomètre ne permet pas d'apprécier la profondeur des cavités, celles-ci sont obtenues pas des observations en coupes de l'échantillon.



**Figure 3.15.** Représentation d'un profil d'une ligne texturée obtenue par traitement laser

$$V_t = \frac{1}{3} \pi \cdot r^2 \cdot h \quad (1)$$

Avec :

$V_t$  Volume des trous  $V_t$  ( $\mu\text{m}^3$ ),  
 $\emptyset$  Diamètre du trou ( $\mu\text{m}$ ),  
 $h$  Profondeur du trou ( $\mu\text{m}$ ).

### 3.6. Evaluation du volume évaporé

Partant de ces éléments (volume du bourrelet, volume du trou), nous avons donc choisi d'estimer le volume de matière évaporée comme la soustraction du volume du trou moins le volume du bourrelet.

## 4. Présentation du plan utilisé avec les différents facteurs

Si les traitements sous irradiation laser ne sont peut être pas dépendants d'autant de paramètres opératoires que les opérations de projection thermique, il n'en reste pas moins que de nombreux paramètres, souvent liés de façon non linéaire, influent sur les caractéristiques des traitements comme il a été présenté précédemment. Afin de rationaliser l'étude et de diminuer le nombre d'essais nécessaires, la méthode du plan d'expériences a été utilisée dans une première partie de l'étude afin de globaliser les différents paramètres laser et de définir leurs impacts sur le procédé.

L'objectif de cette première partie est donc de faire apparaître les paramètres laser qui influencent de façon significative le processus de texturation laser. Cette méthode a pour but de retenir uniquement les facteurs les plus influents qui feront ensuite l'objet d'essais plus approfondis.

Pour ce faire, la méthode du plan factoriel à 2 niveaux du logiciel DOE «Logiciel de Conception et d'Analyse de Plan d'Expérience» a été utilisée. Celle-ci permet d'obtenir, en même temps, des informations sur l'ordre d'importance des facteurs et leurs effets provoqués sur les fonctions objectifs. Afin d'étudier l'influence des paramètres laser sur la qualité de la surface et l'adhérence des dépôts, différentes fonctions «objectif» ont été sélectionnées:

➤ *Fonctions objectifs de la qualité des surfaces :*

- Volume des bourrelets  $V_b$  ( $\mu\text{m}^3$ ),
- Volume des trous  $V_t$  ( $\mu\text{m}^3$ ),
- Volume de matière évaporée  $V_e$  ( $\mu\text{m}^3$ ),
- Diamètre des trous  $\emptyset$  ( $\mu\text{m}$ ),
- Rugosité de surface  $R_a$  ( $\mu\text{m}$ ),
- Profondeur des trous  $P_r$  ( $\mu\text{m}$ ).

➤ *Fonctions objectifs de l'adhérence des dépôts :*

- Traction adhérence  $A$  (MPa),
- Ténacité  $K_{1C}$  (MPa. $\sqrt{\text{m}}$ ).

Il a été montré précédemment que les différents facteurs influençant le procédé de texturation laser sont [1-3]:

- La fréquence des impulsions (kHz),
- La puissance des impulsions (W),
- La vitesse de déplacement ( $\text{mm.s}^{-1}$ ),
- La distance entre trous (résolution) ( $\mu\text{m}$ ).

Le plan utilisé dans cette étude est noté  $2^k$ . Le «2» indique le nombre de niveaux par facteur, alors que le «k» signifie qu'il y a k facteurs étudiés. Ce type de plan d'expérience est le plus utilisé car il est un des plus simples et des plus rapides à mettre en œuvre.

Dans le cas suivant, étant donné le nombre de facteurs (4), la combinaison des paramètres donne  $2^4$ , cela représente 16 essais à traiter comme le montre la figure 3.16. De plus, 3 points centraux ont été rajoutés afin d'évaluer la reproductibilité et la fiabilité des tests (Figure 3.16).

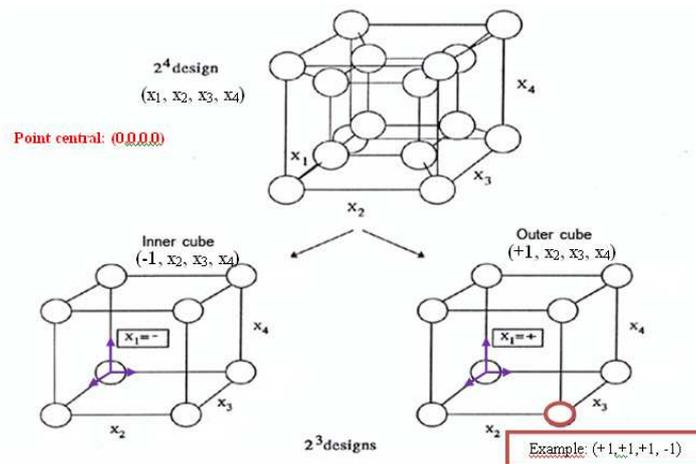


Figure 3.16. Plan factoriel à 2 niveaux et 4 paramètres.

Chaque paramètre peut varier uniquement entre deux niveaux, les différents niveaux des paramètres du laser de texturation sont énumérés dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1. Les différents niveaux des différents paramètres.

Code du facteur	Paramètres	Niveau bas (-1)	Niveau central (0)	Niveau haut (+1)
A	Fréquence (kHz)	20	50	80
B	Puissance (W)	10	15	20
C	Vitesse (mm/s)	60	160	260
D	Résolution	3	5.5	8

L'optimisation du procédé a été réalisée à l'aide de l'histogramme de Pareto. Cet histogramme permet de classer par ordre d'importance les facteurs influant sur l'adhérence

substrat/dépôt. Cette classification permet d'optimiser le modèle mathématique qui sera alors proposé.

Afin de vérifier le modèle optimisé, le calcul du coefficient de Fisher est nécessaire. Ce coefficient correspond à la variance  $R^2$  correspondant à la courbe  $F_{\text{Tabulée}}=f(F_{\text{Calculée}})$ . Le modèle est dit adéquat si les variances  $F_{\text{Calculée}} < F_{\text{Tabulée}}$ . Dans le cas de cette étude, le logiciel DOE calcule les variances automatiquement.

## 5. Impact des différents facteurs sur la morphologie de la surface

Afin d'analyser l'influence des facteurs sur les fonctions objectifs de la qualité de surface texturée, 19 essais ont été réalisés afin de cibler les paramètres affectant chaque type de réponse ainsi que les différentes interactions entre les principaux paramètres (tableau 3.2). L'ordre des essais est un point très important imposé par le plan d'expérience. Trois échantillons (2, 9 et 13) ont été réalisés selon les mêmes paramètres pour observer et vérifier la répétabilité du procédé avec le temps.

Les valeurs des différentes mesures morphologiques pour chaque échantillon des différentes séries imposées par le plan d'expériences, ont été entrées dans le logiciel DEO comme le présente la figure 3.17.

Les études de la morphologie des surfaces texturées présentent des cavités avec des diamètres variant de 0 à 80  $\mu\text{m}$ , des profondeurs pouvant dépasser 500  $\mu\text{m}$ . alors que la rugosité de surface inter-trous peut évoluer d'une surface moyennement rugueuse (0,6  $\mu\text{m}$ ) à une surface très rugueuse ( $\approx 3 \mu\text{m}$ ).

**Tableau 3.2.** Les différentes interactions entre les principaux paramètres.

<b>Echantillon</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>Focalisation</b>	<b>Energie (mJ)</b>	<b>Tirs/trou</b>
<b>1</b>	80	10	260	3	0	0,125	103
<b>2</b>	50	15	160	5.5	0	0,300	57
<b>3</b>	80	10	60	3	0	0,125	444
<b>4</b>	80	20	60	3	0	0,250	444
<b>5</b>	20	20	60	8	0	1,000	42
<b>6</b>	20	10	60	3	0	0,500	111
<b>7</b>	20	20	60	3	0	1,000	111
<b>8</b>	80	20	260	3	0	0,250	103
<b>9</b>	50	15	160	5.5	0	0,300	57
<b>10</b>	20	20	260	8	0	1,000	10
<b>11</b>	80	20	60	8	0	0,250	167
<b>12</b>	20	10	260	8	0	0,500	10
<b>13</b>	50	15	160	5.5	0	0,300	57
<b>14</b>	80	10	60	8	0	0,125	167
<b>15</b>	20	20	260	3	0	1,000	26
<b>16</b>	20	10	60	8	0	0,500	42
<b>17</b>	20	10	260	3	0	0,500	26
<b>18</b>	80	10	260	8	0	0,125	38
<b>19</b>	80	20	260	8	0	0,250	38

Design-Expert 8.0.5

File Edit View Display Options Design Tools Help Tips

Notes for DOE 2-level full f

Run	Factor 1 A:Fréquence KHz	Factor 2 B:Puissance W	Factor 3 C:Vitesse mm/s	Factor 4 D:Résolution Pas/mm	Response 1 Ø µm	Response 2 Ra µm	Response 3 Pr µm	Response 4 Vt µm³	Response 5 Vb µm³	Response 6 Ve µm³
1	80	10	260	3.0	36.90	1.248	1.25	444.64	0	444.64
2	50	15	160	5.5	47.20	0.674	65.00	37784.1	10774	27117.84
3	80	10	60	3.0	48.30	1.308	1.30	798.45	17.484	780.97
4	80	20	60	3.0	45.10	1.363	15.00	7983.49	0	7983.49
5	20	20	60	8.0	74.80	0.688	30.00	43615.2	305.83	43615.23
6	20	10	60	3.0	51.90	1.034	65.00	45813.8	6571.6	39242.21
7	20	20	60	3.0	72.00	0.892	315.00	427291	15440	411851.20
8	80	20	260	3.0	69.20	0.830	477.50	598321	71233	527087.60
9	50	15	160	5.5	48.50	0.716	63.00	38097.5	10647	28129.84
10	20	20	260	8.0	84.10	0.831	57.20	105861	9577	96284.10
11	80	20	60	8.0	29.60	1.445	5.00	1146.3	40.73	1105.58
12	20	10	260	8.0	63.20	0.799	30.00	31354.8	127.94	31226.84
13	50	15	160	5.5	45.90	0.687	65.00	35833.3	10588	25245.32
14	80	10	60	8.0	0.00	2.899	0.00	0	0	0.00
15	20	20	260	3.0	71.40	0.766	532.50	710337	97964	612373.00
16	20	10	60	8.0	60.40	0.697	70.00	66822.1	421.67	66400.46
17	20	10	260	3.0	69.10	0.929	287.50	359205	86599	272605.97
18	80	10	260	8.0	0.00	2.601	0.00	0	0	0.00
19	80	20	260	8.0	40.50	2.883	2.80	1237.37	0	1237.37

Design Tool

- Design Layout
- Run Sheet
- Column Info Sheet
- Pop-Out View

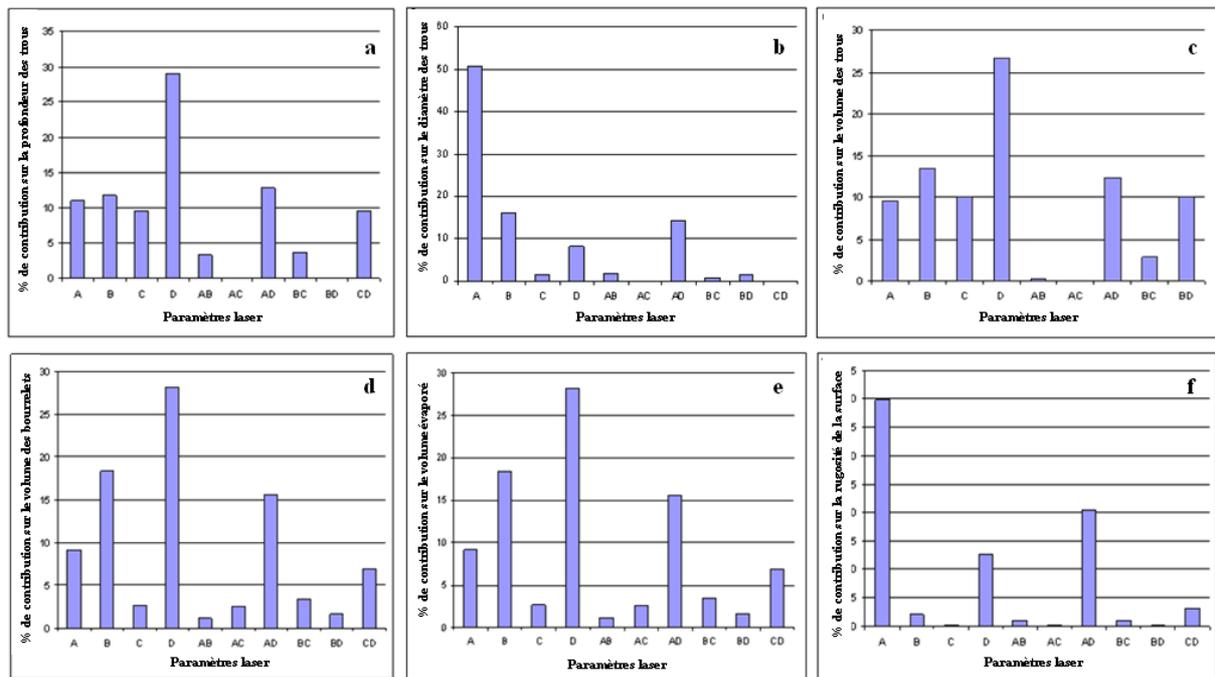
**Figure 3.17.** Vue d'ensemble du logiciel DEO des valeurs mesurées et calculées des fonctions objectifs (Volume des bourrelets Vb ( $\mu\text{m}^3$ ), Volume des trous Vt ( $\mu\text{m}^3$ ), Volume de matière évaporée Ve ( $\mu\text{m}^3$ ), Diamètre des trous Ø ( $\mu\text{m}$ ), Rugosité de surface Ra ( $\mu\text{m}$ ), Profondeur des trous Pr ( $\mu\text{m}$ )).

## 5.1. Résultats de l'impact des paramètres laser sur le matériau

Afin de répondre aux différentes questions concernant la variation du diamètre des trous, de leurs profondeurs, des bourrelets... les traitements ont été optimisés à l'aide de la méthode des plans d'expérience. Cette technique permet de comprendre avec plus de précision l'effet des paramètres et l'effet de leurs interactions sur la morphologie de surface.

A travers le logiciel DEO, des pourcentages de contribution des différents paramètres du laser sur les différentes fonctions objectifs formant la morphologie de la surface ont été extraits.

D'après les diagrammes de hiérarchisation de l'influence des paramètres laser sur les fonctions objectifs constituant la morphologie de la surface texturée (figure 3.18), il a été observé que **la profondeur des cavités est très influencée par la densité de trous à la surface (D), suivie de l'interaction (AD) de la combinaison de deux paramètres laser que sont la résolution et la fréquence de tir.** La troisième position quant à elle est occupée par l'impact de la puissance du laser comme le présente la figure 3.18 (a).



**Figure 3.18.** Evolution de la contribution des différents facteurs sur les fonctions objectives: (a) la profondeur des trous, (b) le diamètre des trous, (c) le volume des trous, (d) le volume des bourrelets, (e) la quantité de matière évaporée, (f) la rugosité de surface.

La fréquence ainsi que la vitesse de déplacement du laser occupent respectivement la quatrième et la cinquième place.

Les **différents volumes** (volume du trou, volume du bourrelet et volume évaporé) possèdent les mêmes facteurs d'influence (figure 3.18 (c, d et e)). L'impact le plus important est engendré par la **résolution du scanner**. La puissance vient en deuxième position dans le diagramme de hiérarchisation de la contribution aux différents volumes de matière, puis la combinaison de la fréquence et la résolution. La fréquence en tant que paramètre seul ne contribue qu'à 9 % à la variation des volumes.

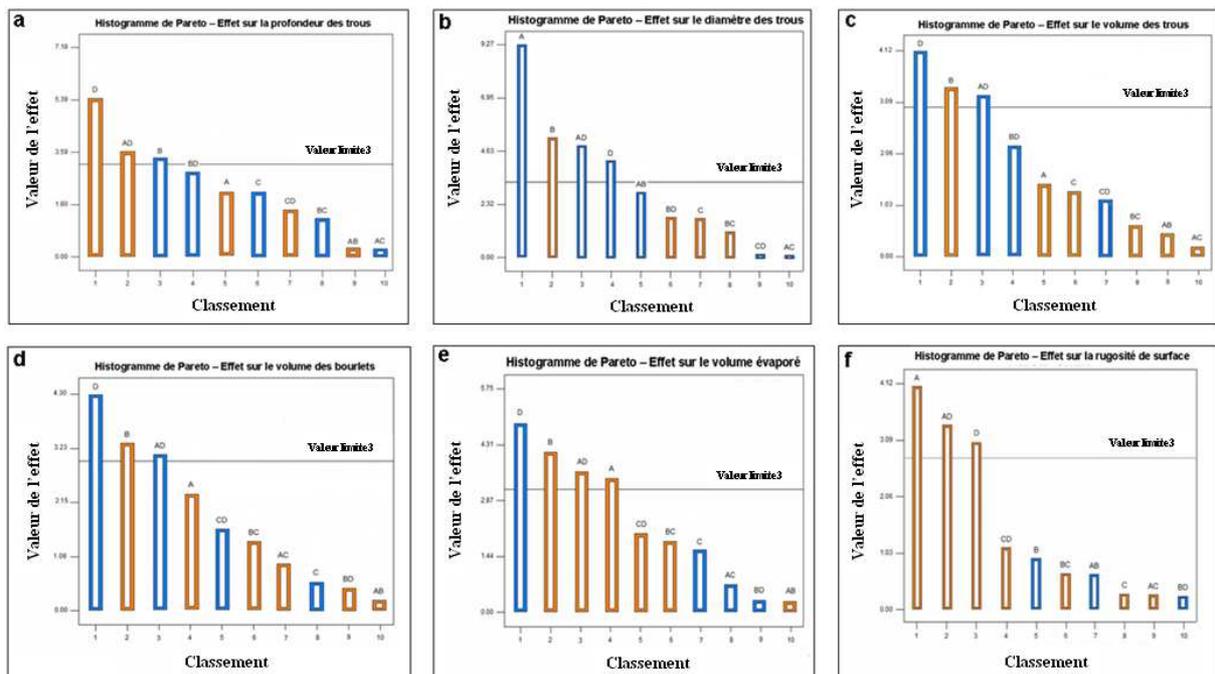
Les figures 3.18 (b) et (f) font apparaître clairement que **la fréquence est le paramètre laser qui influence à plus de 39 % le diamètre des trous ainsi que la rugosité de surface inter-trous**. À puissance constante et une durée d'impulsion constante l'effet de la fréquence peut être inversement lié à la puissance crête.

En revanche, dans le cas des diamètres des cavités, la puissance du laser et la combinaison des deux facteurs fréquence/résolution occupent la deuxième et la troisième place dans l'historique de hiérarchisation. Alors que, la rugosité de surface inter-trous peut évoluer par la combinaison de la fréquence et la résolution ou aussi par le facteur résolution du scanner seul.

Afin de bien définir les paramètres impactant réellement les différentes fonctions objectives formant la morphologie de la surface texturée, des analyses présentées sous forme d'histogrammes de Pareto ont été tracées comme le montre la figure 3.19. Cette analyse permet d'identifier les 20 % des paramètres laser qui produisent 80 % des effets sur la morphologie de la surface texturée et de ce fait, il suffit de travailler sur ces 20 % pour améliorer de façon significative les résultats.

D'après la figure 3.19, il est clairement montré que **la combinaison de la résolution avec la fréquence de tir influe très fortement sur toutes les fonctions objectifs qui constituent la morphologie de la surface texturée**. En ce qui concerne la puissance du laser, elle occupe la troisième place des facteurs engendrant une modification de l'état de surface des matériaux sauf pour la rugosité de surface inter-trous. Cette dernière évolue à travers l'effet de la fréquence de tir du laser comme le présente la figure 3.19(e).

La figure 3.19(b) présente les paramètres impactant l'évolution du diamètre des cavités d'après l'histogramme de Pareto. L'influence de **la fréquence** dans ce cas se distingue nettement des autres paramètres laser (puissance, résolution et fréquence/résolution).

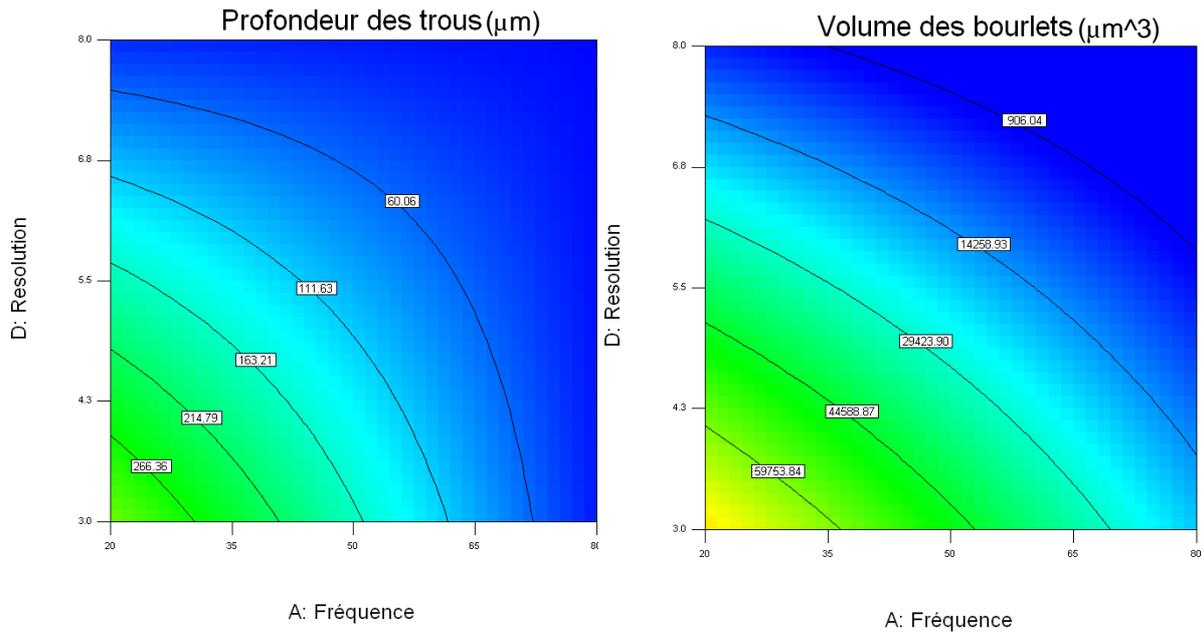


**Figure 3.19.** Histogrammes de Pareto: effet sur (a) la profondeur des trous, (b) le diamètre des trous, (c) le volume des trous, (d) le volume des bourrelets, (e) la quantité de matière évaporée, (f) la rugosité de surface.

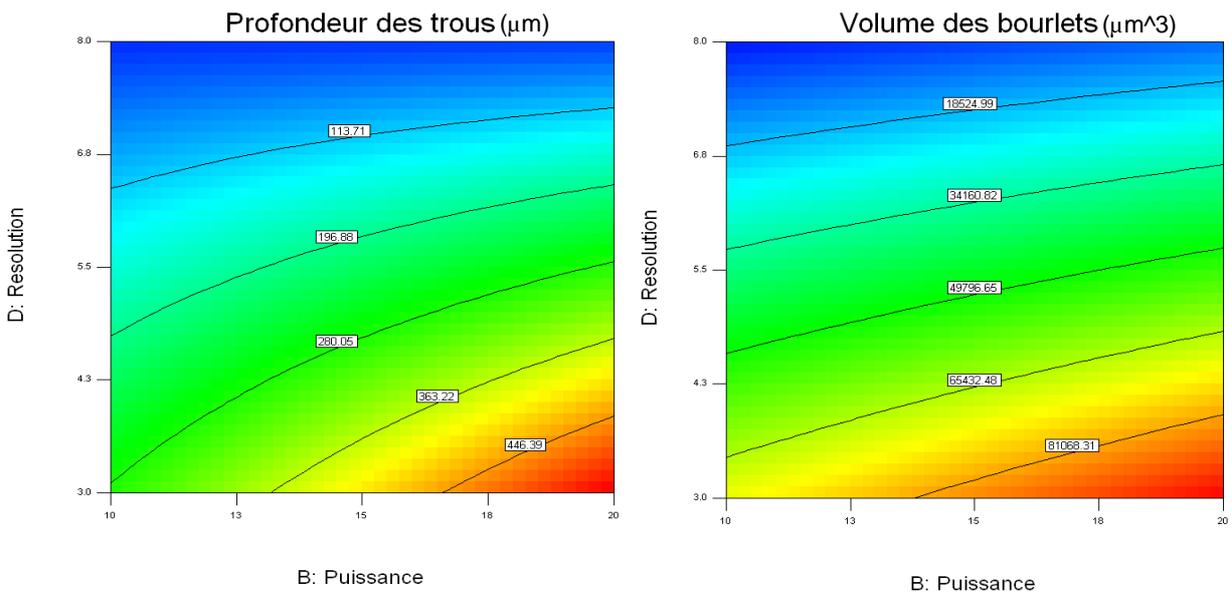
Le point à souligner dans cette partie de l'étude des histogrammes de Pareto est que **la puissance et la résolution (BD) font partie des paramètres laser qui engendrent les 80 % de modification de la morphologie de la surface**, alors que leur combinaison (résolution/puissance) n'en fait pas partie contrairement à la combinaison de la fréquence avec la résolution. Afin d'expliquer cette répartition, des courbes en 2D ont été tracées présentant, dans un cas, l'effet de l'interaction de la résolution/fréquence sur quelques fonctions objectifs (figure 3.20), et dans un autre cas, l'effet de l'interaction de la résolution et la puissance (figure 3.21)

Les figures 3.20(a) et 3.20 (b) présentent l'évolution de la profondeur des trous ainsi que le volume des bourrelets entourant les cavités. Les deux représentations montrent que l'évolution des deux paramètres laser engendre le même effet sur les fonctions objectifs, **une augmentation de la fréquence et de la résolution génère une diminution de la profondeur du trou et du volume des bourrelets**.

Sur la figure 3.20, il est clairement montré que **la résolution et la puissance du laser engendrent des effets inversés** sur les deux fonctions objectifs. **L'augmentation de la fréquence engendre une diminution de la profondeur des trous ainsi que du volume des bourrelets** comme le montrent les figures 3.21 (a) et (b), contrairement à **la résolution qui elle évolue inversement proportionnellement avec les deux fonctions objectives**. Cet impact inversé sur l'évolution des fonctions objectives peut expliquer le fait que la combinaison de la résolution et la puissance ne rentre pas dans la classification de Pareto.

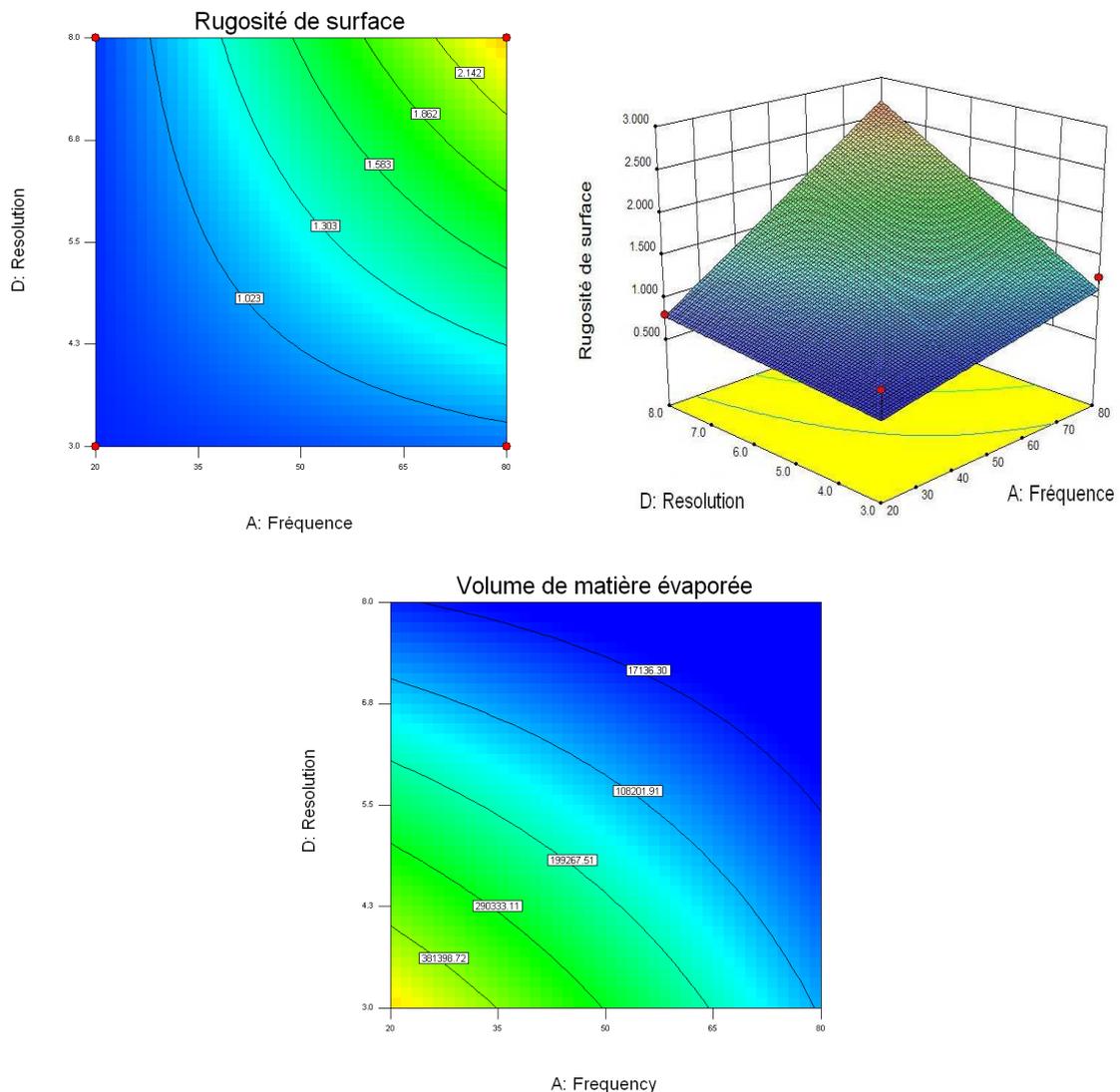


**Figure 3.20.** Effet de l'interaction résolution-fréquence sur: (a) la profondeur des trous, (b) le volume des bourrelets.



**Figure 3.21.** Effet de l'interaction résolution-puissance sur: (a) la profondeur des trous, (b) le volume des bourrelets.

A partir de ces différentes analyses, il apparaît que les paramètres majeurs impactant la **modification de la rugosité de surface et la quantité de matière évaporée sont la fréquence, la résolution et la puissance de tir** (d'après les histogrammes de Pareto). Il faut également noter que la rugosité de surface varie proportionnellement avec la fréquence des impulsions et la résolution. Pour une fréquence faible (figure 3.22(a)), la rugosité présente une petite variation avec l'augmentation de la résolution. En revanche, plus la fréquence augmente plus la rugosité de surface augmente. Ce comportement est dû à la forte interaction entre la résolution et la fréquence des impulsions. Dans le cas de la quantité de matière évaporée, l'interaction entre la résolution et la fréquence ainsi que leur évolution produisent le même effet sur le volume évaporé comme le présente la figure 3.22(b).

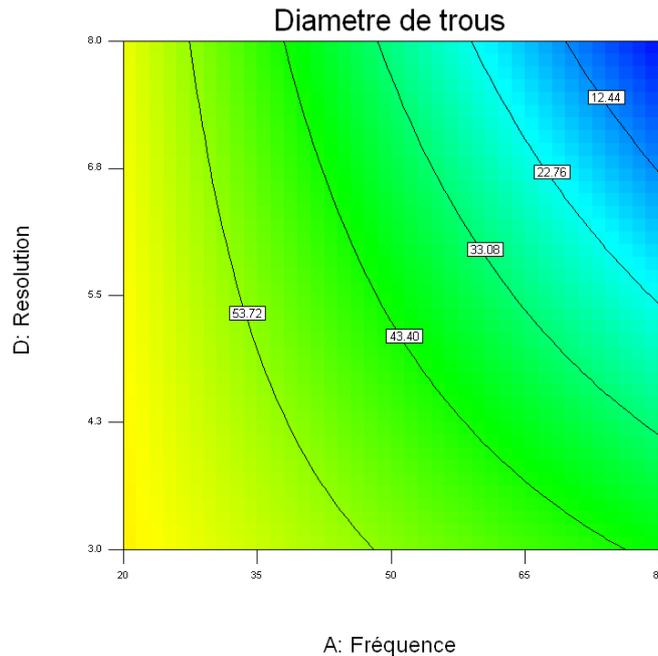


**Figure 3.22.** Effet de l'interaction résolution-fréquence sur:  
(a) la rugosité de surface, (b) le volume évaporé

L'analyse des effets provoqués sur le diamètre des trous à travers l'histogramme de Pareto (figure 3.19(b)) montre que **la fréquence de l'impulsion (puissance crête) est le facteur le plus influent**. La puissance de tir reste le deuxième facteur. C'est l'interaction entre la

fréquence et la résolution qui occupe la troisième place. En revanche la résolution seule intervient peu.

L'effet de l'interaction de la fréquence avec la résolution du scanner a été étudié. La représentation en 2D est présentée sur la figure 3.23. **Cette dernière montre une évolution proportionnelle du diamètre des cavités avec la résolution et la fréquence de tirs.** Cet effet important et similaire de la résolution et de la fréquence de tir explique le déplacement de la limite de Pareto et de ce fait l'appartenance aux 20 % des paramètres engendrant un effet sur le diamètre des trous.



**Figure 3.23.** Effet de l'interaction résolution-fréquence sur le diamètre des trous

Le but de toute cette étude paramétrique est de trouver les différents modèles adéquats pour les différentes fonctions objectifs, de les optimiser individuellement et de définir un compromis satisfaisant entre elles. Le modèle pris en compte dans cette étude, est basé sur les différents facteurs (paramètres laser) mais aussi d'éventuels effets d'interactions entre couples de facteurs. Le modèle se trouve sous la forme suivante [3]

$$\eta = \alpha_0 + \sum_{i=1}^k \alpha_i x_i + \sum_{i=1}^{k-1} \sum_{j=i+1}^k \alpha_{ij} x_i x_j \quad (eq.3)$$

Avec:

- $\eta$  La fonction objectif à identifier,
- $\alpha_0$  Constante,
- $\alpha_i$  Les coefficients associés aux facteurs,
- $\alpha_j$  Les coefficients associés aux interactions d'ordre 1,
- $k$  Le nombre de facteurs  $x_i$  pris en considération dans le modèle.

Ainsi, en tenant compte des résultats obtenus précédemment (des facteurs et des interactions dont les effets sont significatifs d'après l'histogramme de Pareto pour les différentes fonctions objectifs), il est possible d'écrire les équations des modèles linéaires (équations 4 à 9) décrivant les variations des fonctions objectifs avec les paramètres laser.

$$P_t = 64.33 + 145.6 * B - 66.88 * D + 68.75 * AD \quad (eq.4)$$

$$\phi = 50.43 + 17.33 * A + 9.81 * B - 6.96 * D - 9.22 * AD \quad (eq.5)$$

$$V_t = 15610.58 + 6800.1 * B - 17208.46 * D + 7309.31 * AD \quad (eq.6)$$

$$V_b = 17641.56 + 5371.28 * B - 17639.65 * D + 8738.43 * AD \quad (eq.7)$$

$$Ve = 1.424E005 - 87641.06 * A + 87523.73 * B - 1.282E005 * D + 67975.36 * AD \quad (eq.8)$$

$$R_a = 1.23 + 0.50 * A + 0.28 * D + 0.36 * AD \quad (eq.9)$$

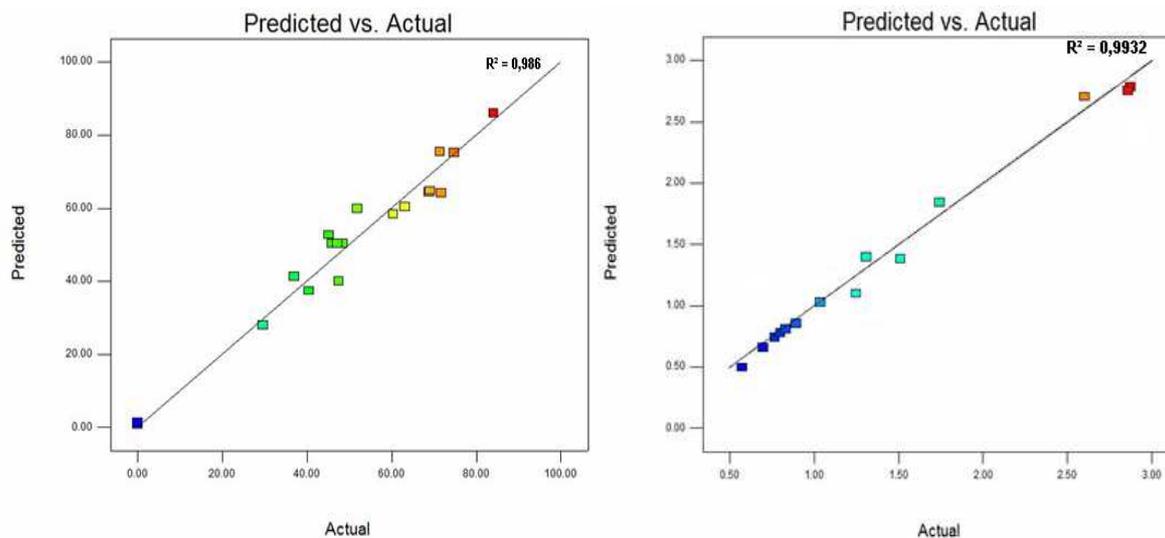
Avec :

- A Fréquence (kHz),
- B Puissance (W),
- C Vitesse de déplacement (mm/s),
- D Résolution « distance entre trous ».

Les différents modèles proposés ont été simplifiés par élimination des effets d'interactions non significatifs tels que révélés dans l'analyse précédente (observés à travers l'histogramme de Pareto). Ces équations permettent de manipuler et de déduire plus facilement l'impact des paramètres laser sur les fonctions objectifs (entrant dans la composition de la morphologie de la surface texturée) tout en gardant une qualité d'ajustement quasiment similaire aux équations correspondantes aux modèles de bases.

Afin de valider les différents modèles, une étape est primordiale pour capitaliser les résultats et extraire les conclusions du plan d'expériences. Le test de Fisher pour cela permet de prendre une décision sur un modèle dans sa globalité avec chacun des paramètres entrants et leurs coefficients. Le test de Fisher est basé sur la loi F (NF X 06-063, 87) permettant de comparer des valeurs mesurées à celles calculées à travers la loi F. Cette démarche permet de réduire le nombre d'essais et d'optimiser le modèle [4].

Ce test a ainsi montré que les valeurs estimées de la rugosité de la surface inter-trous ainsi que celles des diamètres des trous sont bien représentatives des valeurs expérimentales avec des coefficients de corrélation qui dépassent 98 % ( $R^2 > 0,98$ ) comme le présente la figure 3.24. Cela traduit donc la bonne qualité descriptive des modèles pour les deux fonctions objectifs.

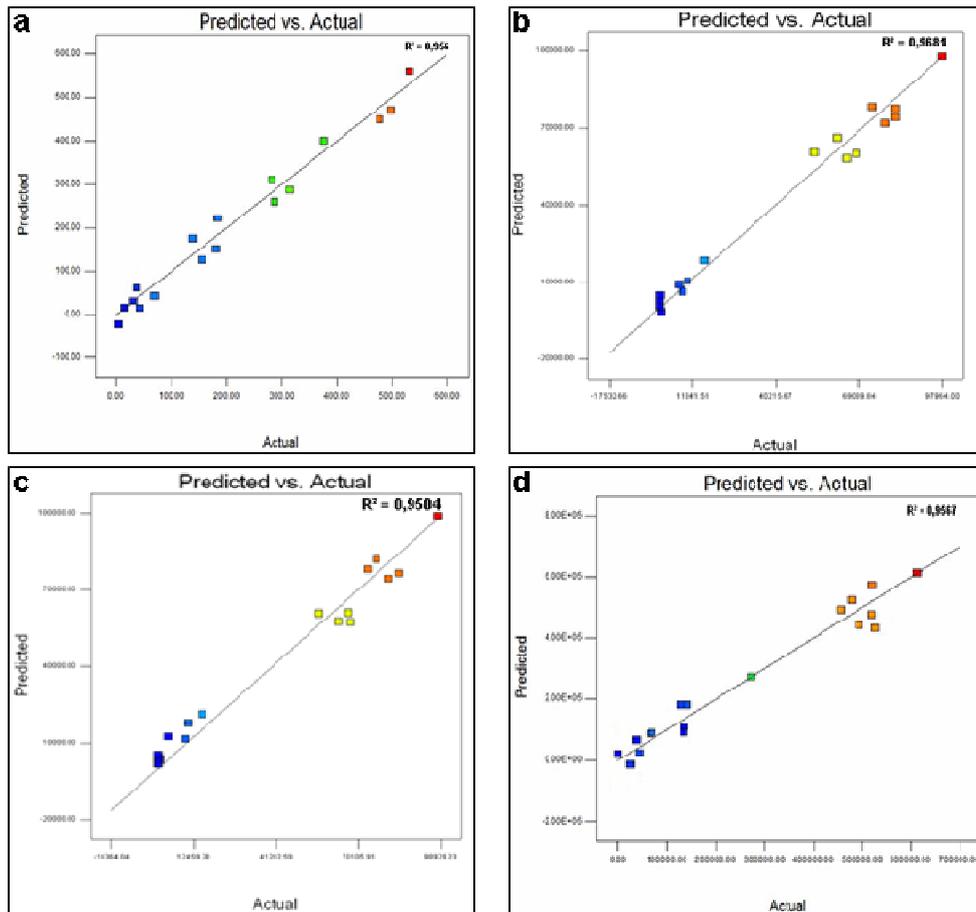


**Figure 3.24.** Corrélation entre les valeurs estimées et celles mesurées pour (a) le diamètre des trous, (b) la rugosité de surface.

Avec :

Predicted      Valeurs du modèle,  
Actual          Valeurs mesurées.

Pour ce qui concerne les autres effets, la Figure 3.25 présente les différentes corrélations entre les valeurs mesurées et celles estimées à partir de la loi  $F$  avec leurs coefficients de corrélation  $R^2$ . Ce coefficient de corrélation linéaire multiple quantifie la bonne qualité du modèle avec une valeur du coefficient de corrélation dépassant 95 % pour le modèle correspondant à la profondeur des trous et aux volumes des bourrelets ainsi que le volume évaporé. De même, pour le modèle correspondant au volume des trous, le coefficient de corrélation dépasse 96 %.



**Figure 3.25.** Corrélation entre les valeurs estimées et celles mesurées (a) la profondeur des trous, (b) le volume des trous, (c) le volume des bourrelets, (d) la quantité de matière évaporée

## 5.2. Discussion

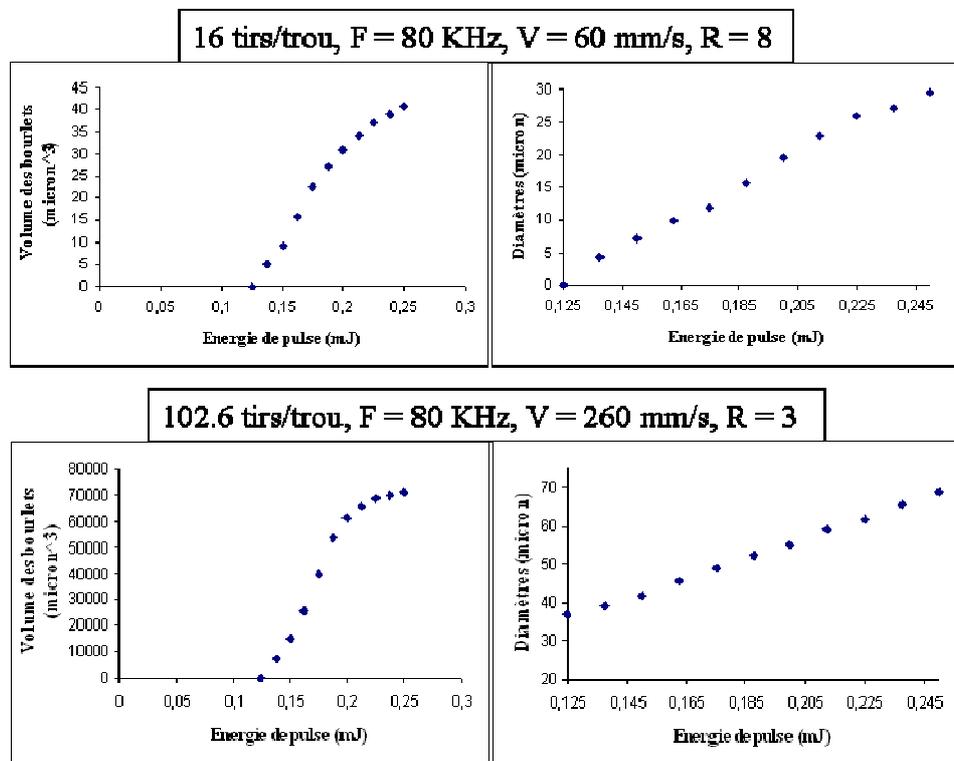
Il est clair que la surface d'un matériau brut d'usinage présente des défauts [5], tels que les rayures dues à l'usinage, des contaminants et de l'oxyde etc... La présence de ces différents défauts permet au matériau d'avoir une sensibilité plus ou moins importante au rayonnement du laser.

Lorsque le faisceau laser irradie la surface du substrat d'aluminium, de très hautes températures peuvent être atteintes durant des temps d'irradiation très courts, pouvant provoquer la fusion et/ou la vaporisation de l'aluminium. Dans le cas présent, un premier phénomène physique d'ablation laser de la surface engendrant l'élimination des couches indésirables [6] est observé.

Ce phénomène d'ablation [7,8] commence par une absorption de l'énergie laser (fluence du faisceau laser) de la part du substrat, où celle-ci dépend principalement des propriétés thermiques et optiques du substrat vis-à-vis du rayonnement. S. Petzoldt et al [9] ont montré par exemple que l'aluminium possède un seuil d'ablation de  $6 \text{ J/cm}^2$  pour un rayonnement d'une longueur d'onde de  $532 \text{ nm}$ .

Un deuxième phénomène, appelé phénomène thermique, débute lorsque l'énergie d'impulsion du laser est suffisamment élevée pour provoquer la fusion et/ou la vaporisation du matériau [10-12]. Un bain de fusion peut alors se former. Le faisceau laser gaussien incident est alors fortement absorbé, en raison de la présence de matière liquide déformée qui absorbe plus que le matériau solide. Le point de vaporisation peut alors rapidement être atteint. Le panache chaud formé se comporte alors comme un gaz en expansion et crée une pression de recul qui expulse la matière fondue en dehors de la cavité provoquant des bourrelets autour des trous. La figure 3.26 confirme l'évolution de la quantité de matière éjectée (diamètre et volume des bourrelets) avec l'évolution de l'énergie des impulsions laser.

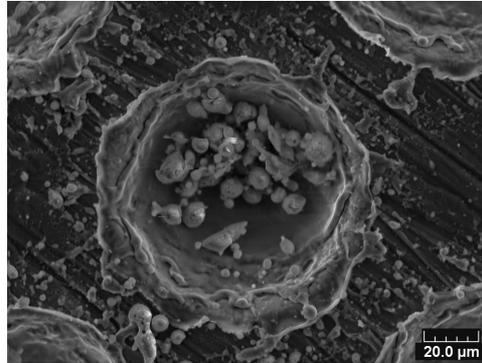
Cette évolution est accentuée lorsque le nombre de tirs par trou est important comme le présentent les figures 3.26 (a) et (b), où le volume des bourrelets ainsi que le diamètre des cavités sont largement plus importants pour un traitement de 102 tirs que pour un traitement de 16 tirs par trou. Ceci est cohérent avec les résultats présentés par L. M. Vilhena et al [13] où le diamètre évolue également proportionnellement avec l'énergie d'impulsion.



**Figure 3.26.** Evolution du diamètre des trous et du volume des bourrelets en fonction de l'énergie du pulse : (a) 16 tirs/trous, (b) 103 tirs/trou.

Le volume des bourrelets observés semble en revanche atteindre un seuil à partir duquel la quantité de matière repoussée sur les cotés n'évolue plus. Ce phénomène peut être expliqué par plusieurs facteurs qui provoquent une limitation de l'étendue de la pénétration/absorption [14]. Un premier scénario peut être lié à une diminution de l'énergie absorbée par le biais de la défocalisation du laser qui augmente avec la profondeur des trous. Ainsi le front de vaporisation peut prendre la forme de la distribution gaussienne [15], cela peut également expliquer la forme conique des trous (figure 3.7). Le deuxième scénario quant à lui suppose que l'éjection de la matière fondue et/ou ablatée est moins efficace lorsque la profondeur des

trous augmente. Cela favorise la condensation des rejets dans le trou, la présence d'une atmosphère air (température ambiante) accentue la condensation du matériau liquide produit sur la surface du substrat. La conséquence de cet effet est l'accumulation de débris dans et autour du trou, comme montré dans la figure 3.27.

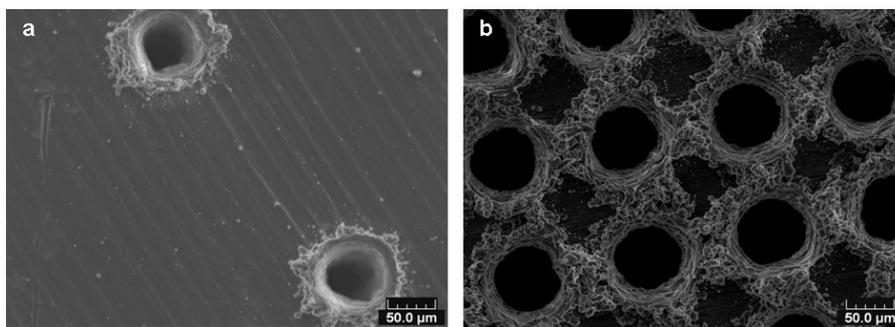


**Figure 3.27.** Effet de la re-solidification de matière pour une surface texturée (20 kHz, 20 W, 60 mm/s et 8 pas/mm).

Les différentes observations retenues dans le cas de cette étude montrent que la densité de trous à la surface joue un rôle très important dans la qualité de la surface texturée, à travers une possibilité d'un échauffement du substrat.

Une densité de trous importante peut engendrer une augmentation de la température [16]. Ce comportement pourrait être dû au fait que le refroidissement de la matière ne se fait pas en totalité lorsque la densité des trous est importante à la surface. Cela engendrerait alors une accumulation de la température à la surface du substrat.

Cette dernière peut provoquer un effet de bavure de la matière entre les trous comme le présente la figure 3.28 (b) ou aussi une re-déposition de la matière dans le trou, rebouchant ainsi les cavités. Ces bavures dues à un sur-échauffement de la matière pourraient provoquer la formation d'îlots très susceptibles de fragiliser la surface (écaillage facile des îlots) et former une rugosité inter-trous non contrôlée (figure 3.28). Ceci est contradictoire avec l'objectif de cette étude qui est la création d'une rugosité de surface bien contrôlée.



**Figure 3.28.** Effet de la re-solidification de matière pour une surface texturée (20 kHz, 20 W, 60 mm/s et 8 pas/mm).

Il a bien été démontré à partir des résultats présentés précédemment, que **la température augmente avec l'augmentation de l'énergie des pulses (fluence du laser) pour un même nombre de tirs par trous**. Cela confirme l'hypothèse que l'augmentation de la température

engendre une ablation plus importante de la matière et de ce fait des cavités texturées beaucoup plus profondes.

Des résultats semblables ont été obtenus dans les travaux de Y. Danlos [17]. Ce dernier a utilisé deux types de laser, un premier de préchauffage suivi d'un laser d'ablation. Ces résultats ont montré que le laser de préchauffage augmente la température de la surface de l'aluminium et de ce fait son absorptivité, ce qui peut permettre au laser d'ablation de créer une rugosité de la surface plus importante.

Le deuxième point important est l'augmentation de la température avec le nombre de tirs par trou tout en gardant une énergie d'impulsion fixe. Ce phénomène d'échauffement semble être une conséquence de l'accumulation des tirs laser par trou, ce qui engendre une fusion de l'aluminium ainsi qu'une modification de la rugosité de la surface. Ces deux derniers joueront alors sur l'absorption du faisceau lumineux. Par conséquent, au tir suivant, le faisceau laser sera absorbé par la surface d'aluminium à plus forte concentration. V. Barnier [18] a étudié l'évolution de la température en fonction du nombre de tirs par laser d'ablation ainsi que la variation de la réflectivité de la surface d'aluminium en fonction des tirs laser. Il a bien été démontré que l'évolution de la température suivait l'augmentation du nombre de tirs par trou. Inversement, la réflectivité de l'aluminium diminuait avec l'augmentation du nombre d'impulsions laser.

### 5.3. Conclusion partielle

Après une analyse des résultats préliminaires, on observe que les différents essais exploratoires ont mis en évidence que **la résolution et l'énergie par impulsions sont les deux principaux paramètres influençant la morphologie de la surface individuellement**. La combinaison résolution/fréquence de tirs semble également avoir un rôle particulier qu'il conviendra donc de mieux cerner.

A partir de l'outil de modélisation DEO, nous allons donc pouvoir identifier des valeurs cibles de paramètres laser permettant d'obtenir une surface texturée la plus apte possible à l'ancrage mécanique des revêtements projetés thermiquement. Ainsi on a privilégié les paramètres amenant une rugosité de surface inter-trou faible (afin d'éviter les îlots potentiellement fragiles), et une création de trous bien proportionnés afin de permettre aux particules projetées de bien remplir les cavités. Pour cela, une résolution de 3 pas /mm a été imposée comme paramètre d'entrée. Les autres paramètres laser fixés lors de cette étude sont présentés dans le tableau .3.3. La fréquence a varié entre 20 et 80 KHz, deux puissances laser de 10 et 20 W ont été retenues alors que la vitesse de tirs a été choisie entre 60 et 260 mm/s.

*Tableau 3.3.* Paramètres d'optimisation de la morphologie de surface

Name	Goal	Lower	Upper
		Limit	Limit
A: Fréquence	is in range	20	80
B: Puissance	is in range	10	20
C: Vitesse	is in range	60	260
D: Résolution	is in range	3	3

Afin de minimiser l'effet de la résolution sur la rugosité de surface et d'optimiser l'effet de l'échauffement à travers l'énergie du pulse, le modèle propose de travailler avec une fréquence de 20 KHz, une puissance laser de 20 W et une vitesse de déplacement de 160 mm/s comme le présente la figure 3.29 montrant les paramètres optimaux, la prédiction du bon fonctionnement du modèle est de 93,4 %.

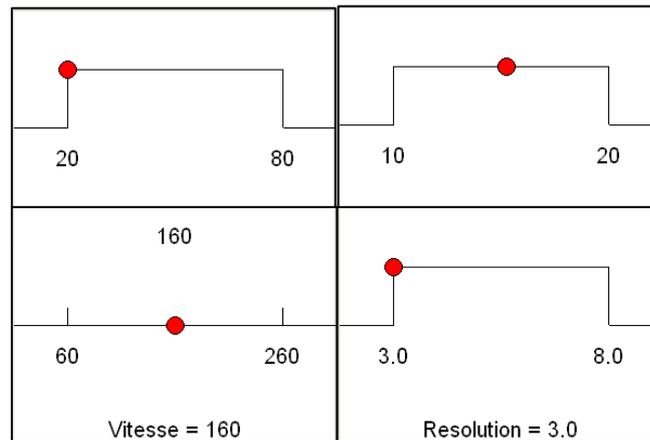


Figure 3.29. Paramètres laser adéquats pour le modèle optimisé

En tenant compte des paramètres laser, des facteurs ainsi que des interactions, le modèle proposé correspond à des réponses de fonctions objectifs possédant une valeur de rugosité inter-trou de  $0,8 \mu\text{m}$  et un diamètre de trou de  $65 \mu\text{m}$ . Les valeurs des différentes fonctions objectifs sont présentées dans la figure 3.30.

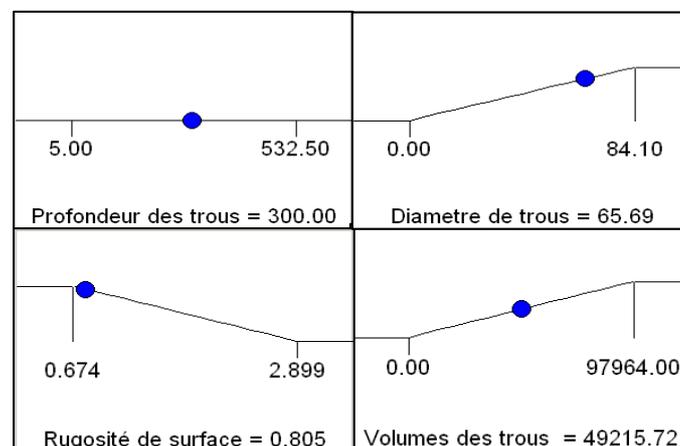


Figure 3.30. Valeurs de fonctions objectifs optimales obtenues à partir du modèle défini Fig 3.29

Si cette première partie de l'étude a permis d'identifier les principaux paramètres influant sur la qualité de la surface texturée et de proposer une série de valeur de paramètres opératoires pour la phase d'optimisation, elle a également mis en évidence la présence d'effets thermiques prépondérants [17, 40]. Il est donc légitime de se poser la question de l'évolution microstructurale et physico chimique des substrats avant de s'intéresser à leurs performances en termes d'amélioration de l'adhérence du revêtement projeté.

En effet, l'effet thermique engendré par une forte énergie d'impulsion et/ou une densité de trous importante à la surface peut générer une couche d'oxyde du fait de la réaction chimique pouvant être produite avec l'oxygène présent dans l'air environnant. Pour vérifier cette hypothèse, des analyses EDS et XPS ont été réalisées sur des substrats texturés avec différents paramètres laser.

## 6. Evolutions structurales et chimiques induites à la surface des matériaux après traitement de texturation laser

Des études préliminaires ont été réalisées [19,20] sur la modification chimique de la surface après traitement laser Nd: YAG à l'air ambiant [21]. A. Pereira et al [22] ainsi que C. Sittig et al [23] ont étudié l'évolution de la couche d'oxyde après traitement laser de l'acier et du titane réciproquement. Z. Zhao et al [24] ont observé une modification de la couleur du cuivre après traitement avec un laser YAG et à l'air ambiant.

De ce fait, il a été nécessaire d'identifier la couche d'oxyde formée sur la surface des substrats d'aluminium 2017 après texturation laser. L'analyse des substrats bruts d'usinage et des zones inter-cavités a donc été effectuée tout d'abord par observations microscopiques mais aussi par microsonde électronique (EDS) et XPS. Des mesures de micro-dureté ont aussi été réalisées afin de caractériser l'effet du traitement laser sur la dureté du matériau.

### 6.1. Evolution de la composition de la surface

Un premier constat a été effectué de façon microscopique grâce à des observations de la morphologie des zones texturées par microscopie électronique à balayage (MEB). Des évolutions morphologiques ont été observées sur les différents échantillons traités selon divers paramètres laser représentés dans le tableau 3.4.

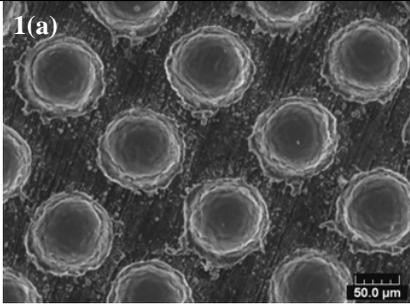
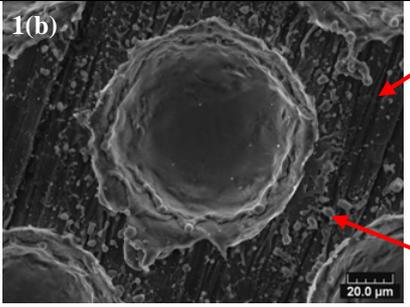
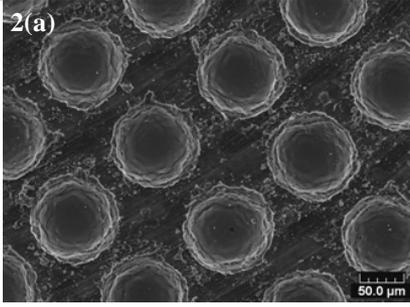
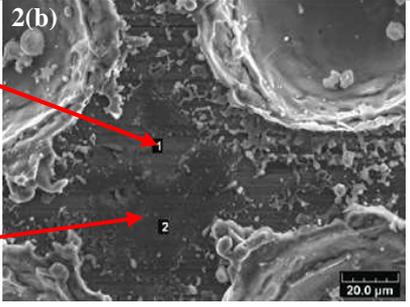
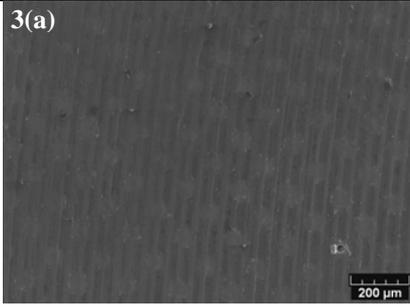
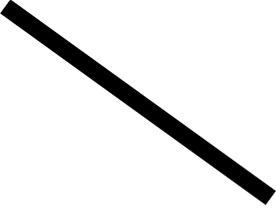
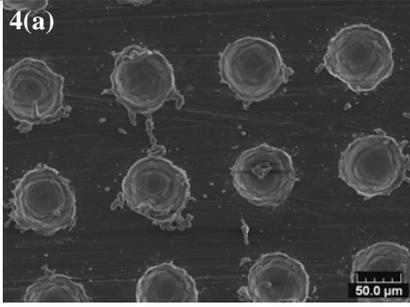
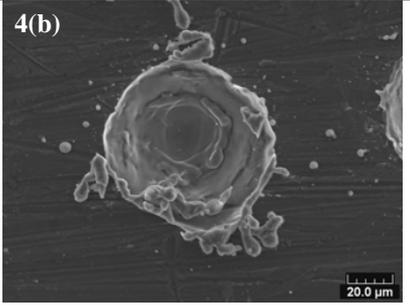
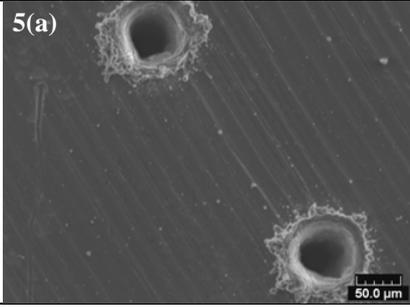
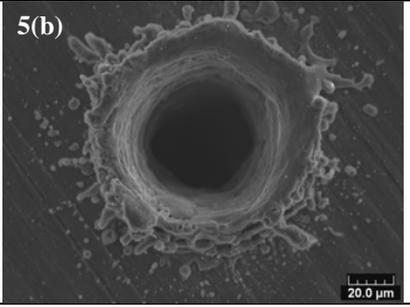
*Tableau 3.4.* Paramètres de texturation par laser des surfaces d'aluminium

Conditions	Numéro Correspondant au plan d'expérience	F (KHz)	P (W)	R (Pass/mm)	V(mm/s)	Nombre de tirs/trou
1	5	20	20	8	60	42
2	10	20	20	8	260	10
3	11	20	20	8	60	168
4	16	20	10	8	60	42
5	17	20	10	3	260	26

Comme l'illustre le tableau 3.5, le diamètre et la profondeur des trous varient pour chaque échantillon, ainsi que la quantité et la morphologie de la matière redéposée autour des cavités (bourrelets).

Comme en témoignent les conditions 1 et 2, différentes structures de surface peuvent apparaître. De petits îlots entre 4 trous peuvent en effet être observés, pouvant être apparentés à une couche d'oxyde (Zone 1, Zone 2 « îlots »). Il peut être observé aussi que la morphologie de cette couche n'est pas homogène sur la totalité de la surface du substrat.

Tableau 3.5. Observations MEB des différentes surfaces texturées

Figure	Grossissement X 300	Grossissement X 800
1		
2		
3		
4		
5		

La figure 3.31 présente une cartographie des différents éléments chimiques révélés par sonde EDS et effectuée sur une cavité texturée au laser. La présence de l'oxygène sur la surface entourant la cavité est bien visible.

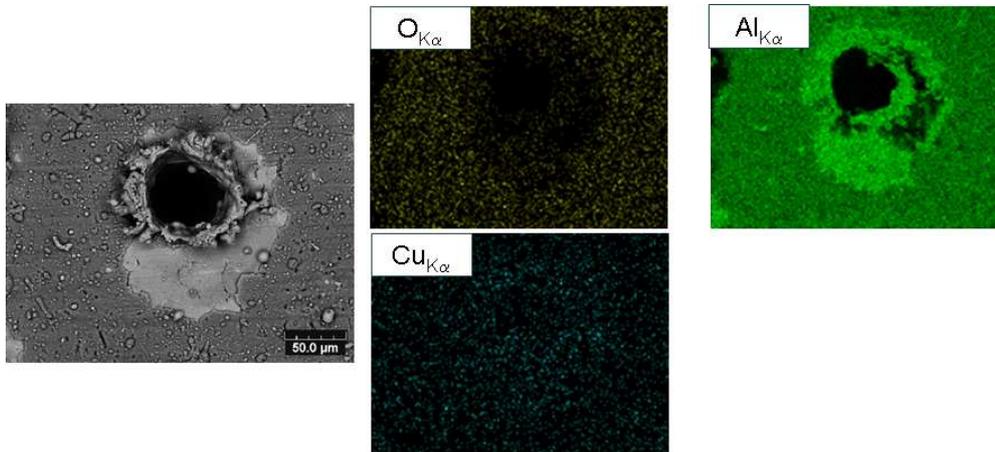


Figure 3.31. Cartographie à l'EDS d'une cavité texturée au laser

Afin de tenter de quantifier cette présence d'oxygène, des mesures plus approfondies en analyse EDS avec témoins et par XPS ont été menées dans le cadre de cette étude.

### 6.1.1. Analyse EDS

Afin de caractériser les différentes surfaces d'un point de vue élémentaire ainsi que leurs différentes zones de présence, des analyses ont été réalisées. Les résultats EDS pour les cinq échantillons traités par laser comparés à un substrat de référence brut d'usinage sont présentés sur le tableau 3.6. De ces résultats, il peut être observé que les échantillons 1 et 2 sont totalement différents du fait de l'existence de deux zones bien distinctes (zones 1 et 2). A l'inverse, les quatre autres échantillons présentent une seule zone (structure de surface) qui recouvre la totalité de la surface inter-trous.

Ainsi, il apparaît que le laser de texturation peut engendrer une oxydation de la surface du matériau. Ce phénomène bien évidemment évolue suivant les paramètres de traitement et tend à augmenter avec l'énergie du pulse et/ou le nombre de tirs.

Une légère variation du % atomique de l'oxygène apparaît entre l'échantillon 1 et 2, alors que l'écart entre les échantillons 4 et 5 est nettement plus important. Nous pouvons remarquer aussi, qu'une énergie de pulse de 0,25 mJ n'augmente le % atomique de l'oxygène que de 3 % par rapport à une surface brute d'usinage.

Tableau 3.6. Analyses chimiques par EDS du % O<sub>2</sub> des différentes surfaces texturées

Conditions	Zone 1		Zone 2		Energie des pulses (mJ)
	% M	% At	% M	% At	
1	4,1	7,2	22,0	32,8	1
2	5,0	8,8	21,2	31,7	
3	4,5	7,6	4,5	7,6	0,25
4	9,7	15,6	9,7	15,6	0,5
5	15,3	23,6	15,3	23,6	
Brut d'usinage	3,7	4,2	3,7	4,2	0

Cependant, les analyses EDS, même réalisées avec témoins, restent sujettes à caution. C'est pour cela que des mesures plus fines par XPS sont nécessaires.

### 6.1.2. Analyse par spectroscopie des photoélectrons induits par rayons X (XPS)

Dans le cadre de cette étude il est nécessaire de déterminer et d'étudier la couche d'oxyde présente à la surface des substrats après texturation laser. La spectroscopie des photoélectrons induits par rayons X (XPS) est une technique d'analyse de surface qui permet de déterminer la composition chimique du matériau étudié. Cette technique donne également des informations sur l'état d'oxydation de certains éléments et sur la nature des liaisons. Dans le cadre de cette étude, cette technique permet de suivre les modifications chimiques de la surface du substrat induites par l'irradiation laser (texturation laser). La détermination des compositions chimiques se fait à travers des rapports isotopiques, mesurés à partir des spectres des différentes surfaces étudiées.

Une première surface brute d'usinage, qui sera présentée comme une base de comparaison, une deuxième surface texturée au laser 20 KHz, 10 W, 260 mm/s, R = 3, 26 tirs/trou (correspondant à l'échantillon 17 du tableau d'expériences) et une troisième texturée avec 20 KHz, 20 W, 260 mm/s, R = 3, 26 tirs/trou (correspondant à l'échantillon 15 du tableau d'expériences) ont été testées.

Il apparaît clairement à partir de la figure 3.32 (b) qu'un enrichissement en oxygène de la surface d'aluminium texturée au laser a eu lieu en comparaison avec la surface de référence (figure 3.32 (a)). Une augmentation du % atomique en oxygène d'une valeur de 20 % pour la surface brute à une valeur de 45 % pour les deux surfaces texturées est observée.

En revanche sur les profils des deux surfaces texturées à 1 mJ pour l'échantillon 15 et 0,5 mJ pour l'échantillon 17 (figure 3.32 (b)), une différence importante d'épaisseur de couche d'oxyde est mise en évidence. En considérant les vitesses de pulvérisation de l'oxygène et du silicium (10 nm/min), la couche d'alumine semblerait donc avoir une épaisseur de l'ordre de 160 nm sur l'échantillon 15 et de 35 nm sur l'échantillon 17.

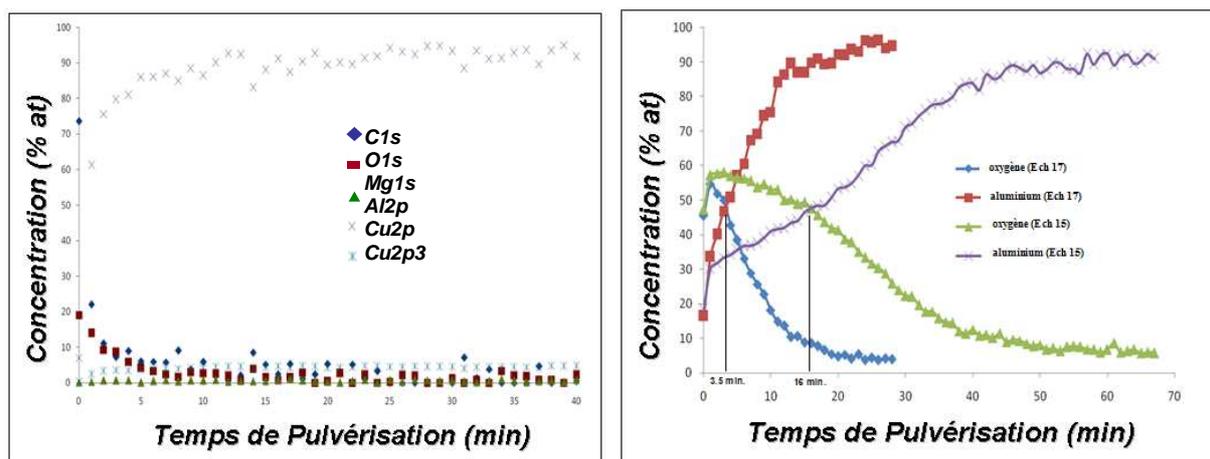
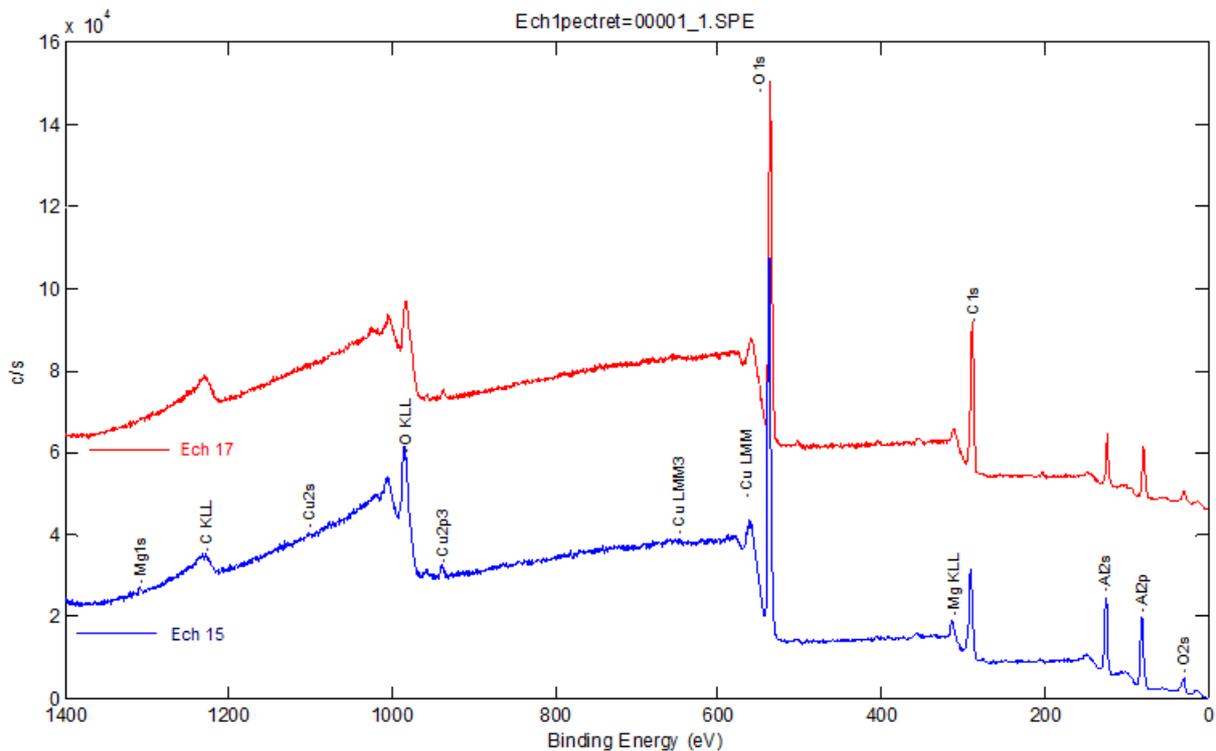


Figure 3.32. Profils XPS: (a) surface brute d'usinage, (b) surface texturée (Echantillons 15 et 17 du tableau .3.2).

Si les profils montrent clairement un enrichissement en oxygène pour les surfaces texturées avec la plus forte énergie laser, les spectres XPS pour les deux échantillons texturés (17 et 15), sont en revanche très similaires (figure 3.33). Cependant, on peut noter un très léger enrichissement de la surface en magnésium (Mg) pour l'échantillon 15.



**Figure 3.33.** Profils XPS de 2 surfaces texturées 17 et 15 correspondant aux échantillons du tableau .3.2 présentant un enrichissement en Mg

### 6.1.3. Analyse de la micro-dureté

Les analyses précédentes ont clairement établi l'existence de modifications physico chimiques de la surface avec la création de couches d'oxyde plus ou moins épaisses, liées à un cyclage thermique de la surface. Ceci laisse donc à penser que d'autres modifications microstructurales ont également pu avoir lieu en sous couche. En particulier, l'état trempé vieilli de l'alliage 2017 T4 initial a très certainement pu être modifié. Afin de mettre en évidence un tel effet, des mesures de micro-dureté Vickers ont été réalisées sur différents substrats traités pour étudier le durcissement de la couche superficielle du substrat induit par le traitement laser. Comme présenté dans le chapitre 2, deux séries de mesures ont été effectuées (figure 3.34).

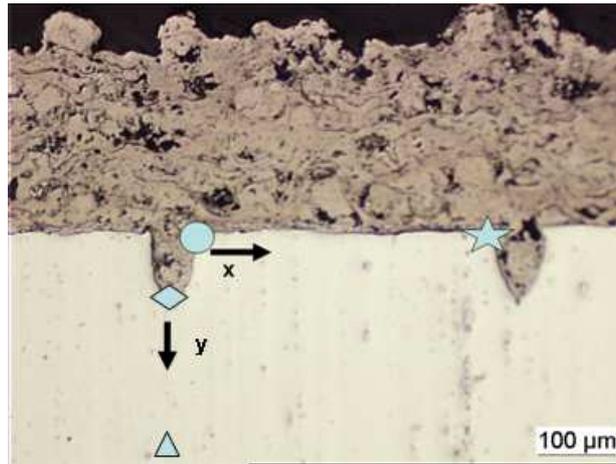


Figure 3.34. Schéma explicatif des mesures de micro-dureté.

A partir des résultats obtenus (figure 3.35), il apparaît clairement que la micro-dureté diminue au voisinage de la zone texturée au laser. En effet, les mesures de dureté obtenues tant en extrême surface qu'en profondeur montrent que les valeurs les plus faibles sont obtenues près du bord du trou et qu'elles augmentent au fur et à mesure que l'on s'éloigne de la zone traitée. Dans le cas des mesures en surface, les valeurs de dureté observées diminuent de nouveau lorsqu'on s'approche d'une nouvelle cavité. Des résultats similaires ont été obtenus sur toutes les surfaces texturées. Il apparaît donc de façon évidente qu'une modification de la microstructure du substrat entraînant une variation de dureté a eu lieu. Dans tous les cas, les valeurs de micro-dureté pour des substrats texturés sont largement inférieures à la micro-dureté d'une surface de référence (160 HV). Les empreintes sont présentées dans le chapitre 2.

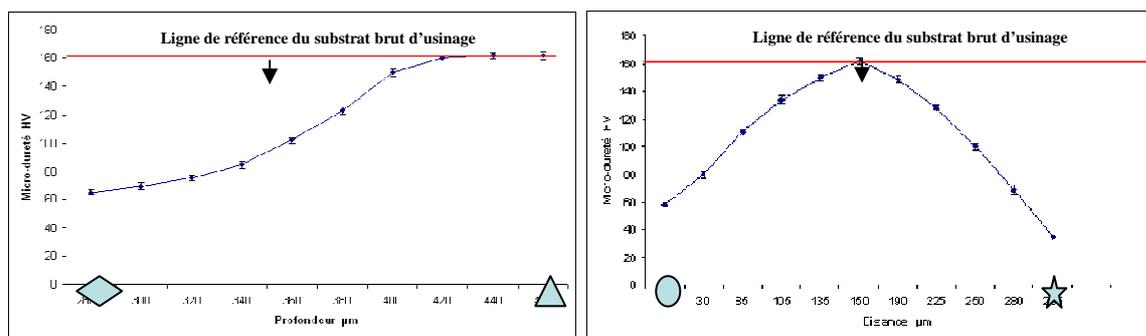


Figure 3.35. Micro-dureté HV<sub>10</sub> à différentes distances:  
(a) suivant la profondeur, (b) entre deux trous.

## 6.2. Discussion

A partir des différents résultats présentés précédemment, il apparaît clairement que la texturation de surface par laser engendre un effet thermique provoquant un changement de la morphologie de la surface jusqu'à la création de cavités bien ordonnées. Le faisceau laser est en effet absorbé et transformé en chaleur.

Un phénomène d'oxydation a été mis en évidence et semble très fortement dépendre des paramètres de texturation utilisés. Ce phénomène est directement lié à l'échauffement de la surface du substrat d'aluminium et à la réaction chimique avec l'air [25,26].

Les différentes techniques d'analyses utilisées ont permis d'identifier le nombre de tirs par trou et/ou l'augmentation de l'énergie d'impulsion comme facteurs très importants dans la formation de la couche d'oxyde [27]. Les résultats obtenus par les mesures EDS présentent une évolution de cette couche d'oxyde avec l'énergie d'impulsion jusqu'à une valeur de 1 mJ. A partir de cette valeur, la concentration en oxygène dans la surface de l'échantillon se stabilise. Cela peut être dû à un piégeage de l'oxygène dans le bain liquide, ou à l'effet de la profondeur et de la défocalisation de la surface.

Les travaux de V. Barnier [18] ont montré des faits similaires pour un traitement par ablation laser d'un aluminium pur à partir des analyses XPS. Dans ce cas, une évolution de la couche d'oxyde a été engendrée par une augmentation de la densité d'énergie, avec un seuil de 2,9 J/cm<sup>2</sup>/impulsion à partir duquel la température de fusion de l'aluminium était atteinte. De ce fait, une importante quantité d'oxygène pouvait être piégée dans le bain après re-solidification.

A partir des résultats de micro-dureté présentés dans cette partie, une modification de la microstructure de la surface à proximité des cavités a été confirmée. Cela s'explique par le fait que la fusion du substrat suivi par une re-solidification engendre une modification structurale de la couche superficielle de l'aluminium. Différents travaux [28,29] ont expliqué ce phénomène par une modification de la taille des grains qui modifient la micro-dureté du matériau, et aussi par un phénomène de recristallisation structural à l'interface engendrant l'effacement ou la modification de l'état T4 avec le retour à un état trempé simple ou seulement très légèrement vieilli.

Une des conséquences les plus importantes dans cette étude concerne l'effet de l'élévation de la température ainsi que de la couche d'oxyde induite par les impulsions laser sur l'adhérence des revêtements élaborés par projection thermique [22]. Les précédents travaux de V. Barnier [18] ont montré que l'adhérence des dépôts d'alumine sur des substrats d'aluminium 2017 augmentait avec la densité d'énergie jusqu'à un atteindre un seuil de densité d'énergie à partir de laquelle l'adhérence se stabilise.

La deuxième constatation de V. Barnier était que le nombre de tirs par impulsion jouait un rôle très important dans l'adhérence des dépôts. La modification de ces deux paramètres laser engendre une couche d'oxyde avec des épaisseurs ainsi que des structures différentes [18]. L'adhérence des dépôts semble donc dépendre de la couche d'oxyde d'après les résultats de V. Barnier [18], cette couche peut être très favorable pour certains couples de matériaux.

### 6.3. Conclusion partielle

En conclusion de cette première partie consacrée à la morphologie des surfaces texturées, les points suivants peuvent d'ores et déjà être mis en avant:

- l'interaction entre le laser de texturation et le substrat d'aluminium génère une couche d'oxyde;
- l'oxydation du substrat l'aluminium est principalement dépendante de l'énergie des pulses;

- pour une énergie de tir élevée, la couche d'oxyde forme des îlots sur la surface inter-trous du substrat.
- pour une même énergie de tir, la structure du maillage «résolution» devient le deuxième facteur influant sur l'évolution de la couche d'oxyde;
- l'effet de la résolution peut sans doute être expliqué par un effet thermique du procédé.

Une fois l'analyse des surfaces texturées réalisée, il convient donc de s'intéresser à leur capacité à produire une interface substrat/revêtement de bonne qualité pouvant conduire à une adhérence optimale. L'influence de la morphologie de la surface après texturation laser, les paramètres laser ainsi que la couche d'oxyde sur l'adhérence des dépôts a donc ensuite été étudiée.

## **7. Effet du traitement de texturation laser sur l'adhérence des dépôts**

Les résultats trouvés précédemment ont permis de montrer que la résolution du scanner et la puissance du laser étaient les paramètres clés dans la modification de la morphologie de la surface. De plus, l'énergie du pulse est apparue comme le facteur influant le plus par la couche d'oxyde des substrats d'aluminium. L'objet de cette partie de l'étude est donc de montrer l'influence des paramètres laser sur la qualité d'adhérence des dépôts mais aussi, l'influence de la morphologie de la surface et de la couche d'oxyde. Comme indiqué en introduction, l'objectif de ce travail n'est clairement pas de développer de nouveaux revêtements. C'est pourquoi nous avons choisi d'élaborer un revêtement standard bien maîtrisé au niveau du laboratoire à savoir un revêtement de NiAl.

Pour évaluer l'efficacité de la texturation sur la qualité de l'interface, deux types de sollicitations ont été utilisées. La première, qui est le test de traction-adhérence, permet d'obtenir une valeur d'adhérence moyenne sur la totalité de la surface de l'échantillon. La deuxième méthode, d'indentation interfaciale, permet de réaliser des mesures très localisées de l'adhérence du revêtement.

### **7.1. Effet de la texturation laser sur les valeurs d'adhérence**

A partir des différentes surfaces texturées au laser, des revêtements de NiAl ont été élaborés par projection thermique. L'adhérence des dépôts sur les substrats a donc été évaluée tout d'abord par le test de traction adhérence. Ce test est celui le plus répandu dans le domaine de la projection thermique et sollicite la totalité de la surface de l'échantillon. A partir de ce test, une valeur calculée de l'adhérence du revêtement, exprimée en MPa, est obtenue.

Dans la continuité des essais préliminaires, une première approche consistant à tester les différentes séries proposées par le plan d'expérience présenté précédemment, a été réalisée. Les différents résultats sont présentés dans le tableau 3.7.

Tableau 3.7. Essais de traction adhérence sur les différentes surfaces texturées

Echantillon	F (kHz)	P (W)	v(mm/s)	R (pass/mm)	Diamètre des trous ( $\mu\text{m}$ )	Profondeur des trous ( $\mu\text{m}$ )	Traction (Mpa)	Ténacité (Mpa. $\sqrt{\text{m}}$ )
1	80	10	260	3	36,9 $\pm$ 13,8	1,25 $\pm$ 0,08	0	0
2	50	15	160	5,5	47,2 $\pm$ 1,0	65 $\pm$ 1,3	62,7 $\pm$ 1,6	6,3 $\pm$ 0,3
3	80	10	60	3	48,3 $\pm$ 2,3	1,31 $\pm$ 0,06	0	0
4	80	20	60	3	45,1 $\pm$ 7,6	15 $\pm$ 0,4	45,8 $\pm$ 0,7	3,3 $\pm$ 0,2
5	20	20	60	8	74,8 $\pm$ 1,0	30 $\pm$ 0,8	51,2 $\pm$ 0,09	4,3 $\pm$ 0,5
6	20	10	60	3	51,9 $\pm$ 1,5	35 $\pm$ 0,9	30,9 $\pm$ 1,8	1,0 $\pm$ 0,07
7	20	20	60	3	72 $\pm$ 0,8	315 $\pm$ 2,1	67,2 $\pm$ 1,4	10,6 $\pm$ 0,6
8	80	20	260	3	69,2 $\pm$ 1,6	477,5 $\pm$ 2,5	64,6 $\pm$ 0,6	10,4 $\pm$ 0,4
9	50	15	160	5,5	48,5 $\pm$ 1,0	63 $\pm$ 1,0	65,9 $\pm$ 1,5	6,2 $\pm$ 0,4
10	20	20	260	8	84,1 $\pm$ 1,8	57,2 $\pm$ 1,3	53,4 $\pm$ 3,1	5,3 $\pm$ 0,4
11	80	20	60	8	29,6 $\pm$ 10,8	5 $\pm$ 0,06	35,9 $\pm$ 0,8	1,0 $\pm$ 0,04
12	20	10	260	8	63,2 $\pm$ 2,5	30 $\pm$ 1,0	48,9 $\pm$ 0,3	4,8 $\pm$ 0,3
13	50	15	160	5,5	45,9 $\pm$ 0,7	65 $\pm$ 1,7	62,4 $\pm$ 1,2	6,3 $\pm$ 0,2
14	80	10	60	8	0	0	0	0
15	20	20	260	3	71,4 $\pm$ 3,5	532,5 $\pm$ 1,8	62,4 $\pm$ 1,4	5,3 $\pm$ 0,4
16	20	10	60	8	60,4 $\pm$ 1,1	70 $\pm$ 1,8	64,6 $\pm$ 0,4	3,8 $\pm$ 0,2
17	20	10	260	3	69,1 $\pm$ 1,1	287,5 $\pm$ 1,3	68,2 $\pm$ 1,5	8,1 $\pm$ 0,3
18	80	10	260	8	0	0	0	0
19	80	20	260	8	40,5 $\pm$ 0,8	2,8 $\pm$ 0,03	0	0

A la vue de ces premiers résultats, il apparaît que 60 % des dépôts réalisés présentent une très bonne adhérence supérieure à 50 MPa (valeur de référence pour les prétraitements conventionnels « sablage + dégraissage »). De plus, 40 % des valeurs obtenues dépassent 60 MPa.

Les valeurs d'adhérence varient en fonction de différentes fonctions objectifs constituant la morphologie de la surface. Il est clair que le diamètre des cavités engendre une modification de l'adhérence des dépôts. Comme le montre le tableau 3.7, les diamètres dépassant 40  $\mu\text{m}$  possèdent des valeurs d'adhérence supérieure à 45 MPa. Dans le cadre de cette étude, les différentes éprouvettes de traction étudiées ont rompu à l'interface substrat/dépôt. L'adhésif (la colle) n'a en aucun cas cédé à la traction comme le montre la figure 3.36 qui présente les deux côtes de 4 éprouvettes texturées, revêtues et testées à la traction. Il apparaît clairement que la rupture est survenue à l'interface pour chaque cas.

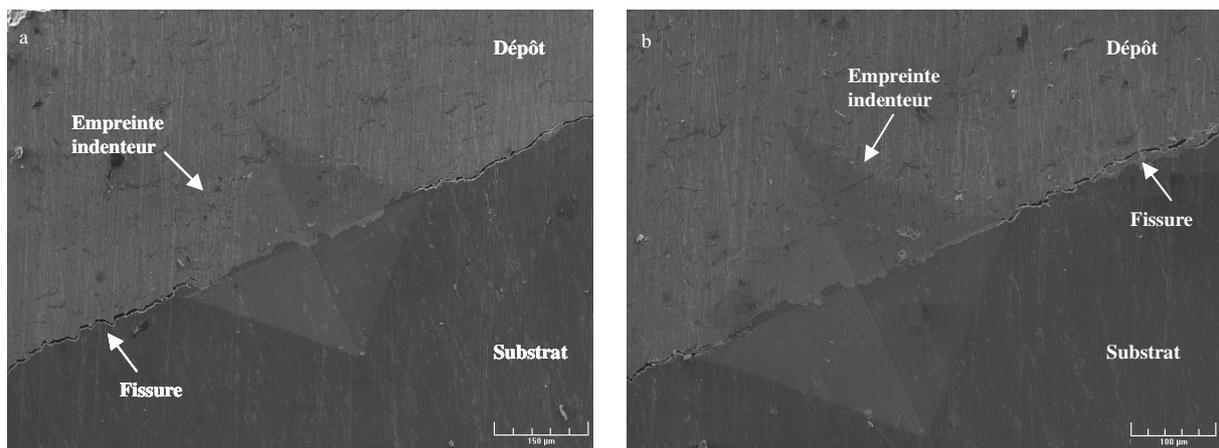


**Figure 3.36.** Interface de rupture après test de traction des substrats d'aluminium texturés et revêtus.

La seconde méthode d'indentation interfaciale consiste en une sollicitation ponctuelle et très ciblée d'une zone de l'interface (substrat/dépôt), par la réalisation d'empreinte de dureté Vickers permettant de mesurer la propagation des fissures. Cet essai permet alors d'estimer la ténacité de l'interface en  $\text{MPa}\cdot\sqrt{\text{m}}$ .

En ce qui concerne la ténacité des dépôts, les mesures ont été réalisées avec une certaine difficulté dans certain cas. Les fissures engendrées par l'indenteur ne se propageaient effectivement pas dans tous les cas à l'interface substrat/dépôt (figure 3.37 (a)) mais elles avaient parfois tendance à se propager dans le dépôt comme le montre la figure 3.37 (b). Même si cette évolution peut traduire une meilleure tenue interfaciale que la cohésion du dépôt, elle peut expliquer les écarts type assez importants présentés dans le tableau 3.7.

Dans le cas du processus localisé, la profondeur ainsi que le diamètre des trous jouent bien évidemment des rôles très importants comme il peut être constaté à partir du tableau 3.7. L'augmentation de la profondeur des trous engendre une diminution de la longueur des fissures et par cela une ténacité plus importante.



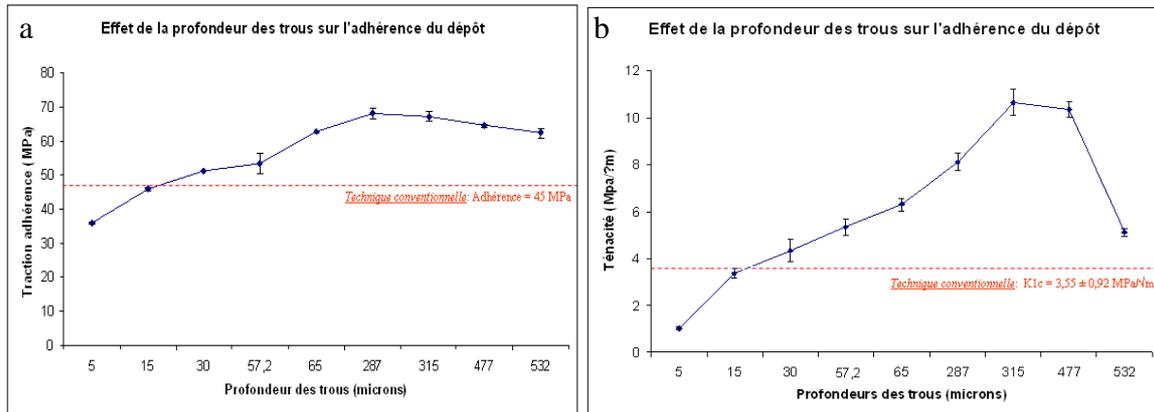
**Figure 3.37.** Interface de rupture par indentation interfaciale des substrats d'aluminium texturés et revêtus  
(a) propagation à l'interface, (b) propagation dans le dépôt

- Effet de la profondeur des trous

La profondeur des trous est un des paramètres les plus influents sur l'adhérence des dépôts parce qu'elle offre une plus grande surface d'accroche au revêtement. Cette hypothèse est bien confirmée à travers les résultats obtenus (figure 3.38), qui montrent une évolution de la traction-adhérence ainsi que la ténacité en fonction de l'augmentation de la profondeur des cavités.

Il peut être constaté que la valeur de la traction adhérence augmente proportionnellement avec la profondeur des trous jusqu'à un certain seuil de 287  $\mu\text{m}$  de profondeur. A partir de ce seuil, une dégradation de l'adhérence est obtenue.

Une tendance similaire est observée pour la ténacité du dépôt. Cette dernière a tendance à augmenter jusqu'à des profondeurs de 315  $\mu\text{m}$ . Au delà de ces profondeurs, une chute de la ténacité est aussi observée.



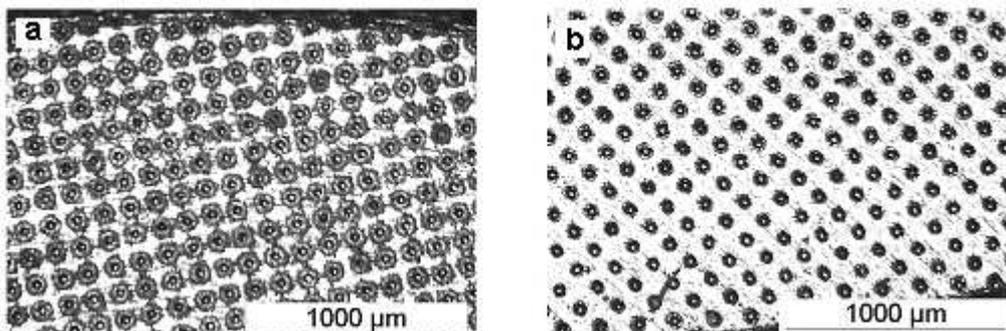
**Figure 3.38.** Effet de la profondeur des trous sur (a) l'adhérence, (b) la ténacité interfaciale du couple Al 2017/ NiAl

- Effet du volume du trou

La combinaison de diamètre ainsi que de la profondeur des cavités engendre un certain **volume du trou**, l'augmentation de celui-ci **favorise l'accroche du revêtement sur le substrat d'aluminium texturé** comme il peut également être aussi constaté dans le **tableau 3.7**.

- Effet du volume des bourrelets

Une série de tests a été réalisée afin d'identifier l'impact du volume des bourrelets sur l'adhérence des dépôts. La figure 3.39 présente des observations au microscope optique de deux surfaces traitées avec les mêmes paramètres laser. La figure 3.39 (a) présente une surface brute de texturation, alors que la deuxième figure (figure 3.39 (b)) présente une surface texturée et polie. Le polissage a été réalisé avant la réalisation de la projection thermique afin de supprimer les bourrelets créés par l'éjection de matière lors de l'irradiation laser.



**Figure 3.39.** Morphologie de surfaces texturées à  $F = 20 \text{ KHz}$ ,  $P = 20 \text{ W}$ ,  $V = 260 \text{ mm/s}$ ,  $R = 8, 10 \text{ tirs/trou}$  (a) brut de texturation, (b) polissage après texturation laser

Les résultats des essais de traction ainsi que ceux d'indentation effectués sur les deux types de surfaces sont présentés sur le tableau 3.8.

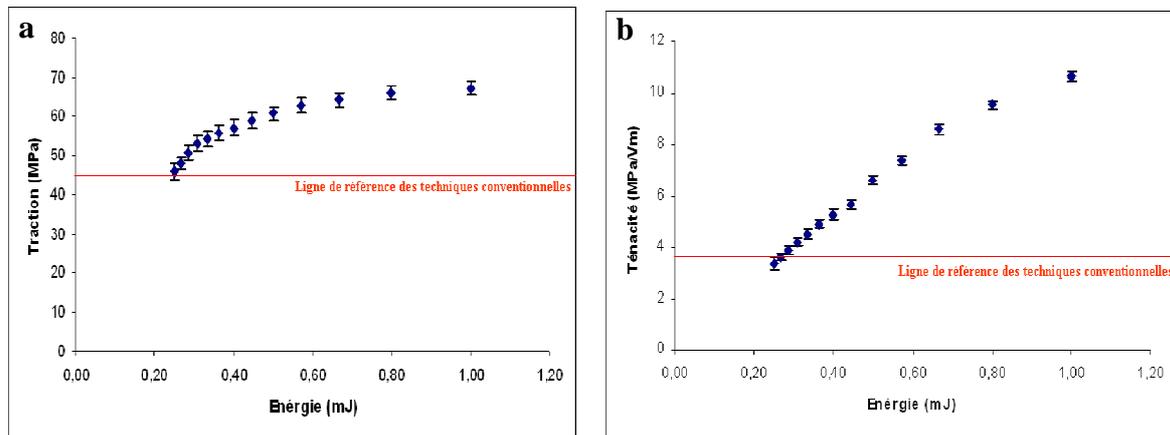
**Tableau 3.8.** Essais d'adhérence sur les différentes surfaces texturées

Echantillons	Traction adhérence (MPa)		Ténacité (MPa. $\sqrt{m}$ )	
	Brute de texturation	Polie après texturation	Brute de texturation	Polie après texturation
20KHz, 20W, 260mm/s et 8pas/mm	53,4 $\pm$ 3,1	62,1 $\pm$ 1,3	5,3 $\pm$ 0,4	5,5 $\pm$ 0,4
20KHz, 20W, 260mm/s et 3pas/mm	62,4 $\pm$ 1,4	69,2 $\pm$ 0,9	5,3 $\pm$ 0,4	5,2 $\pm$ 0,4
20KHz, 20W, 60mm/s et 8pas/mm	51.2 $\pm$ 0.1	60.6 $\pm$ 1.6	4.3 $\pm$ 0.5	4.3 $\pm$ 0.3

Ils montrent que **le volume des bourrelets joue un rôle très important dans l'adhérence des revêtements**. Une augmentation moyenne de 13 % de la valeur de traction adhérence est observée pour les différentes surfaces texturées après polissage. En revanche, en ce qui concerne la ténacité, les valeurs sont presque identiques. La variation de 1,5 % correspond plus à une marge d'erreur due à la manipulation ou à la précision de la machine. Le bourrelets est alors néfaste pour l'adhérence du revêtement.

- Effet de l'énergie des impulsions

Il a été conclu aussi dans les précédentes parties de ce chapitre que **l'énergie des impulsions était un facteur très important dans la modification de la surface**, du point de vue morphologique ainsi que chimique. De ce fait, une étude montrant l'impact de l'énergie des impulsions laser sur l'adhérence des revêtements s'est avérée nécessaire.



**Figure 3.40.** Effet de l'énergie des impulsions sur l'adhérence des revêtements estimée ( $P = 20$  W,  $V = 60$  mm/s,  $R = 3$ ): (a) par traction adhérence, (b) par indentation interfaciale.

Comme en témoigne la figure 3.41, il apparaît clairement tout d'abord que **la ténacité interfaciale est fortement influencée par l'énergie d'impulsion**. L'augmentation de cette dernière engendre une amélioration de la ténacité d'une valeur de 3,5 MPa. $\sqrt{m}$  à une valeur de 10,6 MPa. $\sqrt{m}$ .

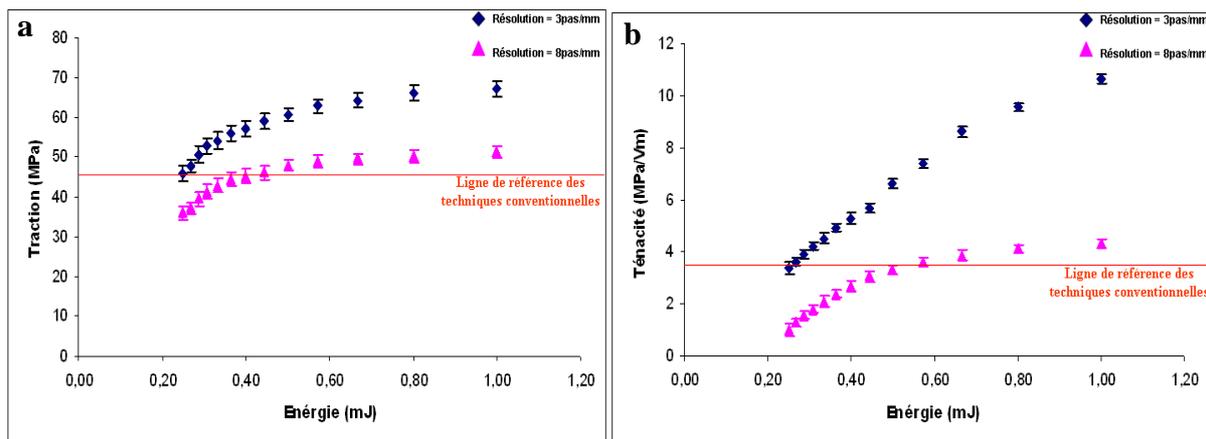
Pour des valeurs d'énergies supérieures à 0,27 mJ, la résistance à l'indentation interfaciale d'un dépôt sur un substrat texturé au laser devient supérieure aux valeurs obtenues après les techniques conventionnelles.

Une évolution similaire par traction adhérence est aussi observée. Il apparaît dans ce cas que toutes les mesures se distinguent de celles réalisées par techniques conventionnelles. Une amélioration de 32 % de la valeur de l'adhérence peut ainsi être atteinte.

- Effet de la densité des trous (résolution)

Précédemment, l'influence de la résolution sur la morphologie de la surface texturée a été présentée. A partir des résultats montrant que le paramètre résolution avait une influence significative, une étude de l'impact de ce paramètre a été menée sur l'accroche du revêtement.

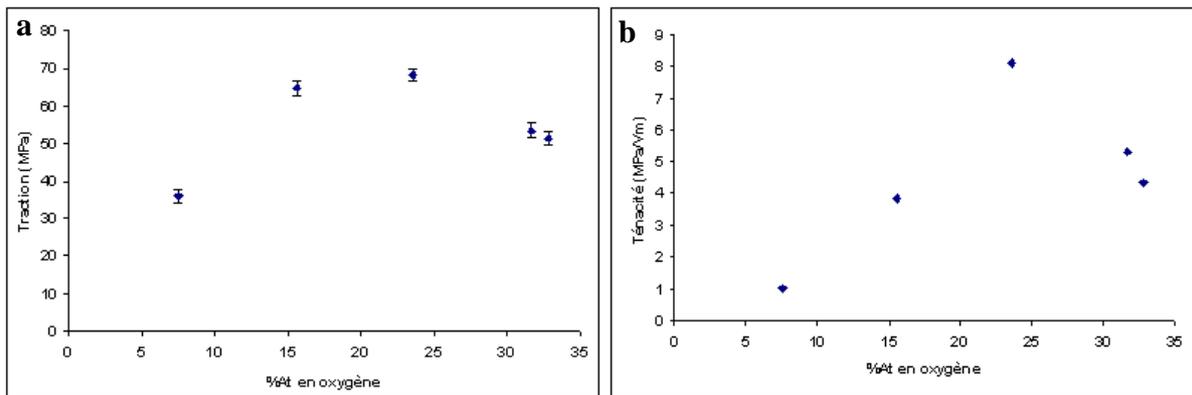
La figure 3.41 présente l'évolution de deux séries de surfaces texturées à même puissance laser (20 W) et à même vitesse de déplacement (60 mm/s) pour des résolutions de 3 et 8 pas/mm. Quelle que soit la méthode de mesure, il apparaît toujours **une meilleure tenue interfaciale avec une faible densité de trou à la surface** (Résolution = 3 i.e. 333  $\mu\text{m}$ ) que plus élevée (Résolution = 8 i.e. 125  $\mu\text{m}$ ). L'écart peut varier suivant la méthode d'analyse (64 % par traction adhérence contre 23 % par indentation) mais l'effet reste constant et significatif.



**Figure 3.41.** Effet de la résolution sur l'adhérence des revêtements  
( $P = 20 \text{ W}$ ,  $V = 60 \text{ mm/s}$ ): (a) par traction adhérence, (b) par indentation interfaciale.

- Effet de la couche d'oxyde

D'autre part, en considérant que l'énergie des pulses ainsi que la résolution du scanner engendrent un effet thermique sur le matériau susceptible de provoquer une modification chimique de la surface, avec la formation d'une couche d'oxyde, une évaluation de son effet peut aussi être intéressante à étudier.



**Figure 3.42.** Effet de la couche d'oxyde sur l'adhérence des revêtements mesurée par : (a) traction adhérence, (b) indentation interfaciale.

Comme l'illustre la figure 3.42, l'amélioration des propriétés d'adhérence avec l'augmentation du % atomique de l'oxygène à la surface est confirmée dans tous les cas. Ces résultats indiquent qu'il y a une évolution progressive de l'adhérence jusqu'à une valeur seuil du % atomique de l'oxygène obtenue par le traitement laser de la surface de l'aluminium, à partir de laquelle une chute très brusque de l'adhérence est observée.

## 7.2. Discussion

Dans cette étude, des substrats d'aluminium ainsi que des dépôts de NiAl ont été considérés. Le phénomène d'adhérence [31,32] entre les deux interfaces reste un mécanisme important à bien étudier tant du point de vue du type de substrat que de sa préparation de surface avant projection thermique [33] ou de la méthode d'élaboration du dépôt. Dans le cas présent, l'étude s'est focalisée sur le phénomène de préparation de surface avec une méthode de traitement de surface par laser afin d'offrir un palliatif aux techniques conventionnelles telles que le sablage et le dégraissage [34]. M. Verdier [35] a déjà traité et démontré l'efficacité d'un traitement laser par ablation seule sur la tenue adhésive des dépôts.

Cette troisième partie de l'étude s'est donc focalisée sur les performances, en termes d'adhérence des revêtements, des surfaces texturées élaborées et présentées dans les deux parties précédentes. L'objectif clairement affiché de notre étude était d'obtenir des valeurs d'adhérence au moins aussi bonnes que celles observées sur des surfaces préparées de façon conventionnelle à savoir par dégraissage et sablage.

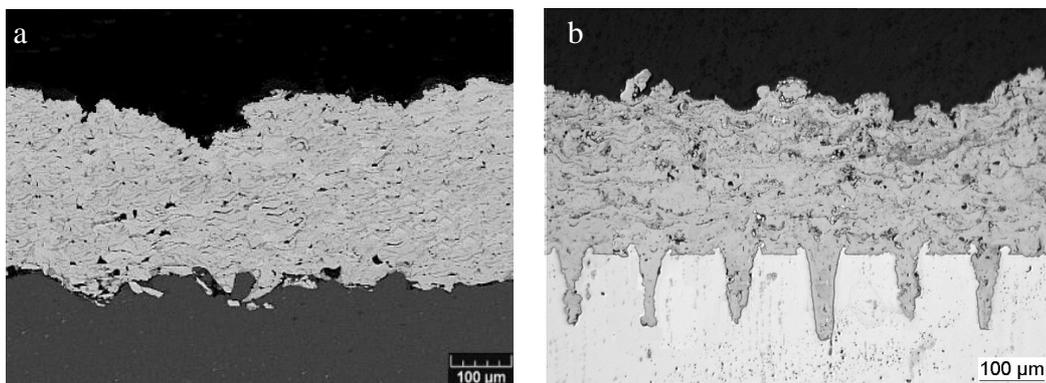
A cet effet, différents essais ont été réalisés suivant un tableau d'expériences afin de balayer les différents paramètres laser. Les résultats exposés dans cette partie ont permis de mettre en évidence différents phénomènes.

En premier lieu, il est apparu une **réelle amélioration des valeurs d'adhérence des dépôts après traitement laser**. 68 % des essais présentent des valeurs 1,5 fois plus importantes en adhérence à la traction que celles obtenues de façon conventionnelle et 58 % des essais sont 3 fois plus résistants à la fissuration par indentation interfaciale que la technique conventionnelle. Cela peut signifier que la préparation des substrats d'aluminium par texturation laser permet un gain significatif sur cet aspect.

Une première hypothèse concernant la forte augmentation de l'adhérence des dépôts par rapport à la technique conventionnelle suppose une pénétration de l'adhésif au sein du dépôt jusqu'à l'interface. Dans le cas présent, cette hypothèse peut être éliminée du fait de l'homogénéité de l'interface après l'essai de traction et sa non brillance comme le montre la figure 3.36.

La deuxième hypothèse repose sur différents mécanismes (morphologiques et chimiques) engendrés par le laser de texturation sur la surface du substrat.

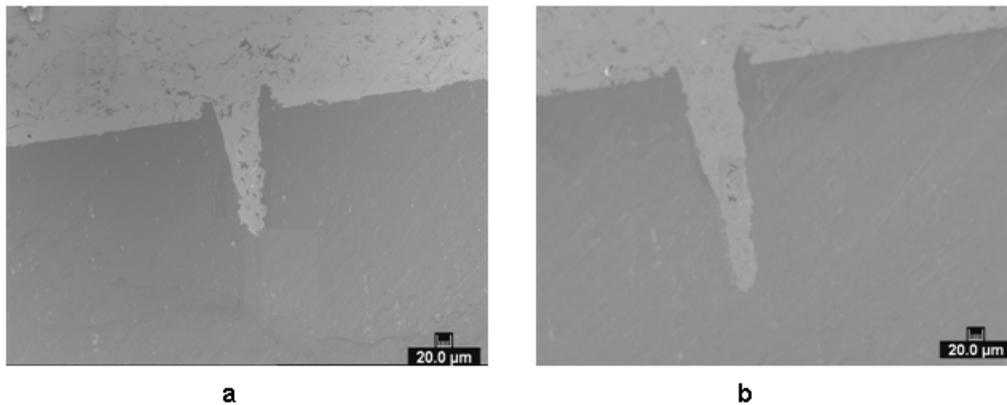
Celle-ci peut être expliquée par une augmentation de la surface de contact entre le dépôt et le substrat comme le montre la figure 3.43, où il peut être observé que la surface de contact du substrat d'aluminium texturé (figure 3.43 (b)) est largement plus importante que la surface du substrat sablé (figure 3.43 (a)) [17].



**Figure 3.43.** Observation au microscope de l'interface substrat/dépôt préparée par (a) sablage, dégraissage, (b) texturation laser

Ainsi à la vue de ces différents résultats, il est clair que la morphologie des cavités influence considérablement l'accroche des revêtements. Le diamètre des trous est un facteur important dans l'adhérence du dépôt qui, dans le cas de cette étude, est en moyenne autour de  $65 \mu\text{m}$  (un faible diamètre ( $<35 \mu\text{m}$ ) pouvant limiter la pénétration des gouttelettes de NiAl à l'intérieur des cavités). Il a été constaté néanmoins dans quelques cas la présence de trous non remplis qui peuvent expliquer les écarts observés par des mesures de traction.

En ce qui concerne la profondeur des cavités, à dimension de trous équivalente, elle influence aussi la valeur de l'adhérence du revêtement. Un seuil de profondeur d'environ  $300 \mu\text{m}$  (figure 3.44 (a)) a été détecté à partir duquel l'adhérence des dépôts faiblit. La propagation des fissures elle aussi devient plus sensible à partir de ce même seuil de profondeur. Ces constatations peuvent être expliquées par le fait que les cavités possèdent des formes coniques pouvant fragiliser l'accroche mécanique pour des profondeurs trop importantes ( $>300 \mu\text{m}$ ). Une deuxième hypothèse peut être établie, en tenant compte des porosités dues à un défaut de remplissage des cavités pour des profondeurs supérieures au seuil. Cet effet reste néanmoins à confirmer dès lors que certaines images (figure 3.44(b)) contredisent ce point.

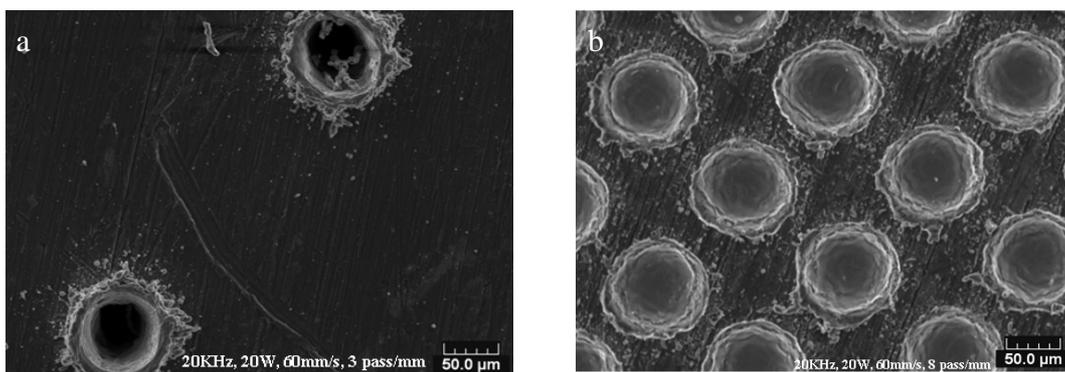


**Figure 3.44.** Remplissage des trous pour des profondeurs dépassant  
(a) 280 µm, (b) 500 µm

Un des points importants aussi est l'effet de la densité des trous sur l'adhérence des revêtements. Il peut être observé que les hautes valeurs d'adhérence par traction ou par indentation interfaciale ont été atteintes pour des distances entre trous relativement faibles (333 µm), ce qui correspond à une valeur de résolution égale à 3.

La figure 3.45 illustre ce phénomène d'un point de vue surfacique.

Dans un premier cas ( $R = 3$ ) des valeurs d'adhérence de 67 MPa par la traction et de 10 MPa. $\sqrt{m}$  pour la ténacité ont été mesurées. Dans le deuxième cas ( $R = 8$ ), la valeur de traction adhérence devient égale à 51 MPa, et la ténacité tombe à 4 MPa. $\sqrt{m}$ . Cela peut être expliqué par un effet thermique trop important, peut-être généré par une trop forte densité de trous sur la surface. Comme les analyses chimiques par XPS l'ont montré, cela risque d'engendrer une couche d'oxyde inhomogène risquant de fragiliser l'interaction substrat/dépôt. Une deuxième hypothèse suppose aussi qu'une densité de trous importante risque de générer des rugosités de surface entre trous non homogènes pouvant induire alors une fragilité de l'adhérence substrat/dépôt à travers un phénomène d'écaillage des îlots de la surface du substrat, et par cela, favoriser la propagation des fissures à l'interface.



**Figure 3.45.** Morphologie de surfaces texturées ( $F = 20$  KHz,  $P = 20$  W et  $V = 60$  mm/s)  
avec deux résolutions différentes: (a) 3 pas/mm, (b) 8 pas/mm

L'éjection de matière combinée avec un refroidissement brutal au contact avec l'air environnant condense la matière autour des cavités formant alors des bourrelets. Les résultats précédents ont ainsi montré que les bourrelets diminuaient l'adhérence des revêtements par

traction adhérence. Ce résultat peut être expliqué par le fait que ce volume de matière redéposé ne soit pas bien adhérent sur la surface initiale du substrat. Cet effet peut engendrer alors facilement un écaillage du bourrelet lors de la sollicitation.

Mais l'élévation de la température permettant l'extraction et l'évaporation de la matière est aussi sensible à l'énergie d'impulsion. Il a été démontré que l'augmentation de cette dernière améliore l'adhérence des revêtements ainsi que la ténacité. Les travaux de V. Barnier [18] sur la préparation d'une surface d'aluminium pur par laser ( $\lambda = 1064 \text{ nm}$ ) confirment cet effet lié à l'augmentation de l'énergie des impulsions engendrant une amélioration de l'adhérence d'un revêtement d' $\text{Al}_2\text{O}_3$  élaboré par projection thermique.

A partir des différents résultats présentés précédemment, une modification structurale du substrat sur une certaine épaisseur a été observée avec une diminution de sa microdureté. Cette modification de la dureté peut influencer aussi l'adhérence des revêtements élaborés par projection thermique. Cette diminution pourrait par exemple être à l'origine d'un effet de non rebondissement et écrasement des lamelles lors de l'impact avec la surface du substrat traité au laser de texturation, à l'inverse d'une surface sablée. Fang et al. [36] ont travaillé sur des mesures de dureté de surface avant et après sablage d'une surface d'aluminium 6063. Avec une augmentation de la dureté de la surface sablée d'une valeur de 110 HV à 150 HV, il a été observé, qu'une surface dure absorbait moins les chocs et par cela l'écrasement des lamelles était moindre. Y. Danlos [17] a démontré que les surfaces traitées au laser sont moins soumises aux phénomènes de rebonds et ont plus de facilité à accrocher les lamelles sur la surface.

Enfin, les résultats présentés précédemment ont permis de mettre en évidence le phénomène d'oxydation de la surface du substrat d'aluminium après un échauffement induit par des impulsions laser et l'air environnant. Les analyses EDS et XPS effectuées sur les échantillons traités au laser de texturation ont montré que le phénomène d'oxydation de la surface est fortement accentué par l'énergie d'impulsion du laser. Il a été montré aussi que cette couche d'oxyde pouvait favoriser l'adhérence des revêtements jusqu'à un certain seuil d'oxydation. A partir de ce seuil, l'oxydation limite l'adhérence des dépôts. Ce phénomène est dû au fait qu'à partir d'une certaine énergie d'impulsion la couche d'oxyde n'a plus une structure uniforme et homogène sur la globalité de la surface mais se présente sous forme d'ilots et de cristaux [37]. L'hétérogénéité de la couche d'oxyde fragilise donc l'interface et favorise la décohésion du revêtement. Mais qu'en est-il maintenant du comportement en fatigue?

### **7.3. Tenue en fatigue sur matériau texturé mais non revêtu**

Après ces différents résultats indiquant que la texturation de surface améliore l'adhérence des revêtements élaborés par projection thermique, des perspectives intéressantes d'utilisations industrielles de ce nouveau procédé de préparation de surface se dessinent.

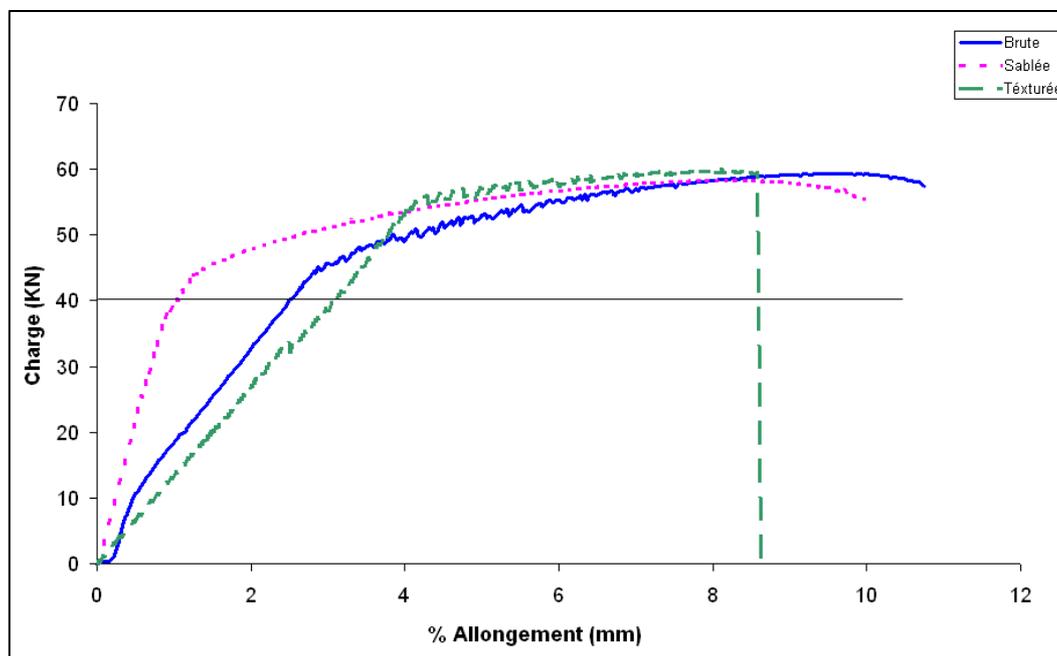
Cependant, ces résultats ne permettent pas de préconiser le remplacement des techniques conventionnelles par le laser sans une étude plus approfondie des répercussions de l'impact laser sur le matériau avec le temps. En effet le traitement par laser génère des contraintes mécaniques, des déformations plastiques et un cycle thermique d'échauffement suivi brusquement d'un cycle de refroidissement et surtout crée des cavités à la surface pouvant être assimilées d'un point de vue mécanique à des éventuelles amorces de rupture.

Des éprouvettes (voir chapitre 2) ont donc été testées en résistance à la fatigue sous conditions identiques. Trois états de surface ont été caractérisés: une surface brute d'usinage, une surface traitée par sablage et une surface traitée par texturation laser. Compte tenu du nombre très réduit d'éprouvettes, les conditions de texturation choisie pour cette étude sont celles qui proposent la meilleure adhérence du revêtement après projection thermique et cela correspond à l'échantillon 17 du plan d'expérience dont les propriétés sont rappelées dans le tableau 3.9.

**Tableau 3.9.** Paramètres de texturation par laser des surfaces d'aluminium testées en fatigue

Numéro de l'échantillon Correspondant au plan d'expérience	F (KHz)	P (W)	R (Pass/mm)	V (mm/s)	Nombre de tirs/trou	Diamètre ( $\mu\text{m}$ )	Profondeur ( $\mu\text{m}$ )	Traction Adhérence (MPa)
17	20	10	3	260	26	69,1 $\pm$ 1,1	287,5 $\pm$ 1,3	68,2 $\pm$ 1,5

Dans un premier temps, deux essais de traction monotone par type d'échantillon ont été réalisés avec des vitesses de déformation de 0,2 mm/s afin de déterminer le niveau de chargement maximal à ne pas dépasser pour les essais de fatigue. Les résultats des essais de traction effectués sur les différentes séries sont présentés sur la figure 3.46. Comme indiqué dans le chapitre 2, la forme retenue pour les éprouvettes ne permet pas un calcul direct de la contrainte appliquée qui n'est d'ailleurs pas constante dans toute la longueur. Toutes les courbes présentées dans la suite seront donc tracées en fonction de la charge appliquée exprimée en kN.



**Figure 3.46.** Résultats des essais de traction monotone sur les trois types de surfaces

A partir de la courbe de traction monotone, il peut être distingué un premier domaine où l'aluminium a un comportement élastique réversible, durant lequel l'arrêt de la sollicitation permet à l'éprouvette de retourner à son état initial. A partir de 40 kN, l'aluminium a un autre

comportement. Une déformation irréversible de l'aluminium apparaît, se terminant par une déformation de l'éprouvette jusqu'à sa rupture.

L'allure des courbes de traction nous permet d'affirmer que c'est le matériau texturé qui présente la limite d'élasticité la plus élevée. Une limite d'élasticité de l'aluminium commune pour les différents états de surface a été définie alors à 40 kN, ce qui conduit donc à une limite en charge maximale pour le test de fatigue de 40 kN.

Les tests de fatigue ont alors été effectués à une fréquence de 10 Hz avec un rapport de charge de 0,1. 5 niveaux d'amplitudes ont été testés pour chaque état de surface. Pour obtenir des courbes de fatigue fiables, il est généralement recommandé de réaliser au moins 5 essais par niveau de chargement afin de prendre en compte le caractère dispersif de ce type d'essais [38,39].

Malheureusement, le manque de temps n'a pas permis de réaliser tous les essais prévus et seules 2 éprouvettes ont été testées par niveau. Ceci est donc largement insuffisant pour tracer une courbe de Wöhler avec un intervalle de confiance raisonnable mais semble permettre d'esquisser quelques tendances qui seront bien sûr à valider lorsque l'intégralité des résultats sera disponible.

Chaque niveau de chargement (indiqué dans le tableau 3.10) a donc été testé deux fois.

*Tableau 3.10.* Récapitulatif des charges appliquées pour le test de fatigue

R = 0,1	Charge max (kN)	Charge min (kN)	Amplitude (kN)
<b>Essai 1</b>	40	4	18
<b>Essai 2</b>	38	3,8	17,1
<b>Essai 3</b>	36	3,6	16,2
<b>Essai 4</b>	33	3,3	14,9
<b>Essai 5</b>	30	3	13,5

Les premiers résultats obtenus pour les essais de fatigue sont présentés sur la figure 3.47. Celle-ci montre l'évolution du nombre de cycle à la rupture pour les différentes charges appliquées aux trois états de surfaces. Comme indiqué précédemment, le manque de points représentatif ne permet pas raisonnablement de tracer une courbe de tendance.

Il semble cependant apparaître que le sablage résiste le mieux à la fatigue devant la surface brute et celle texturée (même si ces résultats restent encore sujet à caution puisque le nombre d'essais par charge est seulement de deux). Il peut être constaté aussi que la surface texturée réagit comme la surface brute aux fortes charges.

Ainsi, pour des valeurs de  $F_{max}$  proche de la limite d'élasticité (fatigue oligocyclique), les 3 traitements de surface semblent donner des résultats similaires. On peut ainsi penser que, dans ces cas, c'est le comportement du matériau massif qui domine, amenant un endommagement rapide. Pour des valeurs de chargements plus faibles, les différentes courbes semblent se séparer avec une durée de vie plus faible pour les échantillons texturés et une légère

amélioration pour les surfaces sablées. Si cela se confirme, au travers des essais en cours, cela pourrait indiquer un phénomène de fragilité à la fatigue lié à la texturation.

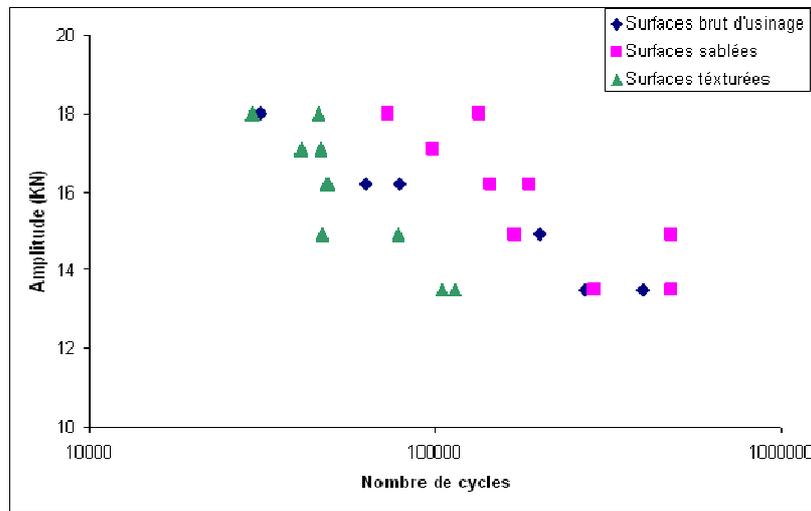


Figure 3.47. Résultats des comportements en fatigue des trois types de surfaces

Afin de vérifier dès à présent une fragilisation potentielle dans le cas des éprouvettes texturées, des observations micrographiques des différentes éprouvettes rompues en fatigue ont été réalisées. La figure 3.48 présente tout d'abord une vue d'ensemble typique des surfaces rompues, la figure 3.49 quant à elle présente plus précisément les différents faciès de rupture obtenus pour les 3 états de surfaces testés. Il est à noter qu'il est très difficile de distinguer les 2 zones classiques des faciès de rupture en fatigue. Seule une éprouvette texturée (figure 3.48 (b)) a permis l'observation claire d'une zone de rupture par fatigue et d'une zone de rupture brutale. Pour chacun des autres faciès de rupture, des zones présentant des stries de fatigue sont visibles entourées de zones caractérisées par des cupules de rupture ductile.

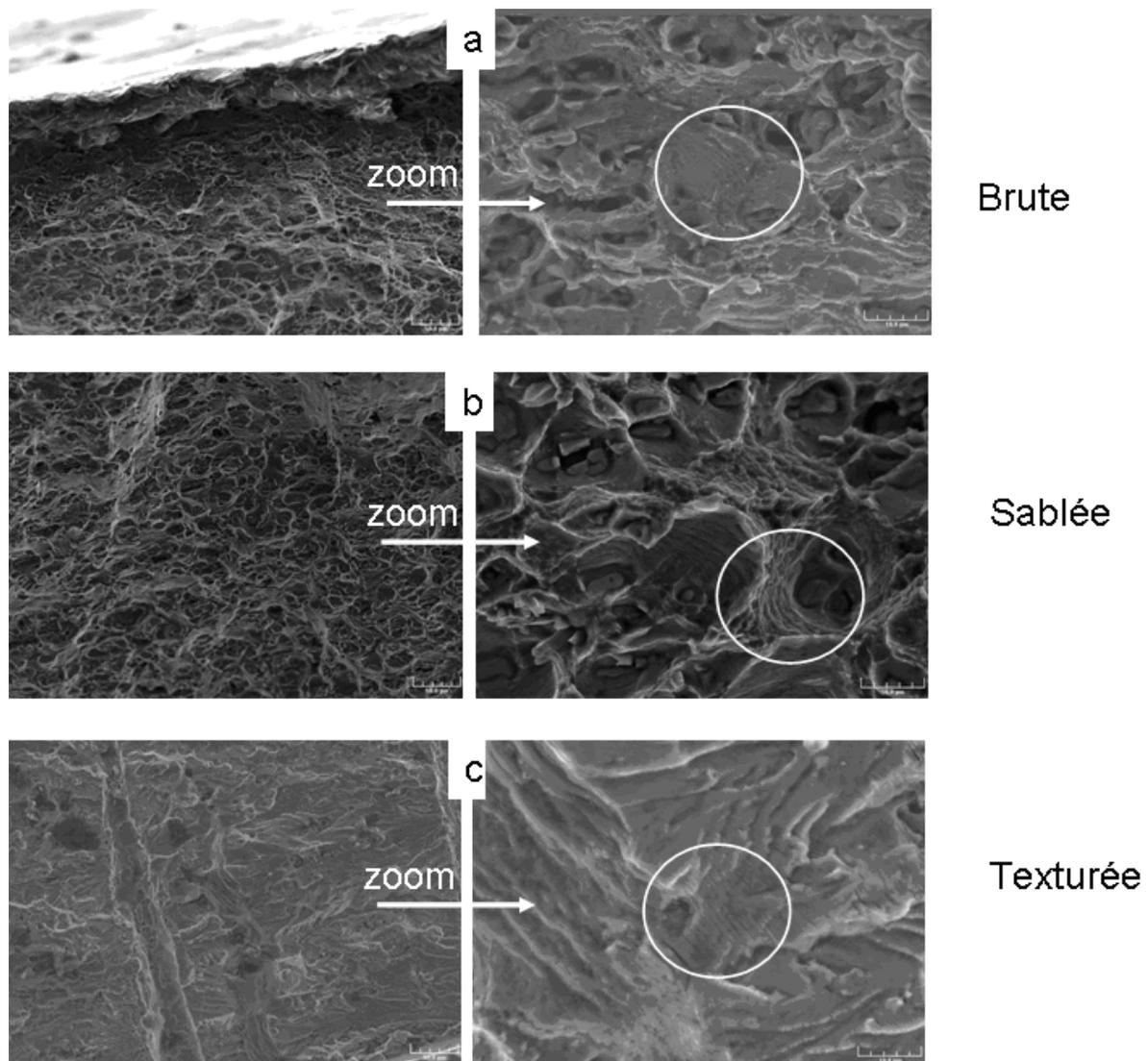
Les 3 types d'éprouvettes présentent donc un faciès mixte avec des zones de fatigue réparties de façon aléatoire dans la section, rendant impossible l'identification de la zone d'amorçage. Ces faciès assez atypiques semblent cependant exclure l'hypothèse d'une zone fragilisée située en surface et ne permettent pas clairement de conclure sur l'effet négatif de la texturation en expliquant de façon sûre l'abatement de durée de vie qui semble se dessiner au vu de la figure 3.47.



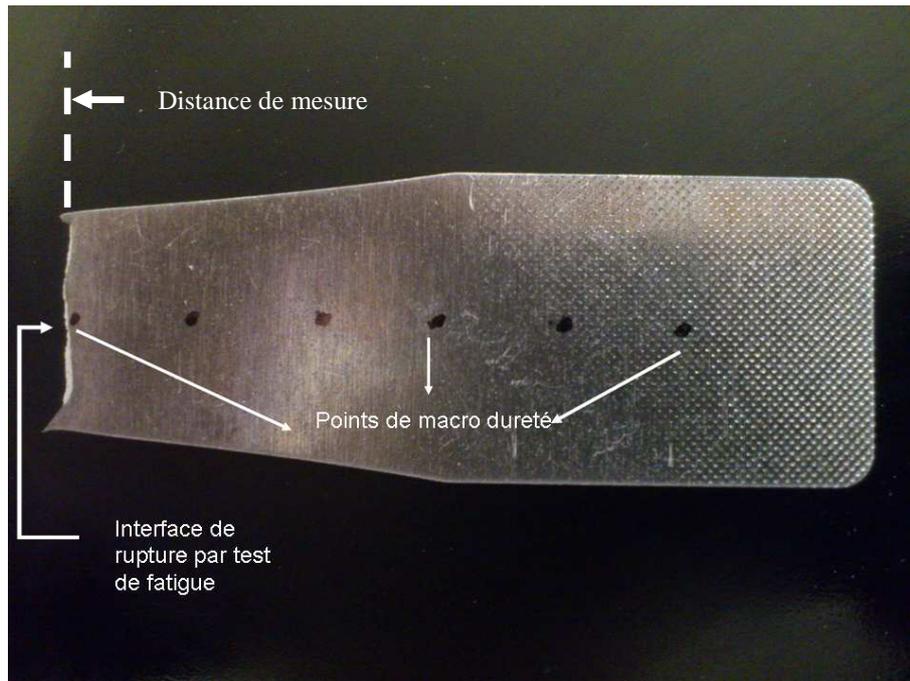
Figure 3.48. Faciès de rupture d'éprouvettes testées à une contrainte maximale de 36 kN et  $R = 0,1$  (a) vue d'ensemble typique de surface rompue sans zone de rupture claire, (b) vue d'ensemble d'une zone de rupture claire par fatigue

Toutes ces observations et constatations peuvent être justifiées par le fait que le sablage pourrait permettre la création de légères contraintes résiduelles de compression en surface. Ceci peut favoriser la tenue en fatigue contrairement à la surface texturée. Celle-ci voit sa surface plus sévèrement sollicitée mécaniquement, par la création de microcavités allant jusqu'à 500  $\mu\text{m}$  de profondeur, ce qui peut être une première amorce à la fissuration, dans le cas où le substrat n'est pas revêtu.

Afin de détecter les modifications des propriétés mécaniques liées à la fatigue et tenter d'obtenir une réponse plus claire quant à l'effet du prétraitement, des mesures de macro dureté Vickers ont donc été réalisées à partir de la zone de rupture et en s'éloignant de la zone affectée comme indiqué sur la figure 3.50.



*Figure 3.49.* Faciès de rupture pour les trois types de surfaces



*Figure 3.50.* Emplacement des mesures de macros dureté sur l'éprouvette

Selon les résultats synthétisés dans la figure 3.51, il apparaît clairement que la surface texturée possède des valeurs de dureté globalement inférieures à celles observées sur les surfaces brutes et sablées. Loin de la zone de rupture par fatigue, cette différence de dureté peut être liée à l'effet thermique de la texturation. Lorsqu'on s'approche de la face de rupture, les 3 éprouvettes présentent une chute de leur dureté. Cet abattement de l'ordre de 40 HV est similaire pour tous les échantillons. Ainsi, une fois de plus, il n'est pas possible de conclure à ce stade quant à une influence spécifique de la texturation sur les résultats de dureté.

Les résultats des essais actuellement en cours et devant permettre de multiplier le nombre de points expérimentaux par niveau de chargement devraient permettre d'infirmer ou confirmer la tendance qui semble se dégager de la courbe 3.47.

De plus, des essais sur éprouvettes revêtues doivent également être conduits. En effet, la présence d'un revêtement à la surface du matériau, et surtout à l'intérieur des cavités dans le cas des éprouvettes texturées, peut largement modifier le comportement à l'amorçage des fissures. Le cycle thermique, imposé à toutes les éprouvettes lors de la projection thermique peut également modifier les comportements mécaniques des 3 types de substrats et en particulier gommer les différences observées entre les éprouvettes texturées et celles qui avaient conservé en surface leur microstructure vieillie.

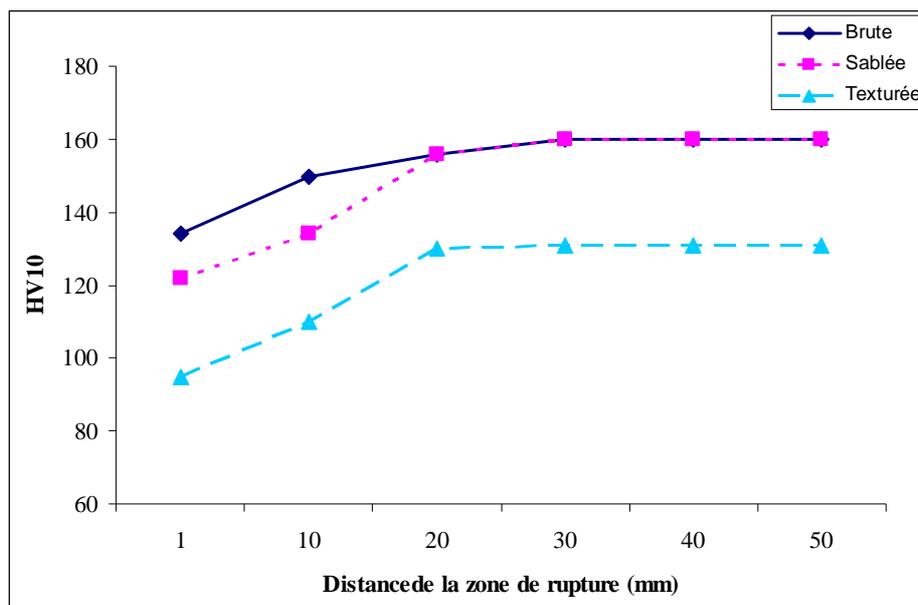


Figure 3.51. Essais de macro dureté sur les trois types de surfaces (HV10 = 10kg)

Si à l'issue de l'ensemble de ces tests, la chute de résistance à la fatigue est confirmée pour les éprouvettes texturées, il faudra alors sans doute tenter de trouver un compromis entre l'effet de la texturation sur l'adhérence et celui sur la fatigue. Il convient en effet de rappeler que les éprouvettes texturées testées ici correspondent à celles qui ont permis d'obtenir les meilleures valeurs d'adhérence par le biais de cavités très profondes. Il serait alors judicieux, si l'effet négatif est confirmé, de tester des éprouvettes moins profondément texturées amenant des valeurs d'adhérence tout juste égales aux valeurs conventionnelles.

## 8. Conclusion

L'approche du plan d'expérience a permis de mettre en évidence les paramètres laser influant sur le procédé de texturation laser. La méthode expérimentale nous a renseigné sur les facteurs influençant la morphologie des trous (diamètres, profondeurs, volumes), la qualité de surface texturée (rugosité) et surtout l'adhérence dépôt/substrat.

A travers les différents essais exploratoires, les paramètres laser influant sur la morphologie de la surface sont:

- l'énergie des impulsions laser qui joue un rôle important dans la profondeur des cavités. A travers les résultats présentés précédemment, il est clair que l'augmentation de l'énergie d'impulsion engendre une augmentation de la profondeur des trous. Ce paramètre laser peut générer une élévation de la température qui provoque la création d'une couche d'oxyde à la surface.
- le nombre de tirs par trou qui peut donner un effet plus ou moins marqué à la surface par la création de cavités plus ou moins profondes;

- la densité des trous à la surface. Ce paramètre influe sur la rugosité de surface par le biais de l'éjection de matière qui refroidit entre les cavités très rapprochées et se redépose autour des cavités;
- la focalisation du laser joue sur la géométrie du trou. Un laser focalisé permet d'avoir des trous bien circulaires, contrairement à un laser défocalisé qui engendre des trous de formes ellipsoïdales.

L'impact des paramètres laser sur la morphologie du substrat d'aluminium, permet donc d'atteindre des niveaux d'adhérence du revêtement élaboré par projection thermique très élevés.

L'augmentation de l'adhérence peut être associée à l'augmentation de la profondeur des cavités, amenant ainsi une élévation de la surface de contact entre les particules projetées et le substrat. Un seuil de profondeur limite néanmoins l'adhérence et cela peut être associé à la forme conique des trous qui peut fragiliser l'accroche du revêtement au fond du cône, mais aussi à la très grande profondeur qui peut induire un risque de non remplissage des cavités.

En ce qui concerne l'influence de la densité des trous à la surface du substrat, les résultats d'adhérence ont montré qu'un maillage fin (densité élevée de trous à la surface) diminue l'adhérence des revêtements, probablement lié à un effet de propagation des fissures plus facile. Ce paramètre de résolution provoque aussi un phénomène de bourrelets (condensation de matière autour des cavités) qui est très important. La formation des bourrelets a été démontrée comme étant néfaste pour l'adhérence des revêtements, dû sans doute à des effets d'écaillage de ces bourrelets.

La formation d'une couche d'oxyde à la surface influe enfin sur l'adhérence des revêtements. Il a été démontré que l'augmentation de l'énergie des impulsions engendre une augmentation de la couche d'oxyde. La formation de cette couche d'oxyde ainsi que sa forme peuvent évoluer en passant d'une couche bien uniforme sur toute la surface du substrat texturé à une forme d'ilots regroupés entre les trous. La deuxième structure défavorise bien évidemment l'adhérence des revêtements par le fait qu'un décollement et une fissuration est plus probable pour une surface formée d'ilots.

Ainsi, à partir des différentes conclusions, il est clair que la préparation de surface est un procédé nécessaire pour l'élimination des différents contaminants de la surface avant projection thermique. Le traitement de surface par texturation laser a montré une meilleure accroche des particules à la surface du substrat d'aluminium à travers une modification chimique de la surface et une modification mécanique par augmentation de la surface de contact entre le substrat et le dépôt. Les différents résultats ont révélé une augmentation de l'adhérence significative par rapport aux procédés conventionnels mais les premiers retours en fatigue ne témoignent pas d'un bon comportement. D'autres mesures restent donc à réaliser afin de confirmer ou infirmer ces tendances.

## Références bibliographiques

- [1] S. Forget, «Optique des lasers & faisceaux gaussiens», Cours, exercices et exemple d'application, Laboratoire de Physique des Lasers Université Paris Nord/13.
- [2] Evgueni V. Bordatchev, Suwas K. Nikumb, «Effect of focus position on informational properties of acoustic emission generated by laser-material interactions», *Appl Surf Scien*, Vol. 253, pp. 1122-1129, 2006
- [3] J. Goupy, «Plan d'expériences pour surface de réponse», Dunod, Paris, ISBN 2-10-005765-0, 1999.
- [4] S. Vivier, «Stratégie d'optimisation par la méthode des plans d'expériences et application aux dispositifs électrotechniques modélisés par éléments finis», Université des Sciences et Technologies de Lille, Thèse, 2002.
- [5] A. Dauscher, V. Feregotto, P. Cordier, A. Thomy, «Laser induced periodic surface structures on ion», *Appl Surf Scien*, Vol. 96-98, pp. 410-414, 1996.
- [6] S. Costil, G. Montavon, C. Coddet, F. Rigollet, O. Freneaux, F. Folio, G. Barbezat, P. Wasen, A. Diard, «Thermal spray deposition of a copper coating on aluminium using the PROTAL process», *Thermal spray: Meeting the challenges of the 21st century*, vol.1, pp. 1409-1413, 1998.
- [7] S. Petzoldt, J. Reif, E. Matthias, «Laser plasma threshold of metals», *Appl surf scien*, Vol. 96-98, 1996, pp. 199-204.
- [8] W.M. Steen, «Laser material processing», 3rd édition, Springer-Verlag, London, 2003.
- [9] José M. Vadillo, J. Javier Laserna, «Laser-induced plasma spectrometry: truly a surface analytical tool», *Spectro Acta*, Vol. 59, pp. 47-161, 2004.
- [10] M. Verdier, S. Costil, C. Coddet, R. Oltra, O. Perret, «On the topographic and energetic surface modifications induced by laser treatment of metallic substrates before plasma spraying», *Appl Surf Scien*, Vol. 205, pp. 3-21, 2003.
- [11] S. Costil, M. Verdier, G. Montavon, C. Coddet, «Laser surface treatment for subsequent thermal spray deposition», *Laser in Engin*, Vol. 11, pp. 91-108, 2001.
- [12] C. Coddet, G. Montavon, S. Ayrault-Costil, O. Freneaux, F. Rigolet, G. Barbezat, F. Folio, A. Diard, P. Wazen, «Surface preparation and thermal spray in a single step : The protal process - example of application for an aluminium base substrate», *Ther Spra Tech*, Vol. 8, pp. 235-242, 1999.
- [13] L.M. Vilhena, M. Sedlaček, B. Podgornik, J. Vižintin, A. Babnik, J. Možina, «Surface texturing by pulsed Nd:YAG laser», *Tribo Inter*, Vol. 42, pp. 1496-1504, 2009.
- [14] D. Sciti, A. Bellosi, «Laser-induced surface drilling of silicon carbide», *Appl Surf Scien*, Vol. 180, pp. 92-101, 2001.

- [15] I. P. Tuersley, T. P. Hoult, I. R. Pashby, «Nd–YAG laser machining of SiC fibre/borosilicate glass composites Part II. The effect of process variables», *Appl Sci and Manuf*, Vol. 29, pp. 955-964, 1998.
- [16] J. Byskov-Nielsen, P. Balling, «Laser structuring of metal surfaces: Micro-mechanical interlocking», *Appl Surf Sci*, Vol. 255, pp. 5591-5594, 2009.
- [17] Y. Danlos, «Etude de l'association laser-projection thermique pour l'optimisation de revêtements», Université de Technologie de Belfort Montbéliard, Thèse, 2009.
- [18] V. Barnier, «Etude de l'oxydation de l'aluminium induit par traitement laser Nd-YAG (1064 nm, 10 ns): conséquence sur les propriétés d'adhérence d'un revêtement d'alumine élaboré par projection thermique», Université de Technologie de Belfort Montbéliard, Thèse, 2006.
- [19] L. Lavis, D. Grevey, C. Langlade, B. Vannes, «The early stage of the laser-induced oxidation of titanium substrates», *Appl Surf Sci*, Vol. 186, pp. 150-155, 2002.
- [20] L. Lavis, J.M. Jouvard, L. Imhoff, O. Heintz, J. Korntheuer, C. Langlade, S. Bourgeois, M.C. Marco de Lucas, «Pulsed laser growth and characterization of thin films on titanium substrates», *Appl Surf Sci*, Vol. 253, pp. 8226-8230, 2007.
- [21] E. Gyorgy, A. Pererz del pino, P. Serra, J. L. Morenza, «Chemical composition of dome-shaped structures grown on titanium by multi-pulse Nd :YAG laser irradiation», *Appl Surf Sci*, Vol. 222, pp. 415-422, 2004.
- [22] A. Pereira, P. Delaporte, M. Sentis, A. Cros, W. Marine, A. Basillais, A. L. Thomann, C. Leborgne, N. Semmar, P. Andreatza, T. Sauvage, «Laser treatment of a steel surface in ambient air», *Original Research Article Thin Solid Film*, Volumes 453-454, Pages 16-21, 2004.
- [23] C. Sittig, M. Textor, N.D. Spencer, M. Wieland, P.H. Vallotton, «Surface characterization of implant materials c.p. Ti, Ti-6Al-7Nb and Ti-6Al-4V with different pretreatments». *Journal of Mater Sci*, Vol. 10, pp. 35–46, 1999.
- [24] A. Zhao, C. Wang, M. Li, L. Wang, «Nd :YAG laser surface treatment of copper to improve the wettability of Sn3-5Ag solder on copper», *Surf and Coat Tech*, Vol. 200, pp. 2181–2186, 2005.
- [25] J. Lawrence, L. Li, J.T. Spencer, «The effects of high-power diode laser radiation on the wettability, adhesion and bonding characteristics of an alumina/silica-based oxide and vitreous enamel». *Surf and Coat Tech*, Vol. 115, pp. 273–281, 1999.
- [26] M. Huber, R. A. Deutschman, R. Neuman, K. Brunner, G. Abstreiter, «local laser induced rapid thermal oxidation of SOI substrate» *App Surf Scie*, Vol. 168, pp. 75, 2000.

- [27] A. Bianconi, R. Z. Bachrach, S. A. Flodstrom, «Study of the initial oxidation of single-crystal aluminum by inter-atomic Auger yield spectroscopy», *Sol Stat Com*, Vol. 24, p. 539-542, 1977.
- [28] A. Haboudou, «Caractérisation, modélisation et maîtrise des porosités créées lors du soudage laser Nd-YAG d'alliages d'aluminium», Ecole Centrale de Lyon, Thèse, 2003.
- [29] C. Mayer, «Optimisation du soudage bord à bord par faisceau laser CO<sub>2</sub> de tôles d'alliages d'Al-Mg : étude de la microstructure et du comportement mécanique des soudures», INSA de Lyon, Thèse, 1996.
- [30] A. Basillais, A. L. Thomann, C. Leborgne, N. Semmar, P. Andrezza, T. Sauvage «Laser treatment of a steel surface in ambient air», *Thin Sol Film*, Vol. 453-454, pp. 16-21, 2004.
- [31] J. Svantesson, J. Wigren, «A study of Ni-5wt. % Al coatings produced from different feedstock powder», *Ther Spray Techn*, Vol. 1, pp. 65-70, 1992.
- [32] K.A. Khor, N. L. Loh, «Hot isostatic pressing of plasma sprayed Ni-base alloys», *Ther Spray Techn*, Vol. 3(1), pp. 57-62, 1994.
- [33] R. McPherson, P. Cheang, «Microstructural analysis of Ni-Al plasma sprayed coatings», *Proceedings of 12th International Thermal Spray Conference*, London, The welding Institute, pp. 17-10, 1989.
- [34] M.F. Bahbou, P. Nylén, J. Wigren, «Effect of grit blasting and spraying angle on the adhesion strength of a plasma-sprayed coating», *Ther Spray Techn*, Vol. 13, pp. 508-514, 2004.
- [35] M. Verdier, «Caractérisation et développement du procédé PTOTAL®», Université de Technologie de Belfort-Montbéliard, Thèse, 2001.
- [36] C.F. Fang T.H. Chuang. «Surface morphologies and erosion rates of metallic building materials after sandblasting». *Wear*, Vol. 230, pp. 156–164, 1999.
- [37] L. P. H. Jeurgens, W. G. Sloof, F. D. Tichelaar, E. J. Mittemeijer, «Thermodynamic stability of amorphous oxide films on metals: Application to aluminium oxide films on aluminium substrates», *Phys Rev B*, Vol. 62, 2001.
- [38] E.S. Puchi-Cabrera , M.H. Staia , M.J. Ortiz-Mancilla , J.G. La Barbera-Sosa , E.A. Ochoa Pérez ,C. Villalobos-Gutiérrez , S. Bellayer , M. Traisnel , D. Chicot , J. Lesage, «Fatigue behavior of a SAE 1045 steel coated with Colmonoy 88 alloy deposited by HVOF thermal spray», *Surf Coat Tech*, Vol. 205, pp. 1119–1126, 2010.
- [39] C.J. Villalobos-Gutiérrez, G.E. Gedler-Chacón, J.G. La Barbera-Sosa, A. Piñeiro , M.H. Staia, J. Lesage, D. Chicot, G. Mesmacque, E.S. Puchi-Cabrera, «Fatigue and corrosion fatigue behavior of an AA6063-T6 aluminum alloy coated with a WC–10Co–4Cr alloy deposited by HVOF thermal spraying», *Surf Coat Tech*, Vol.202, pp. 4572–4577, 2008.

- [40] A. Sojeva, «Modélisation du processus de texturation par faisceau laser : approches expérimentale et numérique», Université de Bourgogne, Thèse, 2007.

## **Chapitre 4: Modélisation de l'impact laser lors de la texturation de surface**

## 1. Introduction

Le procédé de préparation de surface par texturation laser, permet une interaction localisée d'un faisceau laser sur une zone bien précise à travers un scanner de pilotage. Les effets engendrés lors de l'interaction du faisceau laser et la surface du substrat, qu'ils soient thermiques en surface ou en profondeur, sont très importants et primordiaux pour la bonne maîtrise expérimentale, la compréhension du phénomène de texturation mais aussi pour anticiper d'éventuels problèmes métallurgiques au sein du substrat qui pourraient être préjudiciables à l'utilisation des pièces finales traitées. Les résultats précédents ont d'ores et déjà mis en lumière des évolutions de dureté sans doute liées au cyclage thermique subi par le substrat mais d'autres phénomènes pourraient être induits qu'il faut pouvoir anticiper. Pour cela, un modèle thermique basé sur la méthode des éléments finis a été développé afin de déterminer le champ thermique induit dans le substrat lors de l'irradiation laser. Ce modèle sera validé ensuite par des comparaisons avec des valeurs expérimentales macroscopiques issues des essais présentés dans le chapitre 3 et également par des mesures par caméra infrarouge [1]. En raison des petites échelles temporelles impliquées dans la texturation laser, les mesures expérimentales du champ de température ne se superposent pas aux échelles de temps de capture de la caméra thermique. Ces mesures réelles sont généralement à des échelles de temps beaucoup plus longues que l'interaction laser [2]. La simulation du processus peut donc être utilisée afin de compléter et/ou de combler les lacunes du suivi du procédé.

Cette démarche visant à modéliser le phénomène de transfert de chaleur induit par le laser a été largement utilisée dans différents domaines tels que la plasturgie [3] ou le soudage métallique [4,5]. Cependant chaque type de traitement et chaque laser ayant ses spécificités, nous avons choisi de refaire une modélisation simplifiée mais directement adaptée à nos conditions. Il n'est en effet pas question ici de développer un modèle complet permettant de simuler les différents phénomènes physico-chimiques et mécaniques pouvant avoir lieu lors du traitement. L'objectif recherché se limite ici volontairement à une estimation des températures atteintes afin de prédire la géométrie des cavités formées lors de la texturation et d'anticiper d'éventuelles évolutions de la microstructure du substrat. Cette démarche de modélisation du phénomène, même simplifiée, rentre dans le cadre de l'optimisation du procédé de texturation de surface qui a débuté par un plan d'expériences.

L'étude commencera par une identification des différents processus entrant dans le phénomène global de l'interaction laser/matière pour une texturation de surface. Pour cela, les équations relatives à la focalisation du faisceau, sa propagation, l'interaction avec la matière, l'absorption de la chaleur par le matériau et l'évaporation partielle du substrat ont été identifiées.

Dans le cadre de cette étude, et compte tenu des objectifs affichés de cette partie, seuls les phénomènes thermiques ont été pris en compte pour la création du modèle. Les phénomènes mécaniques liés à l'éjection de matière en dehors des cavités n'ont pas été intégrés dans le calcul. De même, dans cette première approche, tous les phénomènes liés aux transformations de phase (prise en compte des chaleurs latentes) ont été négligés.

## 2. Analyse simplifiée du problème thermique

Avant de construire le modèle numérique du processus, il convient de bien identifier les différents phénomènes ayant lieu et les paramètres importants à prendre en compte. Cette phase de description permettra également de bien spécifier les processus qui seront intégrés dans le modèle et ceux que l'on négligera par souci de simplification.

Ainsi, lorsque le faisceau laser de texturation irradie la surface de l'échantillon à tester, on peut schématiquement proposer le processus suivant (figure 4.1).

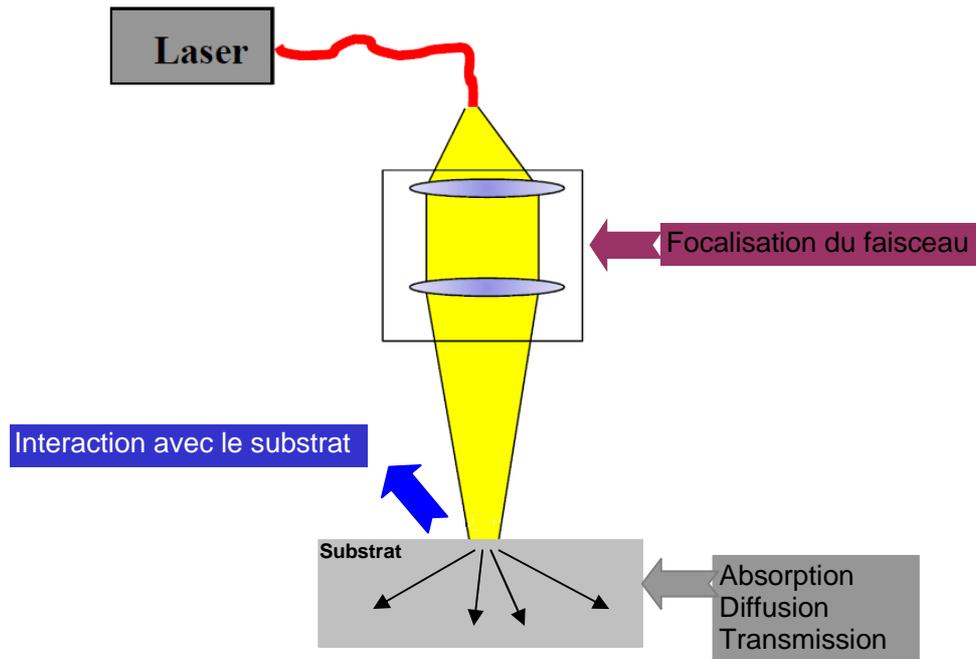


Figure 4.1. Présentation des phénomènes d'interaction laser matière

On met ainsi en lumière les 3 points critiques suivants :

1 : caractéristiques du faisceau laser : le laser étant le vecteur d'énergie, ses caractéristiques sont primordiales pour le traitement réalisé. En particulier la répartition spatiale et temporelle d'énergie au sein du faisceau doit être spécifiée afin de pouvoir être prise en compte dans la modélisation.

2 : l'interaction laser-matière : le faisceau incident réagit avec la matière. Selon les caractéristiques du faisceau laser et les propriétés de la matière irradiée, l'interaction peut être différente et doit être définie pour être intégrée dans le modèle.

3 : le transfert de chaleur au sein du matériau : l'énergie absorbée va alors se transformer en un flux thermique qui peut se propager selon différents modes qu'il faudra décrire dans le modèle en lien avec les propriétés thermiques du substrat.

Les paragraphes suivants feront donc le point sur ces différents aspects avant la mise en équation du problème pour la simulation numérique.

## 2.1. Répartition d'énergie dans le faisceau

Comme indiqué précédemment, le laser utilisé dans cette étude présente une répartition gaussienne de la densité de puissance dans le faisceau laser et les différentes équations associées ont été présentées dans le chapitre 2 [6]. La figure 4.2 rappelle la distribution spatiale d'énergie pour un faisceau gaussien. Dans ce cas, la densité d'énergie atteint sa plus grande valeur dans la partie très centrale, valeur qui décroît très rapidement en s'éloignant du centre.

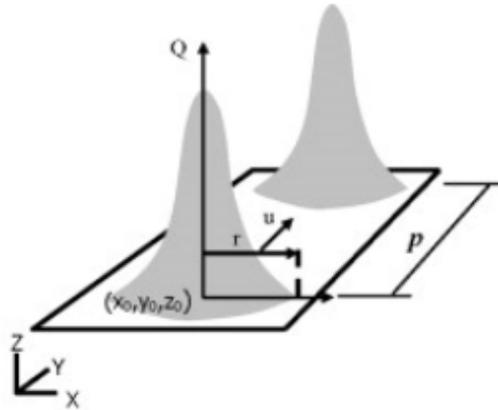


Figure 4.2. Distribution spatiale d'une fonction gaussienne [7]

Afin de bien modéliser le phénomène de traitement par texturation laser, il est donc impératif de prendre en compte cette répartition particulière d'énergie qui devra être mise en équation pour sa numérisation.

La répartition de l'intensité a été calculée à partir de l'équation 1. L'intensité en un point  $x$  à la distance  $r$  du centre du faisceau dépend dans le cas présent de la puissance crête  $Q_c$  imposée par le laser et du rayon du faisceau laser  $R$ .

$$I = Q_c \cdot e^{-\frac{2 \cdot r^2}{R^2}} \quad (\text{eq. 1})$$

Avec :

- $Q_c$  Puissance de laser (kW),
- $R$  Rayon du faisceau laser en sortie de la fibre ( $\mu\text{m}$ ),
- $r$  Coordonnée cylindrique perpendiculaire à l'axe du faisceau ( $\mu\text{m}$ ),
- $I$  Intensité du faisceau ( $\text{kW}/\mu\text{m}^2$ ).

## 2.2. Propriétés laser et matière

Les différents phénomènes engendrés par l'interaction d'un faisceau laser sur un matériau, sont liés à la durée d'impulsion du laser, à sa longueur d'onde, à l'absorptivité du matériau et à ses propriétés thermiques. Compte tenu de la relativement longue durée d'impulsion utilisée ici (120 ns) pour irradier un substrat métallique particulièrement conducteur thermiquement, seuls des phénomènes thermiques seront observés. Cependant, uniquement une petite partie de l'énergie incidente est absorbée par la matière et pourra être transformée en flux thermique, le reste étant réfléchi avec un coefficient de réflexion qui

dépend des propriétés du matériau irradié et de la longueur d'onde de laser utilisé. Dans le cadre de cette étude, le matériau utilisé est de l'aluminium 2017 qui présente un coefficient d'absorption de 30 % à la longueur d'onde de 1,06  $\mu\text{m}$  et à température ambiante comme le présente la figure 4.3 [8], pour une surface brute d'usinage.

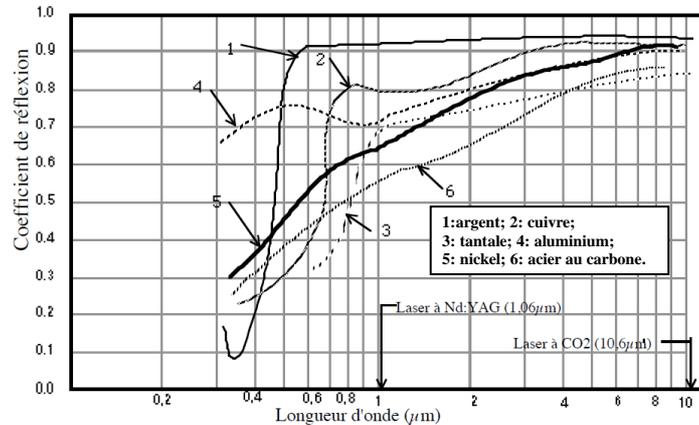


Figure 4.3. Coefficients de réflexion de différents matériaux [8]

Ce coefficient d'absorption devra donc impérativement être pris en compte dans la modélisation afin de bien travailler sur la seule partie absorbée de l'énergie. En revanche on sait que ce coefficient évolue avec la température et surtout l'état physique de la matière irradiée. En particulier ce coefficient augmente de façon significative lors du passage à l'état liquide. Dans notre cas, nous avons choisi de prendre une valeur de coefficient constante, ce qui pourra amener une sous-estimation de l'énergie absorbée par le substrat une fois la phase liquide formée en surface. Une optimisation du modèle est à prévoir dans la suite de l'étude.

### 2.3. Transfert de la chaleur au sein du matériau

Parmi les 3 phénomènes physiques à l'origine du transfert de la chaleur, à savoir la radiation, la convection et la conduction, on a choisi ici de négliger la radiation, bien que les essais expérimentaux puissent laisser supposer l'existence de températures suffisamment élevées pour que la question de pertes radiations ainsi que les pertes par rayonnement.

Le transfert de chaleur par conduction et par convection étant pris en compte, l'équation représentant l'évolution du champ de température est une équation de diffusion de la chaleur (équation 2) [9,10].

$$\rho(T).C_p(T).\left[\frac{\partial T}{\partial t}\right] = \underline{\underline{\nabla}}.[\lambda(T).\underline{\underline{\nabla}}(T)] \quad (eq.2)$$

$$h.S.\left[\frac{\partial T}{\partial t}\right] = 0 \quad (eq.3)$$

Avec :

- Cp Chaleur spécifique (J/kg °C),
- $\rho$  Densité (kg/m<sup>3</sup>),
- $\lambda$  Conductivité thermique (W/m K),
- h Coefficient de convection (W/m<sup>2</sup> K),
- S Surface d'échange (m<sup>2</sup>).

L'équation met bien en évidence l'influence primordiale des propriétés du matériau sur la phase de transfert de chaleur. Dans notre cas il s'agit d'un alliage d'aluminium caractérisé par une très forte conductivité thermique pour lequel on peut s'attendre à des phénomènes de diffusion de la chaleur très facilités.

Le tableau résume les différentes propriétés de notre alliage qui seront à prendre en compte dans la modélisation. Le code de calcul choisi par la suite pour la modélisation, utilisant des unités non conventionnelles, la conversion réalisée est précisée. Comme indiqué précédemment, les caractéristiques du matériau (densité, conductivité, capacité calorifique...) dépendent de la température. Cependant, dans le cas présent et principalement pour des raisons de temps de modélisation et de calcul, les valeurs ont été prises fixes, égales aux valeurs connues entre 10 et 20°C. En l'absence de données plus précises, une valeur de coefficient d'échange de 0,16 W/m<sup>2</sup> K a été choisie.

**Tableau 4.1.** Propriétés de l'aluminium [11]

<i>Propriétés de l'aluminium 2017</i>	<i>Valeur (USI)</i>
Conductivité thermique	155 – 193 (W/mK)
La chaleur spécifique (0 à 100°C)	900 (J/kg.°C)
Intervalle de fusion	510 -640 (°C)
Masse volumique	2,8 (g/cm <sup>3</sup> )
Chaleur latente de fusion (J. g <sup>-1</sup> )	388

### 3. Modélisation 3D de la texturation laser

Afin d'atteindre nos objectifs, nous avons développé un modèle par éléments finis en 3D à l'aide du logiciel ABAQUS. Nous avons donc transposé les phénomènes identifiés précédemment et pris en compte des propriétés du laser (i.e. la répartition spatiale et temporelle de l'intensité du faisceau), les caractéristiques de l'interaction laser-matière (i.e via le coefficient d'absorption considéré constant) et le transfert de chaleur au sein du matériau qu'il a donc fallu simuler par un maillage adapté. Pour finir, des conditions aux limites ont été choisies afin de permettre le calcul.

La principale difficulté alors est la création d'un maillage permettant d'affiner et de cibler uniquement les zones de surface les plus sollicitées par le faisceau laser et de limiter la durée des calculs.

#### 3.1. Géométrie du maillage

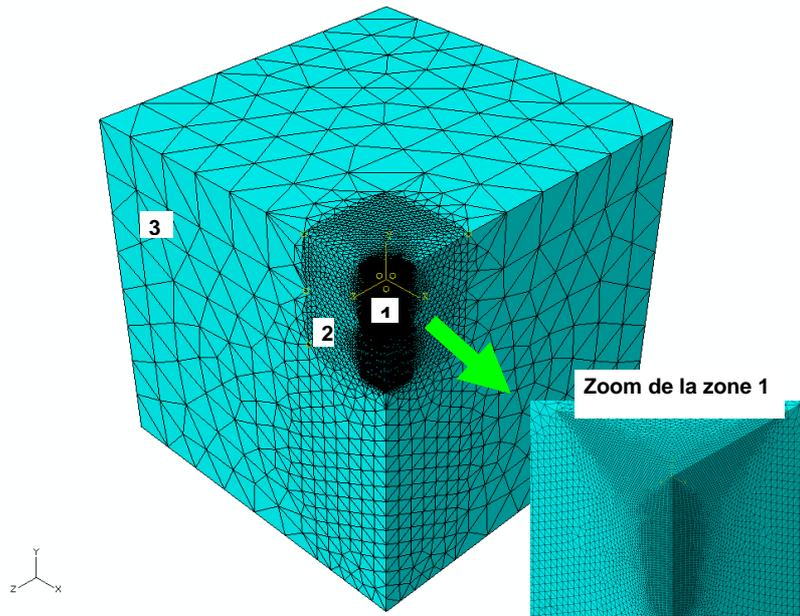
Un modèle géométrique a été défini afin d'optimiser le temps de calcul. Pour cela, trois zones ont été délimitées par le nombre de nœuds comme le présente la figure 4.4.

Une première zone se situant à l'aplomb de la tache laser (1) possède le plus important nombre de nœuds, permettant au calcul d'être le plus précis possible.

Une deuxième zone (2) entoure la tache laser. Celle-ci représente la zone de propagation du flux de chaleur dans le substrat et elle est constituée d'un maillage moyen (un nombre de nœuds moins important que la zone (1)).

La troisième zone (3) quant à elle est constituée d'un maillage plus grossier, considérant que cette zone est moins susceptible d'être influencée par le flux de chaleur et que la précision de calcul demandée dans cette zone est moins élevée.

Le modèle a été développé en utilisant un maillage fixe de type DC3D4 (Elément quadratique à 4 nœuds et 3 Dimensions adaptés aux phénomènes de transferts thermiques). Le détail des différentes zones maillées est présenté dans le tableau 4.2.



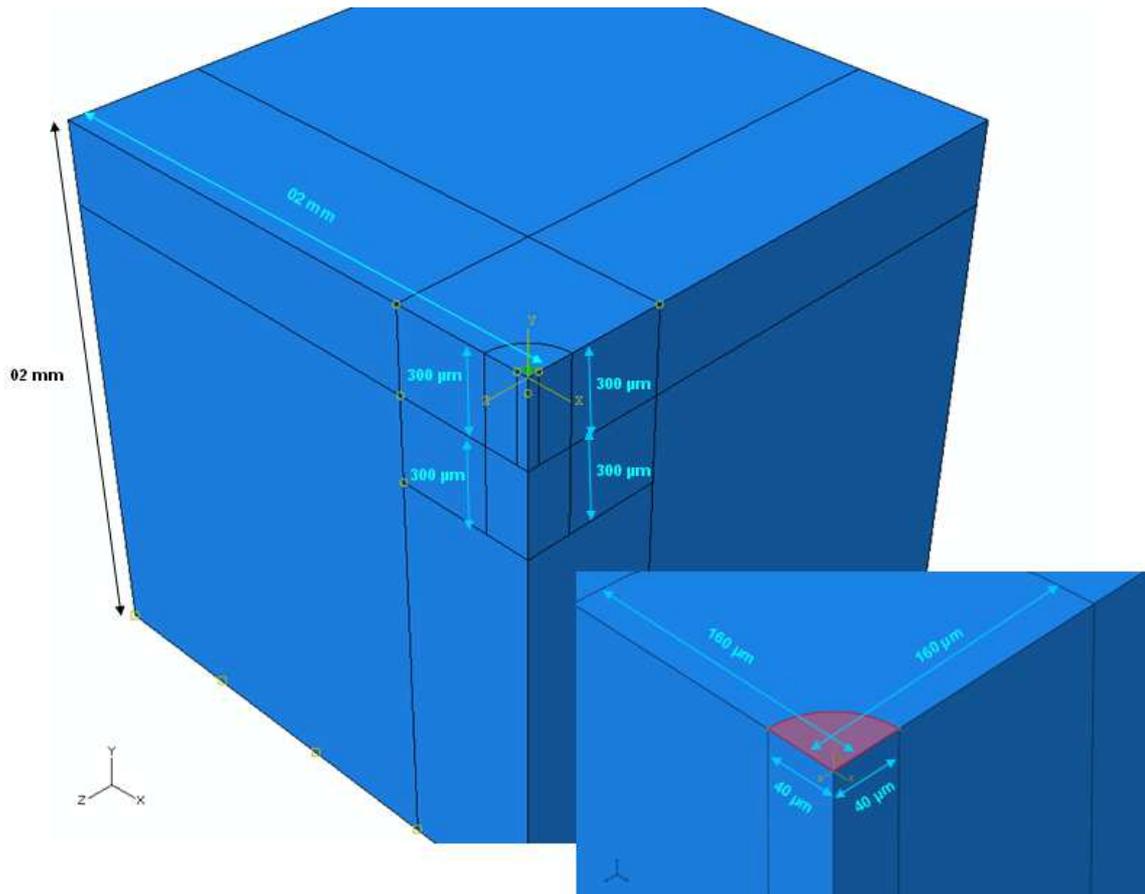
**Figure 4.4.** Représentation du maillage des différentes zones. (1) zone de l'impact laser, (2) zone de la propagation du flux de chaleur, (3) zone du substrat peu influencée par l'effet thermique

**Tableau 4.2.** Détail du maillage utilisé

Entités facteur	Géométrie	Nombre de nœuds	Type
Zone substrat (3)	Tetrahedral	21058	DC3D4
Zone de propagation (2)	Tetrahedral	27138	DC3D4
Zone d'interaction laser/matière (1)	Tetrahedral	470383	DC3D4

La figure 4.5 présente les dimensions des différentes zones imposées. Le premier domaine représente la zone à l'aplomb de l'impact laser. Cette zone est maillée sur un diamètre de 40  $\mu\text{m}$  et une profondeur de 300  $\mu\text{m}$ . Ce choix des dimensions correspond aux résultats expérimentaux (chapitre 3) qui présentent des trous de diamètre moyen de 40  $\mu\text{m}$ , avec des profondeurs typiques ne dépassant pas 300  $\mu\text{m}$ .

La deuxième zone, quant à elle, a été prolongée jusqu'à 600  $\mu\text{m}$  pour la modélisation des mesures expérimentales ayant dépassé 500  $\mu\text{m}$  de profondeur et pour suivre le gradient thermique en sous cavité pour tous les essais standard.



*Figure 4.5.* Dimension des zones maillées

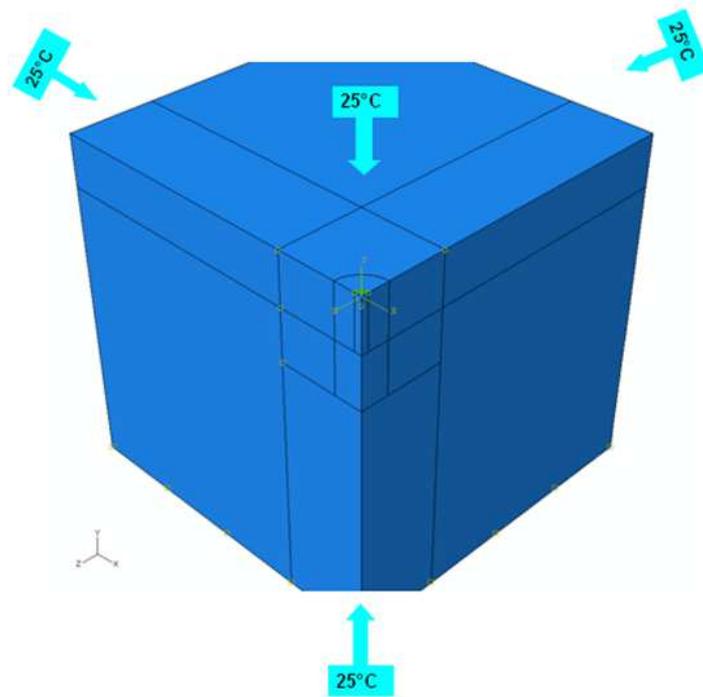
Après l'étape de maillage, le bon déroulement du calcul et l'obtention de valeurs cohérentes nécessitent la définition des conditions aux limites. Leur choix est donc une phase cruciale de la modélisation.

### 3.2. Conditions aux limites

La modélisation des procédés de préparation de surface engendrant un effet thermique est très complexe. Différents mécanismes peuvent entrer en jeu comme des transformations de phase avec passage à l'état liquide puis vapeur, du rayonnement, de la convection avec l'écoulement du fluide, création de plasma, existence d'une pression de recul, la propagation de la chaleur, le refroidissement, la création de contraintes mécaniques, etc....

Dans notre cas, nous avons délibérément choisi de réaliser un modèle simple, sans doute très perfectible mais pouvant nous indiquer rapidement un ordre de grandeur des températures atteintes et leur gradient au sein du substrat. Pour cela nous avons donc négligé un bon nombre de phénomènes pour nous concentrer seulement sur l'élévation de température par conduction et convection dans le substrat. Pour cela, les conditions limites sont également simplifiées et ne concerneront que les températures de bord. Le maillage est indéformable puisqu'aucune déformation ou évaporation n'est prise en compte.

Une température ambiante a été imposée sur les différentes faces extérieures comme le présente la figure 4.6.



*Figure 4.6.* Conditions aux limites

Comme indiqué en introduction, l'objectif de la modélisation par éléments finis est de pouvoir connaître les valeurs de température à une échelle locale autour de la zone d'impact laser et leurs évolutions dans le temps. Les résultats obtenus sont présentés dans ce qui suit et seront ensuite comparés aux résultats expérimentaux macroscopiques disponibles afin de tester la validité du modèle simplifié.

#### **4. Modélisation d'un cycle chauffage-refroidissement – résultats et discussion**

La modélisation numérique est réalisée pour deux valeurs de puissance initiale (puissance imposée à la sortie du faisceau) de 10 et 20 W. Ces deux valeurs ont été choisies pour correspondre au mieux aux cas expérimentaux présentés dans le chapitre 3. Parmi les différentes conditions testées dans le cadre du plan d'expériences, nous avons retenu les conditions suivantes:

- puissance de sortie du laser: 10 et 20 W;
- durée d'impulsion : 120 ns;
- fréquence: 20 kHz soit un intervalle de temps entre 2 tirs de 50  $\mu$ s;
- rayon du faisceau laser focalisé:  $r = 35 \mu\text{m}$ .

Les simulations ont été réalisées dans un premier cas pour un cycle unique de chauffage/refroidissement. Le cycle de chauffage correspond à la période durant laquelle le laser irradie la surface alors que le cycle de refroidissement correspond quant à lui au temps d'arrêt entre deux tirs laser.

Dans un deuxième temps, une modélisation de trois tirs laser successifs en un même point a été effectuée afin d'évaluer l'influence de l'accumulation possible de l'effet thermique avec la

superposition du nombre de tirs laser. Le choix de trois tirs laser a été défini pour des raisons de temps de simulation qui restent très longs.

Les résultats qui suivent présentent la simulation de l'impact du laser sur le substrat à une puissance de 10 W. On s'intéressera ensuite à l'effet d'impulsions à 20 W. La modélisation servira ensuite de base de discussion pour analyser certains résultats du chapitre 3.

#### **4.1. Simulation d'un traitement de texturation par une impulsion laser à 10W**

La figure 4.7 présente l'évolution du champ de température dans le sens radial et en profondeur à différents moments de l'impact laser. On peut déjà noter sur cette figure que le comportement thermique après impulsion laser sur le substrat est différent à la surface et en profondeur. Il apparaît que la surface du substrat voit sa température augmenter dès les premières nanosecondes de l'impulsion laser pour atteindre son maximum au bout de 120 ns (durée d'impulsion du laser).

Ainsi, il apparaît clairement au travers de la phase 1 de la figure 4.8 que la température à la surface dépasse 500°C dès les 13 premières nanosecondes de l'impulsion laser, température qui augmente jusqu'à atteindre 1500°C à la fin de l'impulsion laser c'est-à-dire à 120 ns. Durant cette période de chauffage, un fort gradient de température se crée tant dans la direction radiale avec un étalement en surface de la zone chaude mais on observe également un échauffement qui se propage en profondeur.

Dans la deuxième phase de la figure 4.7, le cycle de refroidissement du substrat est représenté, correspondant à ce qui se passe après l'arrêt de l'impulsion laser. Cette phase commence à partir de 120 ns correspondant à la fin du chauffage et le refroidissement a lieu très rapidement. Par exemple, à 125 ns la température du substrat a déjà baissé de 300 °C. Cette chute de température se poursuit ensuite jusqu'à atteindre la température ambiante.

Afin de mieux comprendre le phénomène d'échauffement et de refroidissement dans le temps d'une impulsion laser, différentes courbes ont été tracées afin d'évaluer la température dans le sens radial et/ou en profondeur du substrat à différents moments de l'impulsion laser.

La figure 4.8 présente tout d'abord l'évolution de la température en fonction de la distance radiale à différents temps de capture durant une impulsion laser. Comme présenté précédemment, la température du substrat augmente dans les premières nanosecondes de l'impulsion et évolue avec le temps jusqu'à la fin de l'impulsion laser (qui dure 120 ns) pour dépasser 1500 °C.

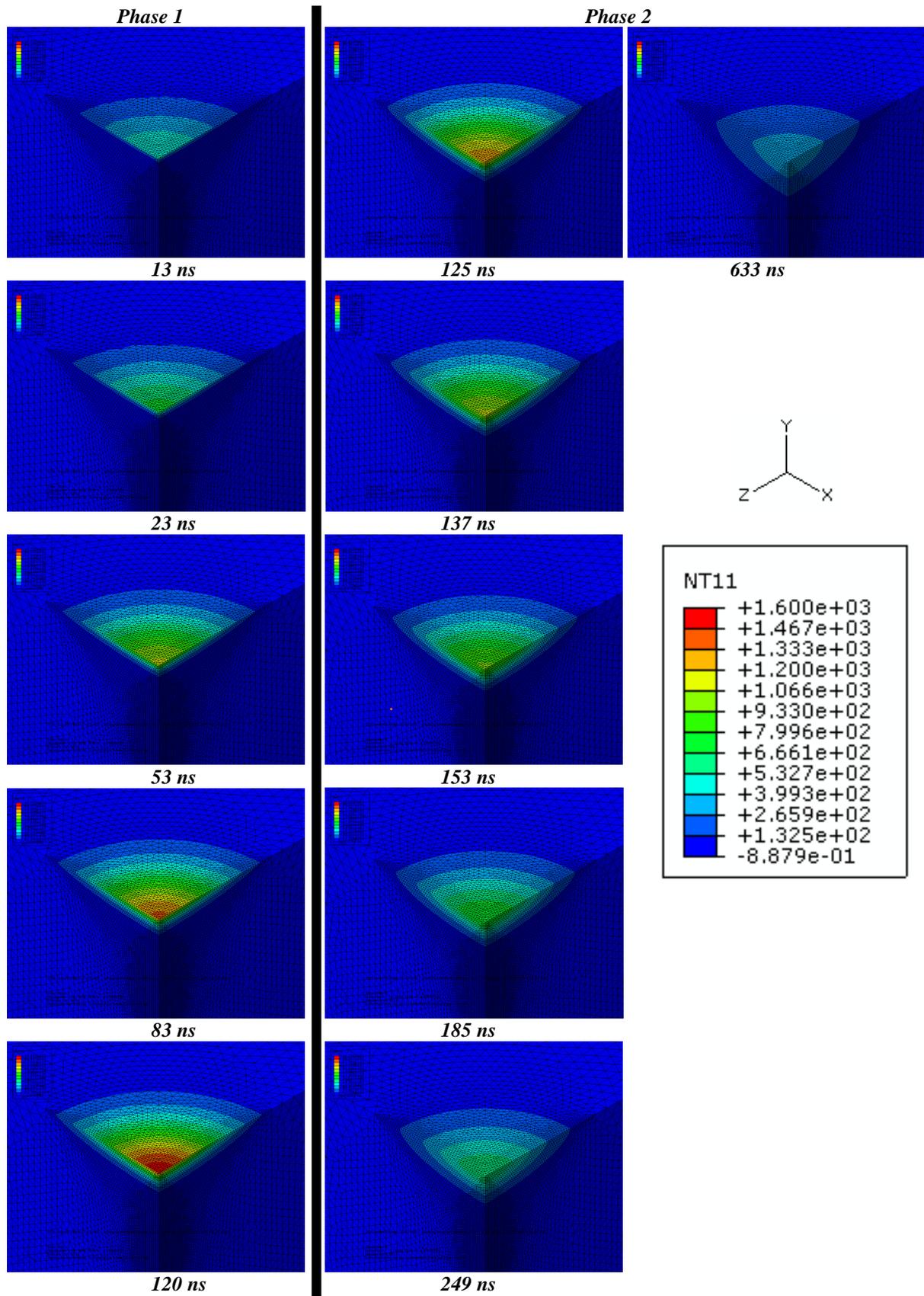
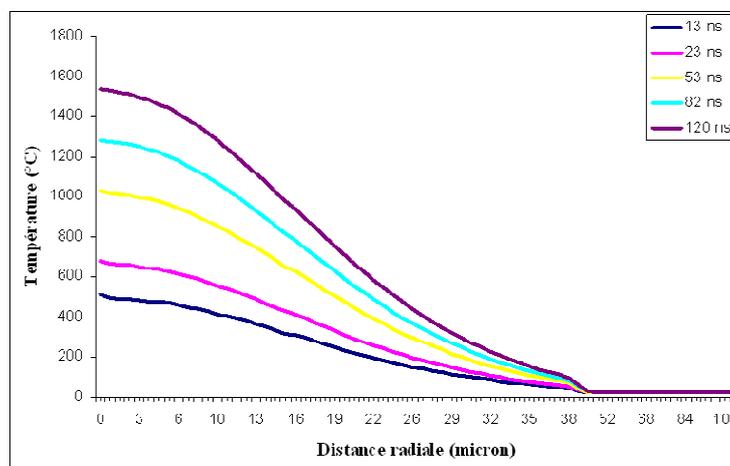


Figure 4.7. Évolution du champ de température (°C) lors de l'impact laser (cycle 1)

La deuxième observation importante qui peut être extraite de la figure 4.8, est que la température en surface dans le sens radial atteint la température maximale dès le début de l'impulsion laser.

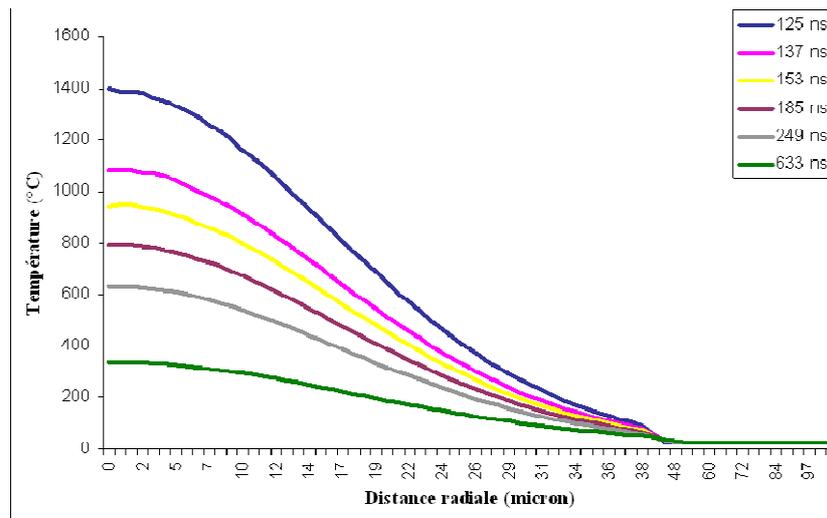
Il apparaît clairement aussi que la température maximale est atteinte au centre du spot ce qui est directement lié à la répartition gaussienne de la densité d'énergie laser. En s'éloignant du point central, la température diminue jusqu'à une distance de 39  $\mu\text{m}$ , distance à laquelle la température rejoint la température ambiante.

Ces résultats semblent alors indiquer que le point de fusion de l'alliage est atteint et même largement dépassé en surface, la température restant inférieure à la température de vaporisation. On peut donc s'attendre à la création d'une zone liquide au centre du spot dès les 20 premières nanosecondes de tirs. Ce point sera étudié plus en détails dans le paragraphe 2.3.



**Figure 4.8.** Évolution de la température suivant la distance radiale pour différents moments de l'impulsion durant la phase 1 (10 W)

La deuxième phase qui est celle du refroidissement est développée sur la figure 4.9 qui présente l'évolution de la température en fonction de la distance radiale pour différents temps de capture. Durant cette phase, la température diminue logiquement en fonction du temps. Si à  $t = 125$  ns, la température à la surface du matériau juste au centre du spot avoisine la valeur maximale (valeur supérieure à 1400 °C), cette température chute pour rejoindre la température ambiante après 633 nsec. Un état liquide semble donc pouvoir exister en surface durant plusieurs centaines de nanosecondes et plusieurs dizaines de microns de rayon.



**Figure 4.9.** Évolution de la température suivant la distance radiale pour différents moments de l'impulsion durant la phase 2 (10 W)

Cette tendance est identique quelque soit le point de la surface irradiée considéré. A partir de ces différentes courbes on peut donc estimer la vitesse maximale de chauffage de l'ordre de  $1,25 \cdot 10^{10} \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$  (avec un temps de chauffage de  $1,20 \cdot 10^{-7} \text{ s}$ ) alors que le temps de refroidissement est lui de  $4,9 \cdot 10^{-5} \text{ s}$  (soit une vitesse de refroidissement de  $3 \cdot 10^7 \text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{s}^{-1}$ ). Des résultats similaires sur les différentes vitesses de chauffage et de refroidissement de l'aluminium après traitement laser sont présentés par B.S. Yilbas et al [12].

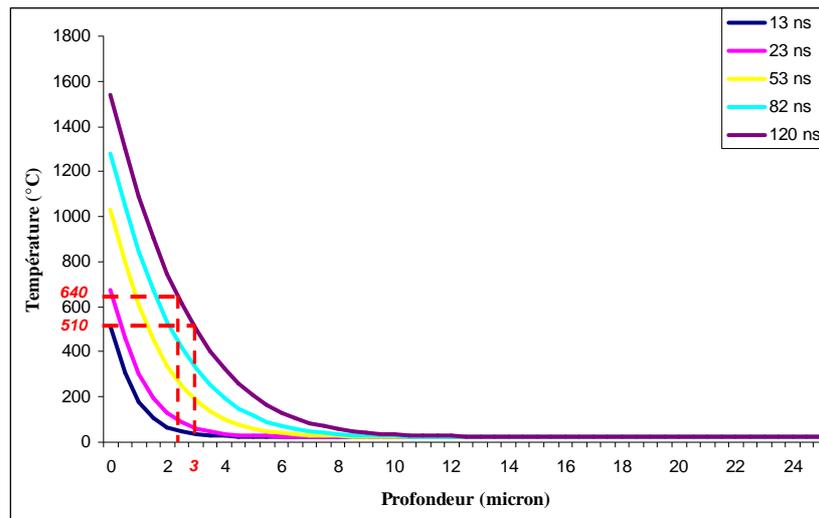
Nous nous sommes ensuite intéressés à l'évolution de la température atteinte en profondeur durant les deux phases de chauffage puis de refroidissement. Comme l'illustre la figure 4.10, la température du matériau évolue avec le temps de traitement pour atteindre un maximum au centre du spot. Il peut être constaté aussi que cette température varie dans la profondeur pour les différentes périodes de l'impulsion laser et que la profondeur maximale n'est pas atteinte au début du phénomène mais qu'elle évolue jusqu'à atteindre son maximum à la fin de l'impulsion laser. Cela signifie qu'en début de traitement, à 13 ns, la profondeur du matériau chauffée est de  $4,4 \text{ } \mu\text{m}$ , alors qu'à la fin de l'impulsion, le front de température atteint une profondeur de  $16 \text{ } \mu\text{m}$ .

Après l'arrêt de l'irradiation laser, la température continue d'évoluer en profondeur comme le montre la figure 4.11.

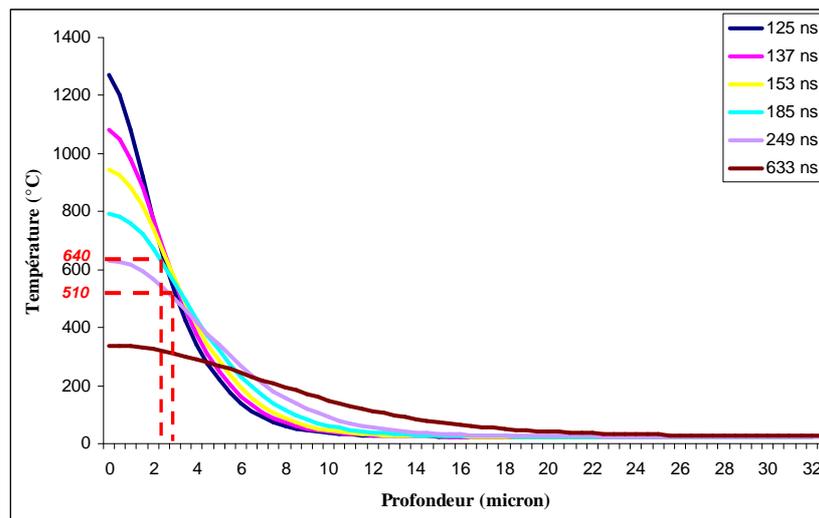
Si la température de surface diminue dès l'arrêt du laser, le front de température diffuse encore en profondeur amenant des élévations de température, certes moindres, mais à des profondeurs toujours croissantes. Ainsi après 633 ns, une élévation de la température peut être notée jusqu'à une profondeur de près de 20 microns.

Cette phase de refroidissement apparait donc là encore plus longue que la phase de chauffage avec une diffusion en profondeur significative jusqu'à près de 20 microns.

Ces résultats numériques semblent donc également indiquer la présence d'un bain liquide, sans vaporisation, sur plusieurs microns de profondeur si on considère les isothermes  $510 \text{ }^\circ\text{C}$  et  $640 \text{ }^\circ\text{C}$  tracées sur les figures 4.10 et 4.11, point qui sera analysé plus finement dans le paragraphe 3.2 suivant.



**Figure 4.10.** Évolution de la température suivant la profondeur du trou au centre du spot pour différents moments de l'impulsion durant la phase 1 (10 W)

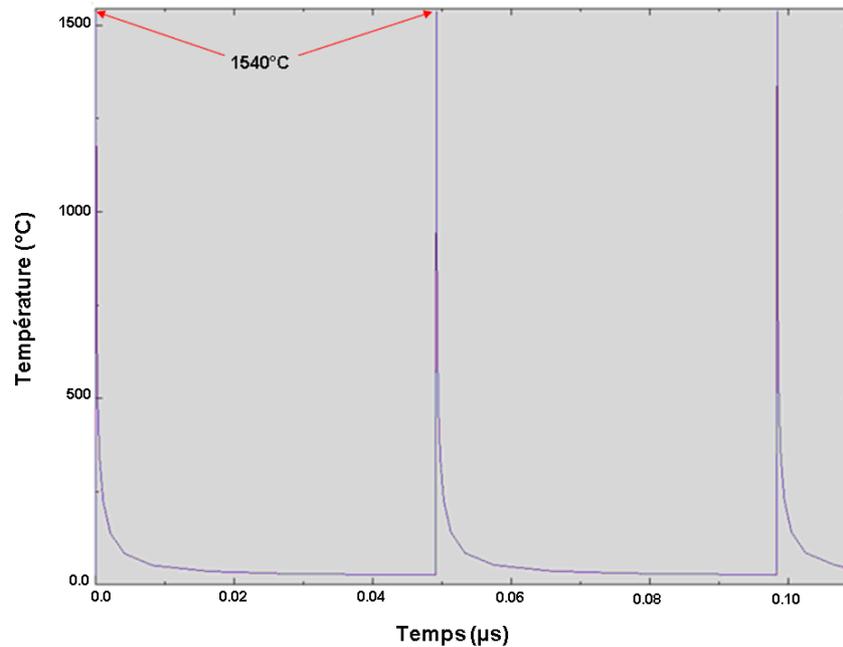


**Figure 4.11.** Évolution de la température suivant la profondeur du trou au centre du spot pour différents moments de l'impulsion durant la phase 2 (10 W)

L'analyse des phases de chauffage et de refroidissement en surface et en profondeur montre donc bien une bonne diffusion de la chaleur ce qui se traduit par une diminution rapide de la température de surface dès l'arrêt du tir laser et un front de chaleur qui se propage au sein du matériau. Ceci est lié aux propriétés thermiques du substrat en aluminium traité qui possède un coefficient de diffusion thermique très élevé favorisant la diffusion de chaleur.

Ces premières courbes semblent indiquer qu'un retour de l'ensemble du massif à la température ambiante est probable avant le tir laser suivant. Afin de comprendre le phénomène et confirmer ce résultat, la figure 4.12 présente la modélisation de 3 impulsions laser sur un même trou. Les 3 impulsions ont les mêmes caractéristiques que celle utilisée précédemment, la fréquence de tir choisie est de 20 kHz soit un intervalle de temps de 50  $\mu$ sec.

La figure 4.12 présente l'évolution de la température en fonction du temps de traitement pour trois impulsions laser successives. Il apparaît que pour chaque impulsion laser la température du substrat atteint une température similaire proche de 1500°C durant la phase de chauffage, alors que les phases de refroidissement permettent de ramener la température du substrat à la température ambiante avant le début du tir suivant. Ce résultat semble donc confirmer l'absence d'effet thermique cumulatif au sein de notre matériau lors de tirs répétés à 20 kHz. Compte tenu du temps de refroidissement constaté (moins de 1µsec) ce résultat est également applicable pour des fréquences de 40 et 80 kHz utilisées dans cette étude.



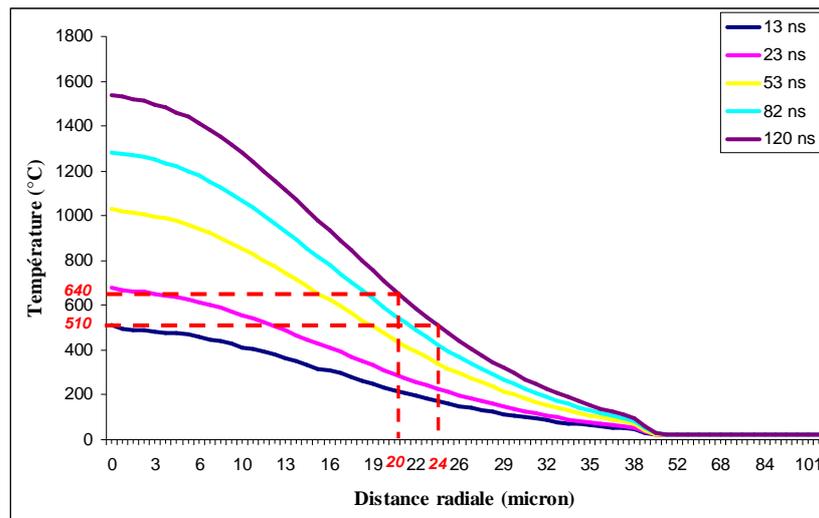
*Figure 4.12.* Evolution de la température du substrat en fonction du temps en microseconde pour 3 tirs laser au centre du spot (10 W)

## 4.2. Comparaison des résultats numériques et expérimentaux pour des texturations à 10 W

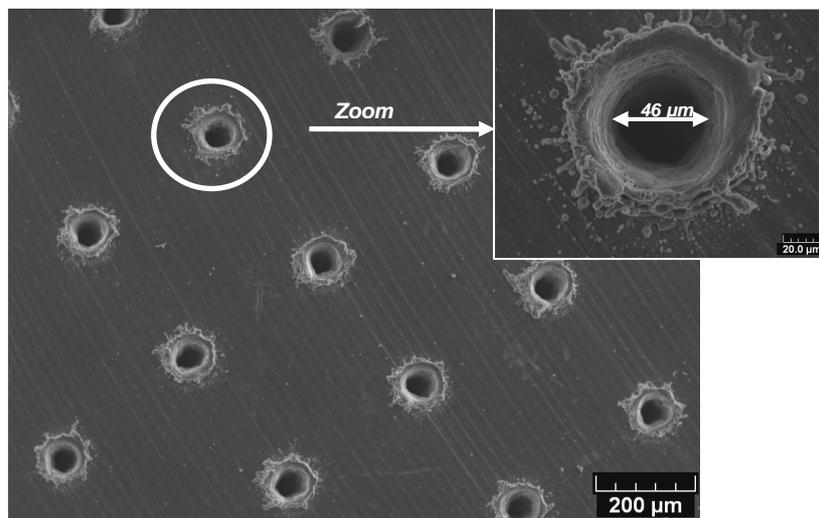
Afin de valider globalement le modèle et estimer la précision atteinte, ces premiers résultats ont été comparés avec les valeurs expérimentales macroscopiques obtenues. Les premiers points de comparaison retenus ont été la valeur du diamètre et de la profondeur avant de commenter les informations sur les bourrelets. Enfin des tentatives de confrontation avec des résultats issus de caméra thermique sont présentées.

### 4.2.1 Comparaison des diamètres de trous

Afin de valider l'ordre de grandeur des valeurs numériques obtenues par la modélisation, nous avons donc tout d'abord essayé de comparer ces résultats aux diamètres des trous observés et présentés dans le chapitre 3. Pour cela, nous avons fait l'hypothèse que l'existence du trou était liée à la création d'un bain fondu éjecté. Si on considère alors l'intervalle de fusion de l'alliage 2017 entre 510 et 640°C, on peut alors estimer, d'après la figure 4.13, que la zone fondue a un rayon compris entre 20 µm et 24 µm. Ces valeurs sont donc à rapprocher des mesures expérimentales présentées en chapitre 3 et rappelées sur la figure 4.14 qui révèlent un diamètre moyen de matière fondue de 46 µm.



**Figure 4.13.** Évolution de la température suivant la distance radiale pour différents moments de l'impulsion durant la phase 1 (10 W)



**Figure 4.14.** Observation au MEB de la microstructure d'une surface texturée au laser (10 W, 20 kHz, 260 mm/s et 0,333µm de distance entre trous)

Les deux valeurs des diamètres sont presque équivalentes. Les résultats expérimentaux présentent un diamètre fondu de 46 µm alors que la modélisation présente une valeur comprise entre 40 et 48 µm. Cela signifie que dans un premier cas, l'échelle de température de fusion peut engendrer une modification sur le résultat de la distance radiale puisqu'un écart de 8 µm apparaît entre les deux températures. Dans un deuxième temps, la comparaison des deux valeurs de diamètres obtenues aux deux températures de fusion (510°C et 640°C) avec la mesure expérimentale, la comparaison semble indiquer que l'utilisation du point de fin de fusion (640°C) amène une meilleure prévision.

En ce qui concerne l'écart entre la valeur du diamètre expérimental et celui obtenu par modélisation, nous pouvons expliquer celui-ci par les erreurs de mesure lors des manipulations, et aussi le manque de précision du modèle (effet mécanique, effet de pression de recul...).

### 4.2.2 Comparaison des profondeurs de trous

Afin de poursuivre la validation de l'ordre de grandeur des valeurs numériques obtenues par la modélisation et en particulier l'effet thermique cumulatif des tirs, nous avons ensuite tenté de comparer ces résultats aux profondeurs des trous observés et présentés dans le chapitre 3.

De la même façon que précédemment, nous avons fait l'hypothèse que la cavité était liée à la présence d'un bain fondu éjecté. Considérant l'intervalle de fusion, nous avons donc pu également estimer la profondeur de matière fondue entre 2 et 3 microns à chaque tir. Pour comparaison, une image MEB présentant la morphologie interne d'un trou est présentée sur la figure 4.15. Pour une fréquence de 20 kHz et une puissance laser de 10 W, il apparaît clairement sur la micrographie une multitude de couches qui se suivent les unes derrière les autres pouvant être le résultat de la multiplication des impacts laser. Une éjection successive de la matière en fusion semble donc tout à fait réaliste. De plus, la profondeur obtenue lors de cette étude expérimentale est de 287  $\mu\text{m}$  pour un nombre d'impulsions calculé (équation 4) de 26 ce qui peut donner une profondeur de  $12 \pm 2 \mu\text{m}$  pour chaque impulsion. L'ordre de grandeur est donc comparable au cas étudié dans cette modélisation. La variation observée entre la théorie et la pratique peut être due aux erreurs de mesure lors du traitement par texturation laser (contrôle du nombre de tirs très imparfait), ainsi qu'aux différentes hypothèses de calculs et les conditions imposées...

$$\text{Nombre de tirs /trou} = \frac{1000.F}{R \times V} \quad (\text{eq. 4})$$

Avec:

- F Fréquence de tirs (kHz);
- R La résolution ou l'espace entre deux trous (pas/mm);
- V Vitesse de déplacement du laser (mm/s).

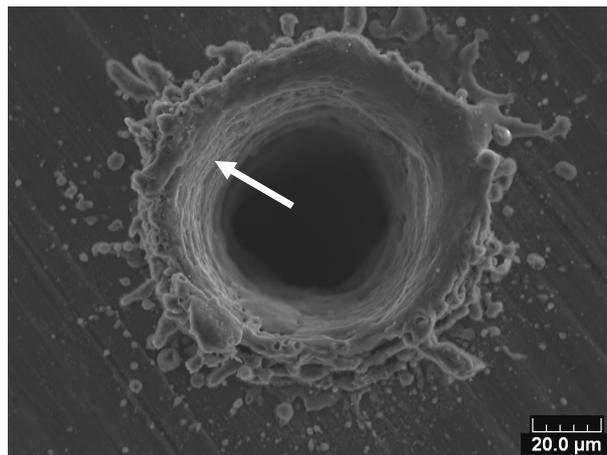


Figure 4.15. Observation au MEB de la microstructure d'une cavité texturée au laser

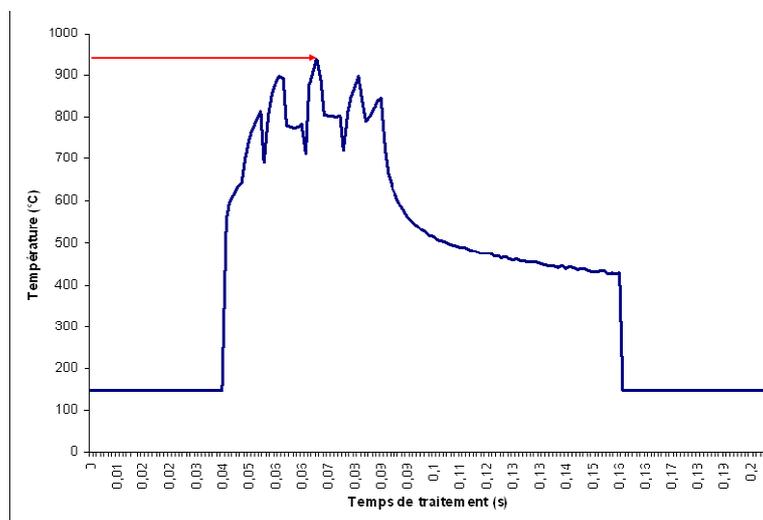
### 4.2.3 Comparaison des températures atteintes

Si les résultats des comparaisons précédentes semblent encourageants et laissent à penser que l'ordre de grandeur des résultats obtenus par notre modèle simplifié est correct,

une étude comparative directe des températures simulées et expérimentales nous a semblé intéressante. Pour cela, des mesures par caméra thermique ont été effectuées sur une surface texturée au laser à 20 kHz avec une puissance laser de 10 W. La figure 4.16 présente une mesure par caméra thermique de l'évolution de la température en fonction du temps de traitement par laser pour 538 impulsions laser. La figure présente des pics de température dépassant 900 °C, avec une chute brusque de la température de 400°C à 20°C dans une durée de 0,16 s.

Très clairement la température mesurée par caméra thermique ne correspond pas à la valeur obtenue par modélisation (figure 4.12). Ceci nécessite une analyse plus détaillée des hypothèses de calcul mais également des conditions de mesure.

Du coté expérimental, il faut noter que les temps d'acquisition de la caméra thermique sont trop importants par rapport aux temps de traitement par texturation laser. En effet les temps de capture de la caméra thermique sont de l'ordre de  $10^{-3}$ s alors que le temps d'une impulsion laser est de 120 ns. De plus d'après la simulation, le temps de refroidissement complet est de moins d'une microseconde, le tout avec une fréquence de répétition de 20 kHz soit un intervalle de temps de  $5 \cdot 10^{-5}$  s! Cette différence fait donc que le temps de capture ne correspond absolument pas à la durée d'une impulsion laser mais à la répétition de 20 tirs! Ceci engendre une énorme distorsion de température entre la valeur réelle et la valeur mesurée. La seule information que l'on puisse donc obtenir de cette campagne d'essais avec la caméra thermique est que la température maximale atteinte est sans doute bien supérieure à 950°C puisque, même après lissage et moyenne des températures mesurées, la valeur affichée est encore de 950°C.



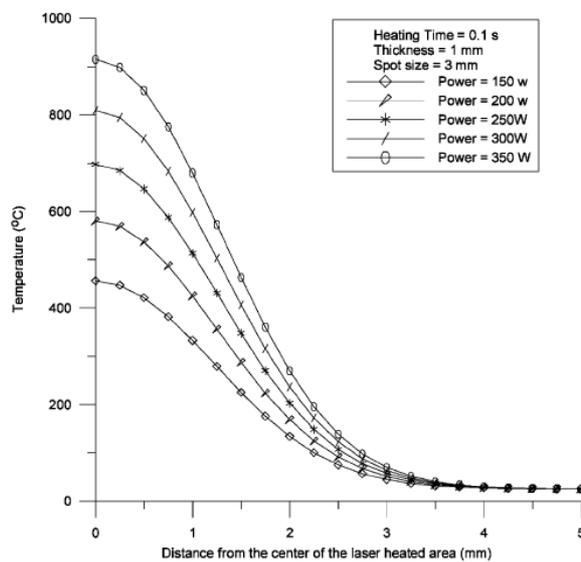
**Figure 4.16.** Evolution de la température mesurée à la surface du substrat texturé au laser par caméra thermique (900 Hz)

Les différentes comparaisons effectuées pour le cas d'une texturation réalisée à 10 W apparaissant concluantes, nous avons décidé de réaliser une seconde simulation dans le cas d'une puissance de 20 W afin de vérifier ces bons résultats.

### 4.3. Simulation d'une texturation laser à 20 W (1 et/ou 3 impacts laser)

Le modèle utilisé est identique au précédent, toutes les données matériaux et laser sont inchangées, seule change la valeur de la puissance laser qui est maintenant fixée à 20 W (soit une puissance crête de laser Q correspondant à 3800 kW). Toutes les conditions aux limites sont également les mêmes que pour le modèle à 10 W.

De précédentes études ont déjà montré l'influence de la puissance laser sur la température d'un matériau. Par exemple, H. S. Hsieh et al [13] ont montré que l'augmentation de la puissance du laser (laser CO<sub>2</sub> avec une distribution gaussienne) de 150 W à 300 W engendrait un effet thermique deux fois plus important avec une augmentation de la température de 450°C à 850°C (figure 4.17). On peut donc s'attendre à un effet similaire dans notre cas.



**Figure 4.17.** Profils de température à différentes puissances laser (laser CO<sub>2</sub> sur inox 304) [13]

La figure 4.18 compare l'évolution de la température dans le sens radial pour les deux puissances laser à différents temps durant une impulsion laser. Il apparaît clairement que la température atteinte avec un traitement effectué à 20 W est deux fois plus importante que celle obtenue avec un traitement laser à 10 W et la zone chauffée en surface a désormais un rayon atteignant 38  $\mu\text{m}$ .

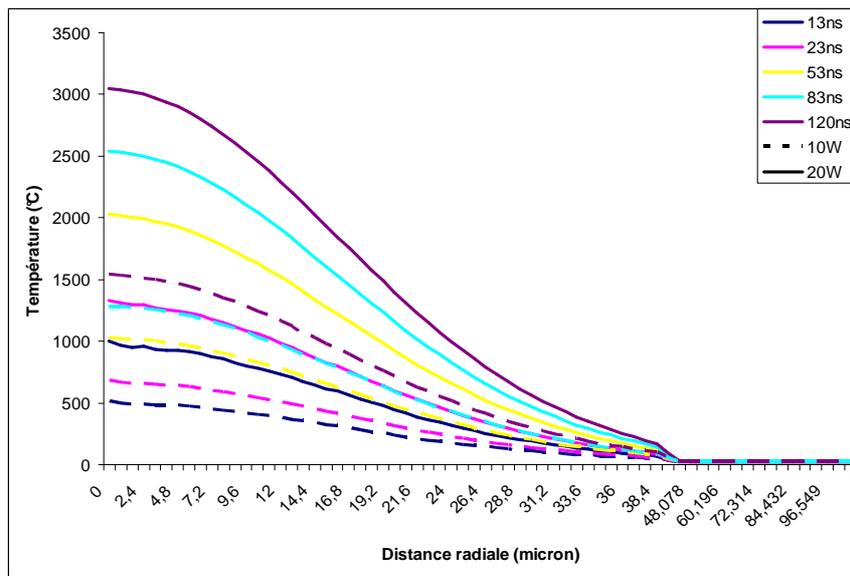


Figure 4.18. Évolution de la température suivant la distance radiale pour différents moments de l'impulsion durant la phase 1 à 10 W et 20 W

À partir de la figure 4.19, il peut être observé aussi que la température atteinte à la fin de l'impulsion laser à 20 W dépasse 3000°C. Cette température est largement supérieure à la température d'évaporation de l'aluminium qui est de 2467°C [14]. Cela peut conduire alors à supposer une évaporation de l'aluminium.

La figure 4.20 présente ensuite l'évolution de la température du substrat en fonction de la profondeur à la fin de l'impulsion laser soit 120 ns pour les 2 puissances laser étudiées. Il apparaît alors que la profondeur affectée thermiquement est plus importante à 20 W qu'à 10 W et atteint déjà 20 microns à la fin de l'impulsion. Ce front thermique pourra alors se propager en profondeur durant la phase de refroidissement.

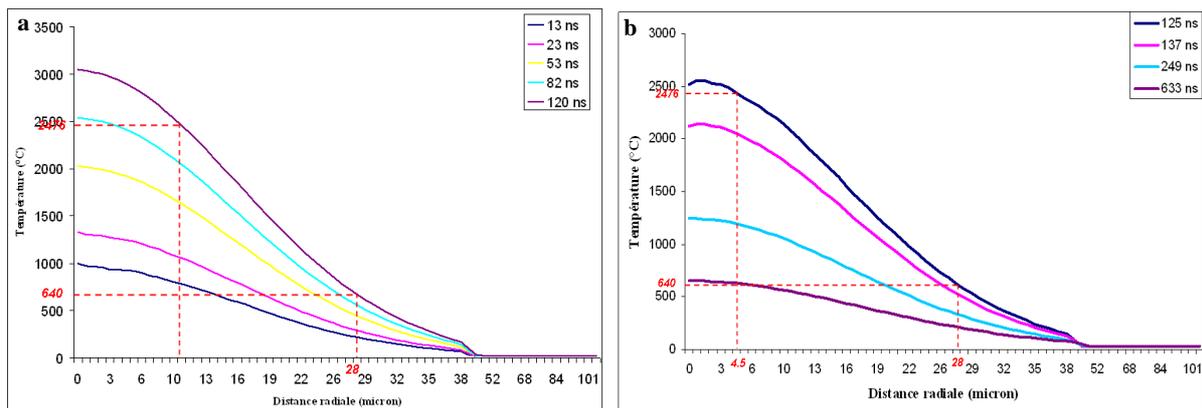
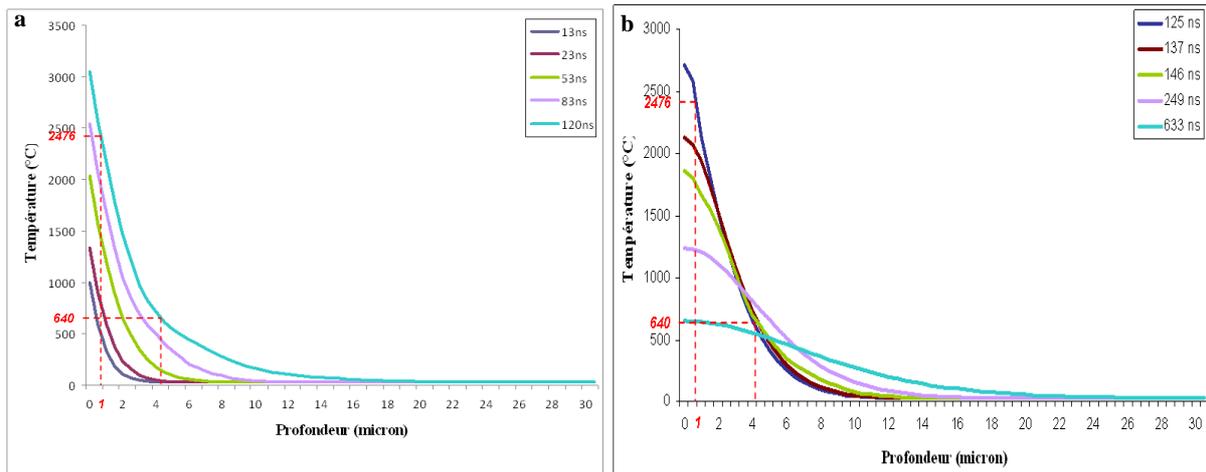


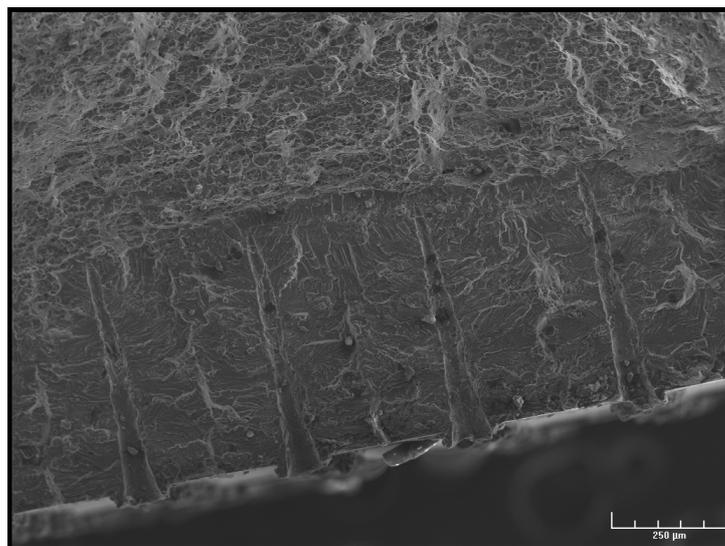
Figure 4.19. Evolution de la température suivant la distance radiale: (a) phase de chauffage, (b) phase de refroidissement



**Figure 4.20.** Evolution de la température dans la profondeur du substrat: (a) phase de chauffage, (b) phase de refroidissement

La présence d'une grande quantité de vapeur dans la cavité non seulement peut faciliter l'éjection de matière mais risque de modifier le bilan de masse entre le volume du trou et les bourrelets formés. La perte de matière éventuelle peut être représentative du volume évaporé.

Afin de corréliser ces résultats avec la réalité, une comparaison avec un essai du plan d'expériences a été réalisée. A partir des figures 4.20 et 4.21 et considérant les mêmes hypothèses que précédemment, on peut estimer le rayon des cavités autour des 30  $\mu\text{m}$  et la profondeur enlevée par tir d'environ 5 microns. Ces valeurs sont à rapprocher des valeurs expérimentales illustrées (figure 4.21), où dans le cas de 26 tirs, le diamètre obtenu numériquement ne change pas et avoisine les 80  $\mu\text{m}$  ce qui est, là encore, tout à fait conforme aux prévisions de la simulation. En revanche, la profondeur des trous mesurée expérimentalement s'approche de 530  $\mu\text{m}$ , très largement supérieure à celle prédite par le modèle.



**Figure 4.21.** Observation au MEB en coupe d'une surface texturée (20 W, 20 kHz, 260 mm/s et 0,333 de distance entre trous)

Nous pouvons alors conclure que les valeurs numériques des rayons des cavités se rapprochent très fortement de celles obtenues expérimentalement. Dans le cas des profondeurs, l'écart est beaucoup plus important même si l'ordre de grandeur est respecté.

Il peut paraître surprenant que le modèle soit capable de prédire le diamètre et pas la profondeur. Si des écarts entre simulation et expérience peuvent être engendrés par les différentes hypothèses simplificatrices du modèle, l'erreur sur les seules profondeurs pourrait être expliquée par des incertitudes sur le nombre de tirs réellement effectués. Une amélioration technique du dispositif de contrôle laser permettant de bien maîtriser ce point serait nécessaire pour lever le doute subsistant.

## 5. Conclusion

Ce travail a porté sur le développement d'un modèle par éléments finis destiné à l'étude du transfert thermique dans un substrat lors d'une opération de texturation de surface par laser.

Le transfert de chaleur au cours du procédé de texturation laser est très rapide que ce soit pour la phase de chauffage ou pour celle de refroidissement. Les températures atteintes évoluent très rapidement jusqu'à des valeurs de fusion et/ou de vaporisation du substrat d'aluminium.

Il a été conclu que, pour un tir laser avec une puissance de 10 W, la température atteinte est d'environ 1500°C sur une distance radiale de 35  $\mu\text{m}$  ce qui correspond à un rayon de 70  $\mu\text{m}$ , et une profondeur de 3  $\mu\text{m}$ . Le doublement de la puissance engendre une température deux fois plus importante et de ce fait une évaporation de la matière car les températures atteintes dépassent 2467°C (température de vaporisation de l'aluminium). Une puissance de 20 W engendre aussi une profondeur doublée, alors que le diamètre affecté reste identique pour les deux traitements laser à 10 W et 20 W.

La comparaison avec les expérimentations a conclu à une bonne corrélation en termes de diamètre des cavités pour les deux puissances laser.

Ces différentes comparaisons entre les valeurs simulées et les valeurs expérimentales disponibles, semblent donc valider les ordres de grandeurs obtenus en adéquation avec les objectifs précisés en introduction. Si de nombreuses hypothèses ont été faites pour mener à bien la simulation dans un temps court, elles ne semblent pas préjudiciables à l'intérêt des informations obtenues. Le modèle ainsi créé permet donc a priori de prédire les diamètres des cavités réalisées et pourra donc être utilisé pour optimiser le traitement de texturation et l'étendre à d'autres substrats métalliques. Pour ce qui est des profondeurs des cavités, une vérification du nombre de tirs effectués est nécessaire avant toute discussion ainsi qu'une optimisation du modèle.

**Références bibliographiques**

- [1] M.B. Ignatiev, Yu.I. Smurov, G. Flamant and V.N. Senchenko, «Surface temperature measurement during pulsed laser action on metallic and ceramic materials», *J. App Surf Scie*, Vol. 96-98, pp. 505–512, 1996.
- [2] A.A. Puretzky, D.B. Geohegan, X. Fan and S.J. Pennycook, «Dynamics of single-wall carbon nanotube synthesis by laser Vaporization», *Appl Phys A*, Vol.70 , pp. 153, 2000.
- [3] J. C. Kneip, B. Martin, A. Loredó, S. Mattei, D. Grevey, «Heat transfer in semi-transparent materials during laser interaction», *J. Mater Proc Tech*, Vol 155-156, pp.1805-1809, 2004.
- [4] H. Makhlof, «Modélisation numérique du soudage à l'arc des aciers», Ecole des Mines de Paris, Thèse, 2008.
- [5] G. Germain, «Contribution à l'optimisation du procédé d'usinage assister par laser», Ecole National Supérieur d'Arc et Métiers de Paris, Thèse, 2006.
- [6] Z. Hu, R. Kovacevic and M. Labudovic, «Experimental and numerical modelling of buckling instability of laser sheet forming», *Int. J. Mach. Tools Manuf*, Vol. 42, pp. 1427–1439, 2002.
- [7] T. Sarnet, «Etude de l'interaction entre un rayonnement laser UV et des matériaux métalliques: application au traitement de surface», Université de la Méditerranée Marseille, Thèse, 1995.
- [8] S. Klarsfeld, C. Langlais, «Isolation thermique à température ambiante. Transfert de chaleur», *Technique de l'ingénieur*, BE9859, 2004.
- [9] R. Leleu, «Transfert de chaleur», *Techniques de l'ingénieur*, J1080, 1992.
- [10] G.N. Labeas, «Development of a local three-dimensional numerical simulation model for the laser forming process of aluminium components», *J.Mater Proc Tech*, Vol. 207, pp.1-3, 2008.
- [11] «Alloy finder 3rd edition».ASM Internal, 2001.
- [12] B.S. Yilbas, A.F.M. Arif, C. Karatas, K. Raza , «Laser treatment of aluminum surface: Analysis of thermal stress field in the irradiated region», *J. Mater Proc Tech*, Vol. 209, pp. 77-88, 2009.
- [13] H.-S. Hsieh, J. Lin, «Thermal-mechanical analysis on the transient deformation during pulsed laser forming», *J. Mach Tools Manuf*, Vol. 44, pp.191–199, 2004.
- [14] R. David, «Handbook of chemistry and physics», 62<sup>nd</sup> edition, CRC Press, INC. Florida, 1981- 1982.

## **Chapitre 5: Analyse des Cycles de Vie (ACV) des différents procédés de préparation de surface avant projection thermique**

## 1. Introduction

L'évolution, le développement ainsi que la consommation de la société actuelle influencent l'environnement par leurs rejets, déchets.... L'impact environnemental est irréversible dans certains cas, ce qui a fait réagir depuis les années 90 un nombre important d'organismes afin de limiter l'impact de l'activité humaine au travers des mesures préventives quant à l'environnement et la sauvegarde des ressources naturelles. Bien évidemment la contribution industrielle est très importante et cela peut se traduire par une production de qualité issue de modes de fabrication plus respectueux des équilibres naturels, de l'environnement et du bien-être humain et animal, ainsi que par la valorisation des produits en fin de vie.

Des analyses globales tout le long du cycle de vie émergent d'ailleurs de plus en plus ces dernières années. Elles intègrent l'extraction de la matière première, sa mise en forme, son transport, son achat, son utilisation et pour finir sa fin de vie. L'analyse du cycle de vie (ACV) est un outil normalisé (*ISO 14044 [1]*) permettant l'évaluation des impacts environnementaux des différents composants d'un procédé ou d'un produit... [2] L'objectif est donc d'identifier les composants impactant sur l'environnement et de fournir une amélioration.

C'est précisément ce qui a été tenté au cours de ce travail où les applications visées sont les procédés de préparation de surface avant projection thermique. Les techniques de préparation de surface peuvent être mécaniques ou chimiques et/ou les deux. Ces procédés font partie intégrante des procédés industriels de fabrication d'objets divers afin de minimiser les risques de corrosion des métaux, d'usure ou simplement d'améliorer l'aspect d'une surface. Il est clair que la multiplication des procédés de préparation de surface peuvent avoir des effets favorables sur les propriétés mécaniques mais il ne faut pas que cela soit au détriment de l'environnement ni de la santé humaine.

C'est pourquoi, une comparaison des différents impacts environnementaux des techniques conventionnelles (sablage + dégraissage) avec les procédés de préparation de surface par laser tels que le laser d'ablation et le laser de texturation a été effectuée. L'étude se base sur un bilan complet regroupant l'aspect consommation de ressources minérales et d'énergies fossiles, réchauffement climatique, modification de la biodiversité, risque de cancers, déchets, produits chimiques [3] ... pour chaque étape du cycle de vie (figure 5.1).



**Figure 5.1.** Impact environnemental selon l'approche de l'analyse de cycle de vie [4]

Dans le cas présent, seule la partie préparation de la surface d'un pion de 25 mm de diamètre à partir des trois procédés énumérés a été envisagée. Les étapes formant la construction des différentes machines sont exclues du calcul, ainsi que les étapes identiques comme le cas de la projection thermique qui est la même pour les trois types de surfaces. Cela permet d'avoir des processus égaux. Les calculs se sont alors restreints à l'utilisation du matériel, les énergies nécessaires pour le fonctionnement, le temps de traitement, la matière première consommée... Les données sont alors recueillies pour les différentes étapes constituant chaque procédé. Des procédures de calcul ont alors été définies pour la réalisation de l'inventaire et des hypothèses clairement définies.

Pour permettre la comparaison, une unité fonctionnelle (UF) des trois procédés a d'abord été définie [5]. Cette unité permet de fixer un étalon de mesure pour une évaluation des différents procédés de préparation de surface avant projection thermique à service rendu égal. Dans le cadre de cette étude un échantillon de 25 mm de diamètre soit une surface de 491 mm<sup>2</sup> est utilisé comme base unité fonctionnelle à partir de laquelle les différentes énergies, flux ... sont rapportés. Cette unité fonctionnelle est utile pour le calcul des éco-indicateurs de chaque étape formant chaque procédé. L'éco-indicateur permet de calculer en unité adimensionnelle appelée ici point (ou milli point) l'impact environnemental d'un matériau ou d'un procédé dans sa globalité. L'impact environnemental du matériau et/ou procédé est dit élevé lorsque son éco-indicateur est élevé, plus celui-ci est faible plus son impact diminue. Il existe différents types d'éco-indicateurs tels que: EI99, EPS, Impact 2002+, EI95, CML92... ils se différencient par leur prise en compte de la dégradation du matériau dans le temps, leur couverture géographique, leur précision scientifique... A partir des notations et des domaines de recouvrement des différents éco-indicateurs, des impacts sur la santé humaine, l'éco-indicateur 99 (EI 99) apparaît comme le plus approprié pour les calculs d'impacts environnementaux des procédés de préparation de surface avant projection thermique [6].

Cette méthode utilisée a pour objectif de comparer plusieurs procédés sur la base de leur impact environnemental associé à leur cycle de vie respectif. Cette étude analyse les catégories d'impacts suivants:

- substances carcinogènes,
- effets respiratoires par les substances organiques,
- effets respiratoires par les substances inorganiques,
- changements climatiques,
- écotoxicité,
- acidification et eutrophisation.

L'impact sur la santé humaine est exprimé en DALY (Disability Adjusted Life Years). Il exprime le nombre d'années de vie perdues pour cause de maladie ou de mort prématurée. L'impact sur l'écosystème quant à lui est exprimé en PAF/PDF (Potentially Affected / Disappeared Fraction) et représente un pourcentage des espèces disparues sur une certaine surface. Les ressources minérales et combustibles fossiles consommées sont exprimées en MJ. Des incertitudes peuvent apparaître dans la méthode de l'éco-indicateur 99, pour cela trois versions de la méthode existent. Chacune d'elle se spécialise dans un domaine:

- la version individualiste ne prend en considération que les effets prouvés ainsi que les perspectives à court terme (les hypothèses ne font pas parties du processus de calcul);
- la version hiérarchique quant à elle inclue les faits reconnus par les autorités scientifiques et politiques;
- enfin la version égalitaire se base sur le principe de la précaution.

Différents outils et méthodes existent pour la réalisation d'une analyse de cycle de vie d'un produit ou d'un procédé [6-8]. Le centre de recherche de la Commission Européenne a énuméré les différents outils de calculs (<http://lca.jrc.ec.europa.eu/lcainfohub/toolList.vm>). Ces logiciels permettent en général de réaliser des modèles de cycles de vie en plus de contenir des bases de données importantes de flux de références et d'intégrer des méthodes d'évaluation des impacts. Les logiciels aident à construire le modèle de cycle de vie du produit et à y associer les processus élémentaires correspondants.

Dans le cas de cette étude le logiciel SimaPro 7.1 [10,11] a été utilisé pour le calcul de l'ACV des trois procédés de préparation de surface. Hormis le fait d'être aujourd'hui le plus utilisé, il regroupe la majorité des bases de données, permet d'importer des données d'une base dans une autre afin de chiffrer les impacts et de permettre une comparaison.

## **2. Inventaire des ressources consommées lors des procédés de préparation de surface avant projection thermique**

L'analyse des entrants et des sortants de chaque composant est primordiale pour la bonne réalisation d'une ACV [11]. Les données peuvent être obtenues par mesure directe, calcul, estimation ou par recherche bibliographique, conformément aux exigences de qualité des données. L'analyse des différents composants est un processus complexe et l'inventaire est limité par les données présentes dans les différentes tables de calcul, par les données industrielles... Lors de cette étude, la norme ISO 14044 a été respectée, celle-ci définit l'analyse du cycle de vie comme une méthode qui étudie les aspects environnementaux et les impacts potentiels tout le long de la vie du matériau et/ou procédé (du berceau à la tombe), de l'acquisition de la matière première à sa production, son utilisation et sa destruction (figure 5.2).

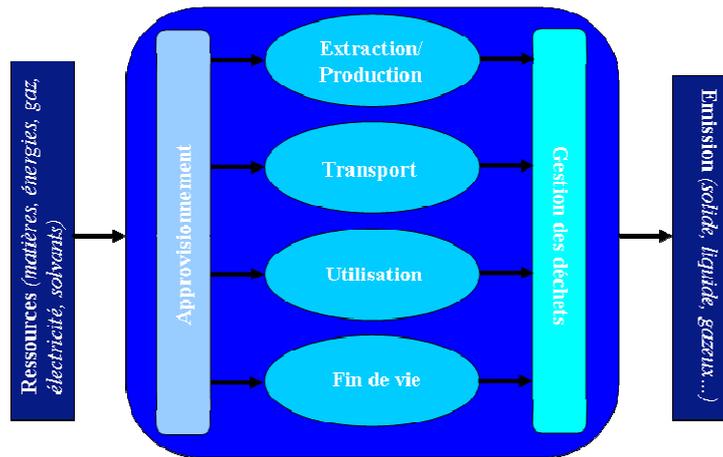


Figure 5.2. Inventaire des entrants et sortants

L'analyse et la quantification des différents composants et flux de matières se font par le biais des éco-indicateurs (constituant le logiciel SimaPro) et des impacts sur les écosystèmes, sur la santé et les ressources selon l'unité adéquate (DALY, PAF/PDF, MJ). Comme le présente la figure 5.3, un bilan matière-énergie des systèmes peut alors être établi par agrégation des données entrantes et sortantes de même nature (à savoir des substances équivalentes ou ayant des impacts environnementaux similaires) au travers d'une seule unité globale et formant un nombre de points d'impact/unité fonctionnelle Pt/UF [5,12].

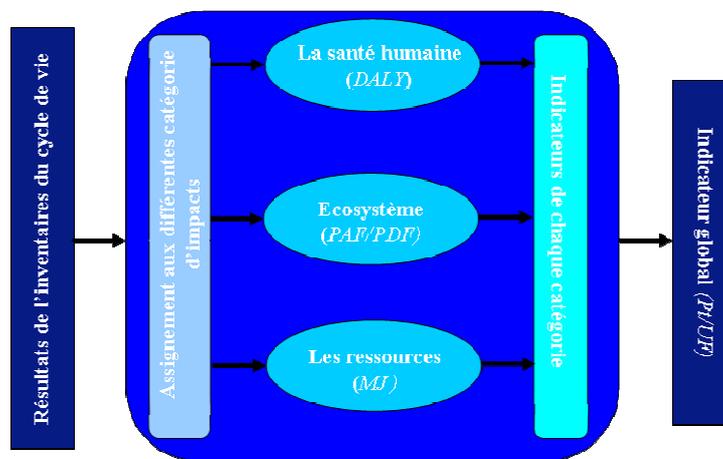


Figure 5.3. Démarche globale de l'analyse et le calcul de l'impact environnemental

## 2.1. Analyse du procédé conventionnel (sablage et dégraissage)

Dans cette partie les différentes matières, énergies et autres consommables utilisés lors du traitement de surface par procédés conventionnels seront détaillés.

### 2.1.1. Recensement des consommables

Une préparation de surface avant projection thermique est traditionnellement nécessaire à la surface des substrats afin d'assurer une bonne tenue du revêtement. Pour ce faire, 2 étapes sont réalisées, à savoir une étape de dégraissage par solvant et une étape de

sablage par projection de particules (de type corindon). Plusieurs aspects sont donc à prendre en considération, tels que l'extraction des matières premières, leurs acheminements et les énergies nécessaires durant les différentes étapes du cycle de vie de chaque matériau et/ou procédé.

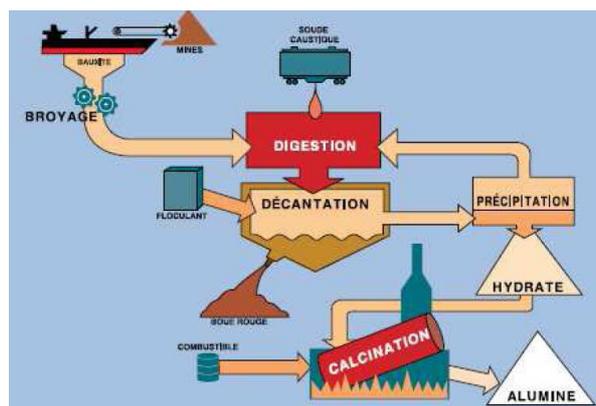
L'étape de dégraissage au solvant (qui est un composé organique volatil) est nécessaire afin d'éliminer les impuretés et les graisses de la surface. Un dégraissage à l'éthanol est le plus souvent effectué à l'aide d'une cuve à ultrasons. Les différentes ressources nécessaires pour l'acheminement de l'éthanol ainsi que les ressources énergétiques utilisées lors de la préparation de la surface sont détaillées dans le tableau 5.1.

**Tableau 5.1.** Ressources nécessaires pour le procédé de dégraissage et impacts

<i>Ressources et énergie</i>	
Transport du solvant par camion (tkm)	0,02
Temps de traitement d'1 pion (s)	120
Quantité du solvant utilisé pour 1 pion (mL/UF)	10
Puissance de la cuve à ultrasons (W)	185
Consommation électrique pour un pion (kWh/UF)	$6,1 \times 10^{-3}$
Quantité du solvant libéré dans l'atmosphère (kg/UF)	$3,75 \times 10^{-8}$
Les émissions dans l'air (kg/UF)	$0,6 \times 10^{-7}$

La technique de préparation de surface conventionnelle ne se limite pas à un dégraissage de la surface mais une étape de sablage est aussi nécessaire. Cette étape de sablage nécessite l'utilisation de corindon pour la création de rugosité à la surface du substrat.

L'oxyde d'aluminium (alumine) est extrait à l'aide d'un procédé (Bayer 1893) utilisant de la liqueur caustique. Différents résidus sont issus de cette extraction, comme des résidus miniers (boue rouge) [13], des oxydes de fer, des oxydes de silicium ainsi que la liqueur caustique à faible concentration comme le présente le schéma de fabrication présenté sur la figure 5.4 [14].



**Figure 5.4.** Procédé d'extraction de l'alumine [14]

Le tableau 5.2 recense les différentes ressources nécessaires à l'extraction du minerai ainsi que les différents rejets générés pour produire 1 kg d'alumine. La partie main-d'œuvre est prise en compte directement par le logiciel de calcul. Les différentes ressources de base pour l'extraction de l'alumine ainsi que les différents matériaux, matériels et énergies nécessaires

pour l'extraction et l'acheminement du matériau sont détaillés dans le tableau 5.2. les différents résultats sont issus directement du logiciel Symapro.

**Tableau 5.2.** Ressources nécessaires pour l'extraction et la mise en forme de l'alumine (corindon) et impacts [15]

<b>Ressources</b>	
Bauxite (kg/UF)	2,6
Eau (kg/UF)	$7 \times 10^{-2}$
<b>Matériaux et énergies</b>	
Chaux (kg/UF)	$5,2 \times 10^{-2}$
Fuel (kg/UF)	$2,6 \times 10^{-1}$
Electricité (MJ/UF)	$1,8 \times 10^{-3}$
TiO <sub>2</sub> (kg/UF)	$4,4 \times 10^{-2}$
SiO <sub>2</sub> (kg/UF)	$6 \times 10^{-2}$
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (kg/UF)	$32,4 \times 10^{-2}$
Bateau (tkm/UF)	3,6
Camion (tkm/UF)	10,7
Train (tkm/UF)	3,23
<b>Emissions vers l'air</b>	
Chaleur (MJ/UF)	$2,2 \times 10^{-3}$
<b>Emissions vers l'eau</b>	
Fe (kg/UF)	$4,5 \times 10^{-5}$
Si (kg/UF)	$2,2 \times 10^{-3}$
Ti (kg/UF)	$8 \times 10^{-3}$
Hydrocarbures (kg/UF)	$1,6 \times 10^{-3}$

A partir de ces différentes étapes et de la réception du corindon, commence alors le procédé de sablage qui nécessite une énergie pour le fonctionnement de la sableuse, une main-d'œuvre et le fonctionnement d'un compresseur pour l'air comprimé. Les calculs des différentes énergies et matériaux sont rapportés au traitement d'un pion de 25 mm de diamètre pendant une durée de 90 s. Les différentes procédures ainsi que les énergies utilisées pour l'opération de sablage sont présentées dans le tableau 5.3.

**Tableau 5.3.** Ressources nécessaires pour le procédé de sablage et émissions

<b>Ressources et énergies</b>	
Temps de traitement d'1 pion (s)	90
Débit de poudre (kg/min)	1,5
Quantité de corindon utilisé pour 1 pion (kg/UF)	2,25
Pression d'air (bars)	4
Puissance de la sableuse (W)	500
Consommation électrique pour un pion (kWh/UF)	$1,25 \times 10^{-3}$
Transport du corindon (tkm)	2,76
Les émissions dans l'air (kg/UF)	$0,75 \times 10^{-7}$

## 2.2. Analyse des méthodes palliatives – Recensement des consommables

Suite aux nouvelles normes européennes concernant la protection des utilisateurs contre les particules susceptible d'être inhalées, l'utilisation de solvants chimiques (pouvant engendrer des maladies avec des répercussions lourdes sur l'environnement lors de leur élimination) devient plus restrictive. L'approche de nouveaux procédés de préparation de surface plus respectueux de l'environnement est donc nécessaire. Dans le cas de cette étude, deux procédés de préparation de surface par laser ont été étudiés.

### 2.2.1. Cas du laser d'ablation

Le procédé de préparation de surface par ablation laser est une technique alternative au sablage/dégraissage. Il permet de préparer la surface simultanément à la projection thermique [16] par l'association d'un laser d'ablation.

Le traitement laser permet une élimination de la couche de graisse ainsi que de la couche d'oxyde, sans laisser de résidus à la surface, par ablation simple (impact unique du laser) de la couche de contaminants. Différentes ressources sont nécessaires pour le fonctionnement de ce procédé. Parmi eux on trouve l'alimentation électrique et l'eau pour le refroidissement des blocs laser. Cette eau est utilisée à travers un cycle fermé permettant son recyclage. De plus, l'application de ce procédé nécessite de la main-d'œuvre. Dans le tableau 5.4, les différentes ressources et énergies utilisées pour le fonctionnement sont présentées dans un premier cas pour l'utilisation de 4 modules laser et dans un deuxième cas pour l'utilisation d'un seul module laser.

L'utilisation de 4 modules peut présenter un intérêt par la création d'une tache laser avec des dimensions plus importantes permettant alors de balayer la surface du substrat dans un temps plus court en comparaison avec l'utilisation d'un seul module laser. Pour l'énergie utilisée, elle est largement plus faible pour le traitement d'un pion dans sa globalité avec un module qu'avec 4 modules laser, mais en temps de traitement, l'énergie nécessaire pour une durée de 0,86 s est de  $3,8 \times 10^{-4}$  kWh/UF pour une utilisation des 4 modules (avec une tache laser de dimensions de 3,5 mm x 14 mm) alors que pour 1 module (1,34 s) celle-ci est très faible est de l'ordre de  $1,5 \times 10^{-5}$  kWh/UF (avec une tache laser de dimensions de 3,5 mm x 3,5 mm).

**Tableau 5.4.** Ressources nécessaires pour le procédé d'ablation laser et émissions

<i>Ressources et énergie</i>	<i>4 modules laser</i>	<i>1 module laser</i>
Temps de traitement d'1 pion (s)	0,86	1,34
Puissance moyenne (W)	1600	40
Consommation électrique pour un pion (kWh/UF)	$3,8 \times 10^{-4}$	$1,5 \times 10^{-5}$
Débit d'eau (L/h) «recyclée»	2400	600
Les émissions dans l'air (kg/UF)	$1,32 \times 10^{-7}$	$9,4 \times 10^{-8}$

### 2.2.2. Cas du laser de texturation

La préparation de surface par laser de texturation est une nouvelle technologie jouant chimiquement et mécaniquement sur la surface à préparer. Par une action répétée de l'impact laser sur la surface du substrat à traiter, il est possible de créer des motifs microscopiques de géométrie conique, plus ou moins réguliers sur la surface du substrat. Les cavités sont dues au nombre de tirs du laser sur une même position [17].

Les différentes ressources utilisées lors d'une préparation de surface par un laser de texturation sont énumérées dans le tableau 5.5. Il faut savoir que le laser de texturation ne nécessite pas de refroidissement.

**Tableau 5.5.** Ressources nécessaires pour le procédé de texturation laser et émissions

<i>Ressources et énergie</i>	
Temps de traitement d'1 pion (s)	10
Puissance moyenne (W)	10
Consommation électrique pour un pion (kWh/UF)	$2,8 \times 10^{-5}$
Les émissions dans l'air (kg/UF)	$0,32 \times 10^{-7}$

L'une des parties les plus importantes dans une analyse de cycle de vie d'un procédé ou d'un produit est la phase de fin de vie du produit. Ce dernier peut finir comme déchet (et par ce fait engendrer un impact significatif sur l'écosystème) ou être recyclé. Dans le cas de cette étude, la fin de vie des différents composants des trois procédés a été alors étudiée.

### 3. Evaluation de la fin de vie des procédés de préparation de surface avant projection thermique

La fin de vie des différentes matières utilisées lors de la préparation de surface avant projection thermique, est une étape très importante à bien identifier dans le cadre d'une analyse de cycle de vie d'un procédé. La gestion des déchets est un problème complexe surtout à l'échelle industrielle.

Le recyclage des grains de corindon ainsi que des solvants chimiques nécessite des étapes spécifiques. Il permet de maximiser la vie de la matière première et joue un rôle très important dans l'économie industrielle vis-à-vis de l'environnement. Les nouvelles normes européennes et les restrictions imposées par les organismes valorisent de plus en plus la mise en service de procédés de «cycle de vie en boucle fermée» au détriment des procédés d'incinération et de destruction des déchets.

Ainsi, dans le cas du procédé conventionnel par sablage, le corindon est recyclé une dizaine de fois avant d'être récupéré par une entreprise de recyclage qui réévaluera l'état du corindon. La fin de vie se définira alors selon la qualité résiduelle par une destruction et un enfouissement dans le sol, une réutilisation pour un usage de sablage ou enfin une utilisation des particules encore fiables pour la fabrication de papiers abrasifs.

Le tableau 5.6 regroupe le nombre de cycles d'utilisation, les quantités de matière rejetées dans le sol lors du procédé de préparation.

**Tableau 5.6.** Recyclage du corindon

Capacité de la cuve de la sableuse (L)	100
Nombre de cycle de recyclage	10
Quantité de corindon utilisé pour 1 pion (kg/UF)	2,25

Le deuxième procédé composant la technique conventionnelle est le dégraissage par solvant. Connue comme un composé organique volatil (COV), ce produit engendre un impact très

important et nocif à l'échelle locale sur la santé du manipulateur et l'ensemble de l'organisme (le sang, appareil reproducteur et circulatoire ... etc.).

A l'échelle environnementale, les déchets des COV engendrent l'amointrissement de la couche d'ozone et aussi contribuent au réchauffement climatique à forte dose d'utilisation [18]. Dans le protocole de Genève de 1991, la France s'est engagée à réduire ses émissions de COV. Depuis les années 99, de nouvelles directives visant à dépasser plus de 50 % de réduction des émissions des COV ont été adoptées [19].

Dans le cadre de cette étude, aucun recyclage du solvant n'a été considéré. Il est récolté dans des bacs de récupération et des entreprises spécialisées dans le recyclage et le traitement des COV qui se chargent par la suite des produits.

En ce qui concerne le procédé d'ablation laser, aucun effluent n'est généré. Seule l'eau de refroidissement représente une ressource naturelle pouvant engendrer un effet sur l'environnement, mais dans le cas présent, celle ci est recyclée tout le long du procédé de préparation.

Enfin, pour ce qui est du procédé de texturation par laser, aucun déchet n'est émis, étant donné que ce procédé ne nécessite que de l'électricité pour le fonctionnement du laser et aucun refroidissement à l'eau, le bilan reste nul.

Ainsi, l'inventaire des ressources étant terminée, une étude environnementale comparative des différents procédés de préparation de surface avant projection thermique peut alors être effectuée.

#### 4. Résultats et discussions

Dans cette partie les différents éco-indicateurs correspondant aux trois procédés de préparation de surface sont présentés et analysés.

##### 4.1. Calculs des impacts environnementaux et éco-indicateurs

A l'aide du logiciel Simapro (Eco-Indicateur 99) et des calculs d'éco-indicateurs, la consommation des ressources et l'impact sur la santé humaine ainsi que l'écosystème des différents procédés de préparation de surfaces ont été envisagés. Le tableau 5.7 présente l'ensemble de ces données.

**Tableau 5.7.** Impacts environnementaux des différents procédés de préparation de surface

<i>Catégorie des dommages</i>	<i>Dégraissage/ Sablage</i>	<i>Ablation laser</i>	<i>Texturation laser</i>
Santé humaine (Pt/UF)	1,84E-05	3,45E-06	1,01E-06
Ecosystème (Pt/UF)	3,26E-06	1,04E-07	1,11E-07
Ressources (Pt/UF)	1,44E-05	1,98E-06	8,40E-07
<i>Impact total (Pt/UF)</i>	<i>3,61E-05</i>	<i>5,53E-06</i>	<i>1,95E-06</i>

Tout d'abord, il apparaît clairement que d'un point de vue global, l'impact environnemental des procédés conventionnels est 85 % plus important que le procédé d'ablation laser et 95 % plus impactant sur l'environnement que le procédé de texturation laser. Afin de mieux apprécier le détail des différentes catégories, une représentation graphique est exposée dans la figure 5.5.

En premier lieu, il peut être observé que pour les trois procédés de préparation de surface, un principal effet sur la santé humaine est engendré. Celui-ci est largement plus important lors de la préparation de surface par procédés conventionnels que par ablation ou la texturation laser. De plus, l'effet des traitements de surface sur les ressources reste très conséquent aussi pour le sablage/dégraissage, supérieur de 87 % et 95 % à l'ablation et la texturation laser. L'impact sur l'écosystème est quant à lui très faible pour les deux traitements laser mais assez conséquent pour les procédés conventionnels. Ce comportement très impactant des procédés conventionnels peut être lié au fait de l'extraction de la matière première du corindon, et de l'utilisation de solvants. Des statistiques nationales françaises («l'appel de Paris affirmant que la pollution chimique constitue une menace grave pour l'enfant et pour la survie de l'homme» [20]) présentent que la progression des cancers ainsi que le taux de mortalité du à ces cancers sont une conséquence directe des substances chimiques présentes dans l'environnement [21].

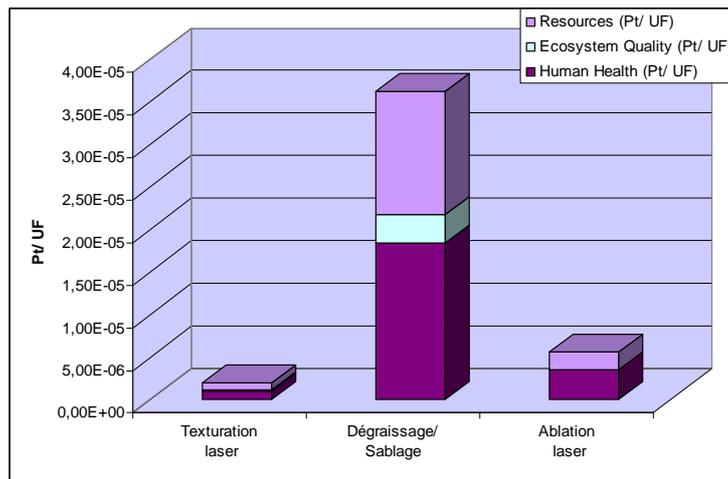


Figure 5.5. Impact environnemental des différents procédés de préparation de surface

Mais le logiciel éco-indicateur 99 propose aussi une représentation plus fine des différentes catégories d'impacts. La figure 5.6 présente l'importance de ces différentes catégories sur les 3 procédés de préparations de surface avant projection thermique.

A partir de la figure 5.6, il peut être observé que l'impact sur les composés inorganiques respiratoires est le plus significatif pour les trois procédés. Pour le cas du dégraissage/sablage, l'utilisation des COV est un contributeur important des composés inorganiques respiratoires. Pour les procédés laser, cet impact sur les composés inorganiques respiratoires peut être dû à l'extraction du minerai d'uranium pour la production d'électricité. En revanche, l'impact sur les énergies non renouvelables est presque identique pour les trois procédés du fait d'une même utilisation énergétique.

Il faut savoir aussi, que les procédés de préparation de surface par laser génèrent des gaz ainsi que des particules fines lors des processus d'ablation pouvant être dangereux. Cela peut

expliquer la valeur élevée de l'écotoxicité terrestre des deux procédés laser. Le réchauffement de la planète quant à lui peut être causé par les gaz à effet de serre comme le dioxyde de carbone ou le méthane mais qui, dans le cas présent, n'est pas important car aucun gaz à effet de serre n'est produit.

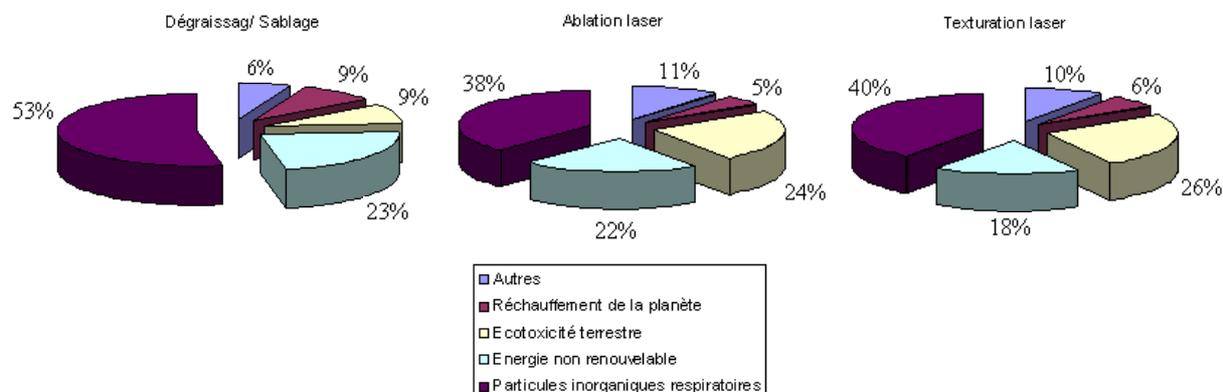


Figure 5.6. Évaluation de l'impact des 3 procédés par catégories d'impacts médians (selon l'indicateur d'éco 99)

À partir des différents résultats présentés précédemment, il est clair que le procédé conventionnel de préparation de surface avant projection thermique affecte de manière significative le bilan environnemental. Pour cela, une évolution vers les techniques de préparation de surface par laser est nécessaire.

Une étude plus approfondie sur les procédés de préparation par laser est présentée sur la figure 5.7. Cette dernière représente un zoom de la figure 5.5, afin de bien définir la différence d'impact environnemental des deux procédés et de pouvoir réaliser une comparaison entre le procédé d'ablation et celui de texturation.

Il apparaît clairement que le procédé de préparation de surface par ablation laser influe légèrement plus que le procédé de texturation laser. Un écart de 31 % peut être estimé entre les deux procédés. Plusieurs facteurs peuvent être considérés pour expliquer une telle différence comme la consommation énergétique qui est plus faible pour la texturation laser que pour le procédé d'ablation laser. Le deuxième point concerne l'eau de refroidissement qui est absente du procédé par texturation contrairement à l'ablation.

Enfin pour finir, il peut être conclu que pour les procédés de préparation de surface par laser, 87 % des ressources impactant sur l'environnement sont liées à l'électricité, à savoir sa fabrication, sachant qu'en France plus de 80 % de l'électricité est fournie par les centrales nucléaires ce qui impose une utilisation d'uranium.

Toutefois, la différence en point total entre les deux techniques reste faible en comparaison avec le procédé conventionnel.

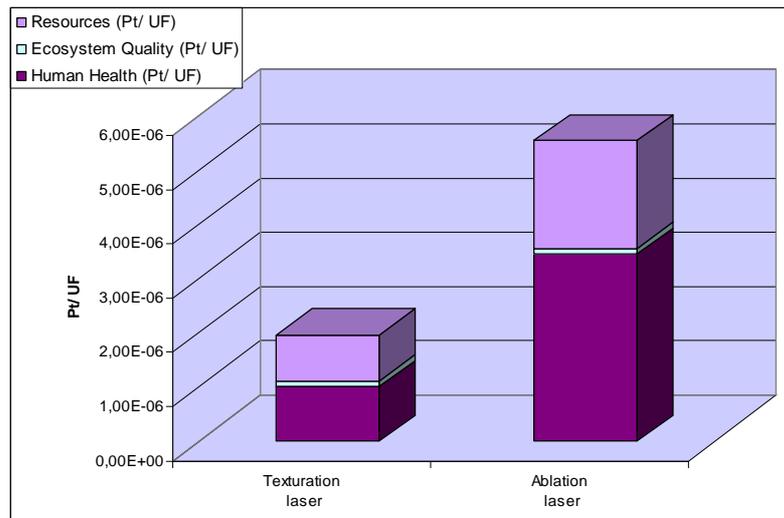


Figure 5.7. Impact environnemental des deux procédés de préparation de surface par laser

Deux grandes directions peuvent être analysées pour une meilleure compréhension des impacts environnementaux des procédés laser.

La première concerne le laser d'ablation et plus précisément le nombre de modules utilisés.

En effet, l'utilisation de 4 modules a été envisagée pour la préparation de surfaces avant projection thermique ce qui constitue la démarche la plus usuelle. Dans un deuxième temps, l'utilisation d'un seul module laser a été testée afin d'observer la différence de l'impact environnemental entre les deux. Le protocole adopté est le même pour les deux démarches, il consiste à un traitement d'une pièce de 25 mm de diamètre en aluminium 2017. La figure 5.8 présente les différentes ressources utilisées dans les deux cas. A travers cette figure, il est clairement montré que le traitement de surface par un seul module laser engendre 30 % en moins d'émissions dans l'air (vapeur, particules...) que l'utilisation des 4 modules laser. Un constat plus flagrant est réalisé pour la consommation électrique qui est 95 % moins importante lors de l'utilisation d'un module laser que pour l'utilisation de 4 modules. En ce qui concerne l'eau (ressource recyclée dans les deux cas) l'utilisation de 4 modules nécessite 4 fois plus d'eau de refroidissement que le traitement par un module.

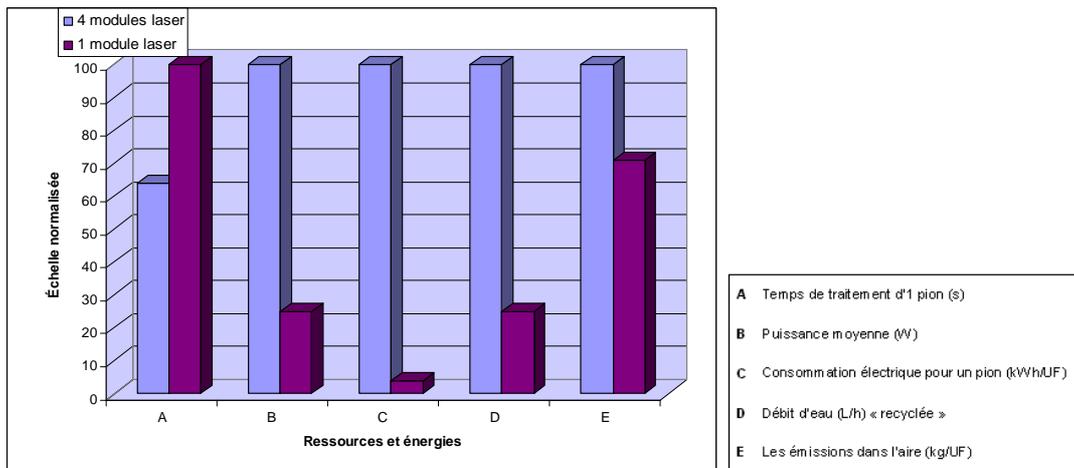
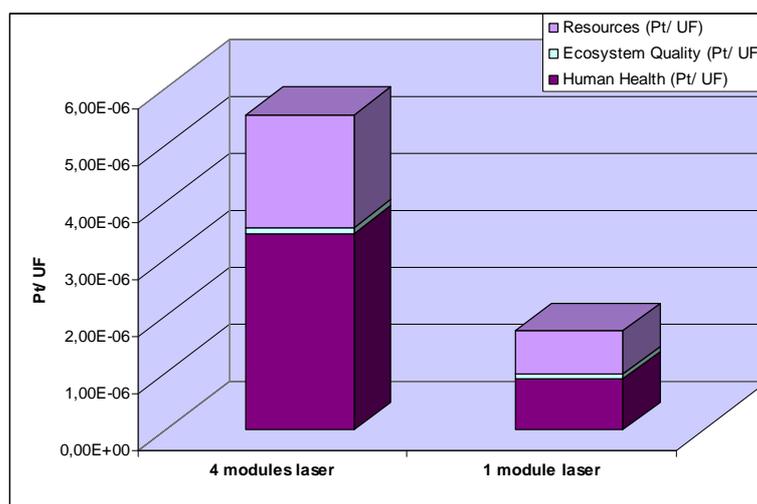


Figure 5.8. Comparaison des ressources consommées pour les deux démarches

Une étude comparative de l'impact environnemental des deux démarches est alors présentée sur la figure 5.9. Cette figure illustre que l'utilisation de 4 modules laser engendre un impact global environ 75 % plus important que l'impact global du procédé de préparation avec 1 module laser.

La consommation des ressources est plus faible dans le cas d'une utilisation d'un bloc laser (du fait de l'utilisation d'eau recyclée pour refroidir 1 module laser) ainsi que la consommation électrique. En contre partie, l'utilisation des lasers sur une durée plus importante pour le traitement d'une pièce engendre un effet sur la santé ainsi que sur l'écosystème presque identique. De plus, l'utilisation des 4 blocs laser permet non seulement la réalisation du traitement dans des temps très rapides mais permet également d'optimiser la stratégie de projection thermique qui est réalisée en simultanée. En effet, pour la projection thermique le temps de traitement conditionne directement la consommation d'argon et d'hydrogène nécessaire au procédé. Si la réalisation du traitement n'a pas été prise en compte dans cette étude, c'est parce qu'elle est supposée être identique dans tous les scénarii, ce qui ne serait plus le cas avec 1 seul laser d'ablation.



**Figure 5.9.** Impact environnemental pour le procédé d'ablation laser avec 1 ou 4 modules laser

En ce qui concerne la deuxième étude focalisée sur le laser de texturation, un meilleur respect de l'environnement a bien été démontré mais une étude plus approfondie semble néanmoins nécessaire, afin de bien définir les paramètres les plus influents.

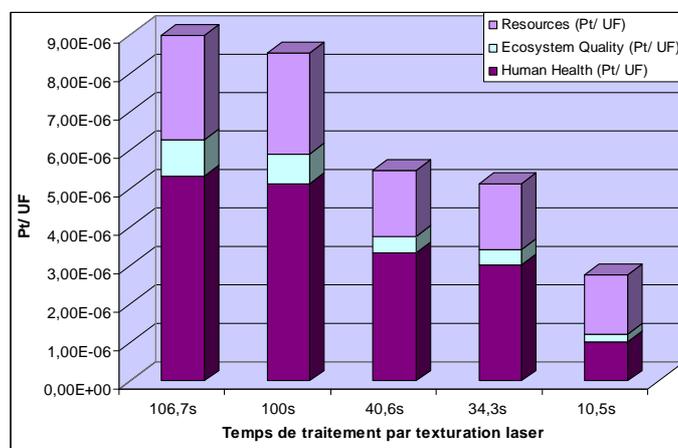
Pour cela, l'influence des différents temps de préparation de surface par texturation laser a été étudiée. Cette étude permet de caractériser l'impact engendré par le temps de traitement sur l'environnement, tout en gardant les mêmes paramètres laser.

Cinq cas ont donc été extraits du tableau 5.2, qui se différencient par leurs temps de traitement. Le tableau 5.8 recense les données relatives aux différents temps de préparation et donc les énergies relatives associées. Il peut être observé à partir de ce tableau que l'évolution de la consommation électrique suit l'évolution du temps de traitement, de même pour les émissions dans l'air.

**Tableau 5.8.** Ressources nécessaires pour le procédé de texturation laser à différents temps de traitement

<b>Ressources et énergie</b>	<b>Cas 1</b>	<b>Cas 2</b>	<b>Cas 3</b>	<b>Cas 4</b>	<b>Cas 5</b>
Temps de traitement d'1 pion (s)	106,7	100,1	40,6	34,3	10,5
Puissance moyenne (W)	20	20	20	20	20
Consommation électrique (kWh)	$5,9 \times 10^{-4}$	$5,5 \times 10^{-4}$	$2,2 \times 10^{-4}$	$1,9 \times 10^{-4}$	$5,8 \times 10^{-5}$
Les émissions dans l'air (kg/UF)	$1,98 \times 10^{-7}$	$1,81 \times 10^{-7}$	$1,52 \times 10^{-7}$	$1,03 \times 10^{-7}$	$0,82 \times 10^{-7}$

Dans ce cas, une illustration est présentée sur la figure 5.10 montrant une importante différence de comportement environnemental entre les différents cas de figure. Il apparaît clairement qu'un temps de traitement dépassant les 105 s engendre un impact environnemental très important (tout en restant dans des valeurs très faibles par rapport au procédé conventionnel et d'ablation laser). Cet impact diminue avec la diminution du temps de traitement du laser de texturation. Il apparaît aussi clairement que les trois composantes de l'impact c'est-à-dire la santé humaine, l'écosystème et les ressources sont toutes sensibles au temps de traitement. L'impact global peut varier de 79 % en passant d'une extrême à une autre. Cette différence est due à la consommation électrique qui passe d'une valeur de  $5,9 \times 10^{-4}$  kWh à une valeur de  $5,8 \times 10^{-5}$  kWh. L'impact de la production d'électricité ainsi que la consommation lors du traitement se retrouvent principalement sur l'écosystème avec une baisse de 87 % qui suit de très près la santé humaine (qui diminue de 85 %). En dernier, vient l'impact sur les ressources qui diminue avec la diminution du temps de texturation de 70 %.



**Figure 5.10.** Impact environnemental pour le procédé de texturation laser à différents temps de traitement.

La diminution de l'impact environnemental par une réduction du temps de traitement est donc très favorable. Mais dans le cadre de cette étude, cela n'est pas suffisant car l'enjeu majeur est une meilleure adhérence du dépôt et non une diminution du temps de traitement.

Pour cela, une étude comparative des impacts environnementaux pour différentes valeurs d'adhérence des dépôts élaborés sur substrats texturés par laser a été réalisée. Les différentes caractéristiques ainsi que les différentes ressources des cas étudiés sont présentées dans le tableau 5.9.

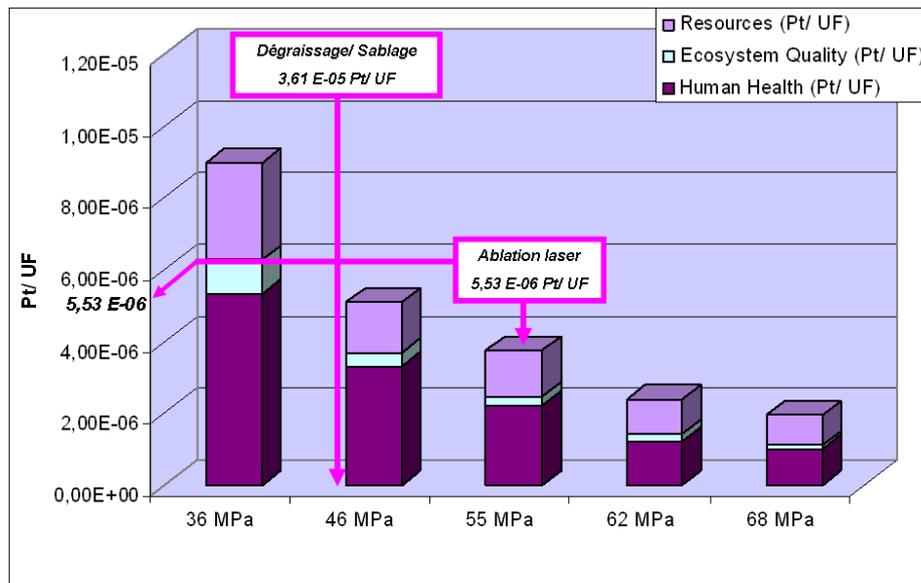
**Tableau 5.9.** Ressources nécessaires pour le procédé de texturation laser pour différentes adhérences du dépôt

<b>Ressources et énergies</b>	<b>Cas 1</b>	<b>Cas 2</b>	<b>Cas 3</b>	<b>Cas 4</b>	<b>Cas 5</b>
Adhérence (MPa)	36	46	55	62	68
Temps de traitement d'1 pion (s)	106,7	100,1	36,7	10,5	10,5
Puissance moyenne (W)	20	20	10	20	10
Consommation électrique (kWh)	$5,9 \times 10^{-4}$	$5,5 \times 10^{-4}$	$1,0 \times 10^{-4}$	$5,8 \times 10^{-5}$	$2,9 \times 10^{-5}$
Nombre de tirs par trou	166	444	111	26	26

Tous les cas se différencient par des adhérences dépôts/substrat, des temps de traitement, une puissance utilisée et le nombre de tirs par trou différents. La figure 5.11 présente les impacts environnementaux des différents cas.

A la vue de cette figure, il apparaît clairement que l'évolution de l'adhérence entre le dépôt et le substrat texturé au laser est inversement proportionnelle à l'évolution de l'impact environnemental du procédé de texturation. Pour une valeur d'adhérence de 68 MPa, (qui dans le cas de cette étude est la meilleure valeur d'adhérence obtenue), le plus faible impact environnemental est obtenu. Cela s'explique par une très forte énergie d'impulsion avec un nombre de tirs très faible et donc un temps de traitement très court. La consommation des ressources diminue de 85 % avec une énergie d'impulsion maximale et un temps de traitement très court.

En ce qui concerne l'écosystème et l'impact sur la santé, ils diminuent simultanément de 90 % et 88 % pour des valeurs variant de 36 MPa à 68 MPa. Cette forte évolution dans la diminution des deux impacts peut être due à la diminution des émissions dans l'air.



**Figure 5.11.** Impact environnemental pour différentes adhérences de dépôts sur des substrats texturés au laser.

L'obtention de ces résultats est très favorable dans le cadre de cette étude. Une diminution de l'impact environnemental accompagnée d'une meilleure valeur d'adhérence (chapitre 3) est

largement supérieure aux résultats proposés par le procédé conventionnel. Mais cela n'est pas sans conséquence. Il faut savoir en effet qu'un traitement de texturation de surface à très forte énergie d'impulsion durant un temps très court peut provoquer un effet thermique dont les chapitres 3 et 4 ont déjà mis en évidence certains effets négatifs.

## 5. Conclusion

Dans le cadre de cette étude, les impacts environnementaux des trois procédés de préparation de surface avant projection thermique ont été comparés.

Les différents composants «entrants», ou «sortants» de chaque étape du cycle de vie ont été inventoriés principalement dans des bases de données (éco-indicateurs). Mais dans plusieurs cas l'obtention des coefficients reste très difficile en partie pour des raisons de mise à jour de données, de confidentialité... Pour cela, les étapes et les hypothèses de l'analyse du cycle de vie des différents composants formant chaque procédé doivent être bien définies.

Ce chapitre a présenté les impacts environnementaux de différents procédés de préparation de surfaces avant projection thermique. Ces résultats sont le fruit d'un inventaire des différents composants de chaque procédé, les paramètres, les matières premières et leur fin de vie.

L'étude a montré que le procédé de préparation de surface conventionnel peut être facilement remplacé par les procédés laser d'une part grâce à un impact sur l'environnement très faible et d'autre part parce qu'ils induisent une meilleure adhérence du revêtement sur le substrat. Une réduction d'impact de plus de 99 % est observée lors du passage du procédé conventionnel aux procédés laser.

Toutefois, la texturation laser reste plus respectueuse de l'environnement de 20 % par rapport à l'ablation laser avec une adhérence des revêtements de 20 % supérieure.

Cependant, un compromis a été trouvé entre l'adhérence des revêtements, les temps de texturation, les énergies impliquées et l'impact environnemental. Le résultat obtenu est très satisfaisant pour les objectifs de cette étude. Ils ont montré qu'une énergie de traitement importante mais dans un temps de traitement très réduit conduit à une meilleure adhérence des dépôts et surtout à un impact sur l'environnement plus faible.

## Références bibliographiques

- [1] <http://www.iso.org/iso/search.htm?qt=iso+14044&searchSubmit=Search&sort=rel&type=simple&published=on>, Janvier 2011.
- [2] L. Grisel , P. Osset «L'analyse du cycle de vie d'un produit ou d'un service- Applications et mise en pratique», AFNOR ,2004.
- [3] E. Harscoet and D. Froelich, “Use of LCA to evaluate the environmental benefits of substituting chromic acid anodizing (CAA)”, J. Clean. Prod., 16(12), p 1294-1305, 2007.
- [4] <http://www.industrie.com/it/environnement/familiarisez-vous-avec-l-acv.11178>, Mai 2011.
- [5] E. Benetto,«Analyse du cycle de vie - Réalisation de l’inventaire», Techniques de l’ingénieur, Réf G5510, 2005.
- [6] N. Serres, «Eco-conception de traitements de surface: comment concilier performances environnementales et performances techniques», INSA de Strasbourg, 2010.
- [7] J. M. Jancovici, «Bilan Carbone – Guide des facteurs d’émissions - Calcul des facteurs d’émissions», Ademe, 2007.
- [8] A. Ruud, W. M. Lafferty, R. Marstrander, O. M. Larsen, «Exploring the conditions for adapting existing techno-industrial processes to ecological premises: A summary of the CondEcol project», Centre for Development and the Environment (SUM), 2007.
- [9] <http://lca.jrc.ec.europa.eu/lcainfohub/toolList.vm>, Mai 2011.
- [10] C. P. Siegenthaler, A. Beaunschwig, G. Oetterli, S. Furter, “LCA software guide 2005-market overview-software portraits”, OBU, ISBN: 3-908233-29-1, 2005.
- [11] PRé Consultants, bv Plotterweg 12, 3821 BB Amersfoort The Netherlands, website: [www.pre.nl](http://www.pre.nl).
- [12] M. Personne, «Contribution à la méthodologie d’intégration de l’environnement dans les PME-PMI: évaluation des performances environnementales», thèse de doctorat, INSA Lyon, 1998.
- [13] R.U. Ayres, «Metals recycling: economic and environmental implications», Resources, Conservation and Recycling, 21 (1997) 145-173.
- [14] [http://www.bape.gouv.qc.ca/sections/mandats/ap50\\_rio\\_tinto\\_alcan/documents/DA3.pdf](http://www.bape.gouv.qc.ca/sections/mandats/ap50_rio_tinto_alcan/documents/DA3.pdf), Juin 2011.

- [15] Rio Tanto Alcan, «De la bauxite à l'alumine et à l'aluminium», Géoscience pour une terre durable, 2008. ([www.mineralinfo.org](http://www.mineralinfo.org)).
- [16] C. Coddet, M. Louis, and T. Marchione, «Process for the preparation and coating of a surface». 1997, Inst. Polytechnique Sevenans DE. (FR), Irepa Laser (FR) United States Patent 5688564.
- [17] A. Lamraoui, S. Costil, C. Langlade, C. Coddet, «Laser surface texturing (LST) treatment before thermal spraying: A new process to improve the substrate-coating adherence», Surface and Coatings Technology, Vol. 205, pp.S164-S167, 2010.
- [18] Nations Unies, «Protocole de Kyoto à la convention – cadre des nations sur les changements climatiques», GE.05-61647 (F) 070605 090605, 1998.
- [19] France nature environnement, «Le droit international et européen en matière de qualité de l'air», [www.fne.asso.fr/transfert/air/page\\_air\\_a5.pdf](http://www.fne.asso.fr/transfert/air/page_air_a5.pdf).
- [20] L'appel de Paris, «Santé et pollution, dans L'Ecologiste», n°13, Vol 5 (2), 2004, <http://appel.artac.info/>
- [21] S. Le Pochat, «Intégration de l'éco-conception dans les PME: proposition d'une méthode d'appropriation de savoir-faire pour la conception environnementale des produits». Thèse de l'ENSAM de Paris (2005).

## Conclusion générale

Cette étude s'inscrit dans le cadre du projet ECOSURF<sup>4</sup>, projet de recherche sur le développement de revêtements par voie sèche plus respectueux de l'environnement.

Ce travail avait pour objectif d'étudier un procédé de préparation de surface par texturation laser en vue de se substituer aux procédés de préparations conventionnelles (qui consistent en un dégraissage et un sablage de la surface) avant l'élaboration d'un dépôt par projection thermique.

Après un bref rappel des différents procédés de préparation de surface mis en œuvre dans le domaine de la projection thermique, le premier chapitre s'est intéressé principalement aux différents mécanismes induits, leurs impacts chimique et/ou mécanique sur la surface du substrat ainsi que leurs effets sur l'adhérence des revêtements. Dans un deuxième temps, le laser de texturation retenu lors de cette recherche a été présenté, ainsi que les différents paramètres opératoires employés aussi bien pour le processus de texturation que celui de projection thermique et les outils de caractérisation.

La méthodologie suivie dans cette étude a présenté les différentes étapes suivantes:

- l'évolution morphologique du substrat après texturation laser;
- l'influence mécanique de la texturation de surface;
- l'influence chimique de la texturation de surface;
- et l'effet de ce procédé sur la tenue interfaciale substrat/ dépôt.

Afin de suivre ces différentes étapes, le troisième chapitre a permis d'observer l'effet des différents paramètres laser sur le matériau. D'un point de vue morphologique, des différences ont été observées suivant la fréquence de tirs du laser, sa puissance, sa vitesse de déplacement ainsi que l'espacement entre les trous (résolution). Les modifications observées sur le substrat d'aluminium alors peuvent se traduire par:

- une ablation de la matière à la surface du substrat formant des cavités bien ordonnées;
- la formation de bourrelets autour des cavités dus à l'éjection de la matière fondue;
- des diamètres ainsi que des profondeurs de trous très variés.

Au travers cette étude, il a été constaté qu'en plus des paramètres laser, les caractéristiques du substrat jouaient aussi un rôle important lors de l'interaction laser / matière, tels que:

- les propriétés optiques des substrats;
- les propriétés thermiques.

La diversité des phénomènes induits par les différents paramètres a été le déclencheur de leurs exploitations à travers la méthode du plan d'expériences. Cette approche a permis d'évaluer l'influence des paramètres laser sur le processus de texturation laser en un minimum d'essais. Pour cela, quatre paramètres ont été retenus comme la fréquence de tir, la puissance du laser, la distance entre les trous et la vitesse de déplacement. Des combinaisons entre ces différents

---

<sup>4</sup> ECO-CONCEPTION ET TRAITEMENTS DE SURFACE PAR VOIE SECHE (ECOSURF), projet développé en collaboration avec le laboratoire d'ingénierie des surfaces (LISS) de l'INSA de Strasbourg, l'IREPA Laser et le laboratoire LERMPS de l'UTBM

paramètres ont été déterminées entre leurs valeurs maximales et minimales de fonctionnement.

Au travers de ces différentes combinaisons, des indicateurs de performances ont été déduit, observés et mesurés tels que: le diamètre des trous, leur profondeur (et donc leur volume), le volume des bourrelets, le volume évaporé, la rugosité de surface, la ténacité et l'adhérence du revêtement au substrat. Un certain nombre d'informations a alors été obtenu et fait ressortir que la puissance ainsi que la résolution (distance entre trou) engendrent 80 % des modifications induites à la surface du substrat. La combinaison de la fréquence et de la résolution vient en troisième position de ces statistiques.

Ainsi, à l'aide de ces outils de calcul, une optimisation du procédé de préparation de surface par texturation laser pour une amélioration de l'adhérence a alors été menée. Une solution moyennant la plus faible fréquence laser, la plus forte puissance, une vitesse de déplacement moyenne et un fort espacement entre les cavités a pu permettre d'atteindre une adhérence dépassant 65 MPa et une ténacité supérieure à  $10 \text{ MPa/m}^{1/2}$ .

Néanmoins, il a été montré qu'un tel traitement de surface par laser engendre aussi une élévation de la température suivie d'un refroidissement assez rapide de la surface du matériau. Un phénomène d'oxydation du substrat peut alors apparaître dès lors que les traitements sont réalisés sous atmosphère ambiante.

C'est pourquoi, une dernière étude s'est focalisée sur l'analyse par modélisation 3D de la propagation du flux de chaleur dans le substrat. Ceci a été réalisé à l'aide du logiciel ABAQUS, à travers un modèle très simplifié du phénomène de texturation.

Les calculs ont montré que pour un traitement à 10 W, la température de fusion de l'aluminium est dépassée et que les dimensions des cavités correspondent à celles obtenues expérimentalement. Les mêmes observations dans le cas d'un traitement à 20 W avec en plus une élévation de la température jusqu'à la température de vaporisation de l'aluminium ont de plus été réalisées.

Enfin, si l'effet bénéfique d'un tel traitement de surface par laser a bel et bien été démontré en comparaison avec les procédés conventionnels, l'impact environnemental de ces nouveaux traitements devait aussi être pris en considération. Pour ce faire, une étude comparative a donc été menée entre les procédés conventionnels, la texturation de surface par laser et l'ablation laser au travers du procédé PROTAL<sup>®</sup>. Par une approche de calculs d'impacts à l'aide du logiciel Simapro (Version 7.1, [www.pre.nl](http://www.pre.nl)), les résultats ont montré clairement un écart important entre les procédés conventionnels et les procédés de traitements par laser (ablation et texturation).

Il est apparu en effet que l'impact environnemental du sablage/dégraissage est 85 % plus élevé que celui du procédé d'ablation laser et 95 % plus important que celui de la texturation laser. Cette différence entre les deux technologies laser peut éventuellement être expliquée par les évolutions technologiques des deux procédés comme les moyens de refroidissement par exemple.

Malgré les résultats et les différentes informations obtenues dans ces travaux de recherche, l'étude de la texturation de surface reste encore très incomplète. D'autres perspectives de travaux peuvent alors être envisagées comme:

- approfondir l'étude de l'effet de la texturation laser sur le comportement en fatigue du substrat : Les premiers résultats disponibles laissent présager une baisse de la tenue en fatigue dans le cas d'une surface texturée amenant le maximum d'adhérence. Si cette tendance se confirme (essais en cours), il faudra alors examiner les possibilités de compromis entre tenue à la fatigue et adhérence acceptable ou limiter l'application de cette technique de prétraitement à des composants pour lesquels la tenue en fatigue n'est pas un élément crucial.
- appliquer le procédé de texturation à d'autres types de matériaux: Les résultats acquis lors de ce travail sur les substrats aluminium semblent très prometteurs et il est donc naturel d'envisager l'application de la texturation laser à d'autres substrats métalliques. Ceci nécessitera très certainement l'étude détaillée des phénomènes d'oxydation et de transformation de phase possibles.
- la prise en compte des différents facteurs mécaniques, thermiques, pression de recul dans le modèle numérique pour une meilleure superposition avec l'expérimental: Le modèle très simplifié utilisé semble pouvoir permettre de prédire correctement les diamètres des cavités. En ce qui concerne la profondeur des trous, l'incertitude sur le nombre réel de tir doit préalablement être levée avant de conclure sur la pertinence du modèle ou d'en proposer une amélioration. Ceci devrait être réalisé prochainement par un meilleur pilotage du faisceau laser. Dans tous les cas, l'intégration dans le modèle de la pression de recul, l'utilisation de données physiques évoluant avec la température (coefficient d'absorption) et la prise en compte des changements de phase et des chaleurs latentes associées permettraient d'obtenir un modèle plus réaliste et précis.



## Résumé

La préparation de surface avant projection thermique est une étape très importante pour l'adhérence des revêtements. Conventionnellement, le dégraissage et le sablage sont les deux procédés utilisés pour ce type de préparation, mais l'impact environnemental important de ces procédés conventionnels, ainsi que les coûts désormais associés, et la modification des propriétés des matériaux ductiles ont mené au développement de nouvelles méthodes.

Le procédé de texturation par laser est alors apparu comme une alternative intéressante et "propre" à la technique conventionnelle. Ce procédé permet la préparation de la surface par ablation de la matière jusqu'à création de microcavités de forme conique à la surface du substrat. Cette texturation permet alors d'augmenter la surface de contact entre le matériau et le revêtement et de mieux ancrer mécaniquement le dépôt. Ce procédé permet également le traitement de la surface dans un temps très court, et surtout il n'engendre aucun déchet dans l'environnement.

L'approche suivie dans cette étude, a permis de caractériser les effets de chaque paramètre opératoire du laser à travers un protocole d'optimisation par plan d'expériences. La démarche consiste, tout d'abord à apprécier le niveau de modifications morphologiques de la surface du substrat, ainsi que l'effet thermique induit par l'irradiation laser avant d'évaluer les performances des texturations réalisées en termes adhérence et de ténacité d'interface. Cette approche a pour objectif de définir les conditions opératoires qui proposent la meilleure adhérence du revêtement et a permis d'atteindre des niveaux supérieurs à ceux proposés par le procédé conventionnel.

Enfin, l'analyse de l'impact environnemental du procédé de traitement de surface par texturation laser permet de définir le niveau de respect de l'environnement, de la santé ainsi que l'écosystème du procédé en comparaison au procédé conventionnel.

## Abstract

The surface preparation before thermal spraying is a very important step for coating adhesion. Conventionally, degreasing and sandblasting are the two processes used for this surface pretreatment, but the significant environmental impact of these conventional methods, their costs and the possible modification of the properties of ductile materials lead to the development of new methods.

The laser texturing process appears as an attractive and "clean" alternative to the conventional technique. The method allows the surface preparation by ablation of material to create micro cavities with a conical shape at the surface of the substrate. This texturing process will increase the surface of contact between the substrate surface and the coating and lead to a better mechanical anchoring of the coating. This process also allows the pretreatment of the surface in a very short time without generating any waste.

The approach followed in this study aims at characterizing the effects of each operating parameter of the laser through a optimization protocol by experimental design strategy. The approach consists in assessing the level of modifications of surface substrate morphology as well as the thermal effect induced by laser irradiation before evaluating the performance of

texturing by carrying out tenacity and interface adhesion tests. This approach aims at determining the operating conditions that provide the best adhesion of the coating and allow to reach adherence levels higher than those proposed by the conventional methods.

Finally, analysis of the environmental impacts of the laser texturing pretreatment process is used to define its effect on the environment, health and ecosystem in comparison with the conventional methods.